

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS  
FACULDADE DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

ESTUDO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICA, MECÂNICA E QUÍMICA DE  
COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS REFORÇADOS COM TECIDO DE JUTA E MALVA  
TRATADO E ADIÇÃO DE MATERIAIS POZOLÂNICOS

DAIANA GÓES CAVALCANTE

Manaus

2017

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS  
FACULDADE DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

DAIANA GÓES CAVALCANTE

ESTUDO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICA, MECÂNICA E QUÍMICA DE  
COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS REFORÇADOS COM TECIDO DE JUTA E MALVA  
TRATADO E ADIÇÃO DE MATERIAIS POZOLÂNICOS

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal do Amazonas, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil, área de concentração Materiais Regionais e Não Convencionais para Estruturas e Pavimentos.

Orientador: Raimundo Pereira de Vasconcelos

Manaus

2017

## Ficha Catalográfica

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

C376e	<p>Cavalcante, Daiana Góes Cavalcante</p> <p>Estudo das características física, mecânica e química de compósitos cimentícios reforçados com tecido de juta e malva tratado e adição de materiais pozolânicos / Daiana Góes Cavalcante Cavalcante. 2017</p> <p>122 f.: il.; 31 cm.</p> <p>Orientador: Raimundo Pereira de Vasconcelos Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Amazonas.</p> <p>1. durabilidade. 2. envelhecimento acelerado. 3. matriz cimentícia reforçada. 4. juta e malva. 5. metacaulinita. I. Vasconcelos, Raimundo Pereira de II. Universidade Federal do Amazonas III.</p> <p>Título</p>
-------	---

DAIANA GÓES CAVALCANTE

ESTUDO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICA, MECÂNICA E QUÍMICA DE  
COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS REFORÇADOS COM TECIDO DE JUTA E MALVA  
TRATADO E ADIÇÃO DE MATERIAIS POZOLÂNICOS

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal do Amazonas, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil, área de concentração Materiais Regionais e Não Convencionais para Estruturas e Pavimentos.

Aprovada em 30 de outubro de 2017.


  
BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Raimundo Pereira de Vasconcelos, D.Sc.

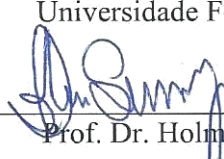
Universidade Federal do Amazonas

  
Prof. Dr. João de Almeida Melo Filho

Universidade Federal do Amazonas

  
Dra. Maria Goretti dos Santos Marques

Universidade Federal do Amazonas

  
Prof. Dr. Holmer Savastano Júnior

Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos/FZEA-USP

*Ao meu Amado e Senhor da minha história: meu  
Deus, a quem devo tudo.  
A minha família, verdadeiro presente que Deus me  
concedeu:  
meus pais, Isaac Pinho Cavalcante e Evanilda de  
Góes Cavalcante,  
meus irmãos Isaac Daian Góes Cavalcante e Dalyana  
Góes Cavalcante e a meus avós Raimundo Pinho Cavalcante  
(em memória) e Altides Siqueira Cavalcante (vovó Lica em  
memória).*

## AGRADECIMENTOS

Acima de tudo, agradeço ao DEUS, por estar presente em todos os momentos de minha vida, por ser meu apoio, minha fundação profunda e minha rocha, sempre presente, dando-me uma palavra de vida que me conduz nesta caminhada.

À minha vizinha, que foi meu maior exemplo de cristã, e foi um dos maiores motivos que me levou a cursar o mestrado em Manaus, por não querer estar longe nesta fase tão delicada de sua vida. Com sua simplicidade, sempre apoiava todos os netos na vida acadêmica, nunca me esqueço de quando passei no vestibular da UFAM, a senhora me disse: Parabéns, agora você é minha neta universitária! Deixou muitas saudades, sempre te amarei.

Aos meus queridos e amados pais, Isaac Pinho Cavalcante e Evanilda de Góes Cavalcante, por tudo o que fizeram e fazem por mim, por me apoiarem nos estudos, estimularem, por suas privações e por terem oferecido tudo o que podem para a minha educação, pelo exemplo de pais que são, pela fé em Cristo que me passaram e sobretudo por me amarem incondicionalmente! Sou muito grata a Deus por ter vocês como pais. Obrigada pai por confiar em mim neste tempo todo, desde quando sai de Coari, obrigada por ter permitido que eu estudasse até aqui, nunca vou me esquecer que no mesmo dia em que passei no mestrado, recebi uma proposta de emprego muito boa e que ao pedir sua opinião, o senhor não exitou em continuar me ajudando a crescer em conhecimento, obrigada pela amizade, carinho e amor. Obrigada mãe por suas privações para que eu continuasse estudando, por suas conversas, amizade e preocupações, sempre vindo à Manaus para ver como “nós filhos” estamos, e me ajudando nos trabalhos caseiros nos momentos do mestrado em que mais precisei. Sem palavras para agradecer tanto amor. Peço a Deus que me ajude a nunca os decepcionar e que una cada vez mais nossa família. Amo-vos.

Aos meus fofos e lindos manitos, quanta honra ter nascido irmã de vocês. Obrigada pelas vezes que precisei e vocês com todo amor me ajudaram. A mana (Dalyana), até areia aprendeu a peneirar e teve alergia (puxa, saímos da UFAM direto para o hospital) e as vezes quebrou meu galho nas tarefas de casa. O mano (Isaac Daian), me ajudou a moer manualmente umas gramas da minha sílica xerogel (Ufa! quanta alegria quando acabamos), perdi as contas de quantas vezes foste à UFAM a noite para que eu não ficasse sozinha ao finalizar meus ensaios, até sábado e domingo quando precisei fazer a honificação das minhas

fibras e o envelhecimento de minhas placas (almoço totoso = lasanha de caixinha de microondas). Amo vocês, meus presentes de Deus.

Ao Franmar, que me incentivou, apoiou em muito do que precisei, me compreendeu, sempre acreditou e acredita em meu potencial mas que eu mesma, contribuiu bastante com a minha autoestima em momentos bem difíceis ao longo desta caminhada, levou lanche para mim e o mano quando estávamos até tarde na UFAM em decorrência dos ensaios. Poucas palavras para resumir e agradecer ao meu namorado.

Aos tios, primos e amigos, que direta ou indiretamente colaboraram com esta jornada, em especial, Rejane, que me ajudou “enormemente” na época da moldagem das placas, Filipe, Jonaira, Kayky, Luanita, Tia Boneca, Tias Angela, Ana, minhas madrinhas preferidas, pelas orientações e conversas e por sempre rezarem por mim.

Aos Padres Patrício e André, o primeiro pela orientação espiritual e pela amizade, por sempre rezar por mim e me estimular nos estudos enquanto estive perto, deixou seu exemplo e muitas lembranças boas por aqui, continuo orando pelo senhor. O segundo pela amizade iniciada na catequese e por sempre lembrar de mim, sempre vou orar por sua missão. Em nome destes, agradeço a todos os meus amigos/irmãos na fé, que me ajudaram com conversas e orações, ao longo desta caminhada.

Ao meu professor e orientador, Dr. Raimundo Pereira de Vasconcelos, por toda orientação dada, tanto na área do conhecimento quanto a preocupação com minha saúde e com meu lado profissional (me senti tratada como uma filha). Obrigada por sua calma, disposição em ajudar e principalmente paciência para comigo em todos os momentos de dificuldades e limitações.

Aos Professores Drs. João de Almeida Melo Filho e Maria Gorett dos Santos Marques, por toda a ajuda ao longo desta jornada, nunca vou me esquecer da disposição em servir que ambos tem para com o próximo.

Aos professores Drs. Campelo, Humberto Cavalcante (Geociências) e Virgínia por disponibilizarem os laboratórios que são de suas responsabilidades (Pavimentação, Análises mineralógicas e LAMAC, respectivamente) e contribuírem com meu trabalho.

Aos colegas e parceiros, Wallace e Cinthia, foram super parceiros, um ajudando o outro, conversando, estimulando, rindo e sempre disponíveis a ajudar o próximo, muito obrigada por tudo!

Aos colegas Géssica, Viviane, Fabrício, Gleyce e Charles, pelos conhecimentos trocados. À Géssica pela amizade, longas conversas, partilhas e cuidado para comigo. À Gleyce pelos momentos de amizade e também de descontração.

Aos técnicos dos Laboratórios da UFAM, Sr. Zeca do Laboratório de Pavimentação (que sempre me ajudou com o que pôde, com toda a paciência me ensinou a fabricar a metacaulinita e não mediu esforços para disponibilizar a estufa ou balança quando eu desesperada, só tinha como recorrer a ele), Samuel do Laboratório de Controle de Qualidade da engenharia química (seria impossível realizar esta pesquisa sem o auxílio de “sua” balança rrsrs - do laboratório), Sr. Jorge e Nilson do Laboratório de Ensaio de Materiais – LEM (pela ajuda com os materiais que me faltavam e pelos equipamentos que me ensinaram a utilizar, principalmente pelo corte das minhas placas, muito obrigada), Manoel do LABAF (nem tenho palavras para agradecer o quanto você se esforçou em me ajudar a realizar o corte ideal das minhas fibras e me levou em tantos laboratórios a procura de um microscópio ideal), ao Patrick e Saimon do Laboratório de Usinagem da engenharia mecânica (seres humanos incríveis que me ajudaram em vários moldes dos meus corpos de prova, nunca vou me esquecer de tamanha generosidade e do bolo de laranja que partilhamos, rrsrs), Alfredo do Laboratório de ensaios de minerais (por tantos DRX realizados), Bianca, Yuri e Rebeca (que contribuíram com a organização do LAMAC), à Beatriz (Bia), sempre disposta a ajudar os alunos, mesmo depois quando saiu da secretaria do PPGEC e em nome destes, agradeço todos os outros técnicos que me ajudaram direta e indiretamente.

Ao Instituto de Desenvolvimento Agropecuário, Florestal e Sustentável do Amazonas – IDAM, por todas as informações disponibilizadas e por ter viabilizado a visita técnica às comunidades ribeirinhas produtoras de juta e malva do município de Coari-Am.

À EMPRESA INDUSTRIAL DE JUTA S/A por toda a assistência, informações cedidas e principalmente, por ter aberto as portas para eu visitar as instalações da fábrica e conhecer/registrar todo o processo de fabricação do tecido de juta e malva.

À empresa BRASJUTA DA AMAZÔNIA S/A, pela doação do tecido de Juta e malva e contribuições com esta pesquisa.

Ao IFAM, na pessoa do Prof. Gutemberg e do Sr. André Ruck, Técnico do Laboratório da engenharia de materiais, que me ajudou em alguns ensaios mecânicos de placas cimentícias, fundamentais para esta pesquisa.

Às empresas AMTECH, BASF e USEMIX, pelas doações dos aditivos superplastificantes.

À CPRM, em nome do superintendente Marco Antônio de Oliveira, Profa. Dra. Jussara Cury, Geólogo Renê Luzardo, Sra. Nilda Pantoja e dos técnicos Lorena, Larissa e Paulo Melo, pelos ensaios de granulometria a laser e DRX dos materiais da minha pesquisa.



Ao LABEST da COPPE/UFRJ, em nome do Prof. Dr. Romildo Toledo e da Sra. Rosângela que foram fundamentais para a realização da caracterização dos materiais constituintes dos meus compósitos. De um modo especial à Dona Rosângela, que me acolheu e me ofereceu todo apoio e estrutura para a realização dos ensaios. Também agradeço aos estudantes de doutorado Saulo e Daniele, esta última, pela amizade e contribuições à distância.

Ao Laboratório de Construções e Ambiência da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA) da Universidade de São Paulo (USP), na pessoa do Prof. Dr. Holmer Savastano, dos Técnicos Diego e Mariana pelo suporte nos ensaios de envelhecimento acelerado e caracterização física e mecânica das placas cimentícias, fundamentais à minha pesquisa. Agradeço de coração aos estudantes Carol, Rafael, Raquel, Gonzalo e Maurício, pela contribuição com meu trabalho, acolhimento e amizade, a Carol e o Maurício não “quebraram um galho, desmataram a floresta amazônica inteira” rsrsrs.

Ao auxílio financeiro e apoio tecnológico das Instituições de Ensino e Fomento: UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS - UFAM/FT; COMISSÃO DE APERFEIÇOAMENTO DE PESSOAL DO NÍVEL SUPERIOR – CAPES; CONSELHO NACIONAL DE DESENVOLVIMENTO CIENTÍFICO E TECNOLÓGICO-CNPq.

*"Estou convencido de que nem a morte, nem a vida, nem os anjos nem os principados, nem o presente nem o futuro, nem os poderes, nem a altura, nem a profundidade, nem qualquer outra criatura poderá nos separar do amor de Deus manifestado em Cristo Jesus, nosso Senhor".*

Romanos 8, 38-39.

## RESUMO

A presente pesquisa apresenta o desenvolvimento e caracterização de compósitos cimentícios reforçados com tecido das fibras de juta e malva. Para aumentar a durabilidade destes materiais foi utilizada uma matriz livre de hidróxido de cálcio, agente degradador de fibras naturais em ambiente cimentício. O tratamento do tecido foi realizado pelo processo de hornificação, visando reduzir a variação volumétrica das fibras e consequentemente melhorar a adesão fibra-matriz e a durabilidade. Placas cimentícias reforçadas com duas camadas de tecido de juta e malva foram produzidas com o auxílio de um sistema pneumático. A durabilidade dos compósitos foi investigada por meio do processo de envelhecimento acelerado (50 ciclos de molhagem e secagem) e os mesmos foram avaliados pelos ensaios de resistência à tração na flexão, análise microestrutural e caracterização física. Para a maioria das condições experimentais (placas reforçadas com tecido não tratado e com matriz de referência e modificada por 40% de metacaulinita), as placas compósitas apresentaram comportamento à tração na flexão com dupla fissuração aos vinte e oito dias de cura. Os compósitos reforçados com tecido tratado por 10 ciclos de hornificação apresentaram múltipla fissuração apenas no terço médio dos corpos de prova. Nos compósitos com metacaulinita, os tecidos hornificados e não tratados não resultaram em um aumento significativo na resistência à tração na flexão (MOR) em relação à matriz de referência reforçada (cerca de 6,5 MPa para todos os compósitos), contudo, aqueles apresentaram alta energia específica em relação a este (acréscimo acima de 100%). Após o envelhecimento, a matriz modificada e reforçada com tecido nas duas condições (não tratado e hornificado) foram eficientes, pois preservaram as características mecânicas, principalmente o MOR (6,5 MPa). Isto não foi observado para a matriz de referência reforçada, neste caso, houve perda de 25% na resistência (MOR = 5,15 MPa).

**Palavras-chave:** Durabilidade, envelhecimento acelerado, matriz cimentícia reforçada, juta e malva, metacaulinita.

## ABSTRACT

The present research presents the development and characterization of cementitious composites reinforced with jute and malva fibers textile. In order to increase the durability of these materials, a free matrix of calcium hydroxide was used, a degrading agent of natural fibers in a cementitious environment. The treatment of the textile was performed by the hornification process, aiming to reduce the fiber volume variation and consequently to improve fiber-matrix adhesion and durability. Reinforced cementitious plates with two layers of jute and malva textile were produced by a pneumatic system and exhibited double-cracked flexural tensile behavior for most experimental conditions (plates reinforced with treated and untreated textile and matrix of reference and modified by 40% metakaolin) at twenty and eight days. The composites reinforced with textile treated for 10 cycles of hornification, presented multiple cracking only in the middle third of the specimens. The durability of the composites was investigated by means of the accelerated aging process (50 wetting and drying cycles) and they were evaluated by tensile strength tests, microstructural analysis and physical characterization. In the composites with metakaolin, the hornified and untreated textile did not result a significant increase in flexural tensile strength (MOR) in relation to the reinforced reference matrix (about 6.5 MPa for all composites), however, those presented high specific energy (more than 100% increase). After aging, the matrix modified and reinforced with textile in both conditions (untreated and hornified) were efficient, since they preserved the mechanical characteristics, mainly MOR (6.5 MPa). This was not observed for the reinforced reference matrix, in this case, there was a 25% loss in resistance (MOR = 5.15 MPa).

