

Wena de Nazaré do Rosário Martel

Estudo da interface de fibras de curauá em diferentes matrizes cimentícias

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pósgraduação em Engenharia Civil do Departamento de Engenharia Civil e Ambiental da PUC-Rio.

Orientador: Prof. Flávio de Andrade Silva

Rio de Janeiro Março de 2019



Wena de Nazaré do Rosário Martel

Estudo da interface de fibras de curauá em diferentes matrizes cimentícias

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo.

Prof. Flávio de Andrade Silva Orientador Departamento de Engenharia Civil e Ambiental – PUC-Rio

Prof. Daniel Carlos Taissum Cardoso Departamento de Engenharia Civil e Ambiental – PUC-Rio

Dr^a. Lourdes Maria Silva de Souza

Instituto Tecgraf – PUC-Rio

Prof. Dimas Alan Strauss Rambo

Departamento de Engenharia Civil – USJT

Rio de Janeiro, 29 de março de 2019.

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem a autorização da universidade, da autora e do orientador.

Wena de Nazaré do Rosário Martel

Graduada em Engenharia Civil pela Universidade Federal do Pará – UFPA – em 2016. Principais áreas de interesse: Materiais compósitos, fibras naturais, adições minerais.

Ficha Catalográfica

Martel, Wena de Nazaré do Rosário

Estudo da interface de fibras de curauá em diferentes matrizes cimentícias / Wena de Nazaré do Rosário Martel; orientador: Flávio de Andrade Silva; – 2019.

133 f.: il. color.; 29,7 cm.

Dissertação (mestrado)–Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, 2019.

Inclui bibliografia.

1. Engenharia Civil e Ambiental – Teses. 2. Compósitos. 3. Fibras Naturais. 4. Curauá. 5. Tratamentos superficiais I. Silva, Flávio de Andrade. II. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia Civil e Ambiental. III. Título.

CDD: 624

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1712777/CA

À minha mãe Luiza e ao meu namorado Danniel, Por todo amor, atenção e apoio.

Agradecimentos

Ao meu orientador, Flávio de Andrade Silva, deixo aqui minha imensa gratidão por todo o aprendizado compartilhado, pelos crescimentos profissional e pessoal, apoio e incentivo. Sem dúvida, sua contribuição foi a raiz que me fincou no mundo da pesquisa científica. Muito obrigada por sempre acreditar no meu trabalho.

A PUC-Rio, pelos auxílios concedidos, sem os quais este trabalho não poderia ter sido realizado.

Parte de minha pesquisa foi desenvolvida no Laboratório de Materiais e Estruturas da PUC-Rio, e lá encontrei não somente suporte técnico e moral, como laços de amizades com os técnicos do laboratório: Euclides, José Nilson, Marques, Rogério, Bruno e Carlos. A eles minha eterna gratidão e amizade. A todos os estagiários do laboratório que sempre estiveram dispostos a ajudar, em especial, Igor e Mauro. Agradeço a todo o corpo docente e equipe de funcionários da PUC-Rio pela infraestrutura, acolhimento e pela oportunidade de aprimoramento profissional e amadurecimento pessoal que me proporcionaram, com seu auxílio e filosofia de ensino. A equipe do Laboratório de Engenharia Química e Materiais, Professor Ricardo, Ana e Sônia, cujo o apoio foi de grande importância. Aos professores de outras universidades, que forneceram apoio técnico, material e disponibilidade em ajudar a todo momento, Professor Ederli Marangon (Unipampa) e Professor Dimas Alan Strauss Rambo (USJT).

Agradeço também às amizades que foram essenciais ao longo dessa jornada, em especial os amigos Isabela, Hélder, Kissila, Victor, Siliani, Vinicius e Tathiana. Grandes engenheiros civis e futuros grandes pesquisadores que compartilharam tanto momentos bons, quanto difíceis e que sempre estiveram ao meu lado para me levantar. A todos os amigos do laboratório e amigos de classe, meu muito obrigada. Guardo todos no coração.

Agradeço a minha mãe Luiza, meus avós Dora e Waldemar, minha tia Necy, meu namorado Danniel e toda a minha família pelo seu amor incondicional. Por estarem sempre perto, mesmo fisicamente longe, para me encorajar, me apoiar e me dar forças a todo o momento. Obrigada por me porem em suas orações e por acreditarem nas minhas escolhas, mesmo quando elas me guiaram a deixar minha casa, meu estado, meus amigos e familiares. A minha irmã Maria Eduarda, por sempre me inspirar a ser uma melhor pessoa e irmã. Aos amigos da vida que carrego sempre comigo aonde quer que eu esteja, Stephany, Alice, Ada, Ana Luíza e Rodrigo, por serem meu porto seguro e refúgio, e por acompanharem com carinho cada passo desta trajetória.

A Lafarge Holcim, Riomix e Viapol pelo fornecimento de material para a pesquisa.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001

Resumo

Do Rosário Martel; Wena de Nazaré; de Andrade Silva, Flávio (orientador); Estudo da interface de fibras de curauá em diferentes matrizes cimentícias. Rio de Janeiro, 2019. 133p. Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

O presente trabalho apresenta um estudo do comportamento mecânico e de interface de compósitos cimentícios reforçados com tecido unidirecional de fibra de curauá. Os compósitos foram produzidos com matrizes constituídas de adições minerais pozolânicas distintas: sílica da casca de arroz, cinza do bagaço de cana e metacaulim. Realizou-se o tratamento superficial da fibra com impregnação de dois materiais abrasivos em adesivo époxi: óxido de alumínio e areia. As propriedades reológicas e mecânicas das matrizes, foram obtidas através de ensaios de consistência Flow table e resistência à compressão, respectivamente. Para a análise da reatividade das adições, realizaram-se ensaios de índice de atividade pozolânica, balizados em princípios químicos e mecânicos. A avaliação do desempenho mecânico e micro-estrutural dos compósitos foi feita por meio de ensaios de tração direta e flexão a quatro pontos. A morfologia e comportamento mecânico da fibra, mecanismos de interação fibra-matriz e características da zona de transição interfacial (ITZ) foram verificados mediante imagens de microscópio eletrônico de varredura (MEV), ensaios de *pull-out* e de tração direta do filamento e do tecido. Os resultados indicaram que é possível a produção de compósitos de alto desempenho com reforço de fibra natural. Em específico, o metacaulim viabilizou compósitos com as melhores performances mecânicas e características de interface, sendo a matriz selecionada para o reforço com as fibras tratadas. O tratamento da superfície mostrou-se eficaz no aumento da rigidez da fibra e, por consequência, do tecido. Além de melhorar a aderência fibra-matriz e torná-la hidrofóbica. No entanto, a alta aderência atingida conferiu aos compósitos a redução da ductilidade e tenacidade, juntamente com a melhoria da resistência à flexão. Neste trabalho, objetivou-se apresentar alternativas de tecnologias renováveis, de baixo custo e impacto ambiental, fatores chaves no desenvolvimento de materiais de construção civil, através do aprofundamento do estudo do reforço de fibra de curauá, e do desempenho de diferentes resíduos agroindustriais empregados na matriz, juntamente com os respectivos tratamentos superficiais na fibra.

Palavras-chave

Compósitos cimentícios; adições pozolânicas; fibra de curauá; tratamentos de superfície.

Abstract

Do Rosário Martel; Wena de Nazaré; de Andrade Silva, Flávio (Advisor); **Study of the interface of curauá fibers in different cementitious matrices.** Rio de Janeiro, 2017. 133p. Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

The present work presents a study on the mechanical and interfacial behavior of cementitious composites reinforced with unidirectional curauá fabric. The composites were produced with matrices made of distinct pozzolanic mineral additions: rice husk silica, sugarcane bagasse ash and metakaolin. The surface treatment of the fiber was carried out with impregnation of two abrasive materials in epoxy adhesive: aluminum oxide and sand. The rheological and mechanical properties of the matrices were obtained through tests of consistency, flow table, and compressive strength, respectively. For the reactivity's analysis of the additions, pozzolanic activity index tests were performed, based on chemical and mechanical principles. The evaluation of the mechanical and microstructural performance of the composites was done by means of direct tensile tests and fourpoint bending. The morphology and mechanical behavior of the fiber, fiber-matrix interaction and interfacial transition zone (ITZ) characteristics were verified by scanning electron microscopy (SEM) images, pull-out and direct tensile tests of the filament and fabric. The results indicated that it is possible to produce high performance composites with natural fiber reinforcement. Specifically, the use of metakaolin resulted in composites with the best mechanical performances and interface characteristics, and the matrix was selected for the reinforcement with the treated fibers. The surface treatment proved to be effective in increasing fiber stiffness and, consequently, the fabric, in addition to improving fiber-matrix bond, rendered it a hydrophobic behavior. However, the high bond achieved gave the composites the reduction of ductility and toughness, along with the improvement of flexural strength. The objective of this study was to present alternatives to renewable technologies, low cost and environmental impact, key factors in the

development of civil construction materials, through the deepening of the study of fiber reinforcement of curauá, and the performance of different agroindustrial residues used in together with the respective surface treatments on the fiber.

Keywords

•

Cementitious composites; pozolanic admixtures; curauá fiber; superficial treatments.

Sumário

1. Introdução	21
1.1. Motivação	
1.2. Objetivos	
1.3. Estrutura da dissertação	25

2. Revisão bibliográfica2	21
2.1. Fibras naturais2	21
2.1.1. Morfologia e composição química2	21
2.1.2. Propriedades físicas e mecânicas	28
2.1.3. Durabilidade e degradação química	\$2
2.2. Compósitos reforçados com fibras naturais	\$4
2.2.1. Compósitos reforçados com fibra de curauá	8
2.2.2. Matriz cimentícia4	1
2.3. Adições minerais4	2
2.3.1. Pozolanas	3
2.4. Tratamentos superficiais na fibra4	8

3. Desenvolvimento e caracterização dos materiais	55
3.1. Introdução	55
3.2. Matriz cimentícia	53
3.2.1. Aglomerantes	53
3.2.2. Areia	60
3.2.3. Dosagem e processamento das matrizes	61
3.2.4. Propriedades no estado fresco	.63

3.2.5. Propriedades no estado endurecido	67
3.3. Fibra de curauá	70
3.3.1. Fornecimento e armazenamento da fibra	70
3.3.2. Lavagem e secagem	72
3.3.3. Tratamento do tecido de curauá	73
3.3.4. Microestrutura	75
3.3.5. Tração da fibra	78
3.3.6. Tração do tecido	80
3.3.7. Sorção e dessorção	.83
3.3.8. Conclusões	85

4. Comportamento mecânico de compósitos cimentícios reforçados
com tecido unidirecional de fibra de curauá87
4.1. Introdução
4.2. Procedimento experimental
4.2.1. Fabricação dos compósitos
4.2.2. Comportamento mecânico
4.2.3. Interface
4.3. Resultados e discussão
4.3.1. Ensaios de flexão
4.3.2. Ensaios de tração no compósito102
4.3.3. <i>Pull-out</i> da fibra107
4.3.4. <i>Pull-out</i> do tecido
4.4. Conclusões

5. (Conclusões e trabalhos futuros	112
- 4		110
5.1		112

5.2. Sugestões de trabalhos futuros
6. Referências bibliográficas118

Lista de Figuras

Figura 1.1 – Variações da planta de Curauá: (a) Branca; (b) Roxa [1324
Figura 2.1 – Morfologia da seção transversal das fibras naturais - (a)
curauá; (b) juta; (c) sisal [6]28
Figura 2.2 – Micrografia eletrônica de varredura de diferentes seções
longitudinais da fibra de curauá [28]29
Figura 2.3 – Influência da geometria da fibra ensaiada no
comportamento mecânico. (a) diâmetro; (b) gauge-length [28]31
Figura 2.4 – Curva tensão versus deformação com as contribuições
da matriz de concreto armado, das fibras e do compósito [5]35
Figura 3.1 – Granulômetro CILAS 109054
Figura 3.2 – Curva granulométrica do cimento e das adições minerais.
Figura 3.3 – Procedimento de aquecimento e agitação das amostras:
a) aferimento da temperatura da solução; b) amostras atingiram
estabilidade térmica
Figura 3.4 – Continuação do experimento após 18 horas em
aquecimento e agitação: a) homogeneização após adição da solução
de sacarose; b) arranjo experimental da filtragem; c) filtragem da
amostra de metacaulim; d) pipetagem da amostra para titulação; e)
titulação com HCL padronizado58
Figura 3.5 – Curva granulométrica do agregado miúdo61
Figura 3.6 – Mistura e produção da argamassa63
Figura 3.7 – Curva típica do ensaio de calorimetria isotérmica da
amostra CPV, ilustrando as fases da reação do cimento [96]64
Figura 3.8 – Curva taxa de liberação de calor versus tempo65
Figura 3.9 – Etapas do ensaio de flow table: a) Despejo da argamassa
no tronco de cone; b) e c) medição do espalhamento66
Figura 3.10 – Arranjo experimental do ensaio de compressão68
Figura 3.11 – Resultados do ensaio de resistência à compressão69

Figura 3.12 – Beneficiamento da fibra de curauá: a) Plantação cruzada de curauá e Paricá; b) colheita das folhas; c) máquina desfibradeira; d) fibras em processo de secagem.71 Figura 3.13 – Seção transversal da folha de curauá em microscópio estereoscópio......72 Figura 3.14 – Processo de separação dos filamentos de curauá: a) Figura 3.15 – óxido de alumínio e areia utilizados no tratamento do tecido de curauá......74 Figura 3.16 – Processo de aplicação do tratamento de óxido de alumínio: a) aplicação do adesivo epóxi; b) pulverização do óxido de Figura 3.17 – Preparação das amostras: a) máquina que realiza a deposição de ouro nas amostras; b) fibras fixadas no aparato circular do MEV; c) amostras posicionadas no MEV.76 Figura 3.18 – Micrografia da fibra de curauá com e sem tratamento: a) seção transversal da fibra sem coating ; b) superfície rugosa da fibra sem coating; c) seção transversal da fibra com coating; d) superfície lisa da fibra com coating;.....77 Figura 3.19 – Ensaio de tração direta da fibra: a) fibra fixada no centro Figura 3.21 – Arranjo experimental do ensaio de tração no tecido.81 Figura 3.22 – Curva tensão versus deformação do ensaio de tração do tecido......82 Figura 3.23 – Curvas de variação de massa versus tempo: a) fibra natural (FN) e tratadas (OA); b) curva expandida das fibras com Figura 4.2 – a), b) e c) dimensões das camadas de reforço de uma Figura 4.3 – Molde para confecção dos compósitos e esquema de Figura 4.4 – Placas para ensaio de tração......90

Figura 4.5 – Moldagem das placas para ensaio de pull-out do tecido: a) posicionamento da camada de tecido de curauá sobre uma camada base de matriz; b) adição da última camada de matriz sobre o reforço c) placa moldada......91 Figura 4.7 – Arranjo experimental do ensaio de flexão a quatro pontos. Figura 4.8 – Arranjo experimental do ensaio de tração do compósito.....94 Figura 4.9 – Esquema de moldagem dos corpos de prova para ensaio de pull-out da fibra: a) fibras centralizadas nos moldes e fixas nas duas Figura 4.13 – Curva tensão versus deflexão das amostras MK40, Figura 4.14 – Curva tensão versus deflexão das amostras MK40, Figura 4.15 – Resposta dos compósitos MK40 ao ensaio de tração: a) curvas tensão versus deformação de todos os corpos de prova; b) representação esquemática das zonas de carregamento......104 Figura 4.16 – Curvas tensão versus deformação dos compósitos Figura 4.17 – Modo de ruptura observado no compósito MK_AR............ 106 Figura 4.18 – Padrão de múltipla fissuração observado nos compósitos MK40: a) compósito não ensaiado; b) e c) frente e verso do compósito ensaiado.107 Figura 4.19 – Curva força de arrancamento versus deslocamento das amostras MK40, SCA40 e CBC20.109 Figura 4.20 – Curva força de arrancamento versus deslocamento das amostras MK40, MK_OA e MK_AR.110 Figura 4.21 – Curva força versus deslocamento das amostras MK40,

Figura 4.22 – Curva força versus deslocamento das amostras MK40,	
MK_OA e MK_AR.	113

Lista de Tabelas

Lista de símbolos

a/c	Relação entre os conteúdos de água e		
	cimento, em massa.		
Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio		
AICI3	Cloreto de alumínio		
Ca(OH) ₂	Hidróxido de cálcio		
Na(OH)2	Hidróxido de sódio		
CaO	Óxido de cálcio		
CO ₂	Dióxido de carbono		
СН	Hidróxido de Cálcio		
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado		
H ₂ O	Água		
LVDT	Transdutor para medição de deslocamento		
	ou variação dimensional		
RPM	Rotações por minuto		
SiO ₂	Dióxido de silício		
SO4 ²⁻	Sulfato		

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1712777/CA

"Happiness can be found even in the darkest of times, If one only remembers to turn on the light" J. K. Rowling

1. Introdução

1.1. Motivação

O desenvolvimento de materiais para a construção civil que sejam provenientes de fontes renováveis, de baixo custo e que demandem reduzido consumo de energia para sua produção, são exigências fundamentais hoje em dia. Os problemas relacionados com as questões ambientais têm motivado extensa pesquisa sobre materiais sustentáveis em substituição aos materiais que necessitam de complexos processos industriais para sua produção, mobilizam vultuosos recursos financeiros e com alto custo energético [1].

Os compósitos cimentícios convencionais reforçados com aço, ferro e alumínio, além de consumirem recursos não renováveis, não são facilmente descartados no meio ambiente. A fim de solucionar tais problemas, ao longo dos últimos anos, aumentou-se a frequência de pesquisas voltadas à utilização de fibras obtidas a partir de fontes vegetais na fabricação de materiais compósitos naturais, isto é, compósitos reforçados com fibras naturais [2,3]. O propósito da incorporação de fibras está fundado no princípio da melhoraria das propriedades mecânicas do compósito de matriz frágil, como pasta de cimento, argamassa e concreto, após o surgimento das primeiras fissuras, culminando principalmente em melhor tenacidade e ductilidade [4,5].

Os compósitos reforçados com fibras naturais têm potencial para tornarem-se a melhor opção de material verde, minimizando o uso dos recursos naturais e impactos ambientais [6]. Devido à sua ampla disponibilidade, especialmente em países tropicais, essas fibras têm baixo custo, apresentam a grande vantagem de serem renováveis e, em comparação à maioria das fibras sintéticas, as fibras naturais requerem cerca de 20 a 40% de sua energia de produção [6,7]. Além dos benefícios ambientais, possuem uma combinação de propriedades mecânicas e físicas promissoras para uso como reforço em compósitos cimentícios, em substituição às fibras minerais e sintéticas [3] Segundo Fairbairn *et al.* [8], a indústria da construção civil emite elevada quantidade de gases tóxicos, principalmente o gás carbônico, CO₂, oriundo da produção de cimento, que é a matéria prima necessária para a confecção do concreto, o material de construção mais consumido no mundo. Em média, cada tonelada de cimento, produz uma tonelada de CO₂. Para reduzir as emissões, uma das alternativas é a substituição do clínquer por adições minerais que atuam como materiais cimentícios.

Os compósitos cimentícios reforçados com fibras naturais possuem como peculiaridade a necessidade da incorporação de adições minerais pozolânicas e/ou processos que consumam os álcalis presentes no cimento. Isso se dá pois as fibras naturais em ambiente alcalino, como o da matriz cimentícia, sofrem um processo de envelhecimento e degradação de seus componentes macromoleculares, principalmente pela solubilização da lignina e a desfibrilação da celulose devido ao depósito de produtos de hidratação, como o hidróxido de cálcio, Ca(OH)2, afetando suas propriedades mecânicas e durabilidade à longo prazo [9],[10]. Por esse motivo, é essencial modificar as características químicas da matriz, reduzindo sua alcalinidade através do consumo dos álcalis [11].

De modo geral, elevadas porcentagens de cimento Portland são substituídas por materiais pozolânicos, como metacaulim, sílica ativa, cinza volante, cinza da casca de arroz, entre outros. Em meio aquoso, as reações pozolânicas atuam consumindo o hidróxido de cálcio e produzindo silicato de cálcio hidratado, C-S-H, portanto, há uma redução considerável no consumo de cimento para a confecção de tais compósitos. Além disso, muitas vezes, as pozolanas são resíduos industriais ou agroindustriais não biodegradáveis e, por vezes, agressivos ao meio ambiente; logo, o seu aproveitamento representa uma alternativa de destinação final [12].

Os tratamentos superficiais na fibra surgem como outra possível abordagem para evitar a degradação da fibra natural em meio alcalino e melhorar a aderência fibra-matriz. Tratamentos químicos, como a utilização de álcalis, acetilação e silanação, são capazes de reduzir a natureza higroscópica de compostos lignocelulósicos pela introdução de grupos funcionais hidrofóbicos em sua estrutura química, bem como o aumento da rigidez e aderência na matriz [10][13]. Os tratamentos físicos, a exemplo da hornificação e impregnação polimérica, atuam modificando a estrutura celular das fibras, aumentando a rigidez da superfície e a durabilidade [6][14]. Esses tratamentos também promovem a melhoria da interface fibra-matriz ao modificar as características da zona de transição interfacial *(Interfacial tranzition zone, "ITZ")*. Isso ocorre devido à maior estabilidade volumétrica das fibras, já que os tratamentos reduzem a sua capacidade de absorção de água [15]. Os tratamentos superficiais são ferramentas que tornam prática a aplicação de fibras naturais em materiais compósitos, especialmente aqueles com matriz cimentícia. No entanto, ao incorporá-los, há um grande desafio de balancear as melhorias atribuídas nas propriedades da interface, sem aumentar significativamente o custo de produção do compósito [15].

A fibra em ênfase nesse trabalho é a fibra de Curauá, que é uma bromeliácea, do tipo ananás, *ananás erectipholius*, uma planta nativa originária da Amazônia, cuja folha, com comprimento médio de 1-1,6 m, produz uma fibra têxtil de natureza lignocelulósica [16],[17]. Segundo Soltán et al. [13], uma folha possui aproximadamente 100 g e rende em torno de 7 a 11% de fibras, em massa. Há apenas uma espécie de curauá, mas cinco variedades. As variedades mais comuns são "brancas", com folhas verdes claras, e "roxas", com folhas roxo-avermelhadas (Figura 1.1 a, b). Como dito anteriormente, é uma das fibras naturais mais promissoras em razão de propriedades a exemplo da resistência à tração e diâmetros reduzidos, que superam as propriedades de outras fibras naturais como as de coco, sisal e juta [17]. A fibra de curauá vem sendo adotada como substituta da fibra de vidro em compósitos poliméricos utilizados para manufatura de pecas de carro, como painéis de bordo e portas, na indústria automobilística [4] e tem mostrado potencial para reforçar diversos tipos de matrizes. Sua estrutura é mais fina do que a das fibras de sisal e de coco, possui custo significativamente menor comparado ao das fibras sintéticas, e pode apresentar propriedades mecânicas compatíveis com as fibras de vidro e polipropileno, dependendo do processamento [18].



Figura 1.1 - Variações da planta de Curauá: (a) Branca; (b) Roxa [13].

Os compósitos reforçados com curauá são materiais alternativos promitentes para a construção civil. Como aplicações possíveis pode-se citar: fachadas; elementos esbeltos; cascas e coberturas em geral. Pois esses compósitos apresentam resistência, tenacidade e baixas condutividades térmica e sonora, tornando-os adequados para tais situações [13][19].

Considerando a crescente demanda por esta fibra e o número limitado de estudos sobre suas propriedades mecânicas únicas, esta pesquisa se propõe a desenvolver materiais compósitos cuja matriz é constituída por cimento Portland e diferentes adições minerais, analisando as que melhor se adequam ao reforço fibroso de curauá, isto é, as que conferem melhor ductilidade e propriedades mecânicas. Além disso, investiga as melhorias na interface fibra-matriz frente aos tratamentos na superfície da fibra com impregnação de material arenoso e óxido de alumínio em adesivo époxi, tendo em vista o potencial de uso desses materiais na fabricação de componentes para a construção civil.

1.2. Objetivos

Os objetivos dessa pesquisa estão listados a seguir:

 Avaliar e comparar as respostas mecânicas de três tipos de compósitos cimentícios, constituídos de diferentes adições minerais, reforçados com tecido de curauá submetidos a ensaios de tração direta e flexão a quatro pontos.

 Realizar um estudo acerca das características da interface fibra-matriz para os diferentes tratamentos na superfície da fibra para melhoria da aderência e propriedades da ITZ.

- Categorizar o tipo de adição pozolânica mais adequada e compatível para a produção do compósito e o respectivo tratamento superficial na fibra.

Os objetivos descritos acima estão conectados entre si e visam o desenvolvimento de um compósito cimentício com fibra natural de baixo custo e reduzido impacto ambiental, promovendo não apenas o reaproveitamento de resíduos agroindustriais, mas a possibilidade de substituição de fibras sintéticas por fibra de curauá para aplicações não estruturais diversas, como placas pré-moldadas, painéis sanduíches, elementos de paredes finas, entre outros.

1.3. Estrutura da dissertação

O Capítulo 1 traz a introdução e os objetivos da pesquisa.

O Capítulo 2 apresenta uma revisão bibliográfica que contém informações científicas a respeito das fibras naturais, com ênfase no curauá, adições minerais pozolânicas e tratamentos superficiais na fibra. Por fim, cita alguns trabalhos que abordam o desenvolvimento de compósitos cimentícios reforçados com fibras de curauá.

O Capítulo 3 apresenta o processo de desenvolvimento e os resultados da caracterização das matrizes em suas diferentes composições, nos estados fresco e endurecido, bem como a caracterização das fibras nos estados: natural e tratado, em termos de resistência à tração, microestrutura e capacidade de sorção e dessorção.

O Capítulo 4 descreve o método de fabricação dos compósitos reforçados com tecido unidirecional de curauá e os resultados dos procedimentos experimentais de caracterização mecânica e da interação fibra-matriz.

O Capítulo 5 traz as conclusões do presente trabalho e sugestões para trabalhos futuros complementares ao mesmo.

2. Revisão bibliográfica

2.1. Fibras naturais

2.1.1. Morfologia e composição química

As fibras naturais para reforço de materiais cimentícios podem ser oriundas de base animal, mineral e vegetal [20]. As fibras de vegetais, também denomidadas celulósicas ou lignocelulósicas, podem ser extraídas diretamente da madeira ou do caule, folhas e sementes de várias plantas. Como exemplos de fibras coletadas do caule, tem-se as de linho, cânhamo e juta. As fibras foliares costumam possuir maior diâmetro que as de caule e, dentre os seus representantes, tem-se o sisal, abacá, abacaxi e curauá. As fibras obtidas a partir de sementes tendem a apresentar as piores propriedades mecânicas, como as fibras de algodão e coco [4][7].

As fibras vegetais podem ser encontradas em uma grande variedade de morfologias (diâmetro, razão de aspecto, comprimento e forma), que dependem das condições do ambiente natural, como o solo, incidênca de luz solar, água e ar [3]. As condições naturais do ambiente não são iguais em todo o mundo, e variam de um lugar para outro, de uma estação para outra, e essas variações influenciam o crescimento das plantas, logo, suas propriedades químicas e mecânicas [2]. Apesar das fibras naturais terem origens diversas e serem afetadas pelas características da região onde foram cultivadas, a estrutura morfológica e a base da composição química são bastante similares entre si, e consistem em sua maioria de: celulose, lignina e hemicelulose que compõem camadas distintas, e outros componentes em menores quantidades como pectina, óleos e ceras [1]. Na Tabela 2.1, pode-se verificar o percentual desses elementos na composição das fibras de curauá, juta e sisal, com dados obtidos em diferentes estudos, em intervalos do menor ao maior valor encontrados na literatura.

fibra	Celulose	Hemicelulose	Lignina	Referências
	(%)	(%)	(%)	
Curauá	58,5 - 73,6	5 – 23,8	7,5 – 14,7	[6][11,12]
Juta	33,4 - 71	15 – 22,7	8,4 - 28	[11,12]
Cânhamo	68 – 74,4	15 - 22,4	4 - 10	[2][13,14]
Sisal	60 - 73,11	11,5 - 25,7	8-12,1	[11,12] [15,16]

Tabela 2.1 – Composição química das fibras naturais.

A composição química das fibras naturais possui grande influência sobre suas propriedades mecânicas e durabilidade. Isso porque a celulose, hemicelulose e lignina são as principais responsáveis pela resistência, aderência e degradação das fibras [25]. A celulose, como podemos observar na Tabela 2.1, é o componente orgânico mais presente nas fibras naturais e o responsável por lhe conferir rigidez e resistência mecânica; portanto, assume um papel estrutural importante. A celulose é um polímero natural e em suas moléculas estão incluídas unidades de glucose ligadas entre si, formando longas cadeias que alinhadas formam as microfibrilas que possuem um arranjo tridimensional [2][26]. A hemicelulose é a principal responsável pela biodegradação, microabsorção e degradação térmica das fibras naturais. A lignina serve como adesivo químico dentro e entre fibras, como a "matriz" que circunda os filamentos de celulose e hemicelulose [2].

A própria fibra natural pode ser denominada como um compósito, devido à natureza complexa de sua microestrutura, composta principalmente de fibrilas de celulose, onde cada fibrila é segmentada em três partes principais: parede primária, secundária e lúmem. As fibrilas são envoltas na matriz de lignina e hemicelulose, estrutura denominada de lamela média, formando uma única célula individual da fibra [1]. Esses elementos formam um conjunto onde cada um possui sua característica e funcionalidade próprias. As paredes celulares são compostas por uma matriz de lignina e hemicelulose e microfibrilas, que são orientadas em diferentes direções. De acordo com Dittenber & Gangarao [7], tal orientação é denominada "ângulo microfibrilar", isto é, o ângulo médio em que as microfibrilas estão inclinadas em relação ao eixo do filamento. Resistência e rigidez são fatores inversamente proporcionais ao ângulo microfibrilar. Logo, quanto menor o ângulo,

maior resistência mecânica e no contrário, um maior ângulo normalmente resulta em maior ductilidade. O efeito combinado de celulose, hemiceluloses, lignina e ângulo microfibrilar dita as propriedades gerais das fibras naturais [16][20][25][27].

As fibras de cânhamo e as fibras de curauá exibem relativamente maior quantidade de celulose em comparação com fibras de sisal e juta. Além disso, de acordo com Soltan *et al.* [13], o ângulo microfibrilar e o grau de cristalinidade do sisal e do curauá são semelhantes entre si. Essas semelhanças no teor de celulose, ângulo microfibrilar e grau de cristalinidade, estão relacionadas com o desempenho mecânico superior dessas duas fibras, como será detalhado mais adiante.

Embora todas as fibras naturais tenham uma morfologia similar, o tamanho da parede celular, a espessura, a porosidade e a área da seção transversal podem variar de fibra para fibra, como mostra a Figura 2.1. A variação desses parâmetros resulta em diferentes comportamentos mecânicos [6].



Figura 2.1 - Morfologia da seção transversal das fibras naturais - (a) curauá; (b) juta; (c) sisal [6].

2.1.2. Propriedades físicas e mecânicas

Os parâmetros que determinam as propriedades físicas da fibra são: formato e dimensões da microestrutura dos filamentos, ângulo microfibrilar e espessuras das paredes da estrutura interna. Como explicado anteriormente, quanto menor o ângulo microfibrilar, ou seja, quanto mais alinhada a fibra for, maior a resistência e rigidez da mesma, enquanto ângulos maiores proporcionam maior ductilidade [22][25].

Em geral, as fibras naturais possuem baixa densidade e exibem variações consideráveis de diâmetro ao longo de seu comprimento o que afeta diretamente o seu módulo e resistência à tração (Figura 2.2) [7] [13]. As demais propriedades, tais como densidade, resistividade elétrica, etc. estão relacionadas à estrutura interna e composição química das fibras [22].



Figura 2.2 - Micrografia eletrônica de varredura de diferentes seções longitudinais da fibra de curauá [28].

As propriedades mecânicas dos compósitos reforçados com fibras curtas dependem de vários fatores que determinam a área de superfície disponível para a transmissão de tensões da matriz para as fibras [8]. Estes incluem os parâmetros geométricos das fibras (comprimento, diâmetro e razão de aspecto), orientação e distribuição das fibras na matriz [9]. Além disso, é importante salientar que a aderência das fibras à matriz é responsável pela eficiência da transferência de carga entre as fases [10].

Procedimentos experimentais específicos, como ensaios de resistência à tração e módulo de elasticidade, dependem da determinação da área de seção transversal de uma fibra individual. O procedimento mais adequad é determinar uma área de seção média, para calcular valores mais precisos de tensão [13]. A seção transversal variável ao longo do comprimento da fibra, é um dos fatores que induz resultados com intervalos significativos entre as pesquisas, como mostra a Tabela 2.2

Fibra	Densidade	Diâmetro	Resistência à	Módulo	Referência	
	(g/cm ³)	(µm)	tração (MPa)	(GPa)		
Curauá	1,4	7 - 10	500 - 1150	11,8 - 96	[2][29]	
					[16,17][30]	
Cânhamo	1,2 - 1,5	19,9	690 - 962,5	34 - 70	[2][20][24]	
					[31]	
Juta	1,3 - 1,49	20 - 200	249 - 800	26,5 - 43,9	[2][20][32]	
Sisal	1,33 - 1,5	8 - 200	363-700	17 - 22	[2][16,17]	
					[33,34]	

Tabela 2.2 – Propriedades físicas e mecânicas das fibras naturais.

Como pode-se observar, para um mesmo tipo de fibra há uma alta variabilidade entre os estudos tomados como referência. Essas variações, como dito anteriormente, são devido a vários fatores, como variação do diâmetro ao longo do comprimento da fibra, região e modo de cultivo da planta em questão. Além disso, deve ser levada em conta a metodologia de ensaio adotada por cada autor e as condições de ensaio como: taxa de velocidade, comprimento avaliado (*gauge-length*), umidade da fibra, temperatura e seção transversal em diferentes pontos avaliados.

Os estudos de Tomczak *et al.* [28] verificaram as variações nas propriedades mecânicas da fibra de curauá relacionadas ao diâmetro, comprimento ensaiado da fibra e a taxa de carregamento, como mostra a Figura 2.3. Para analisar a influência do diâmetro, o comprimento ensaiado da fibra foi mantido constante (20 mm) e as fibras com diferentes diâmetros foram tracionadas a uma taxa de deslocamento de 5 mm/min. A mesma taxa foi aplicada para a análise do comprimento ensaiado, mantendo fixo o diâmetro da fibra em 46 μ m.



Figura 2.3 - Influência da geometria da fibra ensaiada no comportamento mecânico. (a) diâmetro; (b) gauge-length [28].

É possível notar na Figura 2.3 que quanto maiores forem o diâmetro e o *gauge-length*, pior o comportamento mecânico da fibra de curauá, semelhante ao que ocorre com outras fibras naturais e sintéticas. Além disso, Tomczac *et al.* [28] também estudaram a influência da taxa de carregamento, onde a mudança de 5 mm/min para 50 mm/min, afetou somente a resistência à tração, promovendo um aumento de 178 para 217 MPa.

As boas propriedades mecânicas que a fibra de curauá possui são relacionadas ao seu alto teor de celulose, componente químico principal responsável pela rigidez da fibra [26]. A fibra de curauá apresenta comportamento linear com ruptura frágil, sendo quase constante até o ponto de ruptura [30]. Além disso, essa fibra tem um elevado grau de cristalinidade, de cerca de 67-75,6% [28][35], e, em comparação com as fibras de juta e sisal, maiores valores de resistência à tração, em torno de 5 a 9 vezes (cerca de 1100 MPa), podendo também alcançar módulos de elasticidade superiores [28],30]. Em relação à fibra de cânhamo, pode-se observar uma proximidade nas propriedades mecânicas (ver a Tabela 2.2) o que justifica as fibras de curauá terem mais potencial entre as fibras brasileiras tradicionais. Além disso, a atenção a elas tem aumentado para compensar a redução do cultivo de juta [28].

Devido a essas características, as fibras naturais vêm ganhando espaço e sendo cada vez mais competitivas com as fibras sintéticas. Esses materiais têm um mercado em constante crescimento, com o mercado norte-americano projetado para crescer de US\$ 155 milhões no ano 2000 para US\$ 1,38 bilhões até 2025 [21].

Algumas das principais propriedades mecânicas e valor econômico da fibra de curauá em comparação com outras fibras sintéticas encontram-se na Tabela 2.3.

Fibro	Densidade	Resistência à	Módulo à	Custo	Defenânciea
FIDFA	(g/cm ³)	tração (GPa)	tração (GPa)	(US\$/tons)	Kelerencias
Curauá	1,4	1,15	11,8 – 96	440	[20, 21]
Vidro	2,6	1,35	30	1.200-	[21]
Polipropileno	0,91	0,55 – 0,76	3,5	19.500	[36]
Carbono	1,8	1,71	130	12.500	[21]

Tabela 2.3 - Comparação das propriedades mecânicas e custo das fibras de curauá e fibras sintéticas.

2.1.3. Durabilidade e degradação química

A principal desvantagem associada às fibras naturais em aplicações em compósitos é a sua durabilidade na matriz, especialmente em matrizes cimentícias, onde a maioria dos compósitos são produzidos com base em cimento Portland. Nesse aglomerante, o endurecimento ocorre por hidratação de compostos anidros, dando origem, principalmente, à silicato de cálcio hidratado, etringita e hidróxido de cálcio, (Ca(OH)₂). Este último, juntamente com outros álcalis que podem estar presentes na matriz, como o hidróxido de potássio K(OH)₂ e de magnésio Mg(OH)₂, migram para as paredes da fibra, causando sua mineralização, o que resulta na perda de tenacidade e resistência, além de comprometer a durabilidade do compósito [37][38].

Segundo Wei & Meyer [39], existem dois mecanismos de mineralização: mineralização por hidróxido de cálcio e auto-mineralização, e quatro passos alternados interacionais para a degradação de fibras naturais na matriz de cimento: degradação da lignina e de parte da hemicelulose levando à exposição da holocelulos; degradação da hemicelulose causando diminuição da integridade e estabilidade das paredes celulares; degradação da ligação de hidrogênio intramolecular que leva à dispersão de microfibrilas de celulose; e hidrólise alcalina de regiões amorfas (completa degradação de microfibrilas de celulose) [40]. A durabilidade e as propriedades mecânicas de compósitos cimentícios reforçados com fibras naturais podem ser afetadas por diversos mecanismos. Bentur & Arkers [41], em seus estudos, ressaltaram os quatro principais, são eles: hidrólise alcalina das moléculas de celulose, conduzindo assim à redução do grau de polimerização e menor resistência à tração; dissolução da lignina e hemicelulose, rompendo as ligações entre as células das fibras; aumento na aderência fibra-matriz que pode levar à fragilização; ataque microbiológico cujo a ocorrência é mais provável em matrizes menos alcalinas.

A taxa de degradação depende da cristalinidade, teor de celulose e morfologia fibrilar presentes nas fibras, sendo parâmetros inversamente proporcionais [20]. Portanto, a fibra de curauá tende a ter uma taxa de degradação inferior quando comparada a outras fibras naturais.

Estudos sobre o efeito da durabilidade nas propriedades mecânicas de compósitos reforçados com fibras naturais, em diferentes condições de envelhecimento, assim como os métodos de tratamento para melhorar a sua durabilidade foram realizados nos últimos anos [27][42,43]. No entanto, foram pouco investigados os mecanismos de degradação da fibra natural no meio alcalino e rico em minerais de matrizes cimentícias, caracterizadas por processo de hidratação, cristalização, lançamento e endurecimento [44].

Uma série de medidas podem ser adotadas para amenizar o problema da durabilidade das fibras lignocelulósicas. Uma delas é modificar as características da matriz cimentícia, diminuindo a sua alcalinidade [3]. Normalmente parte do cimento Portland é substituído por materiais pozolânicos, como metacaulim, sílica ativa, e cinza volante. Pois, em meio aquoso, as reações pozolânicas atuam consumindo o hidróxido de cálcio e produzindo C-S-H. Pode-se também densificar a matriz e reduzir a sua porosidade, alterando o teor de finos, diminuindo a relação a/c e acrescentando filler. Além da matriz, é possível realizar o *coating* polimérico das fibras, que consiste em envolver a superfície da fibra com determinado polímero, como o estireno-butadieno, que torna as fibras hidrofóbicas, dificultando o depósito de cristais de hidróxido de cálcio [38]. Pode-se também efetuar uma impregnação com pasta de microsílica [13][45] e imersão em cinza volante. A presença de cinza volante na interface fibra-matriz cria uma zona de baixa alcalinidade em torno da fibra que retarda ou impede a sua degradação por ataque alcalino ou mineralização por álcalis do cimento [3].

2.2. Compósitos reforçados com fibras naturais

O termo compósito implica na combinação de dois ou mais materiais, em escala macroscópica, para formação de um terceiro material. O intuito de tal combinação é reunir qualidades específicas de cada componente e constituir um material compósito com propriedades superiores, ou que simplesmente possua as características apropriadas para o seu propósito. Uma das variações mais comuns entre os materiais compósitos, é com reforço fibroso, que basicamente consiste em fibras envoltas por uma matriz [46].

O uso de fibras naturais para fortalecer materiais frágeis e pouco resistentes à tração remonta aos tempos antigos, onde os egípcios, sumérios, babilônios e outras civilizações utilizavam palha e crina de cavalo para reforço de tijolos de argila. Já na era moderna, por volta de 1900, o compósito mais produzido foi o cimento-amianto, ou fibrocimento. Em 1963, o concreto reforçado com fibra chamou a atenção da comunidade científica e, desde então, o material tem sido intensamente estudado [47]. Hoje em dia, fibras de vários tipos são usadas para reforçar uma série de materiais diferentes, como epóxis, plásticos e cerâmicas [5].

Concretos reforçados com fibra são usualmente classificados como FRC "Fiber Reinforced Concrete", quando contêm fibras curtas dispersas na matriz, e como TRC "Textile Reinforced Concrete", quando as fibras encontram-se em cordões alinhados ou estruturas têxteis [3]. A principal função do reforço fibroso em materiais cimentícios é o seu comportamento após a formação da primeira fissura: as fibras formam pontes, fenômeno denominado de "bridge", que transpassam as fissuras da matriz e transferem as tensões ao longo da matriz fissurada [5][48,49]. O reforço fibroso é essencial para conferir ductilidade à um compósito de matriz frágil e promover o controle da abertura de fissuras, por isso, são muito utilizadas em aplicações para combater a retração plástica da matriz cimentícia [11][50]. Isso ocorre pois a tenacidade existente na pós-fissuração aumenta, melhorando as características mecânicas, principalmente a ductilidade, como ilustrado na Figura 2.4. Esse comportamento adquirido com a inserção das fibras depende de vários fatores como: fração volumétrica e orientação das fibras, geometria e comprimento, que influenciam diretamente na aderência interfacial química e friccional [5].



Figura 2.4 - Curva tensão *versus* deformação com as contribuições da matriz de concreto armado, das fibras e do compósito [5].

É pertinente observar, na Figura 2.4 acima, que as propriedades de um compósito são melhoradas à medida que combinam as propriedades de seus componentes individuais. Em geral, quando um compósito reforçado com fibra está sujeito à tração, são as fibras, após a fissuração, que suportam os esforços de tração ao invés da matriz [16].

Além do controle da abertura de fissuras, a incorporação de fibras em compósitos pode resultar em dois principais comportamentos: *strain-hardening* e *strain-softening* [49]. O primeiro tem como característica o mecanismo de múltipla fissuração após a primeira fissura, seguido de aumento na resistência sob esforço de tração. Em flexão, esse comportamento é denominado *deflection-hardening*. O bom comportamento pós-fissuração ocorre pois a aderência da fibra na matriz normalmente é suficiente para que ocorra o processo de "*bridge*", como mencionado anteriormente, aliado à condição de que o volume de fibras incorporado deve ser igual ou superior ao volume crítico, que é o volume neccessário para que ocorra o comportamento de *strain-hardening*. Por isso, é mais facilmente alcançado em compósitos TRC. Contudo, com fibras curtas também é possível atingir esse comportamento, a exemplo da fibra de álcool polivinílico (PVA) [51], polipropileno de alta tenacidade [13] e polietileno [49][52,53], pois essas fibras apresentam a aderência fibra-matriz requerida e a razão de aspecto

propícia para obtenção de um volume crítico favorável e compatível com a reologia e composição das misturas. Assim, após a abertura da primeira fissura, as fibras, à medida que ocorrem os incrementos de carga, realizam a transferência da tensão adicional para a matriz através da interface. Se a tensão na interface não exceder a resistência de aderência, a matriz poderá desenvolver novas fissuras. Esse processo de múltipla fissuração irá continuar até o espaçamento entre as fissuras se tornar saturado. Quando isso acontecer, as fissuras existentes aumentam de tamanho até a ruptura do compósito [45][49].

O segundo comportamento é observado quando as fibras usadas no compósito aumentam sua tenacidade, atribuindo melhorias na capacidade de absorção de energia. Para atingir esse comportamento, não é necessario que o volume de fibras incorporado se iguale ou exceda o volume crítico, o que é requisito para se obter um comportamento *strain-hardening* [54].

As diferentes classificações atribuídas por incorporação de fibras designa as principais aplicações dos compósitos FRC e TRC. Por exemplo, atualmente utilizase comumente, um baixo teor de fibras para simples controle de abertura de fissuras em lajes e pavimentos. Em vigas ou em estruturas resistentes à abalos sísmicos, são utilizados volumes moderados de fibras, alcançando um comportamento *deflection-hardening*. Estruturas esbeltas e elementos finos requerem um alto teor de fibras, assim como estruturas sujeitas a cargas explosivas e alto impacto, aplicações típicas de compósitos *strain-hardening* [54].

Atualmente, no mercado, existem diversos tipos de fibras disponíveis. Dentre as mais corriqueiras em construção civil, pode-se citar as de aço, vidro e polipropileno. Outras fibras sintéticas menos populares também podem ser encontradas, como polietileno, PVA e poliéster, e as fibras naturais, que são o foco deste trabalho.

As fibras naturais ou lignocelulósicas, em comparação com as sintéticas, possuem uma ampla disponibilidade, em certas localidades, a um custo relativamente baixo, capacidade de reciclagem e biodegradabilidade, aliadas a características físicas e mecânicas interessantes, suas propriedades como rigidez, resistência, e densidade vêm sendo estudadas por diversos setores industriais, inclusive o da construção civil [3][21]. Aliado à isso, o fato de o módulo ser relativamente alto para uma relação resistência/peso, as torna oportunas para utilização em compósitos leves [16]. Embora materiais de construção frágeis
tenham sido reforçados com fibras vegetais desde a antiguidade, o conceito de reforço com fibras vegetais em materiais cimentícios foi desenvolvido somente na década de 1970, quando essas fibras foram avaliadas como possíveis substitutos das fibras de amianto [55].

Ainda com todas as vantagens citadas anteriormente, raros são os trabalhos que exploram o uso de fibras naturais contínuas como reforço de matrizes cimentícias. Dentre eles, podemos referir Fidelis *et al.* [38], que realizaram ensaios de tração direta em compósitos reforçados com 3 e 5 camadas de tecido de juta, parte deles com tratamento de *coating* polimérico. Foi constatado que o reforço atribuiu melhor capacidade de deformação e um comportamento de múltipla fissuração ao compósito. As amostras com 5 camadas obtiveram os melhores resultados em termos de resistência à primeira fissura e tensão de ruptura, sendo o tratamento polimérico essencial para a impermeabilização da fibra e melhoria da aderência. O compósito reforçado com 5 camadas de tecido tratado por 50 minutos, apresentou resistência à tração e deformação, 46,7% e 91,8%, respectivamente, maiores em comparação ao compósito sem tratamento.

O mesmo comportamento de múltipla fissuração foi observado por Silva *et al.* [53], que verificaram os mecanismos de fissuração e o comportamento mecânico de compósitos cimentícios com reforço contínuo unidirecional de sisal. O compósito foi produzido em camadas alternadas de matriz e reforço, com um total de 5 camadas de fibras alinhadas, resultando em 10% em fração volumétrica. O programa experimental constituiu de ensaios de tração direta e flexão a quatro pontos. A análise da formação das fissuras foi realizada mediante método de captura de imagem de alta resolução, onde foi possível definir cinco zonas distintas de fissuração, durante a solicitação das amostras em tração e flexão. O compósito foi capaz de atingir resistências médias de 12 e 25 MPa, sob tração e flexão, respectivamente, alta capacidade de absorção de energia em tração, por volta de 45 kJ/m² e flexão com 22 kJ/m². As fibras de sisal foram capazes de formar "pontes" e controlar a abertura de fissuras, levando a um compósito com alto desempenho mecânico e capacidade de absorção de energia.