**Key words:** Durability, accelerated aging, reinforced cementitious matrix, jute and malva, metakaolin.

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Características físico-químicas da água.....	34
Tabela 2: Análise de médias pela ANOVA com um fator. ....	41
Tabela 3: Tratamentos investigados na análise de cada propriedade mecânica das placas cimentícias e número de amostras por tratamento.....	43
Tabela 4: Resistência à compressão das pastas REF para os tempos de cura estudados. ....	100
Tabela 5: Resistência à compressão das pastas com 16% de substituição de CP por SCCA para os tempos de cura estudados.....	100
Tabela 6: Resistência à compressão das pastas com 40% de substituição de CP por MKL para os tempos de cura estudados.....	100
Tabela 7: Resultados da validação e da ANOVA para as pastas P0, PSCCA e PMKL.....	101
Tabela 8: Resultados do teste de Tukey para avaliação do efeito de substituição parcial do cimento por pozolanas na propriedade de resistência à compressão. ....	102
Tabela 9: Módulo de resistência na flexão estática dos compósitos com fibras naturais e tratadas por hornificação, envelhecidos e não envelhecidos. ....	103
Tabela 10: Resultados do teste de Tukey para avaliação do efeito do tratamento do tecido, da matriz e do envelhecimento acelerado nas propriedades mecânicas dos compósitos. ....	103

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Estrutura de uma fibra vegetal: a) Desenho esquemático de uma fibra vegetal; b) Fibrocélulas; c) Fibrilas da parede celular e microfibrilas formadas por moléculas de celulose; d) Vista das microfibrilas. ....	18
Figura 2: Produção Nacional de juta e malva. ....	19
Figura 3: Produção de juta e malva (preto) e famílias ribeirinhas beneficiadas (cinza). ....	20
Figura 4: Fluxograma dos ensaios realizados para a caracterização dos materiais. ....	25
Figura 5: (a) disposição das fibras de juta e malva em fardos; (b) máquina de prensagem para sucessivo armazenamento em fardo. ....	26
Figura 6: Arranjo do ensaio de tração no tecido de juta e malva. ....	28
Figura 7: (a) Equipamento de termoanálise; (b) vista do equipamento aberto com o material inserido em um dos porta amostras. ....	29
Figura 8: Picnômetro ao gás helio. ....	30
Figura 9: Analisador de partículas a laser Mastersizer® 2000. ....	30
Figura 10: Programa experimental das matrizes cimentícias estudadas. ....	35
Figura 11: Programa experimental dos compósitos na condição não envelhecidos. ....	37
Figura 12: Moldagem dos compósitos: (a) processo de moldagem; (b) compósito sendo moldado; (c) equipamento responsável pelo sistema de ar comprimido; (d) compósito moldado. ....	38
Figura 13: Moldes dos compósitos cimentícios: (a) conjunto da forma em acrílico com vedação lateral e conexões de parafusos; (b) vista lateral do molde com duas camadas de tecido afixadas. ....	39
Figura 14: Ensaio de envelhecimento acelerado: (a) equipamento com estufa climatizada; (b) vista da estufa aberta com os corpos de prova inseridos nos porta amostras. ....	40
Figura 15: Programa experimental das matrizes cimentícias estudadas. ....	41
Figura 16: Micrografias do tecido natural e hornificado de juta e malva (a) vista de uma fibra do tecido natural em secção longitudinal; (b) vista de uma fibra do tecido hornificado em secção longitudinal; (c) cordão do tecido natural; (d) cordão do tecido hornificado. ....	98
Figura 17: Micrografias do tecido natural e hornificado de juta e malva. ....	99
Figura 18: Resultados do teste de normalidade (a) e de homogeneidade de variâncias (b) para a resistência à compressão das pastas cimentícias aos 28 dias de cura. ....	101

## LISTA DE ABREVIATURA

- ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas
- ASTM – American Society for Testing and Materials (Sociedade Americana para Testes e Materiais)
- AVV – Apparent porosity (porosidade aparente)
- Ca (OH)<sub>2</sub> – Hidróxido de cálcio
- CaO - Óxido de Cálcio
- CPI-S – Cimento Portland Comum
- cm – Centímetro
- CH – Portlandita (hidróxido de cálcio)
- CSH - Silicato de cálcio hidratado
- CASH – Sílico aluminato de cálcio hidratado
- CV – Coeficiente de Variação
- °C – Graus Celsius
- BD – Density Bulk (densidade aparente)
- EDS – Energy Dispersive Spectroscopy (espectroscopia de raios-X por energia dispersiva)
- EN – European Standard
- DTG – Derivada termogravimétrica.
- g – Grama
- h – Hora
- kV – Quilo Volts
- LOP – Limite de Proporcionalidade
- MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura
- MOE – Módulo Elástico
- MOR – Módulo de Ruptura
- mm – Milímetros
- min – Minutos
- μ – Micro
- TG – Termogravimetria
- WA – Water absorption (absorção de água)

## LISTA DE SÍMBOLOS

$b$  – Largura do compósito

$\delta$  – Deflexão

$\rho$  – Densidade da água

$h$  – Espessura do compósito

$L_v$  – Distância entre apoios do ensaio mecânico

$P/\delta$  – Tangente do ângulo de inclinação da curva força x deflexão no regime elástico

$P$  – Força

$t$  – Tempo

$\sigma$  – Tensão



## SUMÁRIO

<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>17</b>
<b>1 PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS COMPLEMENTARES .....</b>	<b>24</b>
1.1 Seleção e caracterização dos materiais .....	24
1.1.1 Tecido de juta e malva .....	25
1.1.2 Cimento <i>Portland</i> .....	28
1.1.3 Metacaulinita e Sílica das cinzas da casca do arroz .....	32
1.1.4 Areia .....	32
1.1.5 Dispersante .....	33
1.1.6 Água .....	34
1.2 Desenvolvimento e caracterização da matriz .....	34
1.3 Desenvolvimento e caracterização dos compósitos.....	36
1.4 Durabilidade dos compósitos.....	39
1.5 Análise estatística .....	41
<b>2 ARTIGO 1.....</b>	<b>44</b>
<b>3 ARTIGO 2.....</b>	<b>73</b>
<b>4 RESULTADOS COMPLEMENTARES.....</b>	<b>98</b>
4.1 Morfologia e tração direta do tecido de juta e malva .....	98
4.2 Análise estatística .....	100
4.2.1 Pastas cimentícias .....	100
4.2.2 Compósitos cimentícios.....	102
<b>CONCLUSÕES E SUGESTÕES .....</b>	<b>105</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>109</b>
<b>APÊNDICE .....</b>	<b>114</b>
APÊNDICE A - RELATÓRIO DE VISITA TÉCNICA.....	114
APÊNDICE B - PROCESSO DE FABRICAÇÃO DOS TECIDOS DE JUTA E MALVA .....	121

## INTRODUÇÃO

O Amazonas desponta com expressivo número de biodiversidade amazônica, comprovadamente composto pela vasta biomassa de sua floresta, onde a exploração sustentável de seus recursos naturais oferece uma possibilidade versátil na obtenção de novos materiais. Uma opção, é o desenvolvimento de materiais com propriedades semelhantes às fibras sintéticas e adequadas ao uso como reforço estrutural.

Por outro lado, a busca por alternativas de reforço vem sendo constante no meio científico, tendo em vista conferir a materiais compósitos os quesitos de resistência, durabilidade e segurança, onde a escolha por fibras orgânicas naturais tem sido frequente, por serem abundantes, biodegradáveis e provenientes de fontes renováveis; além de sua viabilidade técnica, econômica e importância social.

As fibras vegetais apresentam estrutura complexa, de modo geral, são formadas pela união de fibrocélulas (constituídas por paredes celulares: fina parede primária e parede secundária formada por três camadas), lamela média e lúmens, conforme esboça a Figura 1 (b). As paredes celulares são formadas por fibrilas (Figura 1 (c)) que são ligadas por uma matriz polimérica de lignina e hemiceluloses (LEWIN, 2006). Toda fibrila é formada por microfibrilas que são ligadas entre si por meio de hemiceluloses (GRAM, 1983). Cada microfibrila é composta por cadeias moleculares de celulose (Figura 1 (c)) que apresentam direções distintas umas das outras, em relação ao eixo da fibra e são compostas por um número que varia de 30 a 100 moléculas de celulose. (JOHN e ANANDJIWAL, 2008; THOMAS *et al.*, 2011; DITTENBER e GANGARAO, 2012).

Diversas pesquisas utilizando fibras naturais lignocelulósicas como reforço de materiais compósitos têm sido realizadas (BALLESTEROS *et al.*, 2015; DITTENBER *et al.*, 2012; FERREIRA *et al.*, 2017; FIDELIS *et al.*, 2013, 2014; MARQUES, *et al.*, 2014; MELO FILHO *et al.*, 2013), onde se observa que apesar destas fibras possuírem a mesma estrutura celular (paredes, lamela média e lúmens), a morfologia de cada tipo de fibra é diferente. Desta forma, verifica-se que de uma espécie de fibra para outra, tem-se alterações nas características físicas (área transversal total, espessura das paredes celulares, quantidades e área de lúmens), que modificam as propriedades mecânicas das fibras (FIDELIS, *et al.*, 2013).

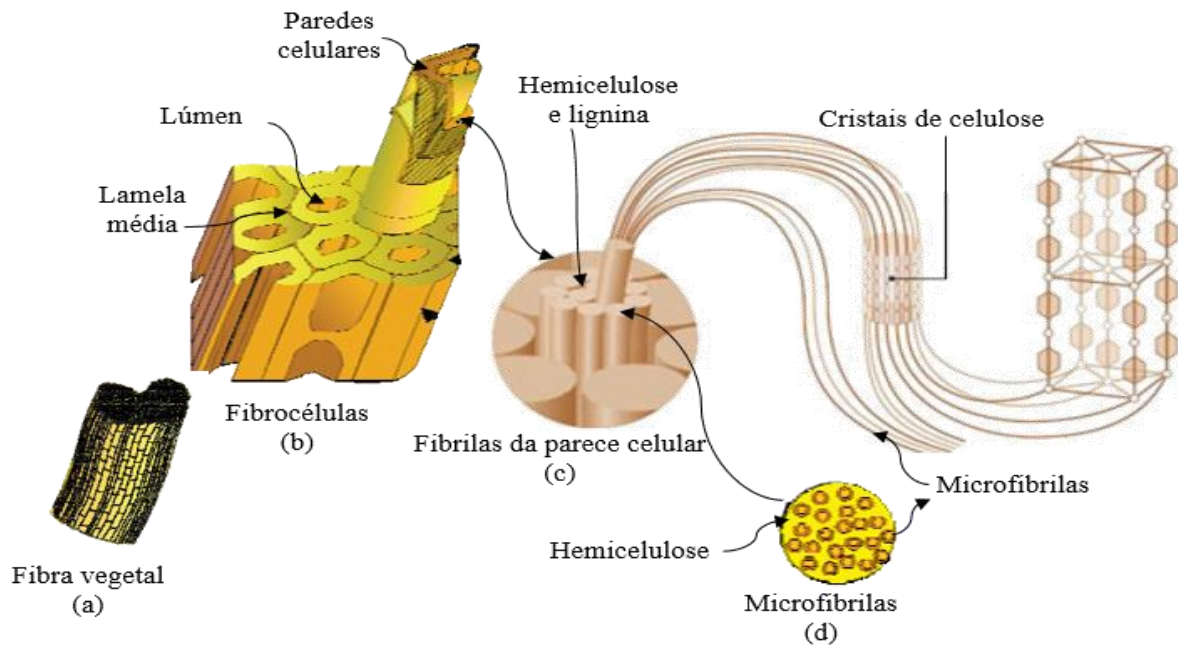


Figura 1: Estrutura de uma fibra vegetal: a) Desenho esquemático de uma fibra vegetal; b) Fibrocélulas; c) Fibrilas da parede celular e microfibrilas formadas por moléculas de celulose; d) Vista das microfibrilas.

Fonte: Adaptado de MELO FILHO (2012) e ZIMMERMANN *et. al* (2004).

Neste contexto, também podem influenciar na resistência mecânica e rigidez das fibras, sua composição química (celulose, lignina e hemiceluloses), os ângulos formados entre as microfibrilas e o eixo da fibra (ângulos microfibrilares) e a organização das cadeias poliméricas (estrutura do polímero). A lignina, associada à celulose na parede celular, tem o papel de conferir rigidez às fibras (MARTIN, *et al.* 2009) e quanto maior o teor de celulose na fibra e menores os ângulos microfibrilares, tende a ser maior o valor do módulo de elasticidade e resistência destas fibras (BLEDZKI e GASSAN, 1999; DEFOIRT *et al.*, 2010). Além disso, quanto maior o grau de cristalinidade dos principais polímeros constituintes das fibras (lignina, celulose e hemiceluloses), melhor o alinhamento das cadeias, e por consequência, maior será a resistência (CANEVAROLO, 2006; FIDELIS *et al.*, 2013).

Dentre as fibras regionais disponíveis, que se configuram como biodegradáveis, provenientes de fontes renováveis, com viabilidade econômica, importância social (CONAB, 2015) e possuem valores significativos de celulose e lignina, tem-se a juta (*Corchorus capsularis*) e a malva (*Urena lobata* Linn) (AGUIAR, 2016; FIDELIS, 2014a, 2014b; MARGEM, *et al.*, 2016; MONTEIRO *et al.*, 2014; OLIVEIRA, 2013; SATYANARAYANA *et al.*, 2007). Tais fibras, configuram-se como promissoras à aplicação em compósitos cimentícios.

Quanto à disponibilidade, dados informados pelo Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística - IBGE (2010, acesso em 2014) e Companhia Nacional de Abastecimento - CONAB (2011) indicam que apenas dois estados brasileiros são produtores de juta e malva, o Amazonas e o Pará, com 88% e 12%, respectivamente. Na produção mundial, segundo a Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO), os principais países produtores destas fibras e de outras com características semelhantes a estas, são a Índia e Bangladesh, onde, entre os anos de 2010 e 2011, constatou-se que o primeiro liderou com 64% a produção mundial e o segundo produziu 32%, enquanto o Brasil com 0,5 % da produção mundial. Na última publicação da FAO (2014, acesso em 2017), o Brasil não teve mais contribuição mundial na produção destas fibras.

Com isso, verifica-se que estas matérias-primas tiveram importância no cenário nacional até 2011, período em que a produção das fibras de juta e malva no Brasil foi 11.560 t (MAPA, 2015). No último panorama nacional disponibilizado pela CONAB (2015) e pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento - MAPA (2015), a produção brasileira despencou expressivamente a partir de 2012, produzindo somente 4.760 t em 2014 (Figura 2).

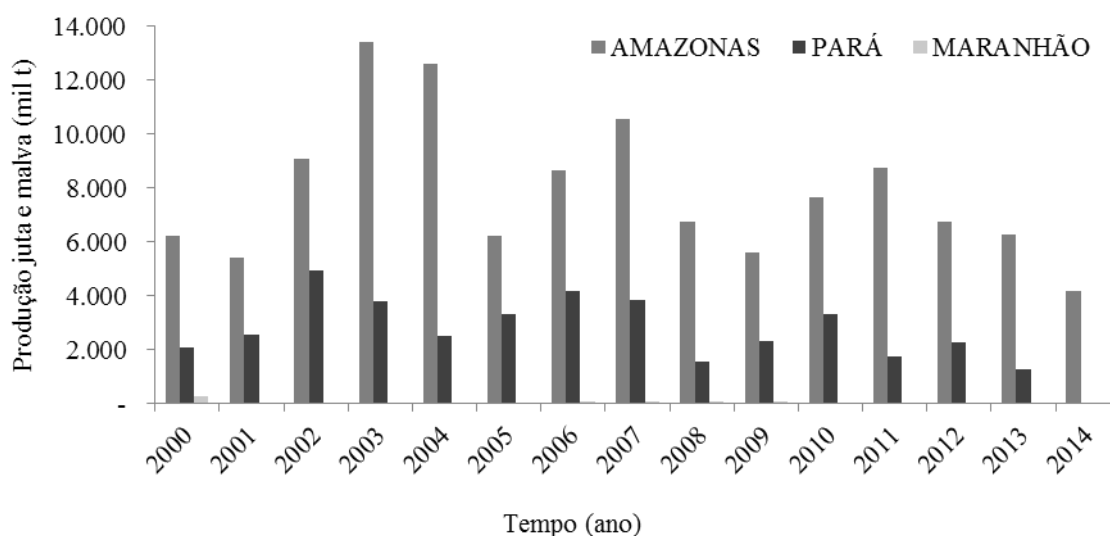


Figura 2: Produção Nacional de juta e malva.  
Fonte: Adaptado de CONAB (2015) e MAPA (2015).

Mesmo com a diminuição da produção nacional, ainda se verifica a importância destas fibras para a região amazônica, que são aplicadas em pequena escala na fabricação de artesanatos e larga produção de sacarias para armazenamento de grãos, contribuindo, deste modo, com a economia agrícola no interior do estado do Amazonas e corroborando com o sustento de relevante número de famílias ribeirinhas. Isto pode ser constatado por meio das

informações expressas na Figura 3, onde são apresentados a produção das fibras de juta e malva (em toneladas) e o número de famílias favorecidas com o cultivo, extração e beneficiamento primário destas fibras no município de Coari, Amazonas.

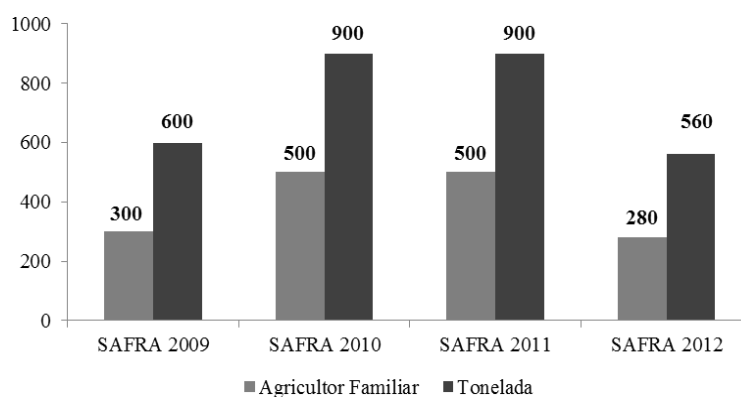


Figura 3: Produção de juta e malva (preto) e famílias ribeirinhas beneficiadas (cinza).  
Fonte: Adaptado de IDAM (2012).

A cidade de Coari, possui o segundo maior Produto Interno Bruto (PIB) do estado (IBGE, 2010, acesso em 2012), e, é citado, como um dos principais produtores de juta e malva, pelo Instituto de Desenvolvimento Agropecuário, Florestal e Sustentável do Amazonas - IDAM (2012). No cenário nacional, o número de famílias beneficiadas é de 9.600 (IBGE, 2010, acesso em 2014). No Apêndice A está descrito todo o procedimento do cultivo (da plantação ao beneficiamento primário) da fibra de malva, pesquisado *in loco* por meio de visita técnica a uma comunidade ribeirinha do citado município.

Segundo levantamento realizado pelo IDAM no período de maio de 2014 a maio de 2015 (IDAM, 2010), o Amazonas produziu 2.291,191 t de ambas fibras, sendo o município de Manacapuru, o líder do *rankig* de produção (2.051,545 t), seguido por Coari (167,646 t), também se destacam outras duas cidades do Amazonas - Parintins e Itacoatiara – que somam 72 t da safra neste período.

Neste contexto, tem-se no estado do Amazonas cerca de 75% das fibras de juta e malva beneficiadas e transformadas em sacarias para armazenamento de produtos agrícolas (CONAB, 2014). Entretanto, segundo levantamento realizado pela CONAB (2015) e MAPA (2015), verifica-se redução na produção brasileira destas matérias-primas, porém, a indústria continua produzindo sacaria em menor escala, com fibras importadas de Bangladesh. Constata-se, com isso, a necessidade do desenvolvimento de tecnologia que agregue maior

valor ao tecido da sacaria, que possibilite aumento da remuneração aos produtores e estímulo à cultura destas fibras.

Uma alternativa, pode ser a utilização do tecido de juta e malva como reforço em placas cimentícias, que podem ser empregadas no campo da engenharia como fechamento de paredes internas, painéis de vedação externa, telhas, placas de vedação e piso de escadas, pisos elevados, dentre outros, podendo conferir ao tecido um maior valor agregado, contudo, necessita-se realizar um estudo para a avaliação do comportamento e durabilidade deste compósito reforçado.

Embora pesquisas com fibras celulósicas em placas cimentícias tenham demonstrado a eficiência e o potencial deste material como reforço, um dos entraves a serem vencidos para o seu uso efetivo tem sido a durabilidade do compósito final. Segundo Savastano (2000) e Silva (2002), as fibras vegetais tendem a ser decompostas ao longo do tempo, devido às reações alcalinas do cimento, que na sua hidratação, libera o hidróxido de cálcio, denominado Portlandita (CH) pela química do cimento, e esta, se instala nos tecidos da fibra, provocando sua degradação.

Em face disso, estudos voltados à proteção das fibras vegetais contra o ataque de CH vêm sendo realizados, (FIDELIS *et al.*, 2014; MARQUES, 2009; MARQUES, 2015; MELO FILHO *et al.*, 2013) que diminuíram o consumo do cimento em matriz cimentícia, substituindo-o parcialmente por adições minerais, tais como, a metacaulinita e resíduos cerâmicos. Estes aditivos, produzem matriz cimentícia menos agressiva às fibras vegetais imersas neste ambiente, promovendo o consumo de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), por meio das reações pozolânicas que reduzem a alcalinidade do ambiente cimentício e formam o C-S-H (silicato de cálcio hidratado), que eleva a resistência da matriz (CORDEIRO *et al.*, 2016; BELCHIOR, 2017).

Dentro dessa linha, tem-se a disponibilidade de um recurso natural abundante na região, o “solo argiloso caulinítico”, que usualmente é empregado para a fabricação de materiais cerâmicos (como blocos, telhas e placas cerâmicas). Segundo pesquisas realizadas (MALHOTRA e MEHTA, 1996; SABIR *et al.*, 2001), este solo configura-se em material potencial à produção de metacaulinita, um mineral que possui em sua composição o dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ) amorfo, principal composto que reage quimicamente com o  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , consumindo-o da matriz cimentícia.

Por outro lado, há um resíduo, as cinzas da casca do arroz, que em regra, não possui processo de aproveitamento, sendo descartado em cursos d’água ou em aterros, acarretando

poluição e contaminação de fontes próximas (LIMA, 2009). Destinar estes resíduos adequadamente encerraria o ciclo produtivo do arroz e ao mesmo tempo contribuiria com o desenvolvimento limpo, uma vez que é possível a extração de uma sílica ( $\text{SiO}_2$ ) amorfa em elevada pureza (KALAPATHY *et al.*, 2000; LIMA *et al.*, 2011; FEITOSA *et al.*, 2014), sugerindo ser até mais promissora que a metacaulinita em termos do consumo de CH.

Mediante a contextualização abordada e destacando a possibilidade de oferecer um novo destino e agregar maior valor econômico ao tecido juta e malva, cumulando com o cenário da necessidade de reforço de placas cimentícias, levanta-se a questão: **O emprego do tecido de juta e malva, produzido em Manaus, tratado por hornificação, simultaneamente com a adição de materiais pozolânicos (metacaulinita ou sílica extraída das cinzas da casca do arroz) melhora as características físicas, mecânicas e a durabilidade de compósitos cimentícios reforçados?**

Uma hipótese se faz necessária, o emprego deste tecido como material de reforço em compósitos cimentícios, ostenta viabilidade promissora, desde que o produto final se configure em material adequado à finalidade proposta. Para tanto, é necessário a comprovação de suas propriedades físicas e mecânicas, condicionadas a alterações ínfimas ao longo do tempo, conferindo-se em uma matriz durável.

Nesta perspectiva, o presente trabalho tem como objetivo geral estudar o comportamento físico, mecânico e químico de compósitos cimentícios reforçados com tecido de juta e malva considerando a modificação da matriz cimentícia e o tratamento do tecido.

Para tanto, faz-se necessário a realização dos seguintes objetivos específicos:

- Caracterizar física e mecanicamente os tecidos de juta e malva natural e hornificado;
- Realizar ensaios de caracterização na argila e nas cinzas da casca do arroz, bem como em todos os materiais constituintes do compósito em tese (cimento, MKL, SCCA, agregados e dispersante);
- Fabricar placas cimentícias sem (referência) e com tecido de juta e malva, sem e com adições pozolânicas, bem como caracterizar com relação as suas propriedades físicas e mecânicas;
- Estudar a durabilidade dos compósitos mencionados por meio de ciclos de secagem e molhagem, bem como variação da temperatura e submeter estes compósitos novamente aos ensaios físico-mecânicos;
- Analisar os resultados obtidos para os elementos cimentícios produzidos, em consonância com as normas técnicas da ABNT, ASTM ou literatura consagrada.

Face ao exposto, o presente trabalho encontra-se estruturado nos seguintes capítulos:

O capítulo 1 traz a descrição de forma sucinta dos procedimentos metodológicos realizados neste trabalho, principalmente os detalhes técnicos que não estão descritos nos artigos científicos que constituirão os capítulos subsequentes.

O capítulo 2 apresenta o artigo 1 desta dissertação, que aborda os estudos preliminares desta pesquisa, trazendo a lume a caracterização dos materiais que constituirão a matriz, identificando qual pozolana é mais apropriada à substituição parcial do cimento na matriz estudada, e faz uma abordagem sobre a dosagem científica inicialmente adotada neste trabalho.

O capítulo 3 apresenta o artigo 2, que contempla a resposta para a questão problematizadora desta pesquisa, identifica se o reforço utilizado na matriz melhorou o desempenho físico e mecânico do compósito e se o tratamento da matriz (com metacaulinita) juntamente com o das fibras (por hornificação) melhoraram a sua durabilidade.

Por último são discorridas as conclusões e proposições apresentadas pelo autor, de forma a intregar os capítulos.



## **1 PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS COMPLEMENTARES**

O presente capítulo apresenta a classificação da pesquisa realizada, os materiais utilizados, o programa experimental e a descrição dos detalhes técnicos dos experimentos não contemplados nos artigos dos próximos capítulos desta dissertação.

O conceito de pesquisa se constitui em um procedimento de muitas fases que “tem como objetivo proporcionar respostas aos problemas que são propostos” (GIL, 2008), sendo desenvolvida mediante “o concurso dos conhecimentos disponíveis e a utilização cuidadosa de métodos, técnicas e outros procedimentos científicos” (GIL, 2008).

Para tanto, é necessária a classificação da pesquisa para a compreensão do seu desenvolvimento, portanto, com base no objetivo geral proposto para a realização deste trabalho, a pesquisa em pauta enquadrou-se como explicativa, pois segundo Gil (2002), esta classificação identifica fatores que originam ou colaboram com a ocorrência dos fenômenos. Este tipo de pesquisa é o que mais aproxima o conhecimento da realidade, “porque explica a razão e o porquê das coisas”, sendo na maioria das vezes classificadas como experimentais, onde o conhecimento científico é produzido pelos resultados desse tipo de estudo.

Contudo, em diversas pesquisas explicativas, é necessário o uso das outras classificações (exploratória ou descritiva) em etapa prévia para se obter explicações científicas (GIL, 2002). Em virtude disso, ressalta-se que no primeiro momento, para a elaboração da proposta, a pesquisa teve um caráter exploratório, por envolver levantamento bibliográfico, característico deste tipo de classificação, onde com base nos procedimentos técnicos utilizados, a presente pesquisa é classificada como experimental.

### **1.1 Seleção e caracterização dos materiais**

Nesta seção apresentam-se os materiais constituintes dos compósitos reforçados com tecido de juta e malva, que foram selecionados a partir de critérios apontados na literatura citada ao longo desta e da próxima seção (itens 1.1 e 1.2), visando garantir melhores características físicas, mecânicas e de durabilidade aos compósitos produzidos. Para esta seleção, os materiais descritos neste item foram caracterizados conforme o programa experimental apresentado na Figura 4.

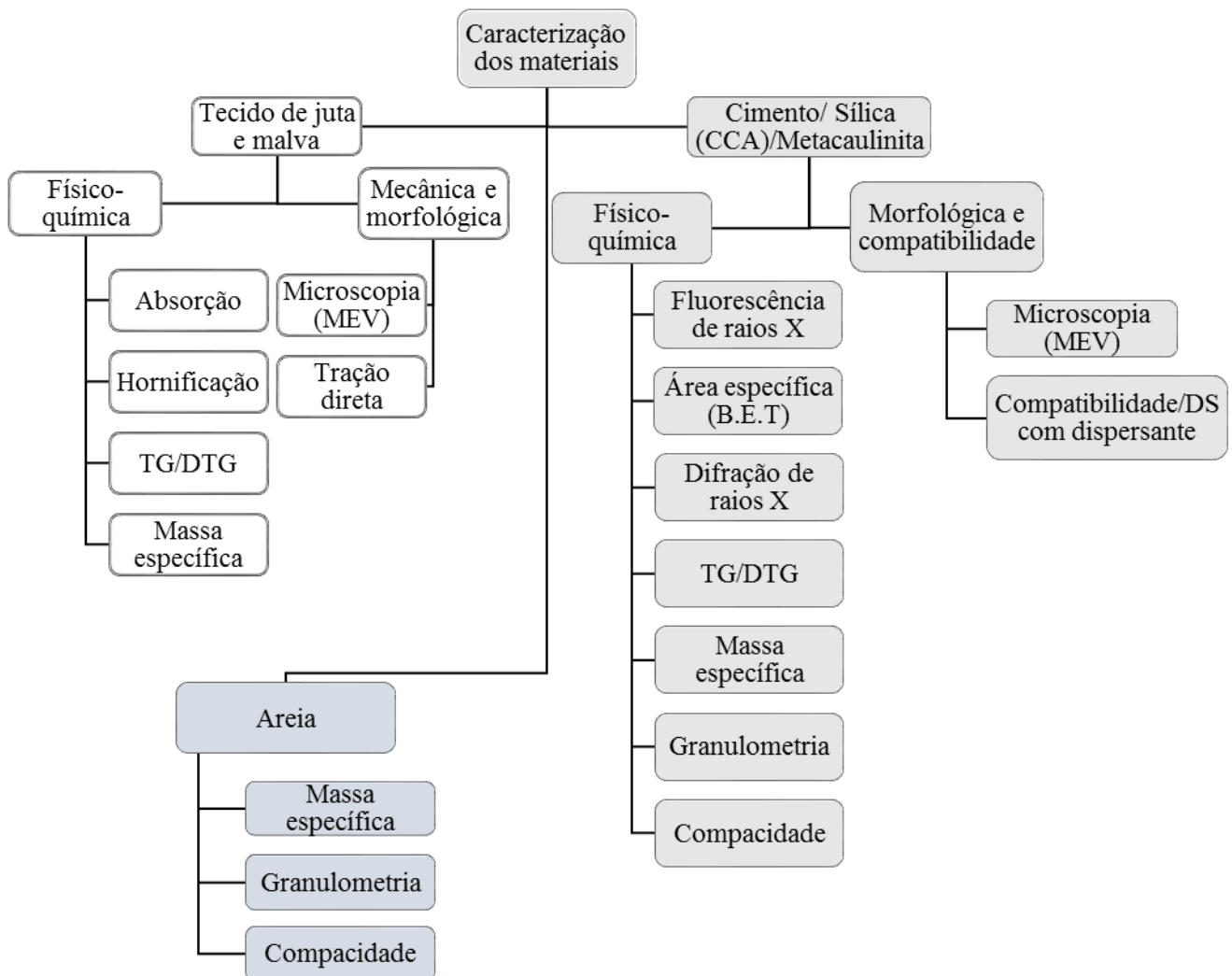


Figura 4: Fluxograma dos ensaios realizados para a caracterização dos materiais.

### 1.1.1 Tecido de juta e malva

Dentre as primeiras etapas, realizou-se visita técnica a uma filial da Empresa industrial de juta S/A localizada no município de Coari-Am, onde fibras de juta e malva (*in natura*), após receberem um beneficiamento primário pelas comunidades ribeirinhas do município, são dispostas em fardos (Figura 5 (a)) com o auxílio de uma máquina de prensagem (Figura 5 (b)) visando sucessivo transporte para a indústria matriz na capital amazonense.



Figura 5: (a) disposição das fibras de juta e malva em fardos; (b) máquina de prensagem para sucessivo armazenamento em fardo.

Durante esta visita, foram obtidas informações a respeito das citadas fibras como o local (comunidades) onde foram produzidas, a época do ano em que foram obtidas, os percentuais das fibras de juta e de malva acondicionadas em cada fardo, além de outras informações conexas ao trabalho. Para obtenção dos objetivos desta etapa, foi necessário conhecer as matérias-primas que originam o tecido proposto como reforço de placas cimentícias e coletar as fibras (*in natura*), visando a realização de sua caracterização antes e depois de aplicada ao tecido.

Inicialmente, planejou-se coletar os tecidos de juta e malva na indústria indicada (Empresa Industrial de Juta S/A) com sede em Manaus-Am, onde ocorre a produção de sacarias. O processo de fabricação destes tecidos, também conhecido na fábrica como “telas”, foi acompanhado ao longo da visita técnica realizada à indicada fábrica, que se encontra descrito no Apêndice B. Nesta visita, obtiveram-se duas informações relevantes para a pesquisa:

a) Não é possível produzir tecidos de fibras provenientes de um único município, no caso o município de Coari. Isso ocorre devido a coleta das fibras ser realizada em vários municípios (Manacapuru, Coari, Parintins, Itacoatiara) e no seu transporte serem armazenadas em fardos, impossibilitando sua separação de acordo com o município.

b) as telas não estavam sendo fabricadas com 100% das fibras produzidas no Amazonas, parte destas, decorria de importação internacional (Bangladesh), onde a justificativa fornecida pela empresa foi pautada na redução da produção destas fibras pelo interior amazonense. Mediante a esta informação, não se realizou a coleta do material nesta

fábrica, optou-se por contactar outro fabricante que estivesse produzindo o mencionado tecido com 100% de fibras regionais.

Outra visita técnica ocorreu nas instalações da empresa BrasJuta da Amazônia S/A onde com a redução da produção de Juta e Malva no Amazonas, também foi evidenciado que estava produzindo tecido, cuja juta era proveniente de Bangladesh. No entanto, foi possível coletar 10 x 1,20 m de tecido de juta e malva regionais produzidos com fibras da última safra, os quais encontravam-se armazenados nas instalações da fábrica. Nesta visita, foi obtida a informação de que antes do processo de fabricação, as fibras são amaciadas por meio de uma máquina denominada “amaciadeira”, utilizando a oleína de palma<sup>1</sup> (concentração de 20%) para a realização da limpeza e lubrificação das fibras, visando não as romper com o atrito causado pelo contato com as máquinas utilizadas na produção do tecido.

No presente trabalho, o tecido utilizado possui abertura média entre tramas aproximadamente igual a 5 mm (Figura 6) e foi denominado “tecido natural” para diferenciar do tecido submetido ao tratamento por hornificação (tecido hornificado), descrito no capítulo 3 juntamente com sua caracterização físico-química.

A morfologia dos tecidos nas duas condições (natural e hornificado) foi examinada utilizando um microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo TM-3000 da Hitachi, operando a uma tensão de aceleração de 15 kV. As imagens foram obtidas apenas da seção longitudinal para a visualização da superfície externa das fibras do tecido.

O ensaio de tração nos tecidos natural e hornificado foi executado em uma máquina de testes universais (modelo EMIC DL-30000 N), equipada com uma célula de carga de 1 kN, garras pneumáticas de 200 kgf, operando a uma velocidade de deslocamento de 1 mm/min (Figura 6). As amostras foram cortadas em retângulos de 110 x 25 mm (comprimento x largura) e denominadas TN e TH, para descrever o tecido natural e hornificado, respectivamente. O procedimento e condições adotados observaram as recomendações da ASTM D-3822/D-3822M-14 com adaptações. A deformação específica foi determinada por meio da divisão entre a deformação e o comprimento de 100 mm (distância entre garras, ver Figura 6). Este procedimento foi executado no Laboratório de Construções e Ambiente da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA) da Universidade de São Paulo (USP).

---

<sup>1</sup> Oleína de palma: óleo orgânico da poupa do fruto da palmeira oleaginosa *Elaeis guineenses* (Agropalma, 2017)

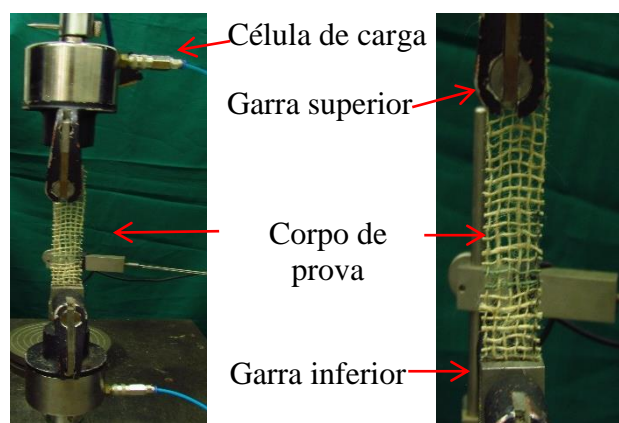


Figura 6: Arranjo do ensaio de tração no tecido de juta e malva.

### 1.1.2 Cimento *Portland*

O cimento *Portland* comum CPI-S-40 foi escolhido pelo fato deste material não conter adições pozolânicas ou possuir quantidade insignificante ( $< 5\%$ ) (ABNT NBR 5732), objetivando estudar o efeito das adições pozolânicas (MKL e SCCA) na matriz cimentícia, sem interferência de pozolanas previamente contidas no cimento. Para este material, realizou-se a caracterização comentada abaixo.

A técnica de espectroscopia por fluorescência de raios-X foi empregada para constatar a composição do cimento expressa em termos de óxidos e principalmente detectar ou não a existência de componentes pozolânicos (materiais silicosos ou silicoaluminosos). Esta técnica foi realizada no equipamento de espectroscopia por fluorescência de raios X modelo EDX-720 da Shimadzu onde são determinados os átomos presentes nas amostras que por meio da incidência de raios-X, excitam as camadas do material onde os elétrons transitam pelos orbitais (BELMONTE, 2005). Desta forma, consegue-se determinar quantitativamente (% em massa) cada átomo presente no material analisado. O programa que gerencia o equipamento, faz uma combinação de cada elemento com os óxidos presentes na amostra, fornecendo resultados de uma composição expressa em óxidos (% de massa) que auxilia nas análises de difração de raios X, de onde se pode obter com precisão a real composição química dos materiais. Este último ensaio encontra-se explicado no Capítulo 2.

Á área específica, também denominada superfície específica, foi utilizada para investigar qual material é mais poroso e tem uma área superficial das partículas maior. Este ensaio foi realizado no cimento apenas a título de comparação com a sílica (SCCA) e metacaulinita (MKL) descritas nos próximos item. Esta técnica foi útil para o entendimento do consumo de água no ensaio de compacidade dos materiais finos e auxiliou na escolha da

relação água/material cimentante para as misturas produzidas. O equipamento utilizado foi o ASAP 2020 da Micromeritics que tem como primícias a aplicação do método B.E.T. para a determinação da superfície específica. Este método consiste na relação entre a pressão do gás que está em equilíbrio com a superfície da amostra e o volume de gás adsorvido na superfície, considerando um particular estado de pressão (CORDEIRO, 2006).