Compósitos laminados de fibras longas unidirecionalmente alinhadas de sisal foram avaliados em ensaios de durabilidade e comportamento mecânico, nos estudos de Toledo Filho *et al.* [27]. A matriz de argamassa foi composta por cimento Portland, metacaulim e resíduo de tijolo de argila calcinado, para produzir um compósito com matriz livre de todo o hidróxido de cálcio. Os compósitos foram moldados com 2 camadas de reforço fibroso, totalizando uma fração volumétrica de 10% de fibras de sisal e submetidos a vários ciclos de molhagem e secagem. Após 25, 50, 75 e 100 ciclos, realizaram-se ensaios de flexão a quatro pontos, para analisar a resistência à flexão e a tenacidade dos compósitos durante o processo de envelhecimento acelerado. Para os compósitos de referência, obtiveram-se os valores de 19,32 \pm 2,07 MPa e 22,54 \pm 4,39 kJ/m², respectivamente; para os compósitos livres de hidróxido de cálcio, 17,82 \pm 0,66 MPa e 21,70 \pm 3,36 kJ/m². As amostras submetidas a até 100 ciclos de molhagem e secagem apresentaram resistência pós-fissuração e tenacidade de flexão tão altas quanto as amostras de referência.

Os compósitos cimentícios reforçados com fibras naturais são, normalmente, do tipo *FRC*, utilizados em construção de edificações de baixo custo em localidades em desenvolvimento do mundo e, até então, possuem pouca aplicabilidade estrutural, ao contrário das fibras sintéticas. No entanto, estas últimas, freqüentemente envolvem custos mais elevados e maior consumo de energia no processamento de compósitos cimentícios [55].

2.2.1. Compósitos reforçados com fibra de curauá

O curauá (*Ananas comosus* var. *erectifolius*) é uma planta fibrosa de folhas eretas, podendo alcançar em média 1,5 m de comprimento e peso médio de 83g, com características físico-químicas que lhe conferem potencial para utilização na indústria automobilística e da construção civil, farmacêutica e cosmética. Segundo estudos de Andrade et al. [56], o cultivo é ambientalmente correto, favorece o uso de áreas alteradas, não necessita da utilização de agrotóxicos, gera renda e seu sistema de cultivo apresenta benefícios socioeconômicos e ecológicos.

As fibras de curauá podem ser usadas para reforçar matrizes cimentícias em várias formas, como fibras curtas, FRC, longas e alinhadas, TRC, uni ou bidirecionais. O uso de fibras lignocelulósicas em diferentes escalas (nano e microcomprimentos) em materiais compósitos cimentícios foi estudado para substituir parcialmente as fibras sintéticas, principalmente fibras de vidro, PVA e polipropileno (PP)[11]. O emprego das fibras de curauá na fabricação de autopeças tornou comercialmente viável para as empresas investirem em sua produção em grande escala [16]. O estudo de Zah *et al.* [18], mostrou que a incorporação dessas fibras constitui o pontapé inicial para a sustentabilidade de toda a indústria automobilística.

Como explanado anteriormente, a fibra de curauá possui alta resistência à tração quando comparada a outras fibras naturais, baixa densidade e alto teor de celulose. Essas características lhe conferem boas propriedades mecânicas para serem exploradas no desenvolvimento de compósitos leves [35].

É fato que a grande maioria de estudos relacionados a compósitos reforçados com fibra de curauá é voltada para matrizes poliméricas [17,21,30,53], onde a durabilidade da fibra não é afetada pela alcalinidade presente nas matrizes cimentícias. Nessas matrizes, é possível acrescentar uma elevada fração volumétrica de fibras, com teores que variam entre 40 e 60%. Esse alto volume de fibras permite o compósito alcançar valores de resistência e módulo de elasticidade na flexão e tração de 290 a 327 MPa e 20 a 36 GPa, respectivamente [45].

Apesar da pouca frequência com que compósitos cimentícios reforçados com fibra de curauá vêm sendo explorados, pode-se citar alguns trabalhos que se destacam, como o de Soltan *et al.* [13], que produziram compósitos com tratamento das fibras curtas de curauá, com diferentes doses de silano de vinil (VS) e microsílica, submetidos a ensaio de tração direta. O módulo de elasticidade da fibra de curauá, sob tração direta, obtido experimentalmente, foi de aproximadamente 40 GPa. O alto módulo foi compreendido como resultante de uma combinação de fatores favoráveis, como alto teor de celulose cristalina e baixo ângulo microfibrilar. Os compósitos conseguiram atingir valores modestos de resistência à tração última de cerca de $2,2 \pm 0,2$ MPa. O comportamento de múltipla fissuração, característico do *strain-hardening*, foi observado nos compósitos, sendo a fibra

d'Almeida *et al.* [19] desenvolveram compósitos cimentícios reforçados com 2, 4 e 6% (em volume) de fibras curtas de curauá com comprimentos que variam entre 25 e 50 mm. Foram realizados ensaios de flexão a quatro pontos, onde a resistência mais alta foi alcançada pela amostra com fibras de 25 mm e fração volumétrica de 2%. Quando o conteúdo de fibra aumentou de 2% para 4%, os valores de resistência à flexão pós-fissuração aumentaram 33,44% e, aumentando

39

para 6%, em torno de 41,48%. Já para a fração de 4% e 50 mm, os compósitos apresentaram um padrão de múltipla fissuração e tenacidade de $2,13 \pm 0,36 \text{ kJ/m}^2$. Os autores sugerem que o uso de fibras curtas de curauá como reforço em matriz de argamassa pode produzir compósitos com propriedades mecânicas apropriadas para utilização em aplicações semi-estruturais.

Zukowski *et al.* [57] analisaram o potencial da utilização de fibras curtas de curauá na produção de compósitos cimentícios com comportamento *strain-hardening*. Para obter tal comportamento, foi necessário aprimorar as propriedades de aderência interfacial fibra-matriz e otimizar a fração volumétrica necessária, isto é, o volume crítico. Para isso, as fibras foram submetidas a dois estágios de tratamento: ciclos de água quente e imersão em solução alcalina, como detalhado no item 2.4. Através dos dados coletados nos ensaios mecânicos da matriz, fibra e aderência fibra-matriz, foi possível compor um modelo micromecânico que sugeriu um intervalo de volume de fibra necessário de 4 a 4,5% para que o comportamento desejado ocorra. O volume de 4% em fibras curtas de 20 mm, foi adotado para não prejudicar as características reológicas do compósito. Os resultados dos ensaios de flexão à quatro pontos e tração direta no compósito confirmaram que o volume crítico previsto pelo modelo foi suficiente para obter um comportamento *pseudo-strain-hardening* com o padrão de múltipla fissuração.

O uso de fibras de curauá como reforço contínuo unidirecional, foi abordado por d'Almeida *et al.* [58]. Em seus estudos, os compósitos cimentícios foram reforçados com 6%, em volume, de fibras contínuas alinhadas, moldados com pressão de 0 e 3 MPa. Os compósitos obtiveram resistência à flexão máxima de $27,52 \pm 2,65$ MPa para pressão nula. Logo, foi concluído que não há necessidade de aplicar pressão ao moldar o compósito. O comportamento de *deflectionhardening* foi observado, havendo um ganho de resistência de até 24,57 MPa após a formação das primeiras fissuras.

Souza *et al.* [59] analisaram os mecanismos de fissuração em compósitos cimentícios com três variações de camadas de reforço de tecido unidirecional de curauá por análise de imagem, através da metodologia de correlação digital de imagem (*digital image correlation, DIC*). A análise realizada permitiu obter o número e o espaçamento das fissuras para os três tipos de compósitos, bem como a largura média das fissuras durante os testes. A análise de imagem aliada à análise do comportamento mecânico, atestaram que o tecido de curauá foi capaz de

promover o comportamento *strain-hardening* nos compósitos, mesmo naqueles com a menor fração volumétrica, 4,5%. Os valores obtidos por correlação de imagem foram confirmados através de medição por estereoscópio e se provaram coerentes.

Os estudos voltados ao uso da fibra de curauá em matrizes cimentícias ainda são raros e isso pode se dar pois o curauá é uma espécie encontrada somente em regiões remotas do médio e baixo Amazonas, como no norte do Brasil, Peru, Equador, Colombia, Venezuela e Guiana Francesa. No Brasil, há um inexpressivo fomento financeiro, e seu cultivo ainda está limitado há pequenos agricultores e fazendeiros localizados principalmente em Santarém, no Pará. Além disso, as características físicas das fibras naturais (porosidade, absorção de água e morfologia) apresentam desafios adicionais no projeto e processamento de compósitos reforçados com fibras naturais, em comparação com compósitos usando fibras sintéticas [13].

2.2.2. Matriz cimentícia

Como afirma Santos *et al.* [11], a fase matriz do compósito é fundamental para características como a durabilidade e desempenho mecânico. Portanto, alguns aspectos devem ser considerados, como o tamanho das partículas, distribuição, relação água/cimento, propriedades reológicas no estado fresco, composição química da matriz, produção e processos de cura. É importante notar que esses aspectos estão interligados.

Fibras naturais em ambiente alcalino, como o da matriz cimentícia, sofrem um processo de envelhecimento e degradação devido ao depósito de produtos de hidratação, principalmente o hidróxido de cálcio. Por esse motivo, como explicado acima, é essencial modificar as características químicas da matriz, alterando sua alcalinidade e consumindo integralmente os alcalis. [11]

Um outro aspecto da matriz que é influenciado pela insercão de fibras naturais é a reologia. Há uma perda da consistência e trabalhabilidade que ocorre por conta do aumento da área de superfície de absorção de água e pelo caráter hidrofílico e porosidade intrísecos às fibras. Quanto maior a razão de aspecto da fibra e sua fração volumétrica, pior a trabalhabilidade da pasta [45]. É essencial, para uma boa dispersão das fibras na matriz, uma certa viscosidade, para que a mesma seja capaz de garantir a distribuição e espaçamento entre as fibras.

O uso de fibras naturais em matrizes cimentícias além de diminuir a trabalhabilidade da pasta, afeta a sua "pega". Os seus principais componentes, celulose, hemicelulose e lignina retardam as reações de hidratação do cimento [45].

2.3. Adições minerais

As adições minerais são materiais silicosos ou silicoaluminosos finamente moídos adicionados em substituição ao cimento Portland. De acordo com sua ação físico-química, podem ser classificadas em materiais pozolânicos e filler. Os benefícios relatados das adições minerais são frequentemente associados às propriedades do concreto no estado endurecido e sua durabilidade. No entanto, também podem influenciar as propriedades no estado fresco, em uma ou mais das seguintes maneiras: demanda de água para a mistura, calor de hidratação, tempo de pega, exsudação e reatividade [60].

A pozolana é um material natural ou artificial que contém sílica em forma reativa, ou seja, em estado amorfo. Por si só, as pozolanas têm pouca ou nenhuma atividade aglomerante. No entanto, quando finamente moídas e na presença de umidade, elas reagem quimicamente com os álcalis, provenientes da hidratação do cimento Portland, como o hidróxido de cálcio, para formar compostos com propriedades aglomerantes [61]. Os constituintes mais importantes para qualquer adição mineral, são a sílica e os óxidos de alumínio e de ferro. A cinza da casca de arroz e a microsílica possuem os maiores teores de óxido de sílica em sua composição, em comparação com as outras pozolanas, como cinzas volantes e metacaulim [60].

O filler é um mineral inorgânico, finamente dividido, normalmente um material calcário, com partículas de diâmetro médio similares ao do cimento, e que não interage quimicamente com a pasta, ou seja, é uma adição quimicamente inerte [62]. O filler se destaca pela sua ação física, por ser um material extremamente fino, ele atua preenchendo os poros e, consequentemente, diminuindo o índice de vazios, promovendo um melhor adensamento entre os constituintes da pasta de cimento. Além de criar pontos de nucleação para a hidratação dos grãos de cimento, a adição de filler confere maior trabalhabilidade à pasta no estado fresco e aumenta a

durabilidade no estado endurecido, pois diminui a permeabilidade, a exsudação e a tendência a fissuração [63].

2.3.1. Pozolanas

Ao longo dos anos, diversas tentativas de desenvolver um aglomerante hidráulico sustentável vêm sendo realizadas com o uso de materiais pozolânicos, como cinza volante, metacaulim, sílica ativa, cinza da casca de arroz, entre outras. em substituição ao cimento Portland comum [64]. A característica química que melhor evidencia uma pozolana é o alto teor de sílica amorfa, que é capaz de reagir, em meio aquoso, com o hidróxido de cálcio produzido durante a hidratação do cimento Portland, dando origem principalmente ao gel C-S-H, composto estável responsável pela resistência mecânica do concreto [65]. A reação química que descreve esse fenômeno é denominada reação "pozolânica" e está detalhada na Equação 1. As reações pozolânicas ocorrem de maneira lenta com baixo desprendimento de calor de hidratação, conferindo durabilidade e resistência ao cimento nas maiores idades [62].

$$3Ca^{++} + 2H_2SiO_4^{-2} + 2OH^- + 2H_2O \to Ca_3[H_2Si_2O_7](OH)_2 \cdot 3H_2O$$
(1)

As pozolanas naturais são aquelas cuja origem é vulcânica, geralmente de caráter ácido ou de origem sedimentar. Enquanto que as pozolanas consideradas artificiais são materiais resultantes de processos agroindustriais ou provenientes de tratamento térmico, como metacaulim, sílica ativa, cinza volante, entre outros materiais [62].

2.3.1.1. Metacaulim

O metacaulim é um material pozolânico proveniente da calcinação de argila caulinita, um rejeito do beneficiamento do caulim, a uma faixa específica de temperatura, entre 650 à 800°C, que rompe as ligações químicas das moléculas de água e destrói sua estrutura cristalina. Tal processo converte a argila caulinita em um aluminossilicato amorfo de alta reatividade, o metacaulim [66,67]. Ele é constituído basicamente de sílica (SiO₂) e alumina (Al₂O₃) na fase amorfa e, como explicado anteriormente, é capaz de reagir com o hidróxido de cálcio, na presença

de água, formando produtos de hidratação, similares aos decorrentes da hidratação direta do clínquer, como o gel C-S-H e outros produtos cristalinos como aluminato de cálcio hidratado e hidratos de aluminosilicato [66].

De acordo com Siddique & Klaus [68], o metacaulim confere às pastas de cimento Portland propriedades especiais relacionadas à durabilidade e ao desempenho mecânico, quando comparadas às propriedades das pastas convencionais, tais como: aumento da resistência à compressão, redução da porosidade e da permeabilidade, aumento da resistência a sulfatos, redução da ocorrência de eflorescências e aumento da resistividade elétrica. Além disso, dependendo da temperatura de calcinação e do tipo de caulinita, o metacaulim pode influenciar positivamente na resistência das primeiras idades do concreto, pois além de quimicamente reativo, ele confere o efeito de preenchimento imediato, característico de materiais como o filler. Além de aumentar a velocidade das reações de hidratação do cimento Portland por aumentar sua entalpia, durante as reações exotérmicas com o hidróxido de cálcio, formado na hidratação do cimento [69].

Os estudos desenvolvidos por Toledo filho *et al.* [27], que produziram compósitos cimentícios laminados com reforço de fibras longas de sisal, demonstraram que o uso de 50% de metacaulim como substituição parcial do cimento Portland resultou em uma matriz de argamassa livre de hidróxido de cálcio, que promoveu um ambiente adequado para o reforço da fibra de sisal. A análise microestrutural indicou que as fibras de sisal não sofreram nenhum processo de mineralização quando utilizado como reforço na matriz sem hidróxido de cálcio. O contrário foi observado nas matrizes sem adição de metacaulim, onde ocorreu uma mineralização completa da fibra.

2.3.1.2. Sílica da casca do arroz

O arroz é um dos produtos agrícolas mais importantes do mundo, especialmente na Ásia [70]. Sua produção vem aumentando nas últimas décadas e em 2017, a produção mundial de arroz foi estimada em 759,6 milhões de toneladas, aumentando para 769,9 milhões de toneladas em 2018. Na América do Sul, o Brasil figura como o maior produtor de arroz, com produção de 11,4 milhões de toneladas em 2018 [71]. Estima-se que cada tonelada de arroz produzida contém 20% de

cascas [72]. A sílica da casca de arroz, SCA, é o material obtido após a combustão da casca de arroz, nas usinas beneficiadoras de arroz, onde a casca é queimada para se gerar calor e vapor nos processos de beneficiamento dos grãos (moagem, secagem e parboilização) [70].

Como citado por Jaya *et al.* [73], o silício presente na casca de arroz ocorre geralmente em uma forma amorfa hidratada de sílica, com uma estrutura em estado similar ao vítreo ou na forma de gel. Durante a combustão, parte da massa da casca se transforma em cinza, obtendo-se uma estrutura celular com elevada superfície específica e alta quantidade de sílica. Sensale [74] analisou a SCA residual e a SCA com queima controlada, e observou que as cinzas possuem um alto teor de dióxido de silíca, variando de 87,3 a 88%. Portanto, sendo a cinza de casca de arroz um dos resíduos agroindustriais de maior produção no mundo, seu aproveitamento como material pozolânico na construção civil é de extrema importância, tanto econômica quanto ecológica, pois impede seu descarte em forma de aterro.

O processo de beneficiamento da cinza da casca de arroz está diretamente relacionado às suas propriedades químicas, granulometria, superfície específica, e por consequência, sua eficiência como material pozolânico. Em média, o tamanho médio das partículas varia de 5 a 10 μ m, e a área de superfície específica varia de 20 a 50 m²/g [75]. Assim, cinzas provenientes de combustão não controlada geralmente contêm uma grande proporção de minerais de sílica não reativos (cristalinos) e com baixa reatividade pozolânica. A queima controlada, com temperaturas variando entre 500 a 700°C, possibilita a obtenção de cinzas porosas com alta concentração de sílica amorfa e uma alta pozolanicidade, produzindo efeitos benéficos sobre as propriedades do concreto [70].

Os estudos de Pereira *et al.* [76], que avaliaram a influência da substituição parcial do cimento Portland por cinzas da casca de arroz para permitir o uso de fibra de coco como reforço para matriz cimentícia, mostraram, mediante análise de termogravimetria, que a substituição pela SCA, reduziu o teor de hidróxido de cálcio presente na matriz e, por isso, ajudou a manter intactas as propriedades mecânicas da fibra de coco verde no compósito submetido aos ensaios de envelhecimento acelerado, o que resultou em melhor desempenho mecânico dos compósitos com SCA. Os compósitos foram produzidos com matrizes com 0, 30, 40 e 50% de substituição de SCA e 5% de fibras de coco e submetidos à ensaio de envelhecimento acelerado, seguidos de ensaio de flexão a quatro pontos, para

analisar o comportamento das propriedades mecânicas dos compósitos após exposição degradativa. Os resultados obtidos mostram que a SCA altamente reativa é adequada para utilização como material pozolânico em matrizes cimentícias, com consumo elevado de hidróxido de cálcio, atingindo até 93,4% aos 28 dias, quando a substituição do cimento Portland por SCA foi de 50%.

Wei & Meyer [77] avaliaram a influência da utilização de SCA nas propriedades mecânicas e durabilidade dos compósitos à base de cimento reforçados com fibra de sisal. O efeito da substituição parcial de SCA, com mitigador da degradação da fibra natural, foi investigado, indiretamente, através de ensaios de flexão e, diretamente, por ensaios de tração direta, decomposição térmica, índices de cristalinidade e microestrutura das fibras na matriz, após a exposição do compósito a até 30 ciclos de molhagem e secagem. Em seus estudos, foi constatado que a utilização de SCA não só melhora as propriedades mecânicas iniciais da argamassa reforçada com fibra de sisal, como também aumenta significativamente a resistência à flexão e a tenacidade dos compósitos após serem submetidos aos ensaios de envelhecimento acelerado. A argamassa de referência com fibra de sisal (sem SCA), sofreu perda de resistência à flexão de 25%, 68% e 87%, após 5, 15 e 30 ciclos, respectivamente. Com 30 ciclos, as amostras de compósitos com 5%, 10%, 20% e 30% de substituição de SCA, atingiram valores de resistência à flexão, em comparação ao compósito de referência, de 121%, 270%, 450% e 481%, respectivamente. E, ainda, a matriz que continha SCA, conferiu melhor durabilidade ao compósito e um menor grau de degradação das fibras, quando comparada às amostras com cinza com substituição de cimento Portland por cinza volante e metacaulim.

2.3.1.3. Cinza do bagaço de cana

O Brasil lidera a lista de produtores de cana-de-açúcar, com uma produção anual de 739.300 mil toneladas. Somente a região Centro-Sul é responsável por mais de 90% da produção nacional [8][78]. A cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBC) é um subproduto oriundo da combustão do bagaço de cana-de-açúcar. Composto principalmente por sílica, possui propriedades pozolânicas ao ser utilizado em pastas à base de cimento, como argamassa e concreto. De Paula *et al.* [79] realizaram a caracterização físico-química da CBC, obtendo um teor de sílica SiO₃ de aproximadamente 84%, e verificaram as propriedades mecânicas das pastas de cimento e argamassas, bem como o índice de atividade pozolânica (IAP), utilizando as seguintes taxas de substituição parcial do cimento por CBC: 0, 10, 20 e 30%. Os valores do IAP obtidos foram, respectivamente, 100%, 100%, 99% e 86%, todos superiores ao mínimo exigido pelas normas técnicas.

Cordeiro *et al.* [80] analisaram a influência da temperatura de calcinação nas propriedades pozolânicas da CBC, com temperaturas na faixa de 400°C à 800°C, com incrementos de 100°C, durante o período de 3 horas. Os experimentos comprovaram que o CBC obtido na calcinação a 600°C alcançou o maior IAP, 77%, e perda ao fogo de 5,8%. Acima dessa temperatura, a sílica amorfa presente da cinza se transforma em sílica cristalina, perdendo significativamente sua reatividade.

Fairbairn *et al.* (2010) apresentaram uma análise de estudo de caso, que simula o uso industrial de cinzas de bagaço de cana-de-açúcar como adição mineral em cimento Portland, na região Sudeste do Brasil, estimando o potencial de redução de emissão de gás carbônico, através da metodologia sugerida pela *United Nations Framework Convention on Climate Change* (UNFCCC). A utilização de CBC, em substituições parciais de até 20%, ocasionou a redução de emissões estimada em 519,3 kton de CO₂ por ano.

Os métodos de processamento influenciam significativamente a atividade pozolânica de qualquer adição mineral. O trabalho desenvolvido por Bahurudeen & Santhanam [81] foi um dos pioneiros a realizar um estudo direcionado à metodologia de beneficiamento de CBC que resulte em melhor atividade pozolânica. Para isso, a CBC passou por processos de: queima controlada, 600°C à 900°C por 90 minutos; remoção das partículas de carbono e material fibroso não calcinado, por peneiramento, onde foi constatado que o material passante na peneira de abertura 300 μ m continha apenas partículas finas de CBC ricas em sílica; e processos combinados de moagem e queima, em moinho de bolas, até atingir uma finura similar ao cimento (300 m²/kg).

2.4. Tratamentos superficiais na fibra

A suscetibilidade à degradação das fibras naturais, que podem ocorrer por vários motivos, como exposição à umidade e ambientes alcalinos, como explicado no item 2.1.3, são fatores que vêm incentivando um grande número de pesquisas a respeito de tratamentos para reduzir ou inibir tais efeitos degradativos [15]. Estudos sobre a influência do meio alcalino nas propriedades mecânicas do compósito cimentícios reforçados com fibra natural, em diferentes condições de envelhecimento, assim como os métodos de tratamento para melhorar a sua durabilidade, vêm sendo realizados nos últimos anos [39].

Uma série de medidas podem ser adotadas para amenizar o problema da baixa aderência e durabilidade das fibras lignocelulósicas [14,38]. Além da modificação da composição físicoquímica da matriz, é possível também modificar a superfície das fibras com tratamentos químicos e físicos [82]. Os métodos mais utilizados dentre os tratamentos físicos, são as impregnações de resinas poliméricas, que são hidrófobas e repelem água, dificultando o depósito de cristais de hidróxido de cálcio e evitando as variações volumétricas devido à absorção de água das fibras [6][38], impregnação com pasta de microsílica [13], imersão em pozolana, como cinza volante, silica ativa e metacaulim [40]. A presença de pozolanas na interface fibramatriz cria uma zona de baixa alcalinidade em torno da fibra que retarda ou impede a degradação da mesma, por mineralização por álcalis do cimento [3].

No trabalho desenvolvido por Fidelis *et al.* [38], o tratamento de fibras de juta com um revestimento polimérico de estireno-butadieno, aumentou a aderência do reforço na matriz, melhorando os mecanismos de transferência de tensão e, por consequência, a resistência à tração e a capacidade de deformação dos compósitos. Utilizando o mesmo polímero, os estudos de Siciliano *et al.* [83] demonstraram que o tratamento polimérico promoveu um aumento da estabilidade térmica da celulose de fibras de juta, bem como uma maior capacidade de deformação e maior adesão fibra-matriz.

O mesmo comportamento foi observado no trabalho de Ahmad *et al.* [84], onde fibras de sisal foram tratadas com resina polimérica de poliuretano. Os compósitos apresentaram uma zona de transição interfacial (ITZ) mais compacta, o que resultou em uma melhora significativa na aderência da fibra na matriz, e nas propriedades mecânicas dos compósitos. Silva *et al.* [40] desenvolveram compósitos cimentícios com quatro tipos de tratamentos em fibras de coco, oriundos de algumas combinações de látex natural, água e materiais pozolânicos (sílica ativa ou metacaulim). Os compósitos foram submetidos à ensaios mecânicos e de envelhecimento acelerado através de ciclos de molhagem e secagem. O desempenho dos compósitos tratados com sílica ativa e látex natural foi 42,2% melhor que a amostra sem tratamento, obtendo uma maior taxa de conservação de massa nos ensaios de degradação.

No que concerne tratamentos com agentes químicos, são comumente utilizados em fibras naturais os processos de acetilação, silanização e imersão em álcalis. É possível citar o trabalho de Sedan *et al.* [85], que avaliaram o uso de soluções de hidróxido de sódio (Na(OH)₂) e cloreto de alumínio (AlCl₃) para modificar e possivelmente melhorar a adesão entre as fibras de cânhamo e a matriz cimentícia. Nos ensaios de resistência à flexão, notou-se uma grande influência do tratamento nas propriedades mecânicas do compósito. Quando as fibras de cânhamo não tratadas foram substituídas por fibras tratadas, houve um aumento de resistência à flexão de 39% com Na(OH)₂ e de 7% com AlCl₃. O tratamento com Na(OH)₂ remove parcialmente hemicelulose, ceras e impurezas da superfície da fibra. A superfície é quimicamente mais homogênea. Além disso, observou-se que tal tratamento tende a enrugar a superfície da fibra, melhorando a aderência interfacial fibra-matriz, resultando em melhor transferência de carregamento entre as duas fases.

Suardana & Lim [31] analisaram a influência do tratamento superficial com soluções de Na(OH)₂ e silano, em diferentes concentrações, nas propriedades físicas das fibras de cânhamo, como densidade e perda de massa, e na resistência à tração. Nesse trabalho, foi constatado que o tratamento alcalino reduziu a densidade e a resistência à tração das fibras, aumentando o percentual de perda de massa, pois o Na(OH)₂ atua removendo parte da hemicelulose e lignina da superfície da fibra. Já as fibras tratadas com Silano, apresentaram maior resistência à tração, redução da densidade e aumento da perda de massa.

Snoeck *et al.* [15] realizaram a análise de quatro diferentes tratamentos químicos em fibras de cânhamo e de linho, são eles: saturação com primer silano; imersão em solução de peróxido de benzoíla em acetona; alcalinização com hidróxido de sódio e acetilação. Os tratamentos foram realizados com o intuito de melhorar a aderência das fibras na matriz em compósitos cimentícios, para

promover o mecanismo de múltipla fissuração em esforços de tração. Os compósitos foram produzidos com fibras curtas de 20 mm, a uma fração volumétrica de 2%. O objetivo era comparar quais tratamentos se destacavam em atribuir melhoras nas propriedades mecânicas da fibra, na aderência fibra-matriz e os que permitiam obter o maior número de fissuras com o menor diâmetro possível, para propiciar a auto cura dos compósitos em ciclos de molhagem e secagem. A alcalinização com 2% de hidróxido de sódio promoveu os melhores resultados em termos de diâmetro de fissuras. Os demais tratamentos não conseguiram contribuir no mecanismo de múltipla fissuração, embora tenham aumentado a resistência à tração das fibras.

Os efeitos de outros quatro tratamentos superficiais químicos e físicos na fibra de sisal foram estudados por Ferreira *et al.* [34]: hornificação, imersão em álcalis de hidróxido de cálcio, impregnação de polímero com estireno-butadieno e um tratamento híbrido com a combinação de hornificação e revestimento polimérico. Todos os tratamentos aplicados resultaram em redução da capacidade de absorção de água, aumento da resistência à tração e rigidez da fibra. Tais efeitos foram justificados pela redução dos compostos químicos, como hemicelulose e lignina, e aumento da cristalinidade da celulose, promovendo uma redução na capacidade de absorção de água da fibra e maior resistência à tração. Além disso, foi observada a melhoria das características da interface fibra-matriz, através dos ensaios de *pullout*. Com os tratamentos, foi possível alcançar maior aderência da fibra na matriz, não somente pelo aumento da aderência friccional, como também por promover um comportamento *slip-hardening*, no caso do tratamento com polímero.

Zukowski *et al.* [57] desenvolveram compósitos cimentícios *strain-hardening* reforçados com 4% de fibras curtas de curauá. Para melhorar as propriedades da fibra e da aderência fibra-matriz, o curauá passou por 2 duas etapas de tratamento: 1) Três ciclos de molhagem e secagem em água quente à 80°C; 2) Imersão em solução a 1% de hidróxido de cálcio por 60 min, para deposição de cálcio na superfície da fibra. Os ensaios de *pullout* atestaram aumento na força de arrancamento das fibras tratadas. A fibra resultante da primeira etapa do tratamento, apresentou maior deformação na ruptura, maior resistência à tração, e maior valor do módulo de elasticidade em relação à fibra natural. As fibras resultantes da segunda etapa de tratamento obtiveram o menor valor de deformação, cerca de 2,01%, enquanto que para a fibra natural, o valor atingido foi de 3,21%, o que

sugere que a deposição de cálcio na superfície da fibra aumentou a rigidez, e reduziu a sua capacidade de deformação. Observou-se também uma redução da resistência à tração, causada pela degradação da hemicelulose e lignina, e o aumento do módulo de elasticidade. O tratamento promoveu o aumento da aderência fibramatriz, o que foi essencial para a redução do volume crítico necessário para que ocorresse o comportamento *strain-hardening* no compósito.

3. Desenvolvimento e caracterização dos materiais

3.1. Introdução

O desenvolvimento de compósitos cimentícios reforçados com fibra natural requer uma matriz livre de componentes álcalis, como o hidróxido de cálcio, que afetam as propriedades mecânicas e a durabilidade da fibra. Além da composição química da matriz, outros aspectos relevantes devem ser analisados, como a geometria das partículas, distribuição granulométrica, relação água/cimento, propriedades reológicas no estado fresco, e resistência mecânica no estado endurecido [11].

Nesse contexto, o presente trabalho objetivou verificar o efeito da incorporação de três adições minerais pozolânicas distintas no comportamento reológico e mecânico das matrizes utilizadas na confecção dos compósitos, são elas: sílica da casca de arroz, tipo SC-I, obtida através do processo de combustão controlada em leito fluidizado, fornecida pela Pilecco Nobre, localizada em Alegrete, no Rio grande do sul; cinza do bagaço de cana residual, submetida a processo de combustão não controlada, coletada na Companhia açucareira Usina Barcelos, localizada em São João da Barra, na região norte do estado do Rio de Janeiro; metacaulim, produzido pela Metacaulim do Brasil, Jundiaí, São Paulo. O cimento utilizado na matriz foi o CPV-ARI, fornecido pela LafargeHolcim, Cantagalo, Rio de Janeiro. Com o propósito de melhorar as características reológicas das matrizes, foi adicionada à dosagem um teor fixo de 10% de cinzas volantes, produzidas pela Pozo Fly, Capivari de Baixo, Santa Catarina.

De forma geral, as adições minerais modificam as características dos produtos cimentícios devido a efeitos físicos e químicos, como as reações pozolânicas que consomem hidróxido de cálcio e produzem C-S-H [86]. A avaliação dos efeitos da substituição parcial do cimento Portland pelas adições minerais mencionadas foi realizada através de ensaios de caracterização, no estado fresco, como calorimetria e ensaio de *flow table* e, no estado endurecido, resistência à compressão nas idades de 3, 7, 14, 28, 45, 90 dias. A distribuição granulométrica das adições e do cimento

Portland CP V ARI utilizados para a produção dos compósitos foi obtida mediante ensaio de granulometria à laser, enquanto que a da areia foi obtida através de ensaio de granulometria por peneiramento. Além disso, para a análise do índice de atividade pozolânica das adições, foi desenvolvida uma abordagem combinada dos efeitos químicos e mecânicos, através do método de Chapelle modificado NBR 15895 (2010) e resistência mecânica pela norma NBR 5752 (1992), respectivamente. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Materiais e Estruturas, no Laboratório de Química e no Laboratório de Geotecnia e Meio Ambiente da PUC-Rio.

Ainda neste capítulo, foi realizada a caracterização da fibra de curauá utilizada neste trabalho, desde sua origem e beneficiamento, aos ensaios de caracterização mecânica, ensaios de sorção e dessorção de água, análise da microestrutura por microscópio eletrônico de varredura (MEV) das fibras naturais com e sem tratamento.

3.2. Matriz cimentícia

3.2.1. Aglomerantes

3.2.1.1. Composição química e distribuição granulométrica

O estudo da composição química das adições minerais utilizadas na composição das matrizes dos compósitos está diretamente aliado ao potencial de utilização das mesmas em função de suas propriedades pozolânicas, como descrito no item 2.3.1. Nesse contexto, foram empregadas adições minerais com altos teores de sílica e alumina. As composições químicas, as massas específicas dos materiais, e as respectivas perdas ao fogo, "PF", foram obtidas por meio da literatura, em trabalhos que utilizaram o mesmo material e o mesmo lote, como é o caso da sílica da casca de arroz e a cinza do bagaço de cana, estudadas, respectivamente, por Marangon *et al.* [87] e Bezerra *et al.* [88]. As informações sobre o metacaulim e o cimento CPV ARI, foram fornecidas pelo fabricante de acordo com o lote utilizado. As características dos materiais são mostradas na Tabela 3.1

Composição	osição Metacaulim Sílica da casca Cinza c		Cinza do bagaço	Cimento
química	(MK)	de arroz (SCA)	de cana (CBC)	CPV-ARI
SiO ₂	59,0%	91,48%	40,47%	18,76%
Al ₂ O ₃	32,9%	0,00%	24,76%	4,57%
Fe ₂ O ₃	1,9%	0,05%	15,03%	3,17%
CaO	0,3%	0,36%	3,82%	61,99%
MgO	0,3%	0,32%	2,34%	1,73%
TiO ₂	0,9%	-	4,38	0,27%
P2O5	-	0,45%	1,64%	0,14%
SO ₃	0,1%	0,15%	-	3,14%
Na ₂ O	0,1%	0,04%	0,43%	0,25%
K ₂ O	1,9%	1,40%	3,71%	0,34%
PF	2,62%	3,50%	3,29%	5,58%
Massa específica	2,56 g/cm ³	2,03 g/cm ³	1,72 g/cm ³	3,07 g/cm ³

Tabela 3.1 – Composição química dos aglomerantes.

A distribuição granulométrica do cimento CPV ARI, sílica da casa de arroz, cinza do bagaço de cana, metacaulim e cinza volante, com as respectivas designações: CPV, SCA, CBC, MK e FA, do inglês *"fly ash*", foi obtida por meio do ensaio de granulometria à laser no equipamento CILAS 1090 *particle size analyzer* (Figura 3.1). Para realização do ensaio, as amostras foram pesadas separadamente e dispersas no próprio aparelho, em água destilada, com obscuração de 15 a 20%. A Figura 3.2 apresenta as curvas granulométricas dos cinco materiais.



Figura 3.1 - Granulômetro CILAS 1090



Figura 3.2 – Curva granulométrica do cimento e das adições minerais.

Como pode ser observado na Figura 3.2, o cimento CPV-ARI é o material que apresenta as partículas com os menores diâmetros, com um diâmetro médio de 13,9 µm, característico de um material ultrafino, seguido da sílica da casca de arroz, com 18,5 µm, metacaulim, 22,9 µm, cinza volante, 35,3 µm e cinza do bagaço de cana com 219,2 µm. A CBC apresentou uma distribuição granulométrica singular por suas partículas alcançarem diâmetros cerca de dez vezes maiores que as demais.

3.2.1.2. Atividade pozolânica

O material pozolânico não reage imediatamente com o cimento Portland sob temperatura e pressão ambiente. A reação pode começar a qualquer momento entre o primeiro e sétimo dia, em meio aquoso, dependendo da reatividade da pozolana [62][89]. Em 1958, surgiu a primeira metodologia de abordagem química para a verificação da atividade pozolânica, sugerida por J. Chapelle e modificado em 1980 por Raverdy *et al.* [90] Trata-se de um método de execução rápida por acelerar as reações químicas, por meio de aquecimento e agitação, com uma formulação eficiente que avalia quantitativamente a reatividade de um material pozolânico [12]. Em 2010, o método de Chapelle modificado foi padronizado pela associação brasileira de normas técnicas, NBR 15895 [61], podendo ser aplicado tanto para pozolanas naturais quanto para artificiais [89].

O ensaio de método de Chapelle modificado consiste no procedimento químico utilizado para a determinação do índice de atividade pozolânica, através do cálculo do teor de hidróxido de cálcio fixado por determinada pozolana [61].

O procedimento foi realizado conforme prescrito pela NBR 15895 (2010) [61], adaptado com alguns ajustes para a realização na atual logística do Laboratório de Química da PUC-Rio. A princípio, foram previamente preparados todos os reagentes e indicadores necessários para a realização do ensaio, sendo eles: ácido clorídrico 1M, óxido de Cálcio (CaO), solução de fenolftaleína, vermelho de metila, tetraborato de sódio e solução de sacarose.

A segunda etapa do experimento consistiu na padronização do ácido clorídrico 1M, através da titulação com a solução de tetraborato de sódio, utilizando como indicador a solução de vermelho de metila. Através desse processo, foram obtidos a molaridade real da solução "MHCL" e o fator de correção do HCL para uma concentração de 0,1M, "Fc", através das Equações 2 e 3.

$$M_{HCL} = \frac{m_1}{V_1 \cdot 0,19072} \tag{2}$$

$$F_c = \frac{M_{HCL}}{0,1} \tag{3}$$

Onde:

 M_{HCL} é a molaridade real da solução de HCL 0,1 M m_1 é a massa de tetraborato de sódio (bórax) V_1 é o volume de HCL gasto na titulação 0,19072 é o miliequivalente de tetraborato de sódio F_c é o fator de correção do HCL para uma concentração de 0,1 M

Em seguida, foram pesadas individualmente $1 \pm 0,0010$ g das amostras de sílica de casca de arroz, cinza do bagaço de cana, metacaulim e cinza volante, denominadas respectivamente: "SCA, CBC, MK e FA". Cada amostra foi misturada a $2 \pm 0,0010$ g de CaO e 250 ml de água destilada e isenta de CO₂, em frasco Erlenmeyer de 500 ml, com tampa, e levadas para agitador magnético com aquecimento (Figuras 3.3 a e b). O tempo foi cronometrado, a partir do momento

que a temperatura da amostra estabilizou em 90° \pm 5°. O aquecimento ocorreu por um intervalo de 16 \pm 1 hora.



Figura 3.3 – Procedimento de aquecimento e agitação das amostras: a) aferimento da temperatura da solução; b) amostras atingiram estabilidade térmica.

Ao final do processo descrito acima, as amostras foram resfriadas em água corrente em temperatura ambiente, misturadas com 250 ml de solução de sacarose e colocadas novamente em agitação por 15 minutos, como mostra a Figura 3.4 a. Iniciou-se então o procedimento de filtragem das soluções, para preparação das amostras para a etapa de titulação com o ácido clorídrico 1M padronizado e indicador fenolftaleína. (Figura 3.4 b à e).





Figura 3.4 – Continuação do experimento após 18 horas em aquecimento e agitação: a) homogeneização após adição da solução de sacarose; b) arranjo experimental da filtragem; c) filtragem da amostra de metacaulim; d) pipetagem da amostra para titulação; e) titulação com HCL padronizado.

Durante a titulação, o ácido clorídrico padronizado foi lentamente adicionado à solução com indicador fenolftaleína, até a mesma perder a coloração rosa e voltar a ficar transparente. Por fim, foram anotados os volumes respectivos necessários de HCL para cada amostra e efetuado o cálculo conforme a Equação 4. Os resultados obtidos encontram-se na Tabela 3.2.

$$mgCaO/_{g \ pozzolana} = \frac{28 \cdot (v_3 \cdot m_3 - v_2) \cdot 4F_c}{m_4 \cdot m_3 \cdot m_2} \tag{4}$$

Onde:

 m_2 é a quantidade de material pozolânico utilizada m_3 é a quantidade de CaO misturada com o material pozolânico m_4 é a quantidade de CaO utilizada na mistura branca V_2 é o volume de HCL consumido pela amostra V_3 é o volume de HCL consumido pela mistura branca F_c é o fator de correção do HCL

Índiaca	Amostras					
Indices	MK	CBC	SCA	FA		
M 2	1,0001	0,9995	1,0005	1,0002		
M 3	2,0009	1,9990	1,9998	1,9998		
M_4	2,0007	2,0007	2,0007	2,0001		
V_2	3,5333	5,00	2,00	2,4718		
V 3	4,4667	4,4667	4,4667	4,4667		
mgCaO/g	1727,66	1258,00	2216,62	1754,45		
mgCa(OH)2/g	1307,63	952,16	1,677,72	1327,91		

Tabela 3.2 - Resultado do ensaio do método de Chapelle modificado.

Segundo os estudos desenvolvidos por Raverdy *et al.* [90], o limite mínimo estipulado para determinado material ser considerado pozolânico, é de 436 mgCa(OH)₂/g de adição. Baseado nesse critério, é correto afirmar que todas as adições analisadas nesse trabalho possuem propriedades pozolânicas.

Isoladamente, a determinação da reatividade química dos componentes não prevê as propriedades mecânicas finais da matriz cimentícia, mas, coletivamente com a resistência à compressão, consegue as descrever mais precisamente. Isso se dá pois as propriedades físicas e mineralógicas de suas fases influenciam diretamente na composição da estrutura interna da matriz, isso é, o arranjo e disposição das partículas. Assim, ao substituir o cimento por uma pozolana altamente reativa, o teor de substituição que se mostra apropriado ao desenvolvimento de determinada resistência à compressão pode revelar-se totalmente inadequado, pois a combinação química não necessariamente significa uma forte coesão mecânica [12].

Nesse contexto, a atividade pozolânica das adições minerais também foi analisada mediante desempenho mecânico das argamassas, conforme descreve a norma NBR 5752 [91]. Para o procedimento, foram preparadas duas dosagens distintas, A e B, sem e com materiais pozolânicos, respectivamente, com relação aglomerante-areia de 1:3 (em massa). A fração de aglomerante da argamassa B foi composta de 75% de cimento Portland CPII-F e 25% de pozolana. A areia utilizada possui faixas granulométricas normalizadas, de acordo com a NBR 7214 [92], água e superplastificante necessários para a obtenção de espalhamento na faixa de 225 \pm 5 mm (NBR 7215 [93]). Foram produzidos quatro corpos de prova para cada amostra: A, B_MK, B_SCA e B_CBC e eles foram ensaiados à compressão aos 28 dias. O IAP foi obtido por meio da relação entre as resistências à compressão da argamassa com pozolana e argamassa de referência, conforme a Equação 5. Os resultados obtidos encontram-se na Tabela 3.3 abaixo.

$$IAP(\%) = \frac{F_{cp}}{F_c} \tag{5}$$

Onde:

 F_{cp} é o valor de resistência à compressão da argamassa com pozolana, em MPa F_c é o valor da resistência à compressão da argamassa de referência, em MPa

Amostra	Resistência à compressão (MPa)	IAP (%)
А	32,9	-
B - MK	61,0	185,53
B - SCA	40,0	121,46
B - CBC	18,2	29,81

Tabela 3.3 - Índice de atividade pozolânica com o cimento Portland aos 28 dias.

3.2.2. Areia

O agregado miúdo utilizado em todas as matrizes foi areia de rio lavada, fornecida pela empresa Riomix, com massa específica 2,75 g/cm³, módulo de finura igual a 2,28 e granulometria passante na peneira de abertura 1,18 mm e retida na de 0,15 mm. Esta granulometria foi escolhida baseada no trabalho realizado por Souza [45], de forma a se obter o melhor arranjo entre as partículas da mistura, portanto, uma melhor compacidade da matriz.

A granulometria do agregado miúdo foi determinada com o auxílio de um agitador mecânico, da marca Mesh, em peneiras de abertura: 0,15; 0,30; 0,60 e 1,18 mm. A curva de distribuição granulométrica da areia é mostrada na Figura 3.5.



Figura 3.5 – Curva granulométrica do agregado miúdo

A determinação da distribuição de tamanho das partículas foi importante para obter melhores propriedades reológicas e possibilitar um melhor empacotamento das partículas na matriz.

3.2.3. Dosagem e processamento das matrizes

O processamento das matrizes foi baseado nos estudos realizados por *Fidelis et* al. [38] e Souza [45], que compuseram uma matriz de argamassa com baixo teor de hidróxido de cálcio aos 28 dias, conforme os resultados obtidos em análise termogravimétrica, apresentando uma dosagem com traço 1:1:0,4, em massa, (material cimentício: areia: relação a/c), com 2,5% de superplastificante Plastol, fornecido pela Viapol, com teor de sólidos de 40%, e substituição parcial em massa de cimento (40% metacaulim e 10% de cinza volante).

Nesse trabalho, foram produzidas 7 matrizes distintas, variando em relação ao teor de substituição e adição mineral, como especificado na Tabela 3.4. Os teores de substituição de cimento Portland foram ajustados conforme o desempenho mecânico das matrizes e dos compósitos.

A princípio, foi fixado o teor de substituição de 50% de cimento Portland por pozolana e, desse percentual, 10% é composto por cinzas volantes, para melhorar os aspectos reológicos da mistura [38]. As cinzas volantes possuem partículas perfeitamente esféricas e ultrafinas que favorecem a reologia e conferem maior plasticidade às pastas, além disso, possui efeito filler que confere um melhor empacotamento das partículas [70]. No entanto, não foi possível atingir a consistência ideal da argamassa com cinza do bagaço de cana, sem que a mesma sofresse segregação. Por esse motivo, foi reduzido o teor de substituição para 30% e, em seguida, para 20%, o qual se tornou o máximo índice de substituição possível dessa adição, para atingir a consistência desejada.

A sílica da casca de arroz apresentou plasticidade favorável com teor de 40% e nenhuma segregação, o que tornou possível a moldagem tanto dos corpos de prova de compressão, quanto dos compósitos. No entanto, para ter uma margem compatível de comparação entre as matrizes, produziu-se também uma matriz com teor de 20% de SCA, denominada SCA20. Nesse contexto, foram confeccionadas versões com teores de substituição de 20% para metacaulim e cinzas volantes, MK20 e FA20, respectivamente.

Amostra	Teor de	Teor de	Teor de Cinza	Teor de
	Cimento (%)	adição (%)	Volante (%)	Superplastificante (%)
CPV	100	-	-	0,25
MK40	50	40	10	2,50
SCA40	50	40	10	0,45
CBC20	70	20	10	0,25
MK20	70	20	10	1,25
SCA20	70	20	10	0,38
FA20	80	-	20	0,14

Tabela 3.4 - Composição da fase dos aglomerantes

O método de mistura da argamassa foi baseado no trabalho desenvolvido por Souza [45], em argamassadeira planetária com capacidade de 5 litros, como mostrado na Figura 3.6, onde primeiramente mistura-se a areia com metade da água por um minuto em velocidade de 136 rpm. Em seguida, realizou-se adições alternadas de materiais cimentícios e o restante da água, deixando homogeneizar por aproximadamente 30 segundos. Por fim, adicionou-se o aditivo superplastificante e aumentou-se a velocidade para 281 rpm. Após quatro minutos de mistura na maior velocidade, a argamassa estava pronta.