Na Análise térmica (TA), foram estudados a Termogravimetria (TG) e Termogravimetria derivada (DTG), onde a primeira registra as variações de massa da amostra quando submetida a um aquecimento ao longo de uma taxa de temperatura, enquanto a segunda, expressa as variações de massa da amostra por meio de picos endotérmicos em função da temperatura ou do tempo (TAYLOR, 1990). O ensaio foi realizado no equipamento SDT Q600 TA Instruments (cuja perda ao fogo foi obtida pela curva de perda de massa (TG) aos 950°C) onde a massa da amostra, em torno de 10 mg, foi adicionada a um porta amostra de platina (Figura 7(b)) e inserida no equipamento após se realizar a configuração do ensaio para as seguintes condições: atmosfera inerte (nitrogênio líquido), fluxo máximo de 100 ml/min, taxa de aquecimento de 10 °C por minuto, faixa de temperatura entre 22 °C a 1000 °C, sendo aplicada uma isoterma até 35 °C por 1 hora, depois a temperatura foi elevada até 1000 °C. (Figura 7).

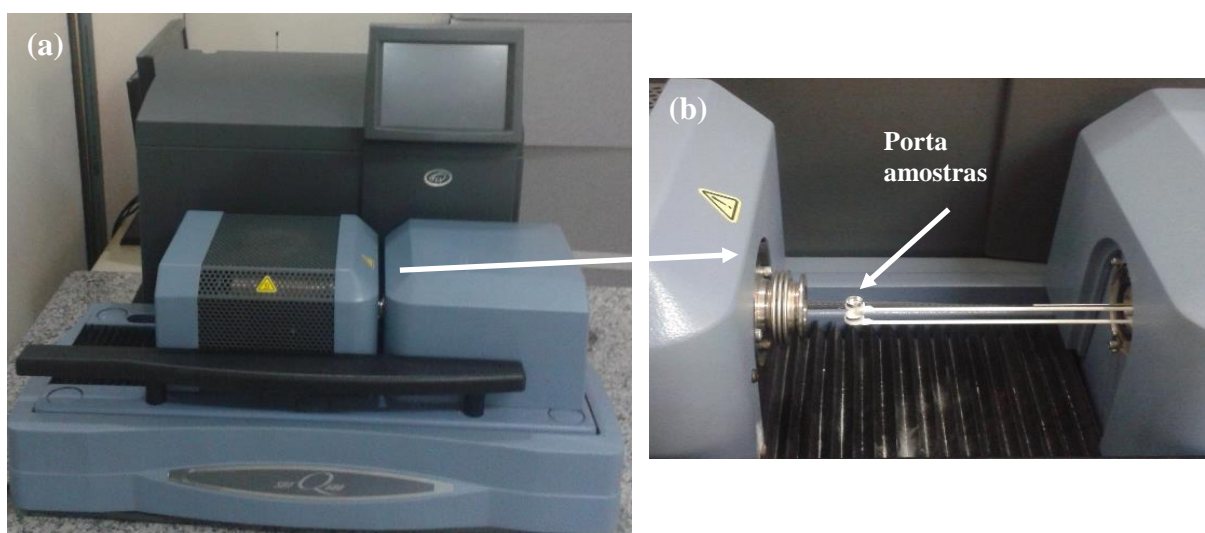


Figura 7: (a) Equipamento de termoanálise; (b) vista do equipamento aberto com o material inserido em um dos porta amostras.

A massa específica real foi realizada utilizando-se um picnômetro cujo volume da massa do cimento foi quantificado por meio do gás hélio. A amostra previamente seca em estufa foi adicionada ao porta amostra (Figura 8) em quantidade acima de 1g, massa

recomendada pelo fabricante para fornecer sensibilidade ao equipamento (picnômetro a gás AccuPyc 1340 da Micromeritics), após isso, o mesmo foi alocado no picnômetro para a média das cinco leituras obtidas.



Figura 8: Picnômetro ao gás helio.

A distribuição granulométrica foi obtida por meio do analisador a laser Mastersizer® 2000 (Malvern Instruments) que mede partículas de tamanhos entre 0,02  $\mu\text{m}$  a 2000  $\mu\text{m}$  (Figura 9). Este método, atua com um princípio físico que adota as partículas como esféricas, e o equipamento possui um conjunto de detectores, lentes e um microprocessador, captando a intensidade da energia dissipada e a transformando-a em uma distribuição volumétrica das partículas (RAWLE, 2002).

Neste ensaio, a amostra em pequena quantidade foi dispersa em solução de álcool etílico absoluto (99,8%) P. A., que no caso particular do cimento, o uso deste dispersante é recorrente, pois, o mesmo reage quimicamente com a água, o que impossibilitaria a realização do ensaio. As partículas foram dispersas com agitação por meio de bomba embutida no equipamento, que possibilitou a desaglomeração dos grãos, garantindo sua integridade. As lentes utilizadas tiveram uma variação entre 0,01  $\mu\text{m}$  a 200  $\mu\text{m}$  e a quantidade de amostra adicionada à solução foi determinada quando se obteve obscuração, medida pelo analisador, na faixa de 10% a 20%.



Figura 9: Analisador de partículas a laser Mastersizer® 2000.

A densidade de empacotamento é o principal efeito físico a ser conhecido quando da aplicação do modelo do empacotamento compressível (MEC) como dosagem científica para materiais cimentícios desenvolvido por De Larrard (1999), sendo que uma forma de obtê-la é por meio da determinação da compacidade experimental (C), utilizando dois protocolos de empacotamento: o de demanda de água, para materiais e/ou misturas secas com dimensões das partículas inferiores à 100  $\mu\text{m}$ ; compactação somado à vibração para materiais com dimensões dos grãos superiores a 100  $\mu\text{m}$ .

Os protocolos implicam no emprego de uma energia de adensamento (K) que correlaciona a compacidade virtual com a real dos materiais, onde para o primeiro caso assume um valor de 6,7 e para o segundo, 9,0 (DE LARRARD, 1999) e foram escolhidos por apresentarem um maior índice de empacotamento (K) que os outros métodos de empacotamento testados pelo autor do MEC (FORMAGINI, 2005). O ensaio de demanda de água foi aplicado na investigação do empacotamento do cimento, metacaulinita e sílica das cinzas da casca do arroz (SCCA) e contemplou os procedimentos aplicados por Formagini (2005):

- Pesagem de 350 g do material completamente seco;
- No caso de misturas binárias (mais de um material cimentício), homogeneizar previamente a mistura;
- Adição do material seco em um misturador planetário e introdução de 50% da quantidade de água prevista para atingir a demanda de água. Antes deste passo, tinha-se pesquisado qual a demanda de água foi encontrada por outros autores utilizando o mesmo material cimentante ou similar (Cordeiro, 2006; Marangon, 2011);
- Acionamento do misturador em velocidade baixa e, após um minuto, adição do dispersante, no caso de misturas dispersas;
- Ajuste da velocidade do misturador de baixa para média e incremento de pequena quantidade de água em intervalos pré-estabelecidos de 1 minuto até formarem-se aglomerados;
- Permanência da mistura em repouso por 30 segundos. Enquanto isso, retirada do excesso da amostra nas paredes do recipiente com a espátula;
- Homogeneização da mistura em velocidade alta por aproximadamente 1 minuto;



- Conclusão do ensaio quando uma pasta homogênea e adensada se formar no fundo do recipiente;
- Registro do consumo de água.
- Tempo de duração do ensaio: entre 10 min a 12 min.
- Cálculo da compactidade experimental (C) por meio da equação 5 do capítulo 2.

### **1.1.3 Metacaulinita e Sílica das cinzas da casca do arroz**

A metacaulinita utilizada neste trabalho foi produzida a partir de solo argiloso caulínico obtido do município de Itacoatiara, AM (3° 1' 47" S; 58° 32' 37" O), nas instalações da Litiara indústria cerâmica da Amazônia LTDA. As cinzas da casca do arroz (CCA) de onde foi extraída a sílica estudada nesta pesquisa, foi obtida em uma indústria de beneficiamento, localizada em Jaguará do Sul, Santa Catarina. O procedimento de produção e extração destas pozolanas, a caracterização de suas matérias-primas (massa específica, DRX e análise térmica) bem como todos os ensaios realizados para o cimento, também foram aplicados à metacaulinita e à sílica propostas neste trabalho e encontram-se descritos no capítulo 2.

A maior parte das técnicas de caracterização mencionadas foram executadas no Laboratório de Estruturas (LABEST) do Instituto de Pós-graduação e Pesquisa de Engenharia (COPPE) da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ). O ensaio de compactidade experimental, foi efetuado no Laboratório de Ensaios de Materiais (LEM) da Faculdade de Tecnologia da Universidade Federal do Amazonas (UFAM). Os ensaios de difração de raios X (DRX) das cinzas da casca do arroz e da sílica xerogel, realizados no Laboratório de Difração de Raios X da Faculdade de Geociências da UFAM e o da argila e metacaulinita obtidos no Laboratório de Análises Mineraias (LAMIM) da Companhia de Pesquisa de Recursos Mineraias (CPRM).

### **1.1.4 Areia**

A areia empregada para compor a matriz cimentícia dos compósitos é proveniente do leito dos rios amazônicos e notadamente comercializada na região. Consiste em um material de granulometria média, que foi caracterizado por meio de sua massa específica, distribuição granulométrica (ver Figura 1 do capítulo 3) e compactidade. A massa específica foi obtida adotando procedimento preconizado pela ABNT NBR NM 52 e o valor encontrado foi 2,63

g/cm<sup>3</sup>. Para a análise granulométrica foi seguida a orientação descrita pela ABNT NBR NM 248 e sua curva é apresentada na Figura 1 do Capítulo 3. O ensaio da compactidade foi realizado seguindo a metodologia descrita por Formagini (2005), onde para a areia selecionada foi obtida uma compactidade igual a 0,583, semelhante a encontrada pelo mesmo autor para a classe 3 (dimensão dos grãos entre 425 µm e 600 µm) que foi de 0,588.

Na produção da mistura cimentícia desta pesquisa foi utilizada areia passante pela peneira 600 µm, em decorrência do processo desenvolvido para a moldagem das placas compósitas e da abertura da malha do tecido de juta e malva, que não possibilitou granulometria maior.

### **1.1.5 Dispersante**

Dispersantes são compostos orgânicos que possibilitam maior fluidez às misturas compostas por materiais cimentícios, mantendo o consumo de água de forma equivalente ou permitindo sua redução sem comprometer a fluidez (CASTRO e PANDOLFELLI, 2009). Isso decorre do processo físico entre o dispersante e as partículas do material cimentício que em sua interação física, “a adsorção das moléculas de dispersante às partículas de cimento, impede que sua floculação ocorra, devido à geração de uma força de repulsão de origem eletrostática ou estérica”. Assim, os grãos ficam dispersos no meio líquido, reduzindo a água necessária à mistura, conferindo desta forma um caráter fluido a amostra cimentícia (CASTRO e PANDOLFELLI, 2009; RONCERO, 2000).

Dentre os tipos de dispersantes, tem-se os aditivos superplastificantes, que vêm mostrando alto desempenho no que se refere a elevação da fluidez, redução da relação água/cimento (a/c) mantendo a mesma consistência e redução do consumo de cimento para a mesma consistência e relação a/c. Entretanto, pesquisas anteriores relataram a ocorrência de problemas com o uso destes aditivos, tais como: acentuada perda de fluidez, enrijecimento precoce e excessiva incorporação de ar (MAILVAGANAM, 1999), que podem estar associadas à incompatibilidade entre o aditivo e o cimento utilizados ou a dosagem inadequada do aditivo (MONTE, 2003).

Em decorrência disso, foram estudados três tipos de dispersantes do tipo superplastificante, (Muraplast FK 32 do fabricante MC, Tec Flow 9030 do RheoSet, e Glenium® 51 da BASF), todos compostos por polímeros policarboxilatos, a fim de verificar qual aditivo proporcionaria compatibilidade e melhor eficiência no empacotamento dos materiais cimentícios. Para o cálculo da quantidade em massa de cada aditivo em relação a massa de material cimentante, realizou-se o ensaio do teor de sólidos para cada tipo de

superplastificante, cujos resultados são apresentados no Capítulo 2. Para verificação da compatibilidade com o cimento adotado e obtenção da dosagem de saturação (percentual de aditivo utilizado) realizaram-se os ensaios do funil de Marsh e mini abatimento de Kanro comentados no Capítulo 2.

### 1.1.6 Água

A Água utilizada em toda a fase experimental é proveniente da rede de abastecimento de água do município de Manaus/Amazonas, conforme características físico-químicas apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1: Características físico-químicas da água.

<b>Característica</b>	<b>Valor</b>
Concentração de oxigênio dissolvido	0,61 DOppm
pH	5,98
Temperatura	26,25 °C
Condutividade	44 µS/cm
Medição de sólidos totais dissolvidos	22 tdsppm
Medição de salinidade	0,02 sal
Medição Redox	98,2 ORP
Medição de oxigênio dissolvido	8,1 DO%

Fonte: Oliveira (2015).

## 1.2 Desenvolvimento e caracterização da matriz

As matrizes aplicadas em compósitos cimentícios reforçados com tecidos de fibras vegetais, em geral, precisam atender requisitos como: compatibilidade química com o reforço têxtil, reologia adequada à penetração no tecido e compatível com o processo de produção adotado e sobretudo capacidade de absorver e transferir cargas entre os elementos do compósito. Dependendo do projeto e aplicação destas matrizes, podem-se exigir composições especiais (BRAMESHUBER *et al.*, 2006).

Neste trabalho, buscou-se utilizar uma matriz livre de hidróxido de cálcio, visando evitar o processo de mineralização e/ou degradação das fibras apresentados na literatura (WEI e MEYER, 2015). Além disso, a matriz tem que ser fluida suficiente para penetrar completamente no tecido e facilitar a moldagem dos compósitos.

Para o tratamento da matriz, com a proposta de eliminar a *Portlandita* (CH), foram estudadas matrizes com dois tipos de pozolanas e substituição parcial do cimento (CP) por cada uma em matrizes diferentes. Antes da dosagem dos materiais finos com a areia adotada nesta pesquisa, realizaram-se análises térmica e microscópica (MEV) em misturas binárias

com várias proporções de substituição do CP por metacaulinita (MKL) e pela sílica das cinzas da casca do arroz (SCCA) aos 28 dias de idade. O estudo detalhado bem como os resultados de qual das pozolanas foi mais eficiente no consumo da CH foi relatado no Capítulo 2.

Após a constatação de qual percentual de substituição foi mais eficiente para as matrizes com MKL e SCCA, respectivamente, foi avaliada a fluidez destas misturas por meio de ensaios de compatibilidade e dosagem de saturação (DS). Além disso, foram caracterizadas física e mecanicamente para compreender melhor o quanto a CH interfere nestas propriedades da matriz, e então escolher a matriz mais adequada à produção dos compósitos reforçados.

A Figura 10 resume os experimentos realizados para a seleção da matriz dos compósitos produzidos nesta pesquisa. Todos os ensaios referidos neste item foram abordados no Capítulo 2 e efetuados no Laboratório de Técnicas Analíticas (Labest/COPPE/UFRJ), com exceção da compacidade e compatibilidade/DS que foram no Laboratório de Ensaio de Materiais (LEM/UFAM).

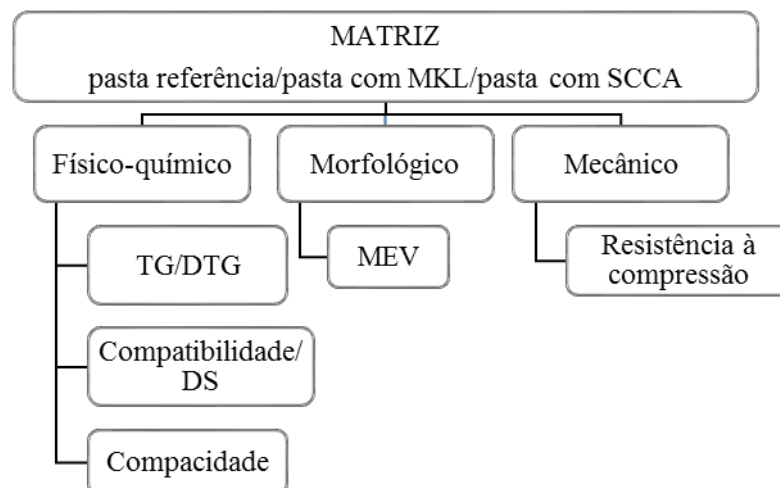


Figura 10: Programa experimental das matrizes cimentícias estudadas.

Após a escolha da pasta conforme critérios comentados e metodologia/resultados expostos no Capítulo 2, foram realizados ensaios de consistência em misturas do material fino com o material inerte (areia), seguindo a metodologia do miniabatimento de Kantro (CALMON et al., 2013). Estas misturas foram dosadas e modificadas com base no traço desenvolvido por Melo Filho (2005), 1:1:0,4 (material cimentício: areia: água/material cimentício), com teor de superplastificante igual a 2,5%. Este autor substituiu 50% da massa de cimento por 30% de metacaulinita e 20% de tijolo moído, que constituiu o material cimentante.

Para a produção dos compósitos desta pesquisa, duas matrizes foram desenvolvidas: (1) matriz modificada por 40% de metacaulinita (com base nos resultados do estudo previamente citado) onde foi denominada MMKL; e (2) matriz de referência, com 100% de cimento (MREF). O traço destas misturas foi 1:1:0,45 (material cimentício: areia: água/material cimentício) com teor de superplastificante 1,8% e 0,05% respectivamente para as matrizes MMKL e MREF. O processamento destas argamassas está mencionado no Capítulo 3.

### **1.3 Desenvolvimento e caracterização dos compósitos**

Neste capítulo são apresentados o programa experimental realizado para analisar o comportamento dos compósitos, assim como a metodologia adotada para a produção dos mesmos.

A Figura 11 resume os tipos de compósitos desenvolvidos, cuja escolha foi pautada na disponibilidade dos materiais da região. Foram moldados compósitos com matriz de referência (MREF) e matriz com substituição de cimento por metacaulinita (MMKL), conforme detalhado no item 1.2 deste Capítulo. Cada matriz foi reforçada com duas camadas de tecido de juta e malva (produzido e comercializado em Manaus, Am, Brasil), sendo um compósito com tecido natural (da forma obtida na fábrica) e outro com tecido tratado por hornificação (ciclos de molhagem e secagem). Além disso, houve a moldagem de um compósito sem reforço, produzido somente com a matriz de referência (MREF), a título de comparar a mudança de comportamento entre compósitos reforçados e não reforçados. Os compósitos descritos foram produzidos em duplicidade com o objetivo de submeter cada grupo ao procedimento de envelhecimento acelerado, conforme detalhado no item 1.4.