Figura 3.6 – Mistura e produção da argamassa.

3.2.4. Propriedades no estado fresco

3.2.4.1. Calorimetria

O efeito da temperatura nas primeiras idades de concretos, pastas e argamassas reflete em suas propriedades à longo prazo. As reações de hidratação do cimento Portland, constituem o elemento chave na liberação de calor durante esse período. Portanto é essencial avaliar as características de desprendimento de energia das misturas desenvolvidas nesse trabalho, para verificação do comportamento térmico relativo às diversas adições minerais, teores de substituição e de superplastificante utilizados, através da realização de ensaios de calorimetria, que consistem em testes de elevação adiabática da temperatura nas pastas de cimento Portland [12][94,95].

Um calorímetro isotérmico TAM Air, com capacidade para oito ampolas ligadas a canais separados, que comportam oito amostras por ensaio, foi usado para medir a geração de calor de pastas correspondentes às sete argamassas descritas no item 3.2.3. Para isso, um teor fixo de 6 g de aglomerante foi utilizado, para a mesma relação água/aglomerante utilizada nas misturas, 0,4, e os respectivos teores de aditivo superplastificante, a uma temperatura constante de 23°C. A areia não foi utilizada, pois é considerada um material inerte, por isso sua utilização apenas dissiparia o fluxo de calor gerado. Os ensaios foram realizados em temperatura

constante do ambiente em 23°C e as curvas da taxa de liberação de calor *versus* tempo são mostradas na Figura 3.8.

Frølich *et al.* [96] analisaram que o processo de hidratação do cimento Portland pode ser observado na curva obtida através dos ensaios de calorimetria isotérmica das pastas. Ela pode ser dividida em cinco intervalos correspondentes à fases distintas da hidratação, identificadas na Figura 3.7, são elas: A) dissolução de sulfatos e aluminatos e hidratação da cal livre; B) denominado período de "dormência" onde as reações ocorrem de maneira mais lenta; C) estágio onde há uma aceleração nas reações de hidratação de moléculas de C₃S (fase alita), observase o início da hidratação dos silicatos, formação de C-S-H e precipitação de hidróxido de cálcio; D) "pico de depleção de sulfato", que marca o aumento secundário da hidratação dos aluminatos remanescentes, quando o sulfato não está mais presente na solução; E) taxa decrescente de hidratação de C₃S, C₃A (fase aluminato) e início das reações de hidratação do C₂S (fase belita) e C₄AF (fase ferrita).



Figura 3.7 – Curva típica do ensaio de calorimetria isotérmica da amostra CPV, ilustrando as fases da reação do cimento.



Figura 3.8 – Curva taxa de liberação de calor versus tempo.

Como é possível observar nas figuras, a substituição de cimento CPV por diferentes teores e adições minerais, modificou a cinética de hidratação nas misturas. Na Figura 3.8, pode-se observar nas curvas o padrão descrito na Figura 3.7. Ao longo desse período, as reações dos silicatos, principalmente das moléculas de C₃S, tornam-se as responsáveis pelo aumento do fluxo de calor. Ao adicionar pozolanas à mistura, de acordo com a literatura [97,98], uma das principais consequências, é a redução do calor de hidratação liberado. Isso pode ser confirmado nos resultados apresentados, onde a única mistura pura, contendo apenas o cimento CPV, liberou maior quantidade de calor no intervalo de 1 a 24 horas. É importante ressaltar que as amostras contendo metacaulim, MK40 e MK20, promovem um pequeno aumento no estágio E, referente à sua atividade pozolânica, isto é, as reações pozolânicas para essa adição mineral, ocorrem no intervalo de 18 a 25 horas. Esse fenômeno também pode ser identificado na Figura 3.8. Por fim, a mistura SCA40 foi a que teve menor fluxo de calor ao longo desse intervalo, seguida da mistura MK40. Essas duas misturas são as que contêm os maiores teores de substituição, portanto, as menores concentrações de cimento CPV ARI.

3.2.4.2. Índice de consistência

Uma das características mais importantes para o processo de confecção do compósito é a consistência da matriz, que precisa atingir uma fluidez ideal para que ocorra um bom espalhamento sobre o tecido de curauá e para que a mistura possa penetrar entre as fibras. O índice de consistência foi obtido com o ensaio de *flow table* prescrito pelas normas ASTM C1437 – 09 [99] e C230/C 230 M – 08 [100], seguindo os procedimentos a seguir: i) Lubrificação do tronco de cone e da mesa; ii) posicionamento do tronco de cone no centro da mesa; iii) despejo da argamassa no tronco de cone; iv) remoção do excesso de argamassa e alisamento da superfície com o auxílio de uma espátula; e v) retirada da forma e medição do espalhamento da argamassa sobre a mesa em quatro direções concêntricas, como demostram as Figuras 3.9 a, b, c.



Figura 3.9 – Etapas do ensaio de *flow table*: a) Despejo da argamassa no tronco de cone; b) e c) medição do espalhamento.

O índice de consistência é a média aritmética das medidas ortogonais dos quatro diâmetros. O ensaio foi repetido até que diferença entre a média das medidas de dois ensaios consecutivos fosse inferior a 5 mm. Através desse ensaio, determinaram-se os respectivos teores de aditivo superplastificante. Os resultados obtidos encontram-se na Tabela 3.5.

Amostra	Índices de consistência (mm)	Teor de Superplastificante (%)
CPV	420	0,25
MK40	394	2,50
SCA40	415	0,45
CBC20	370	0,25
MK20	380	1,25
SCA20	376	0,38
FA20	395	0,14

 Tabela 3.5 - Resultados dos índices de consistência de cada matriz.

Os resultados obtidos indicam que a incorporação de metacaulim, cinza do bagaço de cana e sílica da casca de arroz em substituição ao cimento, comprometem a trabalhabilidade das misturas, como também foi observado nos estudos de [12] [45]. O contrário é observado ao acrescentar cinzas volantes, pois a mistura FA20 foi a que requisitou o menor teor de superplastificante para obter o segundo maior índice de consistência, abaixo da mistura de referência. O que pode ser explicado pelo formato esférico das partículas das cinzas volantes, que promovem uma melhor fluidez nas misturas, conforme explicam Newman & Choo [97]. Por esse motivo, como explicado anteriormente, foi acrescentado ao traço das argamassas um percentual fixo de 10% de cinzas volantes, com exceção das misturas CPV e FA20, com respectivos percentuais de 0 e 20%.

O metacaulim foi a adição que mais impactou negativamente a trabalhabilidade das argamassas, sendo as misturas MK40 e MK20 as que exigiram os maiores percentuais de superplastificante para obter a consistência requerida, 2,5 e 1,25, respectivamente. Em geral, o metacaulim aumenta a coesão entre as partículas da mistura, além de aumentar a demanda de água [97]. Para balancear essa maior necessidade de água sem modificar a relação água/cimento, foram incorporados os mais altos teores de superplastificante entre todas as misturas.

3.2.5. Propriedades no estado endurecido

As matrizes confeccionadas foram testadas à compressão para determinar a sua resistência. Os ensaios foram realizados em seis idades diferentes a fim de entender a cinética de hidratação dos materiais pozolânicos. Os ensaios de compressão axial foram realizados em máquina universal de ensaios mecânicos CONTROLS, aos 3, 7, 14, 28, 45 e 90 dias (Figura 3.10). Para cada idade, foram produzidos três corpos de prova cilíndricos, em molde metálico com 100 mm de altura e 50 mm de diâmetro, totalizando 126 corpos de prova. Eles foram desmoldados com 24 horas e curados em câmara úmida com temperatura e umidade constantes, até o dia do ensaio, quando foram faceados, para melhor regularização da superfície, evitando concentração de tensões e excentricidades. A taxa de carregamento adotada nos ensaios de compressão foi de 2,5 MPa/min.

Para o cálculo da resistência, os valores de força última foram divididos pela área da seção transversal do corpo de prova. Os resultados de resistência à compressão das matrizes em diferentes idades se encontram na Figura 3.11, e os respectivos desvios padrão na Tabela 3.6



Figura 3.10 - Arranjo experimental do ensaio de compressão.



Figura 3.11 - Resultados do ensaio de resistência à compressão

Amostro	Resistência à compressão (MPa)					
Amostra	3 dias	7 dias	14 dias	28 dias	45 dias	90 dias
CPV	52,9 (0,8)	63,1 (4,9)	67,5 (5,6)	73,8 (5,1)	77,5 (7,9)	84,5 (0,2)
MK40	39,4 (1,0)	56,6 (5,6)	71,2 (1,4)	73,9 (9,1)	73,9 (3,3)	68,3 (5,7)
SCA40	34,9 (0,3)	35,0 (0,7)	41,3 (4,2)	56,7 (1,5)	56,0 (1,6)	70,3 (1,6)
CBC20	33,2 (0,1)	38,9 (1,6)	45,8 (1,0)	55,4 (2,0)	57,0 (0,3)	68,3 (0,7)
MK20	54,9 (5,6)	90,8 (2,1)	91,7 (9,1)	96,5 (5,8)	101,3 (2,0)	100,0 (1,7)
SCA20	36,4 (0,5)	51,7 (4,4)	67,2 (0,5)	79,7 (2,4)	84,7 (5,8)	87,9 (3,0)
FA20	34,7 (1,7)	54,9 (5,7)	55,3 (1,1)	64,4 (6,4)	70,0 (0,5)	80,0 (5,0)

Tabela 3.6 - Resultados do ensaio de compressão.

*Desvio padrão em parênteses

É possível observar, a partir dos resultados mostrados na Figura 3.11 e na Tabela 3.6, que as matrizes que se sobressaíram em relação as demais, foram MK20 e SCA20, alcançando resistências superiores às da referência, sendo a primeira a que alcançou os maiores valores de resistência à compressão em todas as idades. Das matrizes com teor de substituição de 40%, a MK40 se sobressaiu em relação a SCA40, o que está de acordo com o que foi reportado nos resultados de índice de atividade pozolânica por resistência à compressão, no item 3.2.1., sendo o metacaulim a adição mineral que apresentou o maior IAP. Nota-se que até os 45 dias é onde ocorrem os ganhos mais significativos de resistência à compressão. No entanto, entre os 45 e 90 dias, observa-se pouca variação na resistência em todas as argamassas, com exceção das amostras SCA40 e CBC20, que obtiveram os maiores ganhos de resistência nesse intervalo. Sensale [74] observou o mesmo comportamento no desenvolvimento da resistência mecânica de argamassas com sílica da casca de arroz, que está relacionado à cinética das reações pozolânicas. Ao comparar as amostras com mesmo percentual de substituição de cimento Portland: MK20, SCA20 e CBC20, pode-se notar uma grande diferença no desempenho mecânico da argamassa CBC20. As amostras com cinza do bagaço de cana apresentaram as piores resistências em todas as idades estudadas, concretizando o que foi evidenciado nos ensaios de método de Chapelle modificado. No qual obteve a menor reatividade química entre as demais adições, assim como nos ensaios de IAP. Isso pode ser explicado pelo fato de se tratar de uma cinza residual que não passou por tratamentos específicos, como um processo controlado de combustão e moagem. A CBC20 apresenta as partículas com os maiores diâmetros, em relação às demais adições, como mostra a curva de distribuição granulométrica. Todos esses fatores influenciam altamente o desempenho de uma pozolana.

3.3. Fibra de curauá

3.3.1. Fornecimento e armazenamento da fibra

As fibras de curauá utilizadas nessa pesquisa foram fornecidas pelo campo experimental da Tramontina, localizado no município de Aurora do Pará, Pará, onde são realizados diversos estudos sobre a potencialidade de plantios florestais para fins de reflorestamento. As folhas do curauá foram colhidas e levadas para o beneficiamento, isto é, extração das fibras por processo mecânico em uma máquina desfibradeira, semelhante às máquinas para extração das fibras de sisal. A colheita das folhas é feita manualmente, folha por folha, e pode ser realizada a cada três meses.

Após o beneficiamento, as fibras foram estiradas em cordas para secagem ao sol, processo que leva, aproximadamente, 48 horas, dependendo das condições climáticas, como mostram as Figura 3.12 a, b, c, d. Em média, em mil gramas de folha, pode-se obter de 7% a 10% de fibra seca [28][56].



(a)

(b)



Figura 3.12 – Beneficiamento da fibra de curauá: a) Plantação cruzada de curauá e Paricá; b) colheita das folhas; c) máquina desfibradeira; d) fibras em processo de secagem.

A folha da planta de curauá, pode ser considerada funcionalmente como um compósito, que é reforçado por dois tipos de fibra: fibra poligonal estrutural e fibra em arco, denominada "*horse shoe*". Como é possível observar na Figura 3.13, que foi obtida através de imagens captadas por microscópio estereoscópio. A primeira tem função estritamente estrutural e é responsável por conferir rigidez e resistência à folha. Ela é distribuída em todo o perímetro da área transversal da folha. Já a segunda, também conhecida como fibra vascular, é responsável pela condução de nutrientes ao longo da folha [49].



Figura 3.13 – Seção transversal da folha de curauá em microscópio estereoscópio.

3.3.2. Lavagem e secagem

O processo de lavagem das fibras consiste na retirada de impurezas, por meio de imersão em água quente, com temperatura variando entre 70 e 80 °C durante uma hora. Após esse período, o aquecimento é desligado, e, ao atingir temperatura ambiente, as fibras são retiradas e estiradas em varal para secagem ao ar livre, sem exposição ao sol, por 48 horas, conforme Souza [45]. Para a produção do tecido para o reforço do compósito, é necessário que as fibras passem por processo manual de separação em um aparato composto por placa de madeira e pregos, que se assemelha a um pente (Figura 3.14 a). Tal processo é essencial, visto que as fibras, por possuírem diâmetros muito pequenos, se entrelaçam facilmente, formando grupos de aglomerados de fibras, como mostra a Figura 3.14 b.


Figura 3.14 – Processo de separação dos filamentos de curauá: a) pente metálico; b) aspecto das fibras antes e após a separação.

3.3.3. Tratamento do tecido de curauá

3.3.3.1. Abrasivos e adesivo epóxi utilizados no tratamento das fibras

Para o tratamento das fibras foi utilizado o óxido de alumínio eletrofundido para abrasivos, nº 50, fornecido pela Zirtec Indústria e Comércio LTDA, São Paulo. O material possui massa específica de 3,7 g/cm³, partículas que apresentam granulometria aberta, com predominância de diâmetros de 125 a 297 μ m, e cor cinza escura. Também foi utilizada areia especial britada fina fornecida pela Minérios Lorena, São Paulo. Possui granulometria passante na peneira de abertura de 210 μ m. Ambos os materiais são mostrados na Figura 3.15.



Figura 3.15 – óxido de alumínio e areia utilizados no tratamento do tecido de curauá.

Para o *coating* e adesão das partículas abrasivas na superfície das fibras, foi utilizado o adesivo epóxi Sikadur 32, de média viscosidade, com densidade de 1,5 g/ml, fornecido pela Sika, São Paulo.

3.3.3.2. Processo de aplicação

Como descrito anteriormente, o tratamento das fibras consistiu na impregnação de óxido de alumínio e areia fina com adesivo epóxi. O processo de aplicação do *coating* iniciou com a preparação do adesivo epóxi, pesando-se os componentes e realizando a mistura com 67% do componente A e 33% do componente B. Por camada, foram utilizados aproximadamente 23 g de óxido de alumínio, 16 g de areia e 33 g de adesivo epóxi, que correspondem às frações mássicas: 36,8% (óxido de alumínio), 52,8% (areia), 28% (epóxi) e 10,4% (fibras).

As camadas de tecido são fixas por uma das extremidades, na mesma forma metálica utilizada na confecção dos compósitos, para que, após o processo de impregnação, o tecido obtenha as dimensões do molde (60 x 500 mm). Em seguida, com uma espátula, o adesivo epóxi é aplicado em ambos os lados do tecido, ao longo de todo o seu comprimento. Por fim, pulveriza-se o material abrasivo em toda a superfície do tecido com adesivo epóxi e espalha-se, aplicando pressão, para garantir uma boa aderência entre o abrasivo e o *coating*, como mostra a Figura 3.16



(a)

(b)



(c)

Figura 3.16 – Processo de aplicação do tratamento de óxido de alumínio: a) aplicação do adesivo epóxi; b) pulverização do óxido de alumínio; c) espalhamento do óxido de alumínio

3.3.4. Microestrutura

Aspectos microestruturais e morfológicos das fibras de curauá com e sem tratamento foram estudados mediante análise de imagem de micrografias, em um microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo Jeol JSM 6510 LV (Figura 3.17 b, c), operando de 10 a 20 kV, do Laboratório de Microscopia Eletrônica do Departamento de Engenharia de Materiais da PUC-Rio.

O mecanismo de preparação das amostras envolveu os seguintes processos: i) Imersão das fibras em água por aproximadamente 24 horas; ii) Corte e separação de 10 filamentos de cada amostra (com e sem tratamento), com lâminas de aço inoxidável de forma perpendicular ao eixo longitudinal do filamento; iii) Fitas de carbono foram usadas para fixar as fibras em suporte circular; e iv) Deposição de ouro nas amostras, para torna-las condutoras e adequadas à análise de MEV, como ilustrado na Figura 3.17 a. As micrografias das fibras de curauá com e sem tratamento são mostradas na Figura 3.18



(a)

(b)



(c)

Figura 3.17 – Preparação das amostras: a) máquina que realiza a deposição de ouro nas amostras; b) fibras fixadas no aparato circular do MEV; c) amostras posicionadas no MEV.







As fibras de curauá apresentaram seção transversal tipicamente na forma oval e superfície lateral rugosa e não uniforme, como reportado na literatura [101]. É possível verificar que o *coating* de adesivo epóxi regulariza a superfície externa, reduzindo a rugosidade e aumentando a área da seção transversal da fibra. As imagens obtidas pelo MEV, foram processadas usando o pacote de software *ImageJ*, para medir a seção transversal de cada fibra. Uma linha de contorno foi desenhada de forma interativa para delinear a seção transversal irregular da fibra e então a área foi medida e comparada com o modelo circular. A área média da seção transversal das fibras foi de 0,0048 mm².

O diâmetro das fibras de curauá destaca-se entre os menores das fibras naturais convencionais, como sisal, juta e cânhamo, conforme mostra a Tabela 2.2, e varia em um intervalo de 60 a 80 μ m [2,4,16,17,30].

3.3.5. Tração da fibra

A caracterização mecânica das fibras com e sem tratamento foi realizada por meio de ensaios de tração direta, segundo a norma ASTM C1557 [102], com alguns ajustes. Foram preparadas 15 amostras para cada tipo de fibra, sendo elas: fibra natural sem tratamento "FN", fibra tratada com impregnação de óxido de alumínio "OA" e fibra tratada com impregnação de areia "AR". Os ensaios de tração foram conduzidos em máquina de ensaios mecânicos MTS 810 com capacidade de 250 kN. Devido à baixa sensibilidade da célula de carga da máquina, foi acoplada ao arranjo experimental uma célula de carga de 100 N, e um LVDT de 7 mm de curso, para medir o deslocamento vertical. As amostras foram preparadas como mostra a Figura 3.19 a, onde as fibras são posicionadas no centro de uma guia de montagem (*"tab"*), que é presa pelas garras do arranjo experimental acoplado à máquina, como ilustrado na Figura 3.19 b. Essas guias foram feitas de papel kraft, e servem para evitar que o filamento seja esmagado pelas garras. Antes do ensaio, as laterais da guia são cortadas para não influenciar no ensaio. Os corpos-de-prova foram ensaiados com taxa de deslocamento do atuador de 0,1 mm/min.



Figura 3.19 – Ensaio de tração direta da fibra: a) fibra fixada no centro da guia de papel kraft; b) arranjo experimental do ensaio.

A partir da média aritmética das áreas das seções transversais obtidas no item 3.3.3, foi possível calcular a resistência à tração das fibras " σ ", dividindo a força aplicada "F" pela área transversal média das fibras sem tratamento "A". Já a deformação " ε " foi calculada dividindo-se o deslocamento " ΔL " pelo comprimento ensaiado "gage length", L = 20 mm (Equações 6 e 7).

$$\sigma = \frac{F}{A} \tag{6}$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L} \tag{7}$$

As curvas típicas de resistência à tração *versus* deformação, podem ser observadas na Figura 3.20. O módulo de elasticidade foi calculado como o coeficiente angular da curva tensão-deformação na região elástica correspondente ao início do ensaio. Essa região foi delimitada ao intervalo até 20% da força máxima aplicada. A tensão máxima é a maior tensão suportada pela fibra antes da ruptura, e a deformação correspondente a essa tensão é a deformação máxima. A Tabela 3.7 mostra os resultados das propriedades mecânicas com seus respectivos desvios padrão.



Figura 3.20 – Curva tensão versus deformação.

Amostra	Tensão máx.	Deformação máx	Módulo de elasticidade
	(MPa)	(mm/mm)	(GPa)
FN	956 (357)	0,047 (0,006)	16,53 (5,77)
OA	1549 (570)	0,029 (0,008)	53,86 (20,77)
AR	1589 (201)	0,033 (0,002)	53,27 (10,50)

Tabela 3.7 – Resultados dos ensaios de tração da fibra.

A fibra de Curauá possui resistência mecânica e módulo de elasticidade superiores a fibras naturais como sisal, juta, coco [2,16,17,29,30] e se assemelha a algumas fibras sintéticas como vidro e polipropileno, como mostra a Tabela 2.3.

A alta variabilidade observada pelos respectivos desvios padrão pode ser explicada pela morfologia e microestrutura da fibra natural, como por exemplo, a variação de diâmetro ao longo do comprimento da fibra, e possível esmagamento das extremidades das fibras pelas garras durante o ensaio.

A rigidez e a resistência à tração das fibras aumentaram significativamente com a aplicação dos tratamentos. As fibras tratadas obtiveram um aumento de resistência de aproximadamente 62% nas amostras OA e 66% nas amostras AR. Enquanto isso o módulo de elasticidade teve um aumento de aproximadamente 225% tanto para as amostras OA, quanto para AR. Isso pode ser explicado devido à penetração do *coating* de adesivo epóxi nas paredes celulares das fibras, envolvendo o lúmen e tornando a sua microestrutura muito mais rígida, o que explica a perda de capacidade de deformação das fibras tratadas.

3.3.6. Tração do tecido

A análise do comportamento do tecido solicitado à tração é de suma importância para compreender a performance do compósito, sob o mesmo esforço, após o estágio de múltipla fissuração. A partir desse, são as características do reforço que predominam até a ruptura do compósito.

O ensaio de tração no tecido foi realizado em máquina universal de testes MTS, modelo 810/250. Os corpos de prova possuíam como dimensões 170 mm x 40 mm x 2 mm (comprimento x largura x espessura). Quatro corpos de prova foram preparados para cada variação, sendo elas: FN, tecido de curauá sem tratamento; OA, tecido com impregnação de óxido de alumínio; e AR, tecido com impregnação

de areia, resultando em um total de 12 exemplares. Com o propósito de nivelar e regularizar a superfície, foi aplicada uma fina camada de massa adesiva plástica nas extremidades. Os corpos de prova foram fixos em garras de alumínio com extensões que foram presas nas garras da máquina. A deformação do comprimento livre de tecido foi calculada através da média dos deslocamentos de dois transdutores de deslocamento GEFRAN de curso de 10 mm, acoplados às garras inferiores, como mostra a Figura 3.21. A tensão foi obtida pelo quociente da relação entre força aplicada pela área transversal dos corpos de prova. Os ensaios ocorreram a uma taxa de deslocamento de 0,3 mm/min. As curvas típicas obtidas estão ilustradas na Figura 3.22.



Figura 3.21 – Arranjo experimental do ensaio de tração no tecido.



Figura 3.22 – Curva tensão versus deformação do ensaio de tração do tecido.

Amostra	Tensão máx. (MPa)	Deformação máx (mm/mm)
FN	226 (79)	0,025 (0,001)
OA	266 (103)	0,031 (0,003)
AR	298 (21)	0,015 (0,014)

Tabela 3.8 – Resultados do ensaio de tração do tecido.

É possível observar na curva tensão *versus* deformação que ambos os tratamentos conferiram ao reforço um aumento da rigidez na região linear, seguido de uma queda na rigidez e mudança de comportamento, onde nota-se uma certa não linearidade na curva. Isso ocorre, pois, o tecido com tratamento se comporta como um compósito, por apresentar duas fases com propriedades distintas. Uma fase mais rígida, *coating*, responsável pelo aumento da rigidez nos primeiros estágios de deformação, e uma mais dúctil, que corresponde às características do tecido de curauá. Portanto, o comportamento não-linear corresponde à região onde ocorre a fissuração do *coating*. O tecido de curauá sem tratamento apresentou um comportamento elástico-linear até a ruptura. Pode-se afirmar que, diferentemente do ensaio de tração da fibra, o ganho de resistência em relação ao curauá não tratado não é tão significativo. Sendo o tecido OA o que obteve a maior resistência entre as

amostras ensaiadas, com um aumento da resistência de aproximadamente 21% em relação ao curauá sem tratamento, FN.

3.3.7. Sorção e dessorção

O ensaio de absorção de água consistiu na aferição do ganho de massa, ao longo do tempo, de três feixes de fibras, de geometria similar às camadas de reforço utilizadas nos compósitos, pesando aproximadamente 6 g cada, no estado seco. As amostras foram previamente secas em estufa com temperatura fixa em $80^{\circ}C \pm 1^{\circ}C$, até atingir constância de massa, ou seja, quando não houve variação de massa entre pesagens consecutivas. Em seguida, as fibras foram imersas em água, até atingirem sua capacidade máxima de absorção de água. As medições foram realizadas em balança de precisão e ocorreram nos intervalos de 2, 4, 6, 8, 10, 30, 120, 180, 240 e 300 min. As fibras foram removidas da água, secas com um pano sem fiapos, para retirada do excesso de água livre, e imediatamente pesadas. Para o ensaio de dessorçã, as fibras completamente saturadas foram levadas à mufla em uma temperatura constante de 80°C e as medições ocorreram nos intervalos de secagem de 10, 30, 60, 90 e 120, baseado no trabalho de Ferreira et al. [6]. Através dos dados, montou-se o gráfico de sorção e dessorção em relação ao tempo, onde as quantidades de ganho e perda de água são expressas como aumento em porcentagem de massa. A Figura 3.23 mostra as curvas de sorção e dessorção da fibra de curauá com e sem tratamento de óxido de alumínio.



Figura 3.23 – Curvas de variação de massa versus tempo: a) fibra natural (FN) e tratadas (OA); b) curva expandida das fibras com tratamento de óxido de alumínio.

Nas fibras naturais, a hemicelulose e a celulose amorfa são responsáveis pela sua alta capacidade de absorção de água. O processo ocorre quando a umidade penetra na parede celular, aumentando seu volume, e, por sua vez, aumentando o volume de toda a fibra, até que a parede da célula esteja completamente saturada com água [30].

A partir das curvas de sorção e dessorção, é possível verificar que a diferença no ganho de massa entre as fibras tratadas e não tratadas, é muito evidente. O limite máximo de ganho de massa para a fibra natural foi de aproximadamente 225%, em 120 minutos, enquanto que para a fibra tratada, foi em torno de 12%, em 120 minutos. Essa redução indica que o tratamento alterou o caráter hidrofílico das fibras de curauá, o que sugere que o *coating* promove uma certa impermeabilização nas fibras, estando estas menos suscetíveis à variação volumétrica durante o processo de moldagem. No que concerne à dessorção, a amostra com tratamento retornou ao estágio inicial de constante de massa após 75 minutos, enquanto que a fibra no estado natural, 100 minutos. Portanto, também é possível supor, que o *coating* de óxido de alumínio facilita a saída de água da amostra, o que pode se dar pelo fato da água se acumular, principalmente, nas extremidades, ao redor da superfície do tecido, ficando mais suscetível à evaporação. Os resultados obtidos no ensaio de absorção da fibra natural sem tratamento, se aproximam aos valores reportados na literatura, por Souza [45], que obteve como resultado o ganho de massa máximo de 360% e Ferreira *et al.* [6] que obtiveram valores no intervalo de 340% à 350%.

3.3.8. Conclusões

No capítulo três foram caracterizados os materiais que constituem a matriz, (aglomerantes e a areia) e a fibra de curauá utilizada, neste trabalho, para a fabricação dos compósitos.

Os aglomerantes, fração composta por cimento Portland CPV ARI e as adições minerais: metacaulim, cinza volante, sílica da casca de arroz e cinza do bagaço de cana, foram caracterizados em relação a sua composição química e distribuição granulométrica. Em específico, as adições foram analisadas por sua reatividade pozolânica, pelos ensaios químicos e mecânicos, atestando que é necessário aliar a reatividade química com o efeito físico do arranjo e empacotamento das partículas na argamassa para obter uma análise mais precisa do índice de atividade pozolânica.

As matrizes selecionadas para a confecção dos compósitos foram as matrizes MK40, SCA40, SCA20 e CBC20, para análise e comparação do comportamento entre as três adições minerais estudadas no trabalho, sendo a matriz MK40 a matriz de referência adotada baseada em estudos anteriores [38][59]. As propriedades reológicas das matrizes foram caracterizadas mediante ensaio de espalhamento *Flow table*, resultando em 394, 410 e 370 mm para as respectivas amostras MK40, SCA40 e CBC20. Sendo a matriz MK40 a que necessitou de maior teor de superplastificante para atingir a consistência necessária para moldagem.

O ensaio e resistência à compressão foi adotado para caracterizar as sete matrizes de argamassa produzidas e descritas no item 3.2.3. Por meio dos resultados foi possível analisar a influência do teor de substituição do cimento Portland pelas adições minerais, suas respectivas reatividades e fazer um paralelo com os ensaios de atividade pozolânica para compreender melhor a cinética das reações pozolânicas e de hidratação do cimento. A maior resistência alcançada correspondeu à matriz MK20, que obteve os maiores resultados em todas as idades

ensaiadas e foi de 101,3 MPa, aos 45 dias. As menores resistências pertenceram às matrizes CBC20 e SCA40.

A fibra de curauá utilizada nesse trabalho também foi caracterizada em relação à resistência à tração, sorção e dessorção de água e microestrutura. Através dos ensaios mecânicos, foi comprovado que a fibra de curauá é uma fibra com potencial para alcançar valores de resistência à tração superiores à de outras fibras naturais como Sisal, Juta e cânhamo, o que é compatível com a literatura presente na Tabela 2.2. Também foi possível observar que os tratamentos promoveram o aumento tanto da resistência quanto do módulo de elasticidade. A resistência à tração foi calculada através da área obtida pela análise das imagens do MEV. A absorção de água do tecido de curauá também foi medida ao longo do tempo, resultando em 225% de ganho de massa em 120 minutos, para o tecido sem tratamento, e de 12% aos 120 minutos para o tecido tratado. Esse fato demonstra que o *coating* modificou a natureza hidrofílica das fibras de curauá, diminuindo sua capacidade de absorção de água.

4. Comportamento mecânico de compósitos cimentícios reforçados com tecido unidirecional de fibra de curauá

4.1. Introdução

O Capítulo 4 apresenta o processo de produção do compósito cimentício reforçado com tecido unidirecional de fibra curauá. Os compósitos foram produzidos com as matrizes MK40, SCA40, SCA20 (somente para ensaio de flexão a quatro pontos) e CBC20. Destas, foi selecionada a matriz MK40 para confecção dos compósitos com tecido de fibra de curauá tratados com os dois diferentes *coatings:* com óxido de alumínio, denominado MK_OA, e areia, MK_AR. O reforço foi composto por 3 camadas de 6,5 g de fibra de curauá, totalizando uma fração volumétrica de 7,5%. Ao todo, foram produzidos três tipos de compósitos que variavam entre si de acordo com a adição mineral utilizada na matriz e dois tipos de compósitos com a mesma matriz, variando em relação ao tratamento aplicado no reforço.

O comportamento mecânico dos compósitos foi verificado por meio de ensaios de tração direta e flexão a quatro pontos. Também foram analisados os mecanismos de transferência de tensões na interface e aderência fibra-matriz, mediante ensaios de *pull-out* da fibra e do tecido. Um esquema indicando o tipo e a quantidade de corpos de prova (CP) por ensaio pode ser observado na Figura 4.1.



Figura 4.1 – Organograma dos experimentos realizados.

4.2. Procedimento experimental

4.2.1. Fabricação dos compósitos

4.2.1.1. Placas para ensaio de tração e flexão à quatro pontos

Todos os materiais utilizados para a composição dos compósitos estão caracterizados no Capítulo 3. A moldagem dos corpos de prova se deu primeiramente pela preparação das camadas de tecido de curauá. As fibras foram penteadas e cortadas nas dimensões ideais para cada ensaio. As camadas de tecido para o ensaio de tração continham as mesmas dimensões da área da base dos moldes das placas: 500 mm x 60 mm. E para os compósitos a serem ensaiados à flexão, 350 mm x 60 mm, com as respectivas massas de 6 ± 0.5 g e 4.2 ± 0.8 g. As camadas de tecido foram imersas em água em temperatura ambiente por duas horas, até ficarem saturadas. O procedimento de saturação foi realizado para evitar que as fibras naturais sem tratamento, absorvessem a água presente na matriz, e alterassem a relação água/cimento da mesma. Além disso, procurou-se melhorar a interface, evitando que houvesse variação volumétrica do tecido devido absorção de água da argamassa.

Após o processo de saturação, retirou-se o excesso de água, e penteou-se novamente cada camada para que as fibras fossem alinhadas longitudinalmente e obtivessem as dimensões detalhadas acima, como mostram as Figuras 4.2 a, b, c Em seguida, foram misturados todos os materiais para a produção da argamassa, como detalhado no item 3.2.3.



(a)



Figura 4.2 – Tecido de curauá: a), b) e c) dimensões das camadas de reforço de uma placa para ensaio de tração.

Os compósitos foram então moldados em formas metálicas de 1 cm de espessura, previamente untadas com desmoldante. O método de moldagem consistiu na intercalação de matriz e tecido, como mostra a Figura 4.3, começando e terminando por uma camada de matriz e totalizando 4 camadas de matriz e 3 de tecido.



Figura 4.3 – Molde para confecção dos compósitos e esquema de moldagem.

Ao encerrar o processo de moldagem, os corpos de prova foram envolvidos com plástico filme e uma fina lâmina de água por 24 horas. Após esse período, eles

foram desmoldados, envoltos novamente com plástico filme e levados para curar em câmara úmida à temperatura e umidade constantes até o dia anterior ao ensaio.

Ao todo, foram moldados 7 corpos de prova para a amostra de referência e 4 para as amostras com tratamento, resultando em 15 corpos de prova para ensaio de tração e 23 para ensaio de flexão à quatro pontos. Nas placas para o ensaio de tração, houve a necessidade de aplicar uma fina camada niveladora de massa adesiva plástica, para regular a superfície de contato com as garras metálicas do equipamento de ensaio. Os corpos de prova para o ensaio de tração encontram-se na Figura 4.4.



Figura 4.4 – Placas para ensaio de tração.

4.2.1.2. Placas para ensaio de *pull-out* do tecido

Para a confecção dos compósitos para o ensaio de *pull-out* do tecido, as dimensões do reforço e o número de camadas tiveram que ser modificados para o arranjo experimental utilizado no ensaio. O tecido foi cortado nas seguintes dimensões: 500 mm x 40 mm. A placa foi moldada nas dimensões de 300 mm x 60 mm x 10 mm, como mostra a Figura 4.5.

O processo de moldagem seguiu a mesma cronologia dos procedimentos detalhados no item 4.2.1.1. Porém, houve a redução do número de camadas de tecido para apenas uma, de aproximadamente 2 mm de espessura, posicionada entre duas camadas de matriz de 4 mm. Para garantir a espessura das camadas, o posicionamento do tecido e o isolamento da matriz, deixando o comprimento de tecido livre para o ensaio, foram utilizados dois espaçadores de alumínio com dimensões: 100 mm x 60 mm x 4 mm, em cada extremidade da forma. Os

espaçadores serviram de guia para manter a espessura correta entre as camadas. A partir de cada placa moldada, foi possível extrair dois corpos de prova.





Figura 4.5 – Moldagem das placas para ensaio de *pull-out* do tecido: a) posicionamento da camada de tecido de curauá sobre uma camada base de matriz; b) adição da última camada de matriz sobre o reforço c) placa moldada.

4.2.2. Comportamento mecânico

A característica mais importante do reforço fibroso em compósitos é o seu comportamento em relação à resistência à tração, capacidade de deformação e controle de abertura de fissura [49]. Com o intuito de estudar o comportamento mecânico dos compósitos, foram realizados ensaios de tração direta e flexão a quatro pontos

4.2.2.1. Flexão

Os ensaios de flexão a quatro pontos foram realizados em máquina universal de testes MTS, modelo 810/500, com capacidade de 500 kN, aos 28 dias de idade

(a)

dos corpos de prova MK40, SCA40, SCA20, CBC20, MK_OA e MK_AR. A fim de parametrizar a sensibilidade da aquisição de dados do atuador, foi acoplada ao sistema uma célula de carga de 2,5 kN, e, com o intuito de amenizar qualquer excentricidade entre os pontos de aplicação de carga, foi também inserida uma rótula.

A metodologia de ensaio, bem como a geometria do arranjo experimental foram baseadas nas recomendações da ASTM C1341 – 13 [104], seguindo a geometria IIB, que consistiu em um sistema de carregamento centralizado, de dois pontos de aplicação de força, igualmente espaçados entre si e entre os pontos de apoio adjacentes, sendo esses espaços equivalentes a 1/3 do comprimento total do vão de 270 mm, como mostra a Figura 4.6. Os testes foram realizados a uma taxa de deslocamento de 1 mm/min. As dimensões dos corpos de prova foram de 350 mm x 60 mm x 10 mm (comprimento x largura x espessura). A deflexão no nó central da amostra foi medida por dois transdutores de deslocamento GEFRAN de curso de 50 mm, posicionados em chapa metálica acoplada transversalmente no meio do vão, um em cada extremidade, como mostra a Figura 4.7.



Figura 4.6 – Geometria do ensaio de flexão a quatro pontos.



Figura 4.7 – Arranjo experimental do ensaio de flexão a quatro pontos.

A partir dos valores obtidos através do ensaio, como força aplicada e deslocamento dos transdutores, foi possível calcular a tensão (σ) e a deflexão (D) máximas, por meio das Equações 8 e 9.

$$\sigma = \frac{PL}{bd^2} \tag{8}$$

$$D = \frac{(\Delta L_1 + \Delta L_2)}{2} \tag{9}$$

Onde P é a força total aplicada; L é o comprimento do vão; b e d são a largura e a espessura do corpo de prova, respectivamente; ΔL_1 e ΔL_2 são os deslocamentos dos transdutores.

4.2.2.2. Tração

Os ensaios de tração foram realizados com o intuito de caracterizar os compósitos e os seus comportamentos nas diferentes zonas da curva tensão *versus* deformação, para análise e comparação entre as amostras que obtiveram a melhor performance.

O procedimento experimental foi realizado em máquina universal de testes mecânicos MTS, modelo 311, com capacidade de 1000 kN, aos 28 dias, nos compósitos: MK40, MK_AR e MK_OA. Os testes foram realizados com taxa de deslocamento do atuador de 0,1 mm/min [45]. As dimensões dos corpos de prova foram descritas no item 4.2.1.1. Os deslocamentos longitudinais foram medidos por dois transdutores de deslocamento GEFRAN, com curso de 100 mm. O arranjo experimental está detalhado na Figura 4.8, e consistiu em placas metálicas fixadas por parafusos nas extremidades das placas, aplicando-se, em cada parafuso, um torque de 8 N·mm. Esse conjunto foi conectado à máquina por dois pinos. Transdutores foram acoplados, no sentido longitudinal, em coroas de alumínio conectadas transversalmente à placa, delimitando o comprimento livre de ensaio, *gage length*, de 200 mm.



Figura 4.8 – Arranjo experimental do ensaio de tração do compósito

Os dados coletados a partir dos ensaios foram utilizados para construir as curvas tensão *versus* deformação. A tensão é o produto da divisão da força de tração aplicada pela área da seção transversal do compósito (Equação 6). Já a deformação foi obtida através da divisão da média das medidas de deslocamento dos dois transdutores ($\Delta L_1 \in \Delta L_2$) pelo comprimento livre ensaiado, L, "gauge length", conforme a Equação 10.

$$\varepsilon = \frac{(\Delta L_1 + \Delta L_2)}{L} \tag{10}$$

4.2.3. Interface

A aderência entre a fibra e a matriz cimentícia foi analisada mediante ensaios de arrancamento, *pull-out test*, de um único filamento de fibra e do tecido embutidos nas matrizes MK40, SCA20 e CBC20.

A partir da matriz do compósito de referência, MK40, foi possível observar a influência dos tratamentos superficiais nas ligações de interface, sendo as amostras MK_AR e MK_OA, compostas pelas fibras impregnadas com areia e óxido de alumínio, respectivamente. Para o *pull-out* da fibra, foram confeccionados 10 corpos de prova para cada amostra, resultando em um total de 60 testes. Já para o arrancamento do tecido, foram produzidos quatro corpos de prova para cada amostra. Logo, um total de 24 testes foram realizados.

Os resultados experimentais permitiram a construção da curva força de arrancamento *versus* deslizamento, que descreve a interação fibra-matriz.

4.2.3.1. Pull-out test da fibra

A preparação dos corpos de prova foi feita a partir da confecção das formas de tubo de PVC, de 25 mm de diâmetro, na altura do comprimento de embebimento da fibra, 10 mm. Em seguida, os moldes foram fixados em uma base de acrílico, com furos de 2 mm concêntricos ao molde. Cada filamento de fibra foi separado e individualmente inserido nos furos e fixados no fundo do acrílico. Como a fibra de curauá é muito fina e maleável, com o intuito de mantê-las esticadas e fixas no centro, foi necessária a utilização de uma tampa de acrílico com as mesmas dimensões da base. A tampa foi apoiada a uma altura de 100 mm, paralela à base de acrílico, como mostra a Figura 4.9 a, b. Por fim, a extremidade livre das fibras foi fixada na tampa.



(b)

Figura 4.9 – Esquema de moldagem dos corpos de prova para ensaio de *pull-out* da fibra: a) fibras centralizadas nos moldes e fixas nas duas extremidades;
b) despejo da argamassa nos moldes.

Posteriormente, foi produzida a matriz, conforme descrito no item 3.2.3 e esta foi colocada em sacos plásticos, com bico cortado na hora da moldagem, para facilitar o despejo da argamassa nos moldes. Os corpos de prova foram preparados em temperatura ambiente, retirados do acrílico após 24 horas e mantidos acondicionados nos moldes de PVC, envoltos por um filme plástico até a subsequente data de ensaio, aos 14 dias.

O ensaio foi realizado em máquina universal de testes, MTS, modelo 810/250, com capacidade de 250 kN. Acoplou-se ao arranjo experimental uma célula de carga de 100 N e uma garra metálica para a fixação da fibra. Os ensaios foram realizados a uma taxa de deslocamento de 0,4 mm/min. Os corpos de prova foram

fixados em garras com um sistema de condições de contorno fixas, conforme Figura 4.10.

Os valores experimentais de carga e deslocamento permitiram a obtenção da tensão cisalhante máxima ($\tau_{máx}$) por meio da Equação 11.

$$\tau_{m\acute{a}x} = \frac{P_{m\acute{a}x}}{2\pi rL} \tag{11}$$

Onde P_{max} é a carga máxima, r é o raio da fibra e L o comprimento de embebimento.



Figura 4.10 – Arranjo experimental do ensaio de *pull-out* da fibra.

4.2.3.2. Pull-out test do tecido

Os corpos de prova para o ensaio de arrancamento do tecido foram confeccionados conforme descrito no item 4.2.1.2. Para o reforço de curauá sem tratamento, ao todo, foram moldados quatro corpos de prova para cada matriz, totalizando 16 corpos de prova, com comprimento de embebimento do tecido de 140 mm, possuindo as seguintes dimensões: 140 mm x 60 mm x 10 mm, como detalhado na Figura 4.11.



Figura 4.11 – Corpos de prova ensaiado antes e após o ensaio.

Os compósitos reforçados com os tecidos tratados foram produzidos com a matriz do compósito de referência, MK40. O comprimento de embebimento do tecido, 50 mm, foi o mínimo permitido pelo arranjo experimental disponível. Logo, as dimensões finais dos corpos de prova foram: 50 mm x 60 mm x 10 mm. Também foram moldados quatro exemplares para cada variação, resultando em 8 corpos de prova no total.

Os testes de *pull-out* do tecido foram realizados em máquina universal MTS, modelo 810/250, com capacidade de 250 kN. Utilizando uma taxa de deslocamento de 1 mm/min. A parte do corpo de prova que corresponde ao compósito, foi fixada por chapas metálicas conectadas através de parafusos, onde foi aplicado o torque de 8 N·mm, com um arranjo semelhante ao utilizado no ensaio de tração direta do compósito descrito no item 4.2.2.1. A parte do reforço, constituída pelo tecido excedente sobressalente da matriz, foi dividida em: L_{fixo} que é o comprimento de tecido fixo, de aproximadamente 80 mm, por chapas retangulares de alumínio, com duas extensões que foram presas nas garras da máquina e L_{livre}, que corresponde ao *gauge length*, com 50 mm de comprimento. A deformação que ocorre no L_{livre} entre a extremidade do compósito e as garras de alumínio foi calculada através dos deslocamentos medidos por dois LVDTs com curso de 10 mm, apoiados em duas cantoneiras de alumínio acopladas no tecido, conforme mostra a Figura 4.12. Essa deformação influencia na precisão do cálculo do deslizamento, portanto, sua magnitude deve ser considerada.



Figura 4.12 – Arranjo experimental do ensaio de *pull-out* do tecido.

4.3. Resultados e discussão

O comportamento mecânico dos compósitos submetidos à ensaios de tração e flexão a quatro pontos, bem como a análise da interface entre a fibra e o tecido nas diferentes matrizes empregadas nas confecções dos compósitos foram analisadas e as curvas e resultados dos ensaios descritos no item 4.2.2, são apresentadas nesta seção. Os dados obtidos, como resistência, força máxima de arrancamento, tensão cisalhante de aderência máxima, deformação e tenacidade, são apresentados em valores resultantes da média aritmética das amostras ensaiadas, e seus respectivos desvios padrão.

4.3.1. Ensaios de flexão

O comportamento nos ensaios de flexão a quatro pontos dos compósitos cimentícios MK40, SCA40, CBC20 e SCA20 com três camadas de tecido unidirecional de curauá é apresentado na Figura 4.12. Com o intuito de analisar a influência do tratamento do reforço, a matriz de referência MK40 foi comparada às amostras MK_OA e MK_AR, e seu comportamento é mostrado na Figura 4.13. Na Tabela 4.1, estão sumarizados os resultados de tensão equivalente na flexão e deflexão. Os valores de desvio-padrão estão entre parênteses.

É possível realizar uma analogia entre os estágios de carregamento dos ensaios de flexão e de tração. Primeiramente, tem-se um comportamento elásticolinear do compósito, onde tecido e matriz trabalham em conjunto através de uma aderência integral. Nesta zona, quem governam são as propriedades da matriz, como o módulo de elasticidade. Nota-se que o compósito MK40 apresentou maior rigidez na zona linear elástica, seguido do SCA20, SCA40 e CBC20. Em seguida, observa-se a etapa de propagação de fissuras, culminando com o ponto de saturação de espaçamento entre elas. O reforço então passa atuar como principal responsável pela terceira zona, até a ruptura do compósito. Foi observado o mecanismo de múltipla fissuração em todos os compósitos e eles apresentaram um comportamento dúctil em todos os ensaios.



Figura 4.13 – Curva tensão *versus* deflexão das amostras MK40, SCA40, CBC20 e SCA20.

Ao analisar a performance de todos os compósitos na flexão, é possível afirmar que o comportamento *deflection-hardening* foi predominante em todas as amostras. Em termos de resistência, é possível afirmar que o teor de substituição da sílica da casca de arroz teve alta influência na performance dos compósitos em flexão, sendo as amostras SCA40 e SCA20, as que resultaram em menor e maior valores de resistência à flexão, respectivamente. Uma possível explicação para tal

fenômeno seria o arranjo físico entre as partículas de aglomerante e agregado nas misturas, o que foi demonstrado nos ensaios de compressão das argamassas, onde a matriz SCA20 alcançou resistência, aos 28 dias, 40% superior à matriz SCA40. As matrizes MK40 e SCA20 se sobrepuseram em relação às demais, alcançando tensões máximas de 3 a 4 vezes maiores que a amostra SCA40, que obteve a menor resistência. O comportamento mecânico à flexão refletiu as propriedades dos materiais estudadas no capítulo 3, visto que a matriz que apresentou a melhor resistência mecânica aos 28 dias, juntamente com o maior índice de atividade pozolânica, segundo a NBR 5752 [91], foi a composta por metacaulim No que concerne a deflexão, podemos observar na Figura 4.13 que as curvas foram interrompidas após o pico. No entanto, todas as amostras tiveram deflexões superiores à 50 mm, o que demonstra uma alta capacidade de deformação.