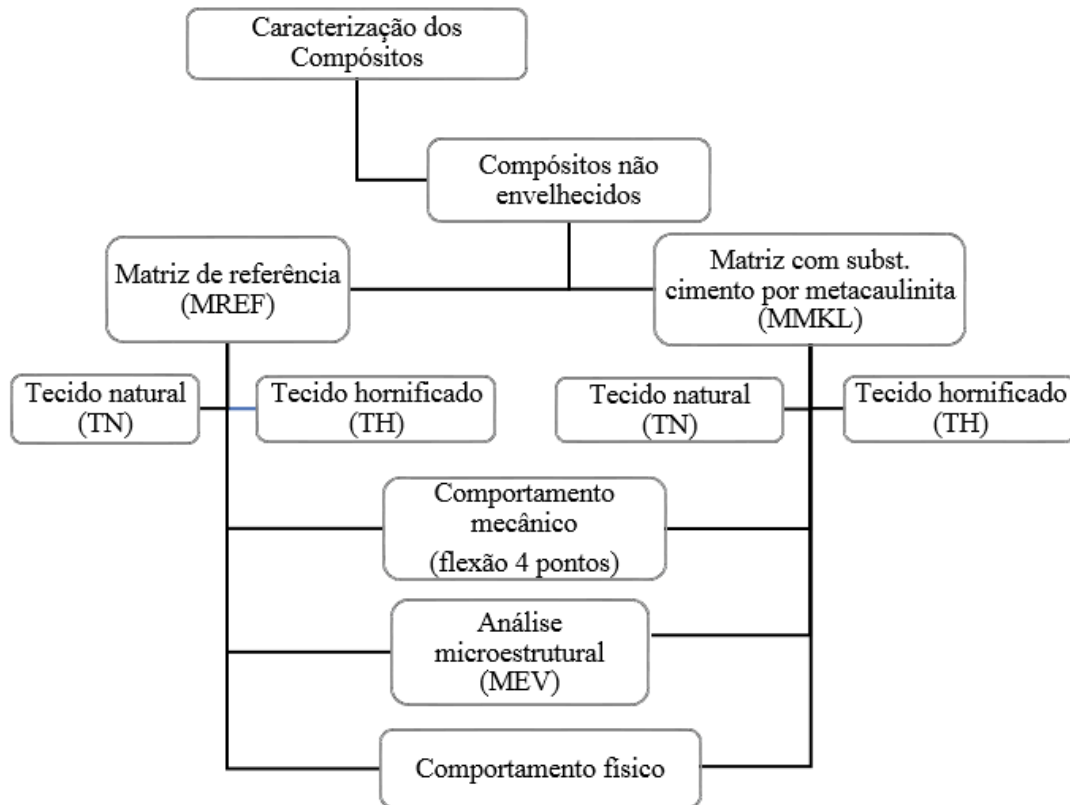


Figura 11: Programa experimental dos compósitos na condição não envelhecidos.

O tratamento do tecido consistiu em submetê-los a 10 ciclos de molhagem e secagem, seguindo procedimento de Claramunt *et al.* (2010) e adaptado por Ferreira *et al.* (2017). O procedimento obedeceu às seguintes etapas:

- pré-tratamento realizado por meio de lavagem do tecido em água corrente em condições de temperatura ambiente, seguido por secagem em estufa a 60 °C por 24 h.
- imersão do tecido em água, em temperatura ambiente por 3 horas (tempo de saturação do tecido);
- secagem do tecido em estufa com circulação de ar à temperatura de 80 °C; a estufa foi previamente programada à atingir 80 °C, a uma taxa de aquecimento de 2 °C/min, mantendo esta temperatura por 16 h.

Após o tempo de secagem, a estufa foi resfriada até a temperatura de 25 °C, a fim de evitar um possível choque térmico nas fibras (FERREIRA *et al.* (2017)). Todo o procedimento descrito foi realizado por 10 vezes (10 ciclos) e na sequência os tecidos de juta

e malva foram acondicionados em sacos plásticos selados e armazenados em dessecador até posterior utilização.

O traço adotado para ambas as matrizes foi 1:1:0,45, com 0,05% de superplastificante para MREF (100% cimento) e 1,8% para a MMKL (60% cimento e 40% metacaulinita).

As misturas foram realizadas da seguinte forma: mistura dos materiais secos em sacos plásticos com agitação manual vigorosa durante 1 min e introduzidos à bacia metálica de um misturador planetário com capacidade de 5 litros. Em seguida, o material seco foi umedecido compassadamente com 50 % da água calculada para a mistura, este procedimento foi realizado até a mistura seca estar visualmente úmida e não ultrapassou o tempo de 5 min. Após isto, a mistura umedecida foi homogeneizada durante 5 min a uma velocidade de 115 rpm enquanto era adicionado a mistura líquida (50% da água restante e superplastificante, previamente homogeneizados por 30 s). Neste passo, o misturador era desligado em tempos intercalados de 1 min para a retirada da argamassa contida na lateral da bacia metálica. Posteriormente, a homogeneização da mistura foi realizada por mais 8 min à velocidade de 237 rpm.

Após o processamento da mistura, esta foi adicionada a um cilindro metálico projetado para o processo de moldagem criado por esta pesquisa (Figura 12 (a)), que conduziu a argamassa até o molde acrílico de dimensões 350 x 350 mm (Figura 12 (a)) também fabricado para o desenvolvimento deste trabalho, baseado no modelo de Marques (2015) com adaptações.

A Figura 12 mostra o processo de moldagem dos compósitos. **PARÁGRAFO COM DIVULGAÇÃO RESTRITA.**

### **FIGURA COM DIVULGAÇÃO RESTRITA**

Figura 12: Moldagem dos compósitos: (a) processo de moldagem; (b) compósito sendo moldado; (c) equipamento responsável pelo sistema de ar comprimido; (d) compósito moldado.

No que se refere ao molde, consiste em um conjunto de duas placas acrílicas (350 x 350 mm) com vedação lateral em lençol de borracha em forma de “U” (espessura 1 mm e 2 mm), ligadas por parafusos por meio dos quais os tecidos foram afixados (Figura 13). As contenções laterais foram as responsáveis por garantir a espessura das camadas de argamassa e a espessura total da placa moldada foi de 10 mm. A desmoldagem foi realizada 24 horas após a moldagem e as placas compósitas foram mantidas em cura úmida até a idade de 28 dias, quando foram submetidas aos ensaios físico-mecânicos na condição saturada (imersas em água 24 h antes dos ensaios).

Toda caracterização realizada nos compósitos, esquematizada na Figura 11, encontram-se descritas no Capítulo 3.

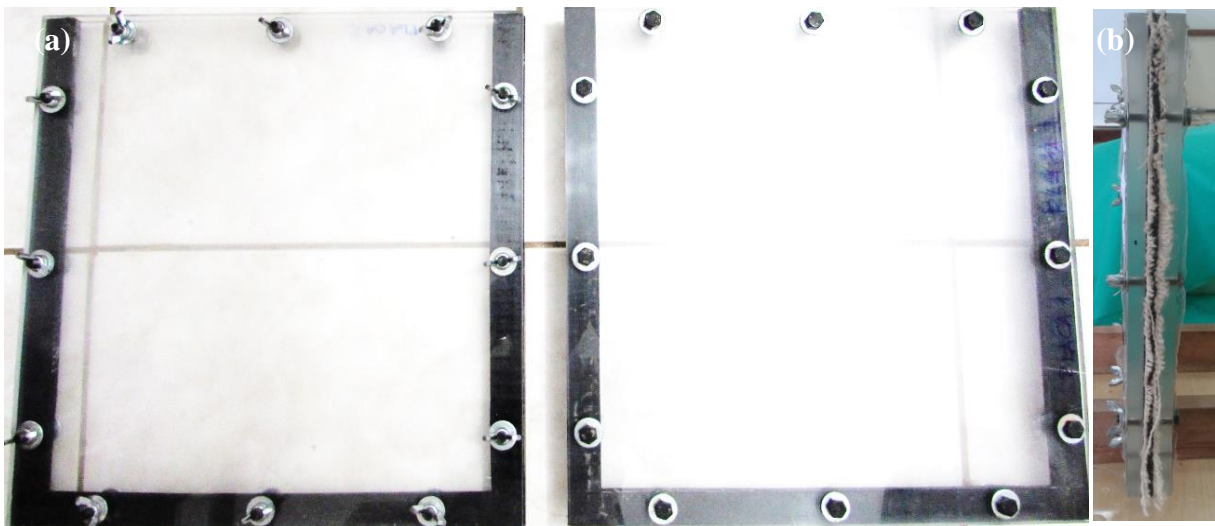


Figura 13: Moldes dos compósitos cimentícios: (a) conjunto da forma em acrílico com vedação lateral e conexões de parafusos; (b) vista lateral do molde com duas camadas de tecido afixadas.

#### 1.4 Durabilidade dos compósitos

Este ensaio seguiu o procedimento da norma EN 494 (106) com as adaptações realizadas por Marques (2015) o qual pretendeu avaliar a durabilidade dos compósitos reforçados quanto ao desempenho físico e mecânico dos corpo-de-prova antes e depois da realização de ciclos de imersão e secagem. O objetivo da ciclagem é submeter o material à simulação das intempéries (chuva, sol, vento, variação de temperatura). Para isso, 16 corpos de prova (CP) representando cada grupo analisado, foram submetidos a 50 ciclos de envelhecimento acelerado.

Cada ciclo consistiu em duas etapas, na primeira, foram submergidos os corpos de prova em banho automático por 170 minutos em estufa modelo MA 035 da fabricante



MARCONI (Figura 14 (a)). A segunda fase consistiu na secagem por aquecimento ( $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) e ventilação dos corpos de prova (Figura 14 (b)) por igual período de tempo. Entre a primeira e segunda etapas de ciclo, houve um intervalo de 10 min, procedimento realizado para a sucção e retirada da água por uma bomba de circulação acoplada à estufa.

Após os 50 ciclos, os corpos de prova foram imersos em água à temperatura ambiente por 24 h para serem avaliados física e mecanicamente pelos testes de absorção, densidade e porosidade aparente e flexão em quatro pontos, respectivamente. Esta imersão dos CP's após o envelhecimento, objetiva caracterizá-los em condição saturada, o que simula a pior situação em que os compósitos possam estar expostos na prática.

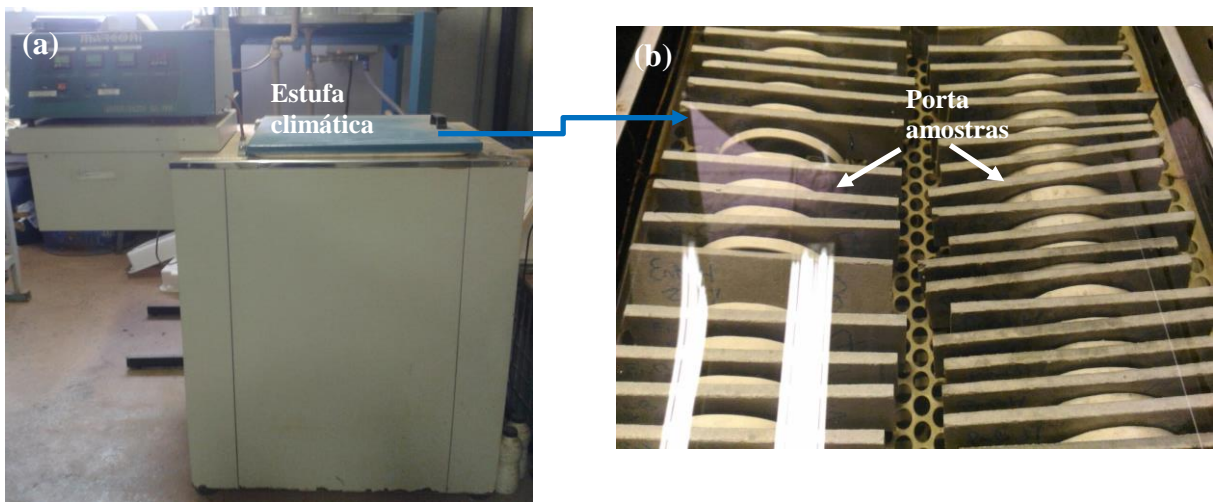


Figura 14: Ensaio de envelhecimento acelerado: (a) equipamento com estufa climatizada; (b) vista da estufa aberta com os corpos de prova inseridos nos porta amostras.

O programa experimental da caracterização realizada após o ensaio de durabilidade está esquematizado na Figura 15, onde os referidos ensaios foram descritos no Capítulo 3 e realizados no Laboratório de Construções e Ambiente da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA) da Universidade de São Paulo (USP).

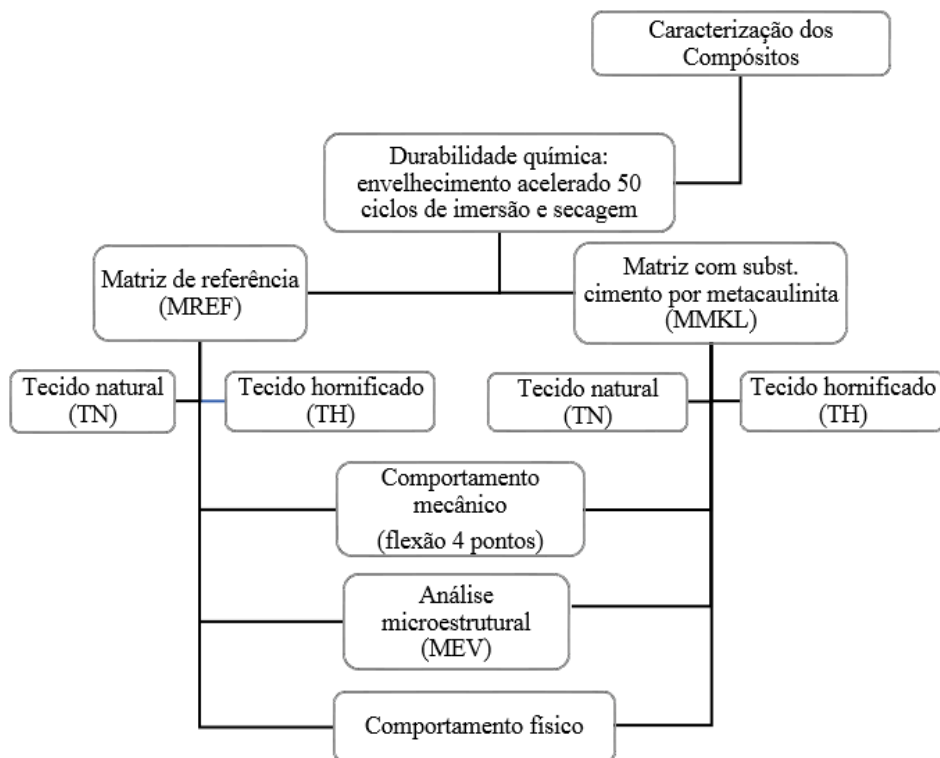


Figura 15: Programa experimental das matrizes cimentícias estudadas.

## 1.5 Análise estatística

Após eleitas as misturas cimentícias que forneceram os melhores resultados do consumo de hidróxido de cálcio (P16-SCCA e P40-MKL) pelas análises termogravimétricas (Capítulo 1), estas foram utilizadas para a obtenção da resistência à compressão em conjunto com a pasta de cimento puro (P-REF). Para este estudo foram utilizadas 6 amostras para cada condição experimental, cujas resistências médias foram avaliadas por meio da análise de variância – ANOVA, considerada ao nível de 5% de significância ( $\alpha$ ), com o auxílio do software Minitab® versão 17.

Para a ANOVA de um fator, a variável resposta utilizada como critério na escolha da melhor pasta cimentícia foi a resistência à compressão, o fator único foi o percentual de cimento nas misturas e os tratamentos ou níveis foram os tipos de pasta analisados, conforme Tabela 2.

Tabela 2: Análise de médias pela ANOVA com um fator.

Tratamentos	Fator %CP	Identificação
T1	P-REF	Pasta de referência (100% de cimento)
T2	P16-SCCA	Pasta com substituição de 16% de CP por SCCA
T3	P40-MKL	Pasta com substituição de 40% de CP por MKL

A hipótese nula ( $H_0$ ) formulada consistiu no princípio de equivalência das médias, onde todas as médias entre os tratamentos são iguais. Como hipótese alternativa ( $H_1$ ) tem-se a não equivalência, ou seja, no mínimo uma média entre os tratamentos é diferente.

Para tanto, tem-se o P-valor (probabilidade P) como fator de formulação da hipótese, quando este é superior ao nível de significância ( $P\text{-valor} > 0,05$ ) implica em se aceitar  $H_0$ , concluindo-se que não existe diferença entre as médias dos tratamentos. Caso contrário, ( $P\text{-valor} < 0,05$ ) rejeita-se a hipótese nula, assumindo que há diferença significativa em pelo menos uma média dos tratamentos.

Para validação da ANOVA foi testada a normalidade na distribuição da propriedade analisada (teste de normalidade de Anderson-Darling [AD]) e a homogeneidade das variâncias dos tratamentos (teste de Bartlett [Bt]). Com a formulação das hipóteses pelos testes de validação, também avaliados ao nível de 5% de significância, P-valor superior a 5% implica que a distribuição da variável-resposta é normal e que as variâncias dos tratamentos são equivalentes, validando-se o modelo de ANOVA.

Na sequência, a ANOVA foi aplicada, possibilitando investigar a existência de significância entre os tratamentos. Havendo significância, utilizou-se do teste de comparações múltiplas de Tukey (teste de contraste), para o agrupamento dos níveis do fator, sendo possível identificar o melhor nível do fator investigado, ou seja, a melhor dentre as misturas citadas (em termos de resistência à compressão).

No teste de Tukey, os agrupamentos (Ag) são identificados por letras (A, B, C,...), “A” indica o tratamento de maior valor médio, sucedido por “B”, “C” e assim sucessivamente. Quando são agrupadas com letras iguais, denota que os tratamentos evidenciam médias equivalentes. Caso contrário, as médias são significativamente diferentes. Para este caso, gráficos de combinações entre os tratamentos foram utilizados como forma de auxiliar na interpretação destes efeitos.

Face ao exposto, a ANOVA e o Teste de Tukey (quando necessário) foram utilizados para eleger a melhor mistura cimentícia e investigar o efeito de cada tratamento nos valores de resistência à compressão.

Para a concretização desta pesquisa, a metacaulinita foi escolhida como material pozolânico constituinte da matriz cimentícia das placas compósitas reforçadas. A opção por este aditivo baseou-se nos resultados do consumo do hidróxido de cálcio e resistência à compressão das matrizes estudadas aos 28 dias de cura.

No que se refere à resistência à compressão, apesar da pasta P16-SCCA ser superior em relação às misturas P-REF e com MKL, avaliou-se a P40-MKL como a mais adequada à aplicação na matriz cimentícia proposta, pois manteve a resistência mecânica igual à P-REF, garantindo uma matriz livre de CH, principal agente de ataque às fibras vegetais.

Tendo em vista o exposto, foram produzidas placas compósitas segundo as condições experimentais e quantidade de amostras descritas na Tabela 3. Neste caso, a ANOVA foi aplicada para a investigação da melhor dentre as condições delineadas (Tabela 3) nos valores do módulo de resistência à flexão estática (MOR) e módulo de elasticidade estático (MOE), possibilitando verificar a melhor condição na produção destes compósitos e avaliar os efeitos ocasionados pelo envelhecimento acelerado.

A matriz de referência é designada pelo material cimentante ser constituído por cimento puro e a modificada é a matriz onde há substituição do cimento por 40% de metacaulinita.

Tabela 3: Tratamentos investigados na análise de cada propriedade mecânica das placas cimentícias e número de amostras por tratamento.

	<b>Tratamentos</b>	<b>Nº de amostras</b>
T0	Sem reforço (MREF)	15
T1	Placa não envelhecida, reforçada com tecido natural e com matriz de referência (TN_MREF)	15
T2	Placa não envelhecida, reforçada com tecido natural e com matriz modificada por metacaulinita (TN_MMKL)	15
T3	Placa não envelhecida, reforçada com tecido hornificado e com matriz modificada por metacaulinita (TH_MMKL)	15
T4	Placa envelhecida, reforçada com tecido natural e com matriz de referência (TN_MREF.ENV)	15
T5	Placa envelhecida, reforçada com tecido natural e com matriz modificada por metacaulinita (TN_MMKL.ENV)	15
T6	Placa envelhecida, reforçada com tecido hornificado e com matriz modificada por metacaulinita (TH_MMKL.ENV)	15

## 2 ARTIGO 1

O presente artigo foi submetido à revista *Cement & Concrete Composites* das Engenharias I (ISSN 0958-9465), com classificação da produção intelectual Qualis A1 conforme critérios estabelecidos pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e fator de impacto de 4.265 para o ano base 2016 segundo o critério de classificação da *Journal Citations Reports* (JCR).

### INFLUÊNCIA DO TEOR DE SUBSTITUÇÃO DO CIMENTO PORTLAND POR METACAULINITA E SÍLICA EXTRAÍDA DAS CINZAS DA CASCA DO ARROZ NAS CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E MECÂNICAS DE PASTAS CIMENTÍCIAS

Daiana Goes Cavalcante<sup>a\*</sup>, Maria Gorett dos Santos Marquesa, João de Almeida Melo Filho<sup>a</sup>,  
Raimundo Pereira de Vasconcelos<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, Faculdade de Tecnologia, Universidade Federal do Amazonas, Av. Rodrigo Otávio n. 3000, CEP 69077-000, Manaus, Amazonas, Brazil

#### Resumo

O presente trabalho teve por objetivo estudar a substituição do cimento Portland (CPI-S) por metacaulinita (MKL) e por sílica extraída das cinzas da casca do arroz (SCCA) em misturas binárias independentes. Para investigar a reatividade pozolânica, foram realizadas termoanálises e análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em pastas binárias. Para compreender o efeito físico destas misturas, foi calculada a densidade de empacotamento de acordo com o Modelo de Empacotamento Compressível (MEC) e estudados a compatibilidade/teores de saturação de superplastificantes com os materiais cimentícios. Considerando os níveis de substituição adotados, os resultados indicaram que a pasta com MKL ao nível de 40% de substituição propiciou o consumo total de CH aos 28 dias; no entanto, a densidade de empacotamento das partículas foi reduzida e a resistência à compressão foi mantida. A adição de SCCA em até 16% nas misturas binárias apresentou consumo parcial de CH, porém, este efeito em conjunto com o efeito físico, acarretou o aumento da resistência à compressão para a mesma idade.

**Palavras-chave:** metacaulinita, sílica das cinzas da casca do arroz, matriz cimentícia, densidade de empacotamento.

**Abstract**

The present research aimed to study the replacement of ordinary Portland cement (OPC) by metakaolin (MKL) and silica extracted from rice husk ashes (SRHA) in binary mixtures. To investigate the pozzolanic reactivity, thermal and microstructural analyses were performed in binary mixtures. To understand the physical effect of these blends, the packaging density was calculated according to the model of compressible packaging (MCP) and the compatibility/saturation levels of superplasticisers was studied with cementitious materials. Considering the substitution levels adopted, the results indicated that the paste with 40% of MKL provided a total consumption of calcium hydroxide to 28 days; however, the packaging density of the particles was reduced, while the compressive strength was maintained. The addition of 16% of SRHA in binary mixtures showed partial consumption of calcium hydroxide; nevertheless, this effect, together with the physical effect, led to an increase in the compressive strength for the same age.

**Keywords:** Metakaolin, silica from rice husk ash, cementitious matrix, packing density.

## 1. INTRODUÇÃO

Um acentuado número de pesquisas está voltado a propor soluções para mitigar os impactos ambientais negativos desencadeados pela indústria de cimento Portland (CP), onde se estima que o consumo deste material está entre os mais elevados do mundo [1-3]. Dentro dessa linha, uma gama de opções técnicas pode ser adotada visando a redução dos danos ambientais e a contribuição com o desenvolvimento limpo, como é o caso da substituição parcial de cimento por materiais pozolânicos, que normalmente constituem-se em: a) materiais cujo consumo de energia térmica e elétrica é reduzido se comparado à fabricação do cimento; ou b) em resíduos. Dentre os verificados, tem-se a argila calcinada, escória de alto-forno, cinza volante, sílica ativa, cinza da casca de arroz, cinza do bagaço da cana-de-açúcar, resíduos de corte de rochas (RCR), blocos cerâmicos moídos (RBC), resíduos cerâmicos, e mais recente a sílica obtida a partir das cinzas da casca do arroz [4-11]. A adição destas tecnologias alternativas em matrizes cimentícias, além de reduzir o consumo de cimento e conseqüentemente o custo do produto final, coopera para minorar problemas ambientais e econômicos conexos à destinação final dos resíduos, bem como, proporcionar, manutenção ou ganho nas propriedades mecânicas dos produtos cimentícios modificados.

Trabalhos com adições de metacaulinita (MKL) proveniente de argila calcinada [5, 8, 12, 13], da cinza da casca de arroz [10, 14, 15] e da sílica CAA [11] mostram que o emprego destes materiais produz reações nos sistemas cimentícios, que normalmente estão associados a efeitos físico-químicos, os quais atuam como melhoradores de suas propriedades mecânicas. O efeito físico está relacionado ao empacotamento das partículas e depende do tamanho, da forma, da textura dos grãos, do teor de substituição do cimento e da porosidade inicial da mistura [14, 16, 17] visto que induz ao preenchimento dos espaços vazios da matriz conformando-a mais compacta, portanto, mais resistente. Por outro lado, há os efeitos pozolânicos, que estão relacionados com a capacidade de reagir quimicamente com o hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$  ou CH) na presença de água, formando compostos que possuem propriedades cimentícias. As principais fases reativas das pozolanas são a sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) amorfas, cujos produtos de hidratação formados são os silicatos de cálcio hidratado ( $\text{CaO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$  ou C-S-H, designado pela notação química do cimento), aluminato de cálcio hidratado ( $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-H}_2\text{O}$  ou C-A-H) e sílico-aluminatos de cálcio hidratados ( $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$  ou C-A-S-H) [15, 18]. Com isso, há um aumento de resistência à compressão dos materiais à base de cimento pela transformação de CH em

compostos mais resistentes e pelo refinamento dos seus poros, onde tais efeitos são observados com alguns dias e até vários meses, dependendo da quantidade e da solubilidade da sílica/alumina amorfa no material [19].

Neste contexto, o presente trabalho estudou a substituição parcial de cimento por duas pozolanas, a metacaulinita (MKL) obtida a partir da calcinação de argila caulinítica e a sílica extraída das cinzas da casca do arroz (SCCA).

Com relação a MKL, este é um dos mais importantes materiais com alta reação pozolânica [20], sendo um material silicoso que finamente moído na presença de água, reage quimicamente com o hidróxido de cálcio para formar compostos cimentícios [21]. Depósitos de argila contém uma mistura de diferentes argilominerais (caulinita, ilita, montmorilonita e outros), sendo que as que contém caulinita e algumas com montmorilonitas têm reatividade pozolânica mais alta, enquanto que o resto podem ser considerados de baixa reatividade pozolânica [22]. A principal fonte de MKL é o caulim, cujo principal elemento constituinte é a caulinita, um silicato de alumínio hidratado de composição aproximada de  $2\text{H}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ , sendo estruturalmente composta de planos de alumina octaédrica e sílica octaédrica alternadamente, com composição teórica de 46,54% de  $\text{SiO}_2$ , 39,5%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 13,96% de  $\text{H}_2\text{O}$  [20, 21]. O caulim sob condições ambientais normais é estável, porém, quando aquecido a temperatura de 650 a 900°C, calcinação, ele perde 14% de sua massa, e há quebra da sua estrutura tal que as camadas de alumina e sílica se tornam enrugadas e desordenam-se, resultando na MKL, um material amorfo com reatividade pozolânica [20, 21]. Muito embora o caulim seja uma das principais fontes de MKL, esta também pode ser obtida pela calcinação de solos lateríticos [21]. Sendo assim, o desenvolvimento das propriedades de argilas calcinadas depende da natureza e abundância de argilominerais no material bruto, das condições de calcinação e da finura do produto final [21]. Deste modo, a região amazônica notabiliza-se por possui espessa camada de solos argilosos, compreendendo jazidas com potencial para a produção de MKL.

A despeito da sílica (SCCA) ser notadamente uma opção favorável ecologicamente, relativo ao aproveitamento de resíduos (cinzas), é aplicado um procedimento de extração envolvendo baixas temperaturas, gerando ganho tanto de cunho ambiental, como econômico, devido ao baixo consumo de energia. Neste sentido, pesquisas mostraram que a aplicação de um processo de extração apropriado nas CCA (que contém dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ) entre a faixa de 80% e 90%), obtêm-se quantidade expressiva de sílica amorfa (acima de 90%), ligeiramente maior que a encontrada nas próprias cinzas residuais [11, 23, 24], devido às



reações químicas desencadeadas pela aplicação do método hidrotérmico de extração [11, 23, 25] produzir mais sílica amorfa. O método hidrotérmico consiste na extração da sílica na forma de silicato de sódio que por sua vez é homogeneizado com um ácido e convertido em sílica em forma de gel [11, 23, 25]. A forma utilizada neste trabalho foi a sílica gel seca em estufa e posteriormente moída, tecnicamente denominada xerogel [11]. Os autores Lima et al. [11] obtiveram a sílica gel em alto grau de pureza e estrutura amorfa, bem como aplicaram-na em pastas cimentícias onde conseguiram acelerar as reações de hidratação do cimento, obter um consumo de quase 60% do CH e um aumento significativo de resistência à compressão de pastas com substituição parcial de 5% pelo CP, analisadas aos 28 dias.

Associado ao exposto, pesquisas no campo da engenharia de microestrutura evidenciam que compósitos constituídos por partículas finas ( $d \leq 100 \mu\text{m}$ ) e uma baixa relação água/aglomerante, apresentam matrizes densas obtidas a partir da otimização do empacotamento dos materiais granulares [16, 19], enquanto a trabalhabilidade adequada é alcançada por meio da dispersão das partículas promovida pela incorporação de aditivos químicos à mistura [19, 26]. Assim, a obtenção de misturas cimentícias com trabalhabilidade adequada (estado fresco) e alta resistência mecânica e durabilidade (estado endurecido) é possível devido a associação de aditivos superplastificantes (dispersantes) e adições minerais [19], o que motivou a presente pesquisa a estudar: a potencialidade das pozolanas apresentadas como substitutas ao cimento Portland; a influência inicial que as mesmas podem proporcionar aos arranjos cimentícios; e o uso do dispersante adequado e com melhor dosagem de saturação, que além de excelente redutor de água, desenvolve misturas com maior densidade de empacotamento. Para tanto, foram fabricadas duas misturas binárias contendo MKL e SCCA como substitutas parciais do cimento, além da pasta de referência (sem substituição). Os teores de substituição escolhidos foram de 20%, 30%, 40% e 50% MKL e de 10%, 13% e 16% SCCA. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e análises térmicas (TG/DTG) foram realizadas para a investigação das reações de hidratação e da atividade pozolânica dos materiais. O estudo de compatibilidade do cimento foi realizado para cinco tipos de dispersantes e escolhido o que apresentou menor consumo do aditivo. Além disso, a densidade de empacotamento individual das matérias-primas e das misturas binárias foi determinada de acordo com o modelo de empacotamento compressível desenvolvido por DE LARRARD [26].

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Materiais

As matérias-primas alternativas utilizadas neste trabalho foram argila e cinzas da casca do arroz (CCA), que possibilitaram produzir a metacaulinita e extrair a sílica ( $\text{SiO}_2$ ) amorfa, respectivamente. A primeira foi coletada em jazida localizada no município de Itacoatiara, AM, Brasil ( $3^\circ 1' 47''$  S;  $58^\circ 32' 37''$  O), nas instalações da Litiara indústria cerâmica da Amazônia LTDA. Estudo prévio [27] constatou que a argila desta jazida, ora denominada “amarela” configura-se como adequada à obtenção de metacaulinica quando submetida à calcinação por duas horas a  $700^\circ\text{C}$ , o que direcionou esta pesquisa. As condições de queima adotadas para as argilas calcinadas bem como suas características físico-químicas, influenciam diretamente em sua atividade pozolânica [21], onde a faixa de temperatura que possibilita a desidroxilação da caulinita e transformação em metacaulinita é de  $550^\circ\text{C}$  a  $900^\circ\text{C}$  [22]. A segunda matéria-prima são as cinzas da casca do arroz (CCA) utilizadas para a extração da sílica xerogel, tendo proveniência de uma indústria de beneficiamento, localizada em Jaguará do Sul, Santa Catarina, Brasil. O resíduo foi reduzido em moinho de bolas rotativo por 60 min, visando melhorar o processo de extração da sílica. Os materiais utilizados na extração da sílica das CCA foram água e os reagentes químicos ácido clorídrico (HCl) a 37% e hidróxido de sódio (NaOH). Para a produção das pastas cimentícias foram empregados o cimento Portland comum sem adição mineral, CPI-S, similar ao ASTM Tipo I [28], a metacaulinita produzida (MKL), a sílica das cinzas residuais, água e aditivo superplastificante a base de éter policarboxílico Glenium® 51 (solução aquosa com 31,13% de sólidos). Para tanto, antes da opção por este, foi realizado um estudo com mais dois tipos de dispersantes comercializados na cidade de Manaus, AM, Brasil (Muraplast FK 32 e Tec Flow 9030), onde foram avaliados a compatibilidade com o cimento e a melhor dosagem de saturação.

### 2.2 Produção e caracterização da metacaulinita

O esquema apresentado na Figura 1 estabelece o procedimento da produção da MKL, onde após a coleta, a argila foi submetida a secagem natural (mínimo sete dias), em seguida a amostra foi homogeneizada e a redução dos torrões realizada em extrusora com posterior refinamento manual em cápsula de porcelana e pistilo. O peneiramento mecânico foi realizado (#200 mesh), o material seco em estufa a  $100^\circ\text{C}$  por 24 h (objetivando redução da umidade adquirida no processo pré-calcinação) e na sequência foi calcinado em forno resistivo mufla

Q318M Quimis®, cujas condições de queima adotadas foram: tempo de residência de 2 h após estabilização da mufla em 700°C (temperatura de calcinação) e resfriamento por 12 h. A difração de raios X das amostras da argila in natura e calcinada a 700 °C foi efetuada em difratômetro X'PERT PRO MPD (PW 3040/60), com tubo de Cu- K $\alpha$  (1,5406 Å), com coleta entre 5° e 60° (2 $\theta$ ), velocidade do goniômetro de 0,02°/passo e tempo de contagem de 50 s, cuja identificação dos minerais foi realizada comparando-se os difratogramas obtidos com fichas do banco de dados ICDD-PDF (International Center Diffraction Data – Powder Diffraction Data). Para a metacaulinita foi realizada a seguinte caracterização: distribuição do tamanho de partículas, obtida por meio do analisador a laser Mastersizer 2000 (Malvern Instruments) e água deionizada como meio dispersante; composição expressa em óxidos determinada por espectroscopia de fluorescência de raios X (EDX-720 Shimadzu); massa específica por meio do picnômetro a gás (AccuPyc 1340 da Micromeritics); termoanálise (TG/DTG) realizada em equipamento SDT Q600 TA Instruments (cuja perda ao fogo foi obtida pela curva de perda de massa (TG) aos 950°C), microscopia eletrônica de varredura (MEV) por meio do equipamento HITACHI TM3000 Tabletop Microscope e compactidade experimental realizada pelo método de demanda d'água de acordo com procedimentos preconizados por DE LARRARD [26].

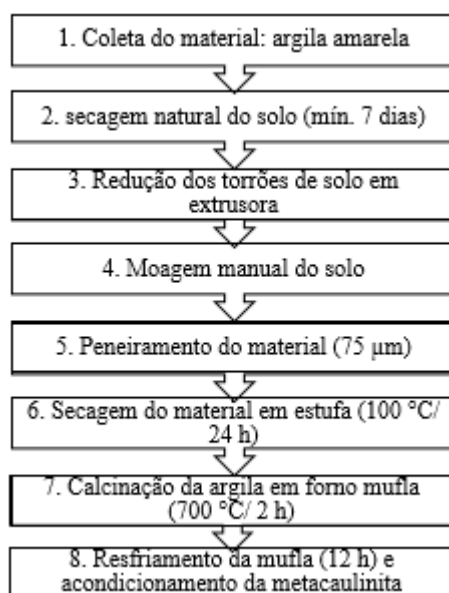


Figura 1: Procedimento de fabricação da metacaulinita.

### 2.3 Extração e caracterização da Sílica xerogel (SCCA)

A extração da sílica xerogel consistiu em doze procedimentos, utilizando o método desenvolvido por KALAPATHY et al. [29, 30] e adaptado por LIMA et al. [11] conforme sequência indicada na Figura 2.