A tenacidade dos compósitos, parâmetro que corresponde à capacidade de absorção de energia, também foi analisada mediante o cálculo da integral da curva força-deslocamento, com o limite estipulado na força máxima de cada corpo de prova. Nesse quesito, o compósito MK40 também obteve o melhor desempenho frente as amostras de diferentes matrizes, com uma capacidade de absorção de energia de 15,68 J (\pm 0,99 J), aproximadamente 83% maior que a amostra que apresentou a menor tenacidade, CBC20.

Além da comparação entre as diferentes matrizes, também foi realizado o ensaio de flexão para determinar a influência do tratamento do reforço nas propriedades mecânicas do compósito de referência, MK40. É possível notar, pela Figura 4.14 e pela Tabela 4.1, que os tratamentos foram efetivos no ganho de resistência e rigidez do compósito. Sendo muito similares os comportamentos das amostras com reforço tratado, MK_OA e MK_AR, bem como os respectivos modos de ruptura, ocorrendo à uma deflexão inferior à amostra MK40, sem abertura de muitas fissuras e apresentando descolamento do reforço na região tracionada da placa, o que pode ser explicado pela tensão de aderência do reforço na matriz, ser superior à própria resistência entre as três amostras, 65,61 MPa, conferindo um ganho de resistência de 78% em relação ao MK40. Em contrapartida, a tenacidade foi um fator influenciado negativamente pelo tratamento do reforço com óxido de alumínio, com uma perda percentual de aproximadamente 20% em relação à MK40.



Figura 4.14- Curva tensão *versus* deflexão das amostras MK40, MK_OA e MK_AR.

Amostra	Tensão máx.	Deflexão	Tenacidade
	(MPa)	(mm/mm)	(J)
MK40	31,33 (5,46)	48,54 (18,99)	15,68 (0,99)
SCA40	6,68 (1,10)	60,25 (7,73)	2,56 (1,13)
CBC20	10,90 (4,21)	66,18 (10,46)	1,75 (1,01)
SCA20	25,05 (12,96)	53,92 (4,20)	7,69 (4,20)
MK_OA	52,85 (12,76)	34,69 (2,73)	8,73 (4,67)
MK_AR	44,52 (6,82)	49,08 (8,58)	22,64 (4,01)

Tabela 4.1 – Reposta dos compósitos à flexão.

4.3.2. Ensaios de tração no compósito

O comportamento dos compósitos cimentícios reforçados com três camadas de tecido unidirecional de curauá submetidos a ensaios de tração direta é apresentado nas Figura 4.15 e 4.16. Na Tabela 4.2, são reportados os resultados de tensão, deformação, tensão à primeira fissura e rigidez pós fissuração dos

compósitos de mesma matriz e diferentes tratamentos do reforço, bem como os respectivos valores de desvio-padrão, em parênteses.

As curvas tensão *versus* deformação dos corpos de prova dos compósitos de referência, MK40, descreveram o comportamento típico de compósitos cimentícios *strain-hardening*, evidenciando quatro zonas de carregamento distintas, do ponto de vista macroscópico, como mostra a Figura 4.15 a [53].

A primeira delas, Zona I, é caracterizada pelo comportamento elástico-linear do compósito, que corresponde principalmente às propriedades da matriz e culmina com o início da abertura da primeira fissura, o denominado "*bend over point*", BOP⁻ que ocorre em aproximadamente 4,8 MPa, para as amostras MK40. O ponto relativo ao final da formação completa da primeira fissura, é definido como BOP+. Imediatamente após o BOP- inicia-se a Zona II, onde há a abertura de diversas microfissuras ao longo de toda a amostra, em intervalos aproximadamente regulares, e elas se propagam ao redor da espessura do compósito, sem o transpassar completamente. Nessa zona, é possível observar o padrão de múltipla fissuração, característico do comportamento *strain-hardening*, assim como uma significativa redução na rigidez. Os parâmetros que governam esse estágio, além das propriedades mecânicas do reforço, são o volume incorporado de fibras e a aderência fibra-matriz.

A Zona III tem início quando novas fissuras cessam de aparecer, e as fissuras já existentes, começam a aumentar progressivamente de tamanho devido à saturação de espaçamento entre elas. Ocorre então o descolamento do reforço da matriz, até a tensão máxima , portanto, é a zona regida pelas características do tecido. Nessa zona, também é possível observar um aumento da rigidez e da resistência do compósito. A Zona IV é a região pós pico, onde ocorre a ruptura completa em uma fissura, levando à ruptura do próprio compósito [53][105][106]. Um esquema que ilustra a demarcação das zonas é mostrado na Figura 4.15 b.



Figura 4.15 – Resposta dos compósitos MK40 ao ensaio de tração: a) curvas tensão versus deformação de todos os corpos de prova; b) representação esquemática das zonas de carregamento.

Na Figura 4.16, é possível observar que o compósito MK AR apresenta comportamento elasto-plástico nos estágios de carregamento correspondentes às nas Zonas I e II, sendo a amostra que não apresentou uma Zona II característica pela formação de múltiplas fissuras identificáveis na curva tensão-deformação, mas pela alta rigidez em relação às outras amostras. Para melhor compreensão da evolução da rigidez desse compósito, em diferentes estágios de carregamento, dividiu-se a Zona II em duas partes. A parte "A" refere-se à região onde a curva possui uma inclinação muito mais acentuada que as demais, alcançando uma rigidez média de 3,17 GPa. Na parte "B", é possível verificar uma queda brusca de rigidez, chegando a 0,78 GPa, em média. No entanto, esse valor ainda é superior à rigidez da zona fissurada dos compósitos MK40, com 0,34 GPa, e MK_OA, com 0,65 GPa, caracterizando o compósito MK_AR como o mais rígido nos estágios de deformação que variam entre 0,0015 e 0,0055 mm/mm, aproximadamente. Apresentando ruptura nos estágios iniciais de deformação, correspondente à zona II descrita pelo comportamento dos compósitos MK40 e MK_OA (Figura 4.17), esse compósito obteve os menores valores de resistência e a menor capacidade de deformação, o que pode ser devido à alta aderência entre o reforço e a matriz e a alta rigidez do tecido. A resistência à primeira fissura ocorreu em aproximadamente

4,40 MPa. Como o compósito MK_AR rompeu antes de formar a Zona III, não foi possível calcular a rigidez pós fissuração para essas amostras.

O exemplar MK40, como visto anteriormente, obteve um comportamento típico de compósitos *strain-hardening*, com as quatro zonas bem definidas. A Zona II apresentou um patamar de múltipla fissuração, como mostra a Figura 4.16, com uma significativa queda na rigidez, obtendo pouco acréscimo de tensão durante a abertura de novas fissuras. A resistência média à primeira fissura foi de 4,43 MPa e foi o compósito que atingiu a maior resistência à tração, em torno de 60,6% em relação ao de menor resistência, MK_AR, e a maior rigidez na Zona III. O padrão predominante de fissuração dos compósitos MK40 pode ser observado na Figura 4.18.

O compósito MK_OA obteve um comportamento intermediário em relação aos dois outros tipos. Apresentando resistência à primeira fissura média próxima à amostra MK40, de 4,65 MPa. Esse compósito configurou uma Zona II com rigidez inferior ao compósito MK_AR, mas superior ao MK40, ao serem analisadas as inclinações das retas. Também foi observado o padrão de múltipla fissuração, seguido de uma Zona III com rigidez inferior à obtida pelo compósito MK40. No que concerne a resistência à tração, a amostra MK_OA alcançou maiores valores que a amostra MK_AR e menores que a amostra MK40 e obteve os maiores valores de deformação.



Figura 4.16 - Curvas tensão *versus* deformação dos compósitos reforçados com tecidos de curauá com e sem tratamento.



Figura 4.17 – Modo de ruptura observado no compósito MK_AR.



Figura 4.18 - Padrão de múltipla fissuração observado nos compósitos MK40: a) compósito não ensaiado; b) e c) frente e verso do compósito ensaiado.

Amostra	Tensão	Deformação	0 1ªf *	Rigidez pós
	máx. (MPa)	máx (mm/mm)	(MPa)	fissuração (GPa)
MK40	15,19 (0,48)	0,0145 (0,0008)	4,43 (1,20)	0,97
MK_OA	13,55 (1,26)	0,0153 (0,0019)	4,62 (0,97)	0,76
MK_AR	10,23 (0,91)	0,0095 (0,0033)	4,40 (0,64)	-

Tabela 4.2 - Resultados do ensaio de tração do compósito

*Tensão de primeira fissura

4.3.3. Pull-out da fibra

O estudo da interface fibra-matriz através da resposta aos ensaios de *pull-out* da fibra em diferentes matrizes, com as amostras MK40, SCA40, CBC20. E em duas variações de tratamento da fibra, com as amostras MK_OA e MK_AR, foi de suma importância para o entendimento das transferências de tensões que ali ocorrem. As respectivas curvas força *versus* deslocamento, do ensaio de *pull-out* da fibra, e os resultados, seguidos de seus desvios padrão, encontram-se nas Figuras 4.19 e 4.20, e na Tabela 4.3.

De acordo com os estudos de Ferreira *et al.* [34], é possível distinguir nas curvas típicas do ensaio de arrancamento, quatro regiões distintas. A primeira delas,

região I, corresponde ao intervalo linear elástico, onde é possível observar um rápido aumento de carga. Nesse intervalo, matriz e fibra estão em perfeita aderência e recebendo conjuntamente a carga. À medida que a força aumenta, observa-se um certo grau de não linearidade, essa faixa é designada como região II. Nessa região, a fibra começa o processo de descolamento da matriz ao longo de toda a interface. Isso acontece, pois, as tensões cisalhantes geradas pelo acréscimo de carga, superam a resistência ao cisalhamento da fibra-matriz. Nesse momento, ocorre uma transição da transferência elástica de tensões, para a tensão de aderência friccional. A região III tem início no ponto máximo da força de arrancamento, englobando a região pós pico, que é regida pela tensão de aderência friccional e prossegue até o total descolamento da fibra da matriz, onde a fibra é arrancada totalmente, de madeira dinâmica. Esse intervalo de arrancamento livre corresponde à região IV [5][34].

Nesse contexto, é possível afirmar que as amostras MK40, SCA40 e CBC20 se enquadram no comportamento descrito por Ferreira *et al* [34]. Com o comprimento de embebimento de 10 mm foi possível realizar o arrancamento completo das fibras, sendo a amostra MK40 a que apresentou maior força de arrancamento, Pmáx, assim como a maior tensão cisalhante máxima de aderência, τ máx. Sendo a matriz que resultou nas melhores características de interface.


Figura 4.19 – Curva força de arrancamento *versus* deslocamento das amostras MK40, SCA40 e CBC20.

Na Figura 4.20 pode-se observar o comportamento das amostras MK_OA e MK_AR, em relação à MK40. Nessas amostras, a fibra sofreu fratura em todos os ensaios, não havendo descolamento da fibra da matriz para o comprimento de embebimento de 10 mm. Também foram obtidos os melhores resultados de aderência interfacial. Sendo a amostra MK_OA a que atingiu o maior valor de força de arrancamento e tensão cisalhante máxima de aderência, 5,39 N e 4,37 MPa, respectivamente. Portanto, com base nos ensaios de *pull-out* da fibra, é possível afirmar que os tratamentos melhoraram as características de aderência fibra-matriz. Esse comportamento está de acordo com os resultados apresentados nos ensaios de tração do compósito e flexão a quatro pontos.



Figura 4.20 - Curva força de arrancamento *versus* deslocamento das amostras MK40, MK_OA e MK_AR.

Tabela 4.3 - Resposta ao ensaio de *pull-out* da fibra.

Amostra	P máx. (N)	T máx (MPa)
MK40	2,63 (1,12)	1,33 (1,17)
CBC20	1,12 (0,92)	0,89 (0,74)
SCA40	1,70 (0,98)	1,11 (0,87)
MK_OA	2,99 (1,11)	2,43 (0,90)
MK_AR	1,97 (0,45)	1,37 (0,69)

4.3.4. Pull-out do tecido

Uma compreensão dos mecanismos responsáveis pela transferência de tensões entre a matriz e o reforço, fornece embasamento teórico para a previsão da curva de tensão-deformação do compósito e o seu modo de ruptura [5]. Para um estudo mais representativo de como funcionam os mecanismos de interação reforço-matriz dos compósitos analisados, foram realizados ensaios de arrancamento do tecido das amostras MK40, SCA40, CBC20, para efeito de comparação entre as diferentes matrizes, e MK_OA e MK_AR para avaliar a

influência na performance, dos tratamentos empregados na superfície do tecido. Os corpos de prova foram ensaiados aos 28 dias, em condições de ensaio descritas no item 4.2.3.2. As respostas ao ensaio de *pull-out* do tecido encontram-se nas Figuras 4.21 e 4.22, e a sumarização dos resultados e seus respectivos desvios padrão são mostrados na Tabela 4.4



Figura 4.21 – Curva força *versus* deslocamento das amostras MK40, SCA40 e CBC20

É importante salientar que há uma semelhança de comportamento ao observado nas curvas do ensaio de *pull-out* da fibra, onde é possível identificar as distintas regiões de carregamento. Durante os estágios iniciais de carregamento, a interação entre a fibra e a matriz é elástica por natureza, seguido de um intervalo com certo grau de não linearidade, onde inicia-se o processo de descolamento do tecido, imediatamente após a carga máxima alcançada, P máx. Esses mecanismos, observados na Figura 4.20, se repetiram em todos os corpos de prova ensaiados das respectivas amostras. Ao analisarmos o desempenho das diferentes matrizes em relação à P máx, é possível confirmar qualitativamente e quantitativamente os resultados apresentados no ensaio de *pull-out* da fibra, onde a amostra MK40 se sobressaiu em relação às demais, alcançando P máx de 1,37 kN, em torno de 63%

a mais que a amostra que apresentou o pior desempenho, CBC20. Os exemplares SCA40 obtiveram uma resposta intermediária. Para o comprimento de embebimento de 140 mm, foi possível arrancar todo o reforço da matriz.

Uma série de tentativas foram realizadas com diferentes comprimentos de embebimento para os corpos de prova com as fibras tratadas (140 mm, 100 mm, 80 mm e 50 mm), para conseguir efetuar o arrancamento do reforço. Como explicado anteriormente, foi utilizado o mínimo comprimento de embebimento permitido pelo arranjo experimental do ensaio, 50 mm. Ainda não sendo possível obter o descolamento das fibras. Portanto, todos os corpos de prova das amostras MK_OA e MK_AR, sofreram ruptura brusca, rente à base do compósito por onde saía o tecido.

As maiores forças de arrancamento foram obtidas por essas amostras, ultrapassando a MK40, conferindo um aumento percentual de 110,6%, para a amostra MK_OA e 24,34%, para a MK_AR. Visto que não houve arrancamento, o deslocamento foi quase imperceptível, sendo inferiores a 1,5 mm, que pode ser devido ao acomodamento do arranjo experimental.

Os resultados do ensaio de *pull-out* do tecido, reiteram o comportamento observado nos demais ensaios abordados nesse capítulo. Sendo a matriz MK40 a que conferiu ao compósito, melhores características de interface e aderência fibramatriz. Seguida da matriz SCA40 e, por último, CBC20. No que concerne os tratamentos empregados no tecido de curauá, ambos conferiram melhorias na interface, resultando em uma alta aderência do reforço na matriz. Sendo o tratamento com óxido de alumínio, o que promoveu as melhores performances.



Figura 4.22 - Curva força versus deslocamento das amostras MK40, MK_OA e

MK_AR.

Tabela 4.4 - Resultados do ensaio de *pull-out* do tecido.

Amostra	P máx. (N)	Desv. Padrão (N)
MK40	1180	191
SCA40	1159	190
CBC20	702	136
MK_OA	2880	7
MK_AR	1702	2

4.4. Conclusões

As diferentes matrizes utilizadas nos compósitos resultaram em distintos comportamentos mecânicos e características de interface. Os dois tratamentos aplicados no tecido de curauá modificaram as propriedades mecânicas do compósito e, principalmente, constatou-se o aumento significativo da aderência fibra-matriz. Através dos ensaios de tração e flexão à quatro pontos, pode-se observar, que todos os compósitos reforçados com tecido unidirecional de curauá, com exceção do compósito MK_AR, especificamente nos ensaios de tração,

apresentaram comportamento *strain-hardening* e *deflection-hardening*, com formação de múltiplas microfissuras.

Ao analisar o desempenho das diferentes matrizes, foi possível constatar que o compósito MK40 teve uma performance superior às demais, em todos os aspectos analisados no Capítulo 4, como resistência à tração, flexão, capacidade de deformação, tenacidade e interface. Ao tomá-lo como referência, utilizando a mesma matriz, foi possível realizar uma análise comparativa entre os reforços de tecido de curauá com e sem tratamento. Como dito anteriormente, os tratamentos superficiais se mostraram eficazes no aumento da aderência fibra-matriz. Esse aumento repercutiu no comportamento mecânico dos compósitos, conferindo as melhores respostas à flexão às amostras MK_OA e MK_AR, que obtiveram resistências de 52,85 MPa (± 12,76 MPa) e 44,52 MPa (± 6,82 MPa), respectivamente. Nos ensaios de *pull-out* da fibra, promoveram os maiores valores de força de arrancamento máxima, 2,99 N (± 1,11 N) e tensão cisalhante de aderência máxima, 2,43 MPa (± 0,90 MPa) para a amostra MK OA, nos ensaios. Os resultados estão de acordo com a resposta obtida nos ensaios de pull-out do tecido, onde a força de arrancamento máxima foi de 2,88 kN (± 6,83 N) para MK_OA e 1,70 kN (± 1,74 N) para MK_AR. No ensaio de tração, foi possível observar que o compósito MK_AR desenvolveu um comportamento singular, pois diminuiu tanto a resistência à tração, como a capacidade de deformação do compósito, aumentando a rigidez e promovendo um modo de ruptura frágil e pouca abertura de fissuras. Por outro lado, foi possível identificar nas curvas tensãodeformação de todos os exemplares MK40, as quatro zonas típicas de carregamento de compósitos strain-hardening, assim como a maior resistência à tração e capacidade de deformação.

5. Conclusões e trabalhos futuros

5.1. Conclusões

Compósitos cimentícios reforçados com fibra natural, requerem uma matriz com baixo teor de álcalis. Através da combinação da análise química, utilizando o método de chapelle modificado, e mecânica, por meio de ensaios de compressão, foi possível obter informações que sugerem que as adições minerais utilizadas nesse trabalho possuem propriedades pozolânicas, isto é, são capazes de consumir o conteúdo de hidróxido de cálcio, produzindo C-S-H responsáveis pela resistência mecânica. No entanto, a cinza do bagaço da cana não se mostrou eficaz no ganho de resistência aos 28 dias, obtendo um IAP menor que o previsto pela norma o que pode ser explicado pela sua baixa reatividade, como reportado nos ensaios de método de Chapelle modificado. Esse mesmo comportamento foi verificado para todos os ensaios mecânicos e de interface fibra-matriz realizados com a adição de cinza do bagaço de cana.

As fibras de curauá demonstraram alto desempenho mecânico, alcançando resistência a tração e módulo de elasticidade superiores à outras fibras naturais de alta performance, como sisal e juta. Equiparando-se à fibras sintéticas como vidro e polipropileno. Através dos tratamentos aplicados, o curauá obteve módulo de elasticidade cerca de 3,34 vezes maior, com o *coating* de óxido de alumínio. Também foi observado um ganho percentual de até 66% na resistência à tração.

Os compósitos estudados exibiram comportamento *strain/deflection-hardening*, nos respectivos ensaios de tração e flexão, apresentando o mecanismo de múltipla fissuração. Com exceção do compósito MK_AR que, em tração, não apresentou tal mecanismo, rompendo de modo frágil. Nesses ensaios pode-se verificar que o tratamento promoveu o aumento da rigidez dos compósitos, nas zonas linear-elásticas. E, no caso dos ensaios de flexão, também ocorreu aumento da resistência. Em tração, o compósito MK40 foi o que obteve melhor performance.

As interações e mecanismos de troca de tensão na interface fibra-matriz também foram analisadas mediante os ensaios de *pull-out* da fibra e do tecido. Os ensaios se complementam à medida que representam escalas diferentes da mesma interface e isso repercutiu nos resultados, visto que foram coerentes entre si. Ao analisar a interface da fibra de curauá nas diferentes matrizes estudadas, foi reiterado o que havia sido demonstrado nos estudos de caracterização da matriz e ensaios mecânicos do compósito, ressaltando a matriz com metacaulim como a portadora das melhores características de interface, seguida da matriz composta por sílica da casca de arroz e, por fim com cinza do bagaço de cana. No que concerne a influência do tratamento na aderência fibra-matriz, houveram dificuldades para estabelecer um comprimento de embebimento que propiciara o arrancamento da fibra/tecido. Ocorrendo a ruptura na base do corpo de prova, o que pode ser explicado pela alta aderência, principalmente nas amostras MK_OA, que obtiveram os maiores valores de força de arrancamento máxima e tensão cisalhante de aderência máxima.

A partir da resposta mecânica dos compósitos e do padrão de fissuração desenvolvido, pode-se concluir que as fibras de curauá possuem propriedades mecânicas e aderência adequadas para reforçar compósitos cimentícios, e os atribuir o comportamento *strain/deflection-hardening*. E que modificando a superfície das fibras foi possível aumentar a aderência fibra matriz e promover maior rigidez e resistência mecânica aos compósitos.

5.2. Sugestões de trabalhos futuros

Algumas possíveis sugestões para estudos futuros são dadas a seguir com o intuito de aprofundar o que foi exposto nesse trabalho e justificar os efeitos não conclusivos do mesmo, como por exemplo:

- Aplicar técnica de análise de imagem para melhor compreensão dos mecanismos de fissuração

- Testar diferentes comprimentos de embebimento para as fibras tratadas para possibilitar o seu arrancamento da matriz.

- A partir da determinação do comprimento crítico das fibras tratadas, produzir compósitos *strain-hardening* com fibras curtas.

- Otimizar e reduzir a quantidade do *coating*.

6. Referências bibliográficas

- [1] ZIMMERMANN, T.; PÖHLER, E.; GEIGER, T. Cellulose fibrils for polymer reinforcement. Adv. Eng. Mater, v. 6, n. 9, p. 754–761, 2004.
- [2] KOMURAIAH, A.; SHYAM N. K.; PRASAD, B; Chemical Composition of Natural Fibers and its Influence on their Mechanical Properties. Mech. Compos. Mater. v. 50, n. 3, p. 359–376, 2014.
- [3] ARDANUY, M.; CLARAMUNT, J.; TOLEDO FILHO, R. D. Cellulosic fiber reinforced cement-based composites: A review of recent research Constr. Build. Mater. v. 79, p. 115–128, 2015.
- YAN, L.; KASAL, B.; HUANG, L. A review of recent research on the use of cellulosic fibres, their fibre fabric reinforced cementitious, geo-polymer and polymer composites in civil engineering. Compos. Part B Eng. v. 92, p. 94–132, 2016.
- [5] BENTUR, A.; MINDESS, S. Fibre Reinforced Cementitious Composites.2.ed. Nova York: Taylor & Francis, 2007. 624 p.
- [6] FERREIRA, S. R.; SILVA, F. A.; LIMA P. R. L.; TOLEDO FILHO, R. D. Effect of hornification on the structure, tensile behavior and fiber matrix bond of sisal, jute and curauá fiber cement based composite systems. Constr. Build. Mater. v. 139, p. 551–561, 2017.
- [7] DITTENBER, D. B.; GANGARAO H. V. S. Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. Compos. Part A Apl. Sci. Manuf. v. 43, n. 8, p. 1419–1429, 2012.
- [8] FAIRBAIRN, E. M. R.; AMERICANO, B. B.; CORDEIRO, G. C.; PAULA, T. P.; TOLEDO FILHO, R. D.; SILVOSO, M. M. Cement replacement by sugar cane bagasse ash: CO2emissions reduction and potential for carbon credits. J. Environ. Manage. v. 91, n. 9, p. 1864–1871, 2010.
- [9] TOLELDO FILHO, R. D.; SCRIVENER, K.; ENGLAND, G. L.; GHAVAMI, K. Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites. Cement e Concrete Composites. v. 22, p. 127– 143, 2000.