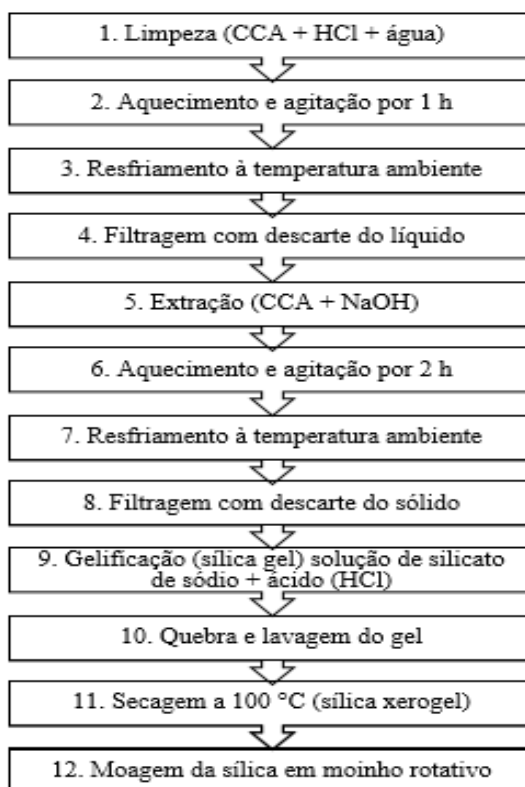


Figura 2: Procedimento de extração da sílica xerogel.

Inicialmente, a lavagem das cinzas objetivou o seu tratamento, submetendo-a em solução ácida (HCl) para a remoção das impurezas, principalmente as metálicas [31]. Nas fases subsequentes 2 e 6 as amostras foram aquecidas a 100°C sob agitação contínua em agitador magnético e posteriormente ocorreu o resfriamento (3 e 7) visando preparação para a filtragem (4 e 8) que foi realizada por meio de bomba a vácuo e papel filtro Quanty® JP42. O procedimento de extração propriamente dito é desenvolvido na fase 5, onde as CCA tratadas foram adicionadas em solução de hidróxido de sódio na concentração de 1M para solubilizar a sílica presente na amostra, assim produzindo o silicato de sódio (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) [11]. A formação do gel (fase 9) foi obtida pela redução do pH (com HCl) da solução de silicato de sódio submetida à agitação magnética constante. Na sequência, realizou-se a quebra, da estrutura do gel formado com bastão de vidro e posterior lavagem com água destilada onde houve agitação

vigorosa da solução (fase 10). Neste processo, após a precipitação do gel a água foi descartada e repetiu-se o processo de lavagem por mais seis vezes, visando a remoção completa do cloreto de sódio (NaCl) formado na amostra após a fase 9, referente a reação química desencadeada pelo contato do silicato de sódio com o ácido clorídrico, onde a remoção do sal pôde ser verificada pela análise de difração de raios X. A obtenção da sílica xerogel (fase 11) foi realizada submetendo a sílica gel à temperatura de 100°C em estufa por 25 horas, tempo observado para a secagem visual completa da mesma. A SCCA seca apresenta-se em forma de grãos opacos, para a obtenção de uma granulometria apropriada ao emprego em pastas cimentícias bem como sua caracterização, realizou-se a cominuição das partículas em moinho rotativo por três horas (fase 12).

A difração de raios X das CCA e da sílica xerogel (SCCA) foi efetuada em um difratômetro LabX XRD-6000 Shimadzu difractometer com radiação monocromática de cobre (Cu-K $\alpha$ ), operando a 30mA e 40kV, entre o intervalo do ângulo de Bragg 5° e 60° (2 $\theta$ ), velocidade do goniômetro de 0,02° por segundo. A identificação dos minerais presentes nas cinzas foi realizada comparando-se o difratograma obtido com cartas do banco de dados ICSD (Inorganic Crystal Structure Database). A caracterização complementar da sílica extraída consistiu em mesmo procedimento relatado para a MKL.

#### **2.4 Compatibilidade e dosagem de saturação**

A presente pesquisa também contemplou o estudo da compatibilidade dos dispersantes mencionados no item 2.1 com o cimento Portland comum, para verificar qual dispersante proporcionava a melhor dosagem de saturação com o CP e eficiência no processo de empacotamento dos materiais cimentícios. Para tanto, aplicou-se inicialmente o ensaio de fluidez de pasta pelo uso do funil de Marsh [32], onde se verificou que os aditivos superplastificante Tec Flow 9030 e Glenium® 51 enquadraram-se como compatíveis, sendo este o mais indicado com menor valor da dosagem de saturação (DS=0,6%), proporcionando menor consumo com o mesmo efeito de dispersão. Após a escolha do dispersante foi dado prosseguimento ao estudo das dosagens de saturação para as pastas de metacaulinita e de sílica. No entanto, optou-se pela aplicação do método do miniabatimento de Kantro [33] em decorrência de requerer quantidade consideravelmente inferior de material, se comparado ao consumo evidenciado pelo funil de Marsh. Para tanto, a otimização da dosagem de SP foi determinada adotando-se dois critérios: (i) dosagem correspondente ao máximo espalhamento sem deformação da circunferência formada e (ii) diâmetro de espalhamento de 170  $\pm$  10mm.

## 2.5 Dosagem e produção das pastas

Com relação aos ensaios de termoanálise e microscopia eletrônica de varredura (MEV), foram preparadas oito pastas com relação água/aglomerante de 0,40 e em diferentes teores de substituição parciais de cimento. Em massa, foram dosadas no seguinte formato: pasta de referência composta por cimento e água (P0); pastas com 20%, 30%, 40% e 50% de substituição de cimento por metacaulinita (P20-MKL, P30-MKL, P40-MKL e P50-MKL); pastas com 10%, 13% e 16% de substituição de cimento por sílica das cinzas da casca do arroz (P10-SCCA, P13-SCCA e P16-SCCA), cada uma com uso de teores específicos de superplastificante, conforme Tabela 1. As pastas foram manualmente produzidas em um béquer de vidro, onde foi adicionado o aditivo superplastificante e a água para homogeneização por 30 s. Em seguida, o material cimentante previamente misturado por 90 s, foi inserido à mistura líquida, onde o qual foi homogeneizado vigorosamente por 8 min. Imediatamente após a homogeneização, amostras de aproximadamente 20 g foram colocadas em sacos plásticos de polipropileno para os ensaios de termoanálise e em cilindros plásticos (10 mm de diâmetro e 60 mm de altura), cobertos com papel filme, para as microscopias, e foram mantidas em cura à 25 °C em dessecador até a idade dos ensaios (28 dias).

Tabela 1: Dosagem das pastas.

Pastas	Proporção dos materiais (em massa)			
	CP	MKL	SCCA	SP* (%)
P0	1,00	-	-	0,6
P20 MKL	0,80	0,20	-	1,0
P30 MKL	0,70	0,30	-	1,2
P40 MKL	0,60	0,40	-	1,5
P50 MKL	0,50	0,50	-	2,0
P10 SCCA	0,90	-	0,10	1,0
P13 SCCA	0,87	-	0,13	1,2
P16 SCCA	0,84	-	0,16	1,5

\* Percentagem relativo ao teor de sólidos do superplastificante em relação à massa de aglomerante.

Para os ensaios de compatibilidade/dosagem de saturação e de resistência à compressão, a relação água/aglomerante permaneceu 0,40, dosadas em três pastas: P0 (P-REF); P40-MKL; P16-SCCA; que foram selecionadas a partir dos resultados da análise térmica e MEV das misturas anteriormente citadas. A produção destas pastas contemplou o seguinte procedimento: os materiais sólidos foram homogeneizados manualmente por 2 min e introduzidos na bacia metálica de um misturador planetário, que foi ligado inicialmente na

velocidade 115 rpm. Em seguida, a mistura líquida (água + superplastificante), previamente homogeneizada por 30 s, foi adicionada compassadamente ao recipiente metálico em 2 min. Então, a pasta foi mantida em repouso por 30 s, a fim de retirar o excesso contido na lateral da bacia e misturada novamente por mais 10 min na velocidade 175 rpm.

No ensaio de compatibilidade/ DS, cada pasta após produção, foi colocada em repouso por 5, 30 e 60 min em um béquer devidamente protegido contra a ação da umidade externa, posteriormente homogeneizada por mais 30 s, antes de inseri-la no mini funil de Kantro. Para o ensaio de resistência à compressão, a consistência das pastas também avaliada pelo método de Kantro [33], foi ajustada para  $150 \pm 10$  mm. As misturas foram vertidas em moldes cilíndricos de PVC (25 mm de diâmetro e 50 mm de altura) e bases de acrílico, em duas camadas e adensadas com um bastão de vidro por 30 s em cada camada [11]. Em seguida, os moldes foram cobertos com base acrílica e colocados em ambiente úmido. Após 24 horas, os corpos de prova foram extraídos dos moldes, com extrator metálico de mesa, e mantidos sob cura em ambiente úmido com temperatura média de 25 °C até as idades de 3, 7 e 28 dias.

## **2.6 Análise Térmica e MEV das pastas**

A termogravimetria e sua derivada (TG/DTG) foram realizadas em equipamento SDT Q600 TA Instruments, submetidas sob as seguintes condições de ensaios: taxa de aquecimento constante de 10 °C/min; atmosfera inerte (N<sub>2</sub>) com fluxo máximo de 100 ml/min; temperatura entre 25 e 1000 °C; massa da amostra aproximadamente 10 mg; cadinho aberto de platina. O ensaio iniciou conservando as pastas em temperatura constante de 35 °C por 1 h no equipamento, para a liberação da água livre. As análises foram realizadas para as matérias-primas (cimento, argila, MKL, CCA e SCCA) e para as diferentes pastas na idade de 28 dias. A TG procurou medir a perda de massa da amostra em função da variação da temperatura, quando submetida a aquecimento pré-definido e foi utilizada para caracterizar as amostras. A presença das partículas de quartzo nos aditivos minerais bem como os produtos formados na hidratação das pastas foi identificada por meio das temperaturas dos picos nas curvas de DTG, pois a transformação polimórfica deste mineral (pico em 573°C) não pode ser detectada na análise termogravimétrica por não envolver perda de massa. Relativo as misturas cimentícias, Taylor [34] descreve os picos típicos nas curvas DTG: etringita (fase Aft) de 76 a 84 °C; silicato de cálcio hidratado (C-S-H) de 104 a 140 °C; silico-aluminato de cálcio hidratado (C-A-S-H) de 157 a 163 °C; aluminato de cálcio hidratado (C-A-H) de 230 a 240 °C; portlandita (CH) de 425 a 465°C; e calcita (CC) de 620 a 645°C. Com exceção da CH e da CC, a perda de massa dos demais compostos hidratados ocorre em faixas de temperatura

que podem se sobrepor, sendo portanto, difícil a identificação e quantificação destas fases isoladamente. No entanto, para obter a perda de massa devido a desidratação do C-S-H e C-A-S-H considerou-se o intervalo na curva TG entre 35 °C até a temperatura do início da desidratação da CH, conforme orientado por ROCHA et al. [35] e após esta quantificação foram calculados os conteúdos de água quimicamente combinada em base calcinada para cada matriz fabricada, seguindo os procedimentos sugeridos por DWECK et al. [36]. A perda de massa devido a desidratação da CH e da descarbonatação da CC foram quantificadas a partir do intervalo inicial e final demarcado nos seus referidos picos na curva DTG e o quantitativo destes mesmos compostos foram estimados por meio da reação de desidratação (Equação 1) e de descarbonatação (Equação 2) da CH e CC respectivamente.



A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi efetivada utilizando o detector de elétrons secundários no equipamento HITACHI TM3000 Tabletop Microscope e as imagens puderam confirmar a presença/ausência de CH e CSH das pastas hidratadas.

## 2.7 Densidade de empacotamento e resistência à compressão

A densidade de empacotamento é uma característica física obtida em mistura seca das pastas, sendo de suma importância para a elaboração da dosagem científica proposta por DE LARRARD [26], o modelo de empacotamento compressível (MEC). Este efeito (empacotamento) depende do tamanho, da morfologia, distribuição granulométrica e porosidade dos grãos, além do protocolo de empacotamento adotado [35]. O MEC permite a transição de uma compacidade virtual teórica ( $\gamma$ ) para a compacidade real ( $\emptyset$ ) das misturas, que se dá com a energia aplicada e o tempo de adensamento das partículas [35]. Para tanto, há uma conexão entre o empacotamento virtual e real para uma dada mistura, estabelecida pelo coeficiente de empacotamento (K), que fisicamente significa a energia de adensamento (compactação) das partículas na mistura. DE LARRARD [26] estabeleceu o valor de  $K = 6,7$  para materiais finos, obtido pelo ensaio de empacotamento por demanda de água. A formulação geral que correlaciona  $\emptyset$  e  $\gamma$  é descrita pela Equação 3, sendo  $n$  o número de classes granulares;  $\gamma_i$  a fração volumétrica;  $\beta_i$  a compacidade virtual da enésima classe;  $\gamma(i)$  o



empacotamento virtual ( $i$ =classe dominante). Quando  $n=1$ , é possível calcular a compacidade virtual ( $\beta_i$ ) para a classe unitária por meio da Equação 4.

$$K = \sum_{i=1}^n \frac{\frac{y_i}{\beta_i}}{\frac{1}{\phi} - \frac{1}{\gamma^{(i)}}} \quad (3)$$

$$\beta = \frac{1+K}{K} \phi \quad (4)$$

A determinação da compacidade experimental (C) dos materiais unitários (cimento, MKL e SCCA) bem como das misturas binárias (P40 MKL e P16 SCCA) que é diretamente influenciada pela dosagem de dispersante, seguiu a metodologia do protocolo demanda de água [26] observando a sequência: adição de 350g de material seco em misturador planetário; incremento de 50% da quantidade de água prevista para atingir a demanda de água; acionamento do misturador em velocidade média e adição de pequena quantidade de água em intervalos de 1 minuto até a formação de aglomerados; mistura em repouso por 30 s, enquanto retira-se o excesso da lateral do recipiente; exposição da mistura em velocidade alta por 1 min; conclusão do ensaio quando da formação de uma pasta homogênea e adensada; anotação do consumo de água. O ensaio teve duração aproximada de 12 min e após obtenção da umidade correspondente ao estado de demanda de água, a compacidade da pasta unitária e das pastas binárias foi calculada utilizando as Equações 5 e 6 respectivamente. Sendo:  $m_1$  a massa específica do material 1 ( $\text{g}/\text{cm}^3$ );  $m_2$  a massa específica do material 2 ( $\text{g}/\text{cm}^3$ );  $M_1$  a massa do material do material 1 (g);  $M_2$  a massa do material do material 2 (g);  $M_{H_2O}$  a massa de água ao atingir o ponto de demanda d'água [34].

$$C = \frac{1}{1 + m_{e_1} \cdot \frac{M_{H_2O}}{M_1}} \quad (5)$$

$$C = \frac{1}{1 + M_{H_2O} \left( \frac{m_{e_1} \cdot m_{e_2}}{m_{e_2} \cdot M_1 + m_{e_1} \cdot M_2} \right)} \quad (6)$$

No que tange à resistência à compressão, foi realizada por meio da ruptura de 6 corpos de prova para cada mistura, com prévio faceamento das bases em torno mecânico, nas idades de 3, 7 e 28 dias, em equipamento de ensaios mecânicos da EMIC, modelo PC 200. Os resultados foram tratados estatisticamente pela Análise de Variância (ANOVA), ao nível de probabilidade de 5%, seguido pelo teste de comparações múltiplas de médias (teste de Tukey).

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Caracterização dos materiais

A distribuição das partículas da MKL e SCCA deve ser similar à do cimento para garantir o efeito físico proporcionado pela substituição deste pelas pozolanas em matrizes cimentícias. A Figura 3 apresenta as curvas granulométricas dos três materiais com graduação não uniforme, sendo a SCCA o material com granulometria mais fina, porém bem próxima a do CPI-S, onde a MKL apresentou D50 maior que a sílica e o CP (Tabela 2), possivelmente por não contemplar processo de moagem mecânica, como os outros materiais. Na Tabela 2 são apresentadas as principais características físico-químicas da argila in natura, MKL, CCA, SCCA e do CP. A sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) são os principais compostos da metacaulinita e de sua matéria-prima. Na argila, a sílica e alumina somadas, representam 89,1% da massa da amostra, enquanto na MKL, 89,6%, sendo esta, infimamente maior que a encontrada para a metacaulinita (81,5%) empregada por LI et al. [8] e os resíduos de blocos cerâmicos ( $\text{RBC} = 82\%$ ) estudados por ROCHA et al. [35], o que configura a potencialidade de um material pozolânico, visto os compostos citados serem os responsáveis pela reatividade química com o hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) na presença de água, formando compostos que possuem propriedades cimentícias.

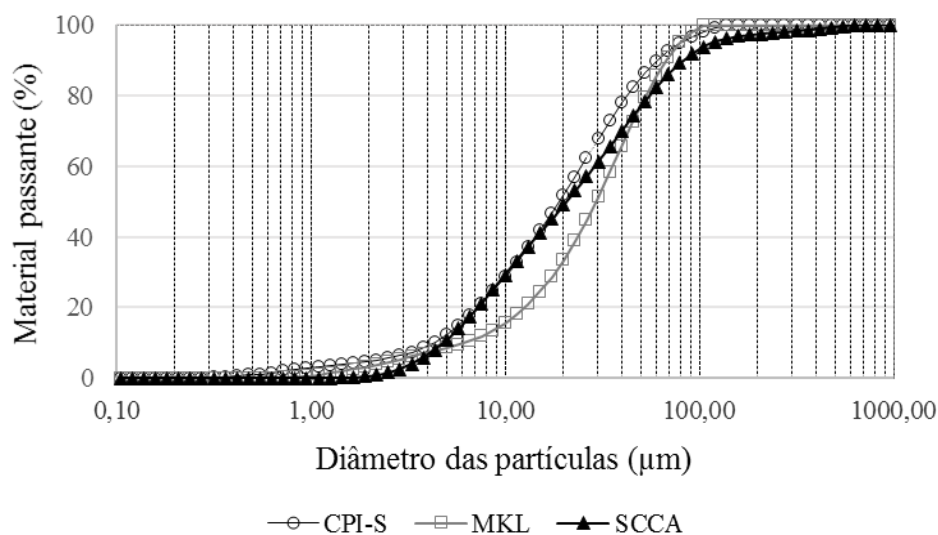


Figura 3: Distribuição granulométrica da MKL, SCCA e cimento.

Tabela 2: Composição expressa em óxidos (% de massa) e propriedades físicas dos materiais.