- [10] LOPES, F. F. M.; ARAÚJO, G. T.; LUNA, S.; NASCIMENTO, J. W. B.; , DA SILVA, V. R.; Modificação das propriedades das fibras de curauá por acetilação. Rev. Bras. Eng. Agrícola e Ambient. n. 83, p. 316–321, 2011.
- [11] SANTOS, S. F.; TEIXEIRA, R. S.; SAVASTANO JUNIOR, H. Sustainable and Nonconventional Construction Materials using Inorganic Bonded Fiber Composites - Interfacial transition zone between lignocellulosic fiber and matrix in cement-based composites. 1.ed. Cambrigde: Woodhead Publishing Limited, 2017. 494 p.
- [12] CORDEIRO, G. C. Utilização de cinzas ultrafinas do bagaço de cana-deaçucar e da casca de arroz como aditivos minerias em concreto. 2006.
 Tese de Doutorado. COPE/UFRJ, Uninersidade Federal do Rio de Janeiro, 2006.
- [13] SOLTAN, D. G.; DAS NEVES, P.; OLVERA, A.; SAVASTANO JUNIOR,
 H.; LI, V. C. Introducing a curauá fiber reinforced cement-based composite with strain-hardening behavior. Ind. Crops Prod. v. 103, p. 1–12, 2017.
- [14] SHAHZAD, A. Hemp fiber and its composites A review. J. Compos. Mater. v. 46, n. 8, p. 973–986, 2012.
- [15] SNOECK, D.; SMETRYNS P. A.; BELIE, N. DE. Improved multiple cracking and autogenous healing in cementitious materials by means of chemically-treated natural fibres. Biosyst. Eng. v. 139, n. 1998, p. 87–99, 2015.
- [16] SOUZA, S. F.; FERREIRA, M.; SAIN, M.; FERREIRA, M. Z. Biofiber Reinforcements in Composites Materials. 1.ed. Cambride: Woodhead Publishing Limited, 2015. 762 p.
- [17] MANO, B.; ARAÚJO, J. R.; SPINACÉ, M. A. S.; DE PAOLI, M. A. Polyolefin composites with curaua fibres: Effect of the processing conditions on mechanical properties, morphology and fibres dimensions. Compos. Sci. Technol. v. 70, n. 1, p. 29–35, 2010.
- [18] ZAH, R.; HISCHIER, R.; LEÃO, A. L.; BRAUN, I. Curauá fibers in the automobile industry - a sustainability assessment. J. Clean. Prod. v. 15, n. 11–12, p. 1032–1040, 2007.
- [19] D'ALMEIDA, A. L. F. S.; TOLEDO FILHO, R. D.; MELO FILHO, J. DE
 A. Cement composites reinforced by short curaua fibers. Rev. Matéria, v. 15, n.2, p. 151–156, 2010.

- [20] ONUAGULUCHI, O.; BANTHIA, N.; Plant-based natural fibre reinforced cement composites: A review. Cem. Concr. Compos., v. 68, p. 96–108, 2016.
- [21] SATYANARAYANA, K. G.; ARIZAGA, G. G. C.; WYPYCH, F. Progress in Polymer Science Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers - An overview. Progress in Polymer Science. v. 34, p. 982–1021, 2009.
- [22] MOHANTY, A. K.; MISRA, M.; DRZAL, L. T. Surface modifications of natural fibers and performance of the resulting biocomposites : An overview. Composites Interfaces. v.8, n.5 p. 313–343, 2001.
- [23] FERRARA, L.; KRELANI, V.; SILVA, F. D. A.; TOLEDO FILHO, R. D. Effect of natural fibres on the self- healing capacity of high performance fibre reinforced cementitious composites. In: 3RD INTERNATIONAL RILEM CONFERENCE ON STRAIN HARDENING CEMENTITIOUS COMPOSITES - SHCC3 '14, 2014, Dodrecht. Proceedings of the 3rd International RILEM Conference on Strain Hardening Cementitious Composites - SHCC3 14'.
- [24] PACHECO-TORGAL, F.; JALALI, S. Cementitious building materials reinforced with vegetable fibres: A review, Constr. Build. Mater., v. 25, n. 2, p. 575–581, 2011.
- [25] AZWA, Z. N.; YOUSIF, B.F; MANALO, A. C.; KARUNASENA, W. A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. Mater. Des., v. 47, p. 424–442, 2013.
- [26] JAWAID, M.; ABDUL KHALIL, H. P. S., Cellulosic/synthetic fibre reinforced polymer hybrid composites: A review. Carbohydr. Polym., v. 86, n. 1, p. 1–18, 2011.
- [27] TOLEDO FILHO, R. D; SILVA, F. A.; FAIRBAIRN, E. M. R.; FILHO, J. DE A. M. Durability of compression molded sisal fiber reinforced mortar laminates. Constr. Build. Mater., v. 23, n. 6, p. 2409–2420, 2009.
- [28] TOMCZAK, F.; SATYANARAYANA, K. G.; DEME, T. H. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil : Part III – Morphology ´ fibers and properties of Brazilian curaua. Compos. Part A, v. 38, p. 2227–2236, 2007.
- [29] YAN, L.; CHOUW, N.; JAYARAMAN, K. Flax fibre and its composites -A review. Compos. Part B, v. 56, p. 296–317, 2014.

- [30] SPINACÉ, M. A. S.; LAMBERT, C. S.; FERMOSELLI, K. K. G.; DE PAOLI, M. A. Characterization of lignocellulosic curaua fibres. Carbohydr. Polym., v. 77, n. 1, p. 47–53, 2009.
- [31] SUARDANA, N. P. G.; PIAO, Y.; LIM, J. K. Mechanical properties of HEMP fibers and HEMP/P composites: Effects of chemical surface treatment. Mater. Phys. Mech., v. 11, n. 1, p. 1–8, 2011.
- [32] FERREIRA, S. R.; MARTINELLI, E.; PEPE, M.; TOLEDO FILHO, R. D. Inverse identification of the bond behavior for jute fibers in cementitious matrix. Compos. Part B, v. 95, p. 440–452, 2016.
- [33] SILVA, F. A.; CHAWLA, N.; TOLEDO FILHO, R. D. Mechanical behavior of natural sisal fibers. J. Biobased Mater. Bioenergy, v. 4, n. 2, p. 106– 113, 2010.
- [34] 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. Constr. Build. Mater., v. 101, p. 730–740, 2015.
- [35] CARASCHI, J. C.; LEÃTO, A. L.; Characterization of Curaua Fiber. Mol. Cryst. Liq. Cryst. Sci. Technol. Sect. A, p. 37–41, 2006.
- [36] BAYASI, Z.; ZENG, J. Properties of Polypropylene Fiber Reinforced Concrete. ACI Mater. J., n. 90, 1993.
- [37] SILVA, F. A.; MOBASHER, B.; SORANAKOM, C.; TOLEDO FILHO, R.
 D. Effect of fiber shape and morphology on interfacial bond and cracking behaviors of sisal fiber cement based composites. Cem. Concr. Compos., v. 33, n. 8, p. 814–823, 2011.
- [38] FIDELIS, M. E. A.; SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D. The Influence of Fiber Treatment on the Mechanical Behavior of Jute Textile Reinforced Concrete. Key Eng. Mater., v. 600, September, p. 469–474, 2014.
- [39] WEI, J; MEYER, C. Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites, Cem. Concr. Res., v. 73, p. 1–16, 2015.
- [40] DA SILVA, E. J.; MARQUES, M. L.; VELASCO, F. G.; FORNARI JUNIOR, C.; LUZARDO, F. M.; TASHIMA, M. M. A new treatment for coconut fibers to improve the properties of cement-based composites – Combined effect of natural latex/pozzolanic materials. Sustain. Mater. Technol., v. 12, p. 44–51, 2017.
- [41] BENTUR, A.; AKERS, S. A. S. The microstructure and ageing of cellulose

fibre reinforced cement composites cured in a normal environment. **Int. J. Cem. Compos. Light. Concr.**, v. 11, n. 2, 1989.

- [42] FIDELIS, M. E. A.; TOLEDO FILHO, R. D.; SILVA, F. A. The effect of accelerated aging on the interface of jute textile reinforced concrete. Cem. Concr. Compos., v. 74, p. 7–15, 2016.
- [43] TOLEDO FILHO, R. D.; SCRIVENER, K.; ENGLAND, G. L.; GHAVAMI,
 K. Durability of alkali- sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites. Cem. Concr. Compos., v. 22, p. 127–143, 2000.
- [44] WEI, J.; MEYER, C. Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites. **Cem. Concr. Res.**, v. 73, p. 1–16, 2015.
- [45] SOUZA, L. O. Mecanismos de fissuração e autocicatrização de compósitos cimentícios reforçados com tecido de curauá. 2017. Dissertação de Mestrado. Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2017.
- [46] JONES, M. R. Mechanics of composite materials. 2.ed. Virginia: Taylor & Francis, 1999. 270 p.
- [47] SNOECK, D.; DE BELIE, N. From straw in bricks to modern use of microfibers in cementitious composites for improved autogenous healing -A review. Constr. Build. Mater., v. 95, p. 774–787, 2015.
- [48] GORBATIKH, M. G. L.; VERPOEST, I. Ductile steel fibre composites with brittle and ductile matrices. **Compos. Part A**., v. 61, p. 235–244, 2014.
- [49] ZUKOWSKI, B. Design and characterization of strain hardening curauá fiber cement-based composites. 2017. Tese de Doutorado. COPPE/UFRJ, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2017.
- [50] TOLEDO FILHO, R. D.; GHAVAMI, K.; SANJUA, M. A. Free, restrained and drying shrinkage of cement mortar composites reinforced with vegetable fibres. Cem. Concr. Compos. v. 27, n. 5, p. 537–546, 2005.
- [51] AHAD, A. M.; MINGXUE, W.; JIANYONG, C.; HUAPENG, Z. Study on PVA fiber surface modification for strain-hardening cementitious composites (PVA-SHCC). Constr. Build. Mater., v. 197, p. 107–116, 2019.
- [52] KOBAYASHI, K.; SUZUKI, M.; ANH, L.; YUN, H.; ROKUGO, K. The effects of PE and PVA fiber and water cement ratio on chloride penetration and rebar corrosion protection performance of cracked SHCC. Constr. Build. Mater., v. 178, p. 372–383, 2018.

- [53] SILVA, F. A.; MOBASHER, B.; TOLEDO FILHO, R. D. Cracking mechanisms in durable sisal fiber reinforced cement composites. Cem. Concr. Compos., v. 31, n. 10, p. 721–730, 2009.
- [54] NAAMAN, A. E.; REINHARDT, H. W. High Performance Fiber Reinforced Cement Composites. In: INTERNATIONAL RILEM WORKSHOP ON HIGH PERFORMANCE FIBER REINFORCED CEMENT COMPOSITES
 - HPFRCC-4 '03, 2003, Michigan. Proceedings of the international RILEM workshop on high performance fiber reinforced cement composites - HPFRCC-4. p. 710–712, 2003.
- [55] TONOLI, G. H. D.; SANTOS, S. F.; SAVASTANO, H.; DELVASTO, S.; MEJÍA DE GUTIÉRREZ, R.; LOPEZ DE MURPHY, M. D. M.; Effects of natural weathering on microstructure and mineral composition of cementitious roofing tiles reinforced with fique fibre. Cem. Concr. Compos., v. 33, n. 2, p. 225–232, 2011.
- [56] ANDRADE, A. C. S.; CORDEIRO, I. M. C.; FERREIRA, G. C.; NEVES,
 G. A. M; Potencialidades e usos do curauá em plantios florestais, 1.ed.
 Belém: Universidade Federal Rural da Amazônia, 2011. 30 p.
- [57] ZUKOWSKI, B.; SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D. Design of strain hardening cement-based composites with alkali treated natural curauá fiber. Cem. Concr. Compos., v. 89, p. 150–159, 2018.
- [58] D'ALMEIDA, A. L. F. S.; MELO FILHO, J. A.; TOLEDO FILHO, R. D.; Use of curaua fibers as reinforcement in cement composites. Chem. Eng. Trans., v. 17, n. January 2014, p. 1717–1722, 2009.
- [59] SOUZA, L. O.; SOUZA, L. M. S.; SILVA, F. A. Study of cracking pattern and its evution on natural textile reinforced concrete by image analysis. In: 4TH BRAZILIAN CONFERENCE ON COMPOSITES MATERIALS -BCCM4 '18, 2018, Rio de Janeiro. Proceedings of the 4th brazilian conference on composites materials - BCCM4 '18. p. 1-8, 2018.
- [60] KHAN, S. U.; NURUDDIN, M. F.; AYUB, T; SHAFIQ, N. Effects of different mineral admixtures on the properties of fresh concrete. Scientific World Journal, v. 2014, p. 1–11, 2014.
- [61] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 15895: Materiais pozolânicos - Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado
 - Método Chapelle modificado. Rio de Janeiro, 2010.

- [62] HEWLETT, P. C. Lea's Chemistry of Cement and Concrete. 4.ed. v. 58, Elsevier Science & Technology Books, 2004, 1066 p.
- [63] TAYLOR, H. F. W. Cement chemistry. 1.ed. Londres: Academic press, 1990, 491 p.
- [64] HOSSAIN, M. M.; KARIM, M. R.; HASAN, M.; HOSSAIN, M. K.; ZAIN,
 M. F. M. Durability of mortar and concrete made up of pozzolans as a partial replacement of cement: A review. Constr. Build. Mater., v. 116, p. 128–140, 2016.
- [65] DO CARMO, J. B. M.; PORTELLA, K. F. Estudo comparativo do desempenho mecânico da sílica ativa e do metacaulim como adições químicas minerais em estruturas de concreto. Rev. Cerâmica, v. 54, n. 331, p. 309–318, 2008.
- [66] EL-DIADAMONY, H.; AMER, A. A.; SOKKARY, T. M.; EL-HOSENY,
 S. Hydration and characteristics of metakaolin pozzolanic cement pastes,
 HBRC journal, v. 14, n. 2, p. 1-9, 2016.
- [67] DING, J; LI, Z. Effects of Metakaolin and Silica Fume on Properties of Concrete. ACI Mater. J., n. 99, p. 393–398, 2003.
- [68] SIDDIQUE, R.; KLAUS, J. Influence of metakaolin on the properties of mortar and concrete: A review. Apl. Clay Sci. J., v. 43, p. 392–400, 2009.
- [69] WILD, S.; KHATIB, J. M.; JONES, A. Relative strength, pozzolanic activity and cement hydration in superplasticised metakaolin concrete. Cem. Concr. Res., v. 26, n. 10, p. 1537–1544, 1996.
- [70] KANG, S. H.; HONG, S. G.; MOON, J. The use of rice husk ash as reactive filler in ultra-high performance concrete. Cem. Concr. Res., v. 115, n. September, p. 389–400, 2019.
- [71] FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS, Rice Market Monitor (RMM), *FAO*, v. 21, n. 1, 2018.
- [72] CHEAH, W.-K.; OOI, C.-H.; YEOH, F.-Y. Rice husk and rice husk ash reutilization into nanoporous materials for adsorptive biomedical aplications: A review. Mesoporous Biomater., v. 3, n. 1, 2016.
- [73] JAYA, R. P.; AL AMIN, M.; NOR, M.; AHMAD, Z. A.; AMIN, Z. M. Properties of Mortar Containing Rice Husk Ash at Different Temperature and Exposed to Aggressive Environment. Adv. Mater. Res., v. 620, p. 87– 93, 2013.

- [74] RODRÍGUEZ DE SENSALE, G. Strength development of concrete with rice-husk ash. **Cem. Concr. Compos.**, v. 28, n. 2, p. 158–160, 2006.
- [75] ZHANG, M. H.; LASTRA, R.; MALHOTRA, V. M. Rice-husk ash paste and concrete: some aspects of hydration and the microstructure of the interfacial zone between the aggregate and paste, Cem. and Concr. Res., v. 26, n. 6, p. 963–977, 1996.
- [76] PEREIRA, C. L. *ET AL*. Use of highly reactive rice husk ash in the production of cement matrix reinforced with green coconut fiber. Ind. Crops Prod., v. 49, p. 88–96, 2013.
- [77] AGOPYAN, V.;JR, H. S.; JOHN, V. M.; CINCOTTO, M. A. Developments on vegetable fibre – cement based materials in São Paulo , Brazil : an overview. Cem. Concr. Compos., v. 27, p. 527–536, 2005.
- [78] SHETH, K. Top sugarcane producing countries, *www.worldatlas.com*, 2017.
- [79] DE PAULA, M. O.; TINÔCO, I. D. F. F.; RODRIGUES, C. D. S.; SILVA, E. N. SOUZA, C. D. F. Potencial da cinza do bagaço da cana-de-açúcar como material de substituição parcial de cimento Portland Potential of sugarcane bagasse ash as a partial replacement material for Portland cement. Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, v. 13, n. 3, p. 353–357, 2009.
- [80] CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; FAIRBAIRN, E. M. R. Effect of calcination temperature on the pozzolanic activity of sugar cane bagasse ash. Constr. Build. Mater., v. 23, n. 10, p. 3301–3303, 2009.
- [81] BAHURUDEEN, A.; SANTHANAM, M. Influence of different processing methods on the pozzolanic performance of sugarcane bagasse ash. Cem. Concr. Compos., v. 56, p. 32–45, 2015.
- [82] PARVEEN, S.; RANA, S.; FANGUEIRO, R. Sustainable and Nonconventional Construction Materials using Inorganic Bonded Fiber Composites - Macro- and nanodimensional plant fiber reinforcements for cementitious composites. 1.ed. Cambrigde: Woodhead Publishing Limited, 2017. 494 p.
- [83] SICILIANO, B. M.; FURTADO, G.; FONTOLAN, L. C.; FERREIRA, S. R. Development of cement-based matrix composites reinforced with treated jute fabrics using the polymer styrene-butadiene. In: 4TH BRAZILIAN

CONFERENCE ON COMPOSITES MATERIALS - BCCM4 '18, 2018, Rio de Janeiro. **Proceedings of the 4th brazilian conference on composites materials - BCCM4 '18**, p. 1–5, 2018.

- [84] AHMAD, H.; FAN, M. Interfacial properties and structural performance of resin-coated natural fibre rebars within cementitious matrices. Cem. Concr. Compos., v. 87, p. 44–52, 2018.
- [85] SEDAN, D.; PAGNOUX, C.; SMITH, A.; CHOTARD, T.; Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/matrix interaction, J. Eur. Ceram. Soc., v. 28, n. 1, p. 183–192, 2008.
- [86] CORDEIRO, D. C. C.; MULLER, L. N. P.; BILHALVA JUNIOR, A. A.; MASUERO, E. E.; DAL MOLIN, A. B. Análise da influência do tempo de secagem do agregado graúdo reciclado de concreto no desempenho mecânico de concretos com fins estruturais. In: CONGRESSO BRASILEIRO BRASILEIRO DO CONCRETO - CBC2012, Maceió, Anais...Maceió: IBRACON, p. 1–9, 2012.
- [87] MARANGON, E.; OLIVEIRA, L. L.; OLIVEIRA, M.; BARONI, M.; BUDNY, J. Índice de atividade pozolânica da sílica de casca de arroz silica nobre sci proveniente da combustão em leito fluidizado. In: CONGRESSO LUSO-BRASILEIRO DE MATERIAIS DE CONSTRUÇÃO SUSTENTÁVEIS - CLBMCS, 14' 2014, Guimarães. Proceedings of the 1st congresso luso-brasileiro de materiais de construção sustentáveis -CLBMCS 14'.
- [88] BEZERRA, A. C. S. *et al.*, Effect of partial replacement with thermally processed sugar cane bagasse on the properties of mortars. **Rev. Matéria**, v. 22, n. 1, p. 1–12, 2017.
- [89] QUARCIONI, V. A.; CHOTOLI, F. F.; COELHO, A. C. V.; CINCOTTO, M. A. Métodos de ensaio indiretos e método Chapelle direto para determinação do consumo de cal pelos materiais pozolânicos, Rev. IBRACON, v. 8, n. 1, p. 1–7, 2015.
- [90] RAVERDY, M.; BRIVOT, F.; PAILLERE, A. M.; DRON, R. Apréciation de l'activité pouzzolanique de constituents secondaires. In: 7E CONGRÉS INTERNATIONAL DE LA CHIMIE DES CIMENTS, 80' 1980, Paris. Proceedings of the 7e congrés international de la chimie des ciments, p. 6-41, 1980.

- [91] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5752: Materiais pozolânicos - Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias. Rio de Janeiro, 2014.
- [92] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7214: Areia normal para ensaio de cimento - Especificação. Rio de Janeiro, 2015.
- [93] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7215: Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro, 2019.
- [94] XU, Q.; HU, J.; RUIZ, J. M.; WANG, K.; GE, Z. Isothermal calorimetry tests and modeling of cement hydration parameters. Thermochim. Acta, v. 499, p. 91–99, 2010.
- [95] RILEM TECHNICAL COMMITTEE. **119-TCE**, 'Adiabatic and semiadiabatic calorimetry to determine the temperature increase in concrete due to hydration heat of cement,' v. 30, n. Outobro, 1997, p. 451–464, 1998.
- [96] FRØLICH, L.; WADSÖ, L.; SANDBERG, P. Using isothermal calorimetry to predict one day mortar strengths. Cem. Concr. Res., v. 88, p. 108–113, 2016.
- [97] NEWMAN, J.; CHOO, B. S. Advanced Concrete Technology: Constituent Materials. 1.ed. Oxford: BH, 2003. 280 p.
- [98] MOSTAFA, N. Y.; BROWN, P. W.; Heat of hydration of high reactive pozzolans in blended cements: Isothermal conduction calorimetry. Thermochim. Acta, v. 435, p. 162–167, 2005.
- [99] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C 1437: Test method for flow of hydraulic cement mortar, United States: ASTM International, 2009.
- [100] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C230: Standard Specification for Flow Table for Use in Tests of Hydraulic Cement 1. United States: ASTM International, 2010.
- [101] FERREIRA, S. R.; PEPE, M.; MARTINELLI, E.; SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D.; Influence of natural fibers characteristics on the interface mechanics with cement based matrices. **Compos. Part B**, v. 140, n. December 2017, p. 183–196, 2018.
- [102] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C1557: Standard Test Method for Tensile Strength and Young's Modulus of

Fibers. US, 2014.

- [103] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C1341: Standard Test Method for Flexural Properties of Continuous Fiber-Reinforced Advanced Ceramic Composites. United States: ASTM International, 2013.
- [104] RAMBO, D. A. S.; YAO, Y.; SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D.; MOBASHER, B. Experimental investigation and modelling of the temperature effects on the tensile behavior of textile reinforced refractory concretes. **Cem. Concr. Compos.**, v. 75, p. 51–61, 2017.
- [105] YAO, Y.; SILVA, F. A.; BUTLER, M.; MECHTCHERINE, V.; MOBASHER, B. Tension stiffening in textile-reinforced concrete under high speed tensile loads. Cem. Concr. Compos., v. 64, p. 49–61, 2015.

Anexo A

As curvas obtidas por meio dos ensaios de flexão à quatro pontos, tração do compósito, *pull-out* da fibra e do tecido são encontradas nessa seção.





Figura 1 – Curvas tensão v*ersus* deflexão dos compósitos submetidos à ensaio de flexão à quatro pontos: a) MK40; b) SCA20; c) CBC20; d) SCA40; e)

MK_OA; f) MK_AR.





Figura 2 – Curvas tensão v*ersus* deformação dos compósitos submetidos à ensaio de tração: a) MK40; b) MK_OA; c) MK_AR.





Figura 3 – Curvas Força de arrancamento v*ersus* deslocamento dos corpos de prova submetidos à ensaio de *pull-out* da fibra: a) MK40; b) SCA20; c) CBC20; d) SCA40; e) MK_OA; f) MK_AR.



Figura 4 - Curvas Força de arrancamento v*ersus* deslocamento dos corpos de prova submetidos à ensaio de *pull-out* do tecido: a) MK40; b) SCA20; c) CBC20; d) SCA40; e) MK_OA; f) MK_AR.