COMPOSTO	ARGILA	MKL	CCA	SCCA	CP
SiO <sub>2</sub>	41,6	40,8	94,0	96,3	15,5
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	47,5	48,8	1,7	1,8	3,9
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,9	6,6	0,1	-	4,0
TiO <sub>2</sub>	2,4	2,3	-	-	0,3
CaO	-	-	0,8	0,1	70,6
K <sub>2</sub> O	-	0,1	1,4	0,3	0,9
MnO	-	-	0,3	-	0,04
SO <sub>3</sub>	1,2	1,1	1,3	1,5	4,7
ZrO <sub>2</sub>	0,2	0,2	-	-	0,02
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	-	-	0,4	-	-
Perda ao fogo (%)	15,36	2,51	4,08	10,56	3,30
Massa espec. (kg/m <sup>3</sup> )	-	2,89	2,36	2,40	3,23
Compacidade	-	0,39	-	0,36	0,63
Superfície específica, BET (m <sup>2</sup> /kg)	-	15752	-	64100	993
D <sub>50</sub> * (µm)	-	25,6	-	18,1	19,5

\* Tamanho abaixo do qual passa 50% da massa do material

No tocante a CCA e SCCA o principal produto constituinte é a própria sílica (SiO<sub>2</sub>), com representação de 94% e 96,3% (massa amostral, respectivamente), onde para as cinzas o valor está muito próximo daquele encontrado por BUI et al. [41] e por WEI e Meyer [42] (92% e 94,1%, respectivamente). Para a SCCA extraída por processo hidrotérmico, LIMA et al. [11] e OKORONKWO et al. [37] obtiveram SiO<sub>2</sub> de alta pureza, representando 91,6% e 97,13%, respectivamente da massa da amostra, indicando que o elevado teor de SiO<sub>2</sub> na sílica xerogel desta pesquisa, corrobora com a atividade pozolânica [11], sendo os demais compostos, impurezas presentes, a exemplo, as cinzas que contém o K<sub>2</sub>O e P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> provenientes de fertilizantes usados na plantação de arroz [15, 38]. Com relação as características físicas, destaca-se a compacidade, a qual realizou-se o ensaio para o cimento sem e com dispersante, onde se constatou que a densidade de empacotamento aumenta em misturas dispersas (de 0,54 para 0,63). Os valores de compacidade contidas na Tabela 2 foram obtidas com dispersante, na proporção da dosagem de saturação de cada material. Observa-se que o CP foi o que indicou maior densidade de empacotamento (0,63), seguido pela metacaulinita (0,39) e pela sílica (0,36). Confrontando com a literatura, o CPI-S apresentou resultado igual ao obtido por Marchetti, Rahhal e Irassar para o cimento ASTM tipo I (0,63) [16]. Em relação à MKL, também contemplou compacidade semelhante à metacaulinita proveniente de blocos cerâmicos moídos (0,42) [35] e para a SCCA, a comparação foi realizada com a sílica ativa (0,43) [40] que possui características físico-químicas análogas a

sílica xerogel desta pesquisa, devido não se verificar na literatura estudos de empacotamento para este material. A discrepância entre as densidades de empacotamento dos materiais alternativos em relação ao cimento pode estar relacionada com a superfície específica destes, evidenciado pela demanda de água, que é inversamente proporcional à compacidade (Equações 5 e 6), cujo material que apresentou menor valor é justamente a SCCA (0,36) que possui maior área superficial ( $64100 \text{ m}^2/\text{kg}$ ), seguida pela MKL ( $15752 \text{ m}^2/\text{kg}$ ).

A Figura 4 mostra o padrão de difração de raios X da argila, MKL, CCA e SCCA. As fases cristalinas identificadas na argila in natura são típicas de um solo pertencente ao grupo dos argilominerais caulinitas, cujas fases são predominantes, evidenciando também, discretos tores de quartzo, anatásio e rutilo (Figura 4 (a)). Após a calcinação ( $700^\circ\text{C}$  por 2h) observaram-se picos de pequena intensidade de anatásio e quartzo, que são resíduos na amostra. A estrutura cristalina da caulinita foi rompida e transformada em amorfa (Figura 4 (a)), tornando a argila quimicamente reativa, corroborando com os resultados da curva termogravimétrica derivada (DTG) (Figura 5 (a)), onde se observa que a amostra calcinada (MKL) não apresenta o pico da caulinita (em torno de  $482^\circ\text{C}$ ), comprovando a desidroxilação completa do argilomineral e a eficiência das condições de queima adotadas para produção de amostra com acentuada atividade pozolânica [21]. A Figura 4 (b) apresenta o difratograma de raios X das cinzas residuais da casca do arroz, onde ocorre sílica cristalina sob a forma de cristobalita ( $\text{SiO}_2$ ), seguindo o padrão difratométrico relatado na literatura [39, 43]. A presença da cristobalita sugere que a temperatura de queima das cinzas foi superior a  $800^\circ\text{C}$ , visto que tratamentos acima desta temperatura possibilita a recristalização da sílica contida nas CCA [43], transformando a  $\text{SiO}_2$  amorfa no mineral cristobalita.

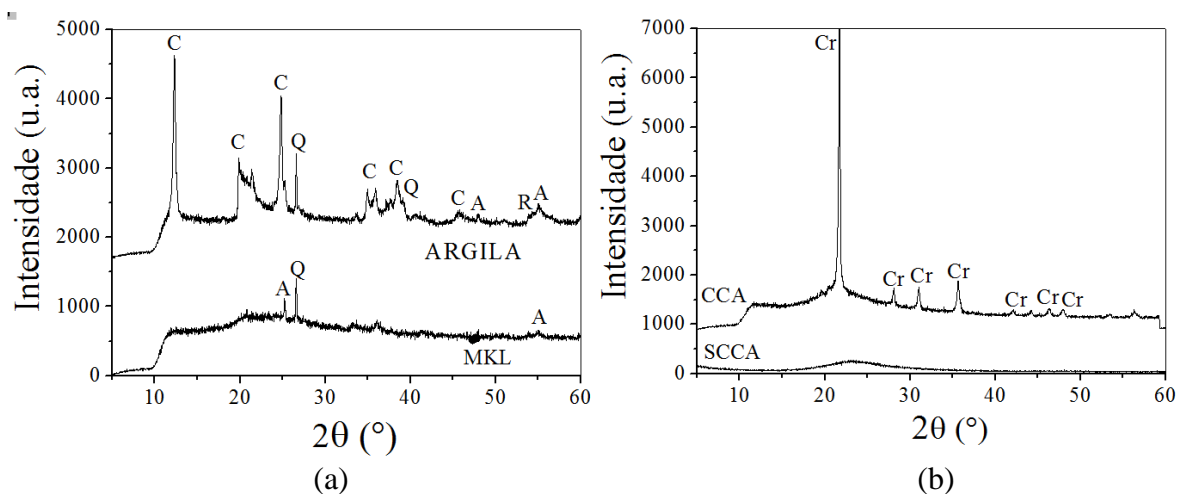


Figura 4: Difratogramas de raios X: a) da argila in natura e da metacaulinita (MKL); b) das cinzas da casca de arroz (CCA) e da sílica das cinzas (SCCA). Identificação dos minerais: (C) Caulinita (1-0527); (Q) Quartzo (46-1045); (A) Anatásio (21-1272); (R) Rutilo (21-1276) e (Cr) Cristobalita (1-071-0785).

No que tange a SCCA (Figura 4 (b)), apresentou caráter amorfo, formando *halo* entre os ângulos de  $20^\circ$  e  $30^\circ$  ( $2\theta$ ) e completamente livre de NaCl, comprovando a eficiência do processo de extração [11, 23, 24, 25, 29, 30, 31].

A partir das análises termogravimétrica (TG) e derivada (DTG) das cinzas e sílica (Figura 5 (b)), constatou-se que entre  $50^\circ\text{C}$  e  $200^\circ\text{C}$  houve uma leve perda de massa decorrente da eliminação da água adsorvida sobre as partículas de CCA e SCCA, confirmada pela discreta deflexão na curva de DTG das cinzas por volta de  $50^\circ\text{C}$  e pelo pico na DTG da sílica aos  $100^\circ\text{C}$ . A maior perda de massa para as CCA ocorreu entre  $550^\circ\text{C}$  e  $850^\circ\text{C}$ , enquanto para a SCCA a perda mais acentuada ocorreu até  $200^\circ\text{C}$ , temperatura por volta da qual se completa a etapa da perda de água adsorvida do material. As amostras de CCA e SCCA apresentaram perda de massa total de 4,22% e 10,72% respectivamente, e a perda ao fogo de ambas, bem como da argila e MKL, foi obtida por meio da curva de TG a  $950^\circ\text{C}$  e encontra-se na Tabela 2.

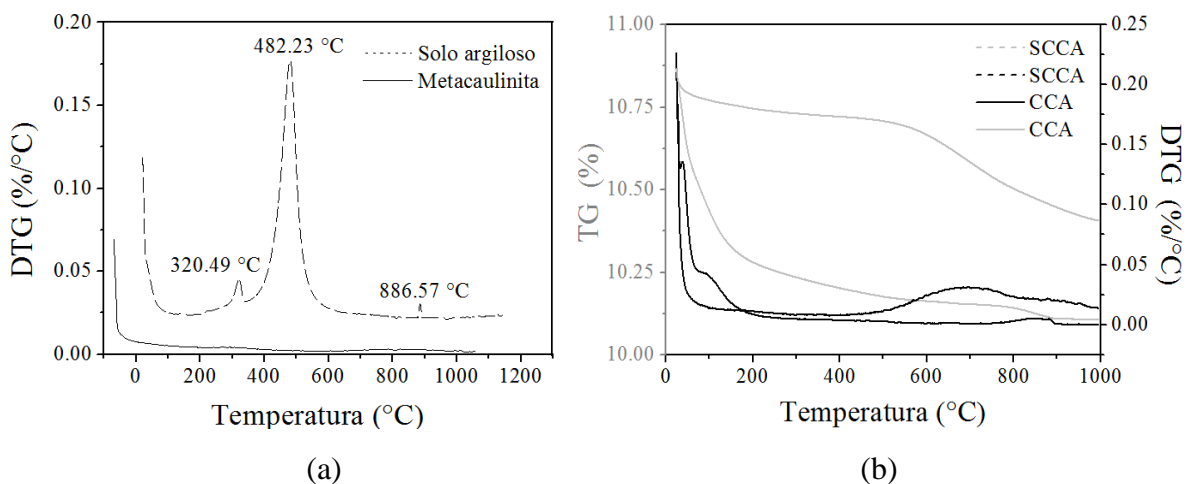
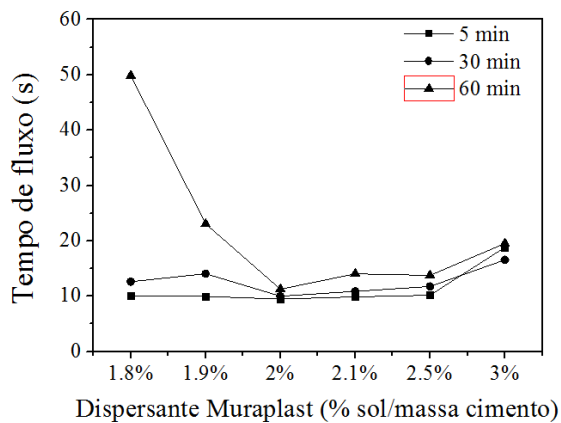


Figura 5: Análise térmica dos materiais: a) solo argiloso e MKL (DTG); b) cinzas e sílica xerogel (TG e DTG).

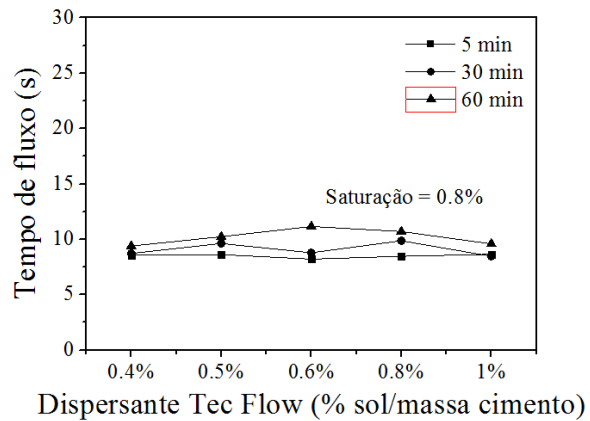
### 3.2 Compatibilidade (CPI-S/Dispersantes) e dosagem de saturação

A seleção do tipo de dispersante é fundamental, pois, além de promover a eficiência na dispersão das partículas de cimento, reduzindo a quantidade de água da mistura e o controle da reologia de uma dosagem com relação água/aglomerante muito baixa, influencia significativamente no processo de hidratação e na microestrutura da pasta hidratada [34]. Com isso os critérios de escolha foram norteados pelos resultados gerados neste estudo. A Figura 6 mostra o comportamento reológico dos dispersantes do tipo superplastificante analisados pelo método do funil de Marsh [32], o dispersante é considerado compatível com o tipo de cimento utilizado quando os tempos de escoamento aos 5, 30 e 60 minutos, apresentam-se próximos [40] como é o caso dos aditivos especificados na Figura 6 (b) e (c). Em contrapartida, se o

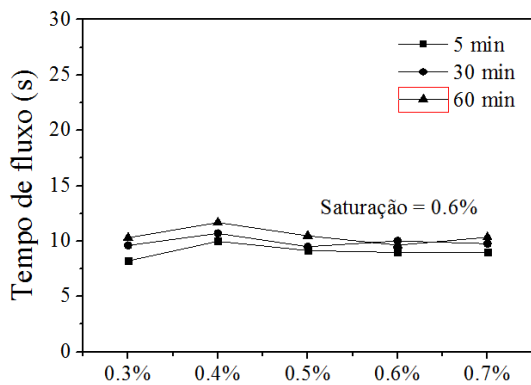
tempo de escoamento do fluido entre a primeira e a última leitura for significativamente distinto, o dispersante usado é pouco eficiente no processo de dispersão das partículas de cimento [40] (Figura 6 (a)). Dessa forma, verifica-se que o dispersante Muraplast não foi compatível com o cimento CPI-S por apresentar disparidade de tempo na curva de 60 min para os primeiros teores estudados (1,8% e 1,9%). Já os superplastificantes Tec Flow e Glenium 51 mostram-se compatíveis e com dosagem de saturação de 0,8% e 0,6%, respectivamente, conforme destacado na Figura 6 (b) e (c).



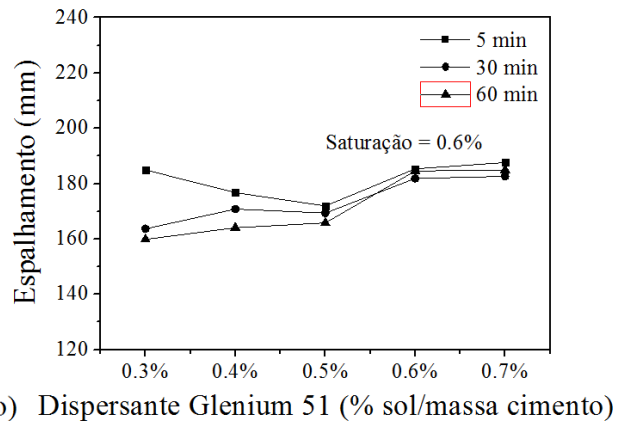
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 6: Dosagem de saturação de diferentes tipos de dispersantes para o cimento CPI-S pelo método de Marsh: a) Muraplast; b) Tec Flow; c) Glenium 51; d) Glenium 51 pelo miniabatimento de Kantro.

O ponto de saturação do dispersante em relação ao CP ocorre quando a superfície dos grãos de cimento não absorve mais as moléculas do aditivo que se encontram livres. Deste ponto em diante qualquer aumento na quantidade deste fluido influenciará infimamente à dispersão das partículas de cimento, o que torna o ponto de saturação como a melhor relação custo/benefício do consumo de dispersante [40]. A partir disto, a opção adotada nesta

pesquisa foi pelo aditivo Glenium 51® que apesar de apresentar a mesma constituição do superplastificante da Figura 6 (b) (polímeros policarboxílicos), constituiu menor dosagem de dispersão das partículas (0,6%). Verificou-se na literatura, dosagem do dispersante adotado similar ao encontrado neste trabalho (0,54%) para o mesmo tipo de cimento [39].

O prosseguimento do estudo para obtenção da dosagem de saturação (DS) do dispersante escolhido com os outros materiais foi realizado por meio do ensaio do miniabatimento de Kantro, por consumir menos material que o método anterior, sendo que este procedimento classifica a DS como o ponto na curva a partir do qual o diâmetro médio de espalhamento não sofre mais alterações significativas, sendo observado como o ponto referente a 0,6% de dispersante, como indicado na Figura 6 (d). Após a constatação da eficiência desta metodologia, que conferiu a mesma saturação que o método de Marsh, executou-se este ensaio para a metacaulinita e para a sílica xerogel, cujas dosagens de saturação encontradas foram 4% e 6% respectivamente, sendo o alto consumo destes materiais, explicado por sua elevada superfície específica (Tabela 2). Estes resultados são similares aos observados por FORMAGINI [40] para a sílica ativa (DS = 4%), cujas características físicas são semelhantes as estudadas neste artigo. As dosagens de dispersante das referidas pozolanas foram essenciais para a obtenção da densidade de empacotamento destas, bem como para a produção das pastas analisadas no presente artigo, cujas proporções dos materiais constituintes encontram-se na Tabela 1.

### 3.3 Análise Térmica e MEV das Pastas

Os resultados de TG/DTG das pastas de referência (P0), com substituição parcial por metacaulinita (P MKL) de 20% a 50% e com substituição parcial por sílica (P SCCA) de 10%, 13% e 16%, na idade de 28 dias são mostrados na Figura 7. Para todas as pastas da Figura 7 (a) observaram-se cinco transições de perda de massa na curva TG. A primeira ocorreu entre 35 e 400 °C, a segunda entre 400 e 450 °C, a terceira entre 450 e 650 °C, a quarta entre 650 e 700 °C e a quinta entre 700 e 1000 °C. No entanto, para as pastas constantes na Figura 7 (b), as únicas que seguiram este padrão foram a P0 e P20 MKL (pasta de referência e com 20% de substituição por metacaulinita), as outras não apresentaram transição significativa de perda de massa. As curvas DTG foram utilizadas para identificar as fases presentes em cada pasta, como por exemplo, os picos referentes ao C-S-H, identificados em todas as pastas na primeira transição. Da mesma forma todas as pastas, com exceção das P40 MKL e P50 MKL, apresentaram picos referentes à CH na segunda transição, destacando-se o fato que as pastas modificadas por sílica ou por metacaulinita apresentaram sempre picos

menores em relação a pasta de referência (P0) indicando reatividade pozolânica, suscitado pela progressão do consumo do hidróxido de cálcio (redução dos picos) conforme aumento do teor de substituição. Ainda na primeira transição, também foi identificado para todas as pastas com MKL (Figura 7 (b)), pico provavelmente referente ao CASH em decorrência da presença expressiva de  $Al_2O_3$  na composição química da metacaulinita (Tabela 1). Na terceira transição observou-se a presença de carbonato de cálcio (CC) na P0, em todas as pastas com SCCA (Figura 7 (a)) e com MKL (Figuras 7 (b)).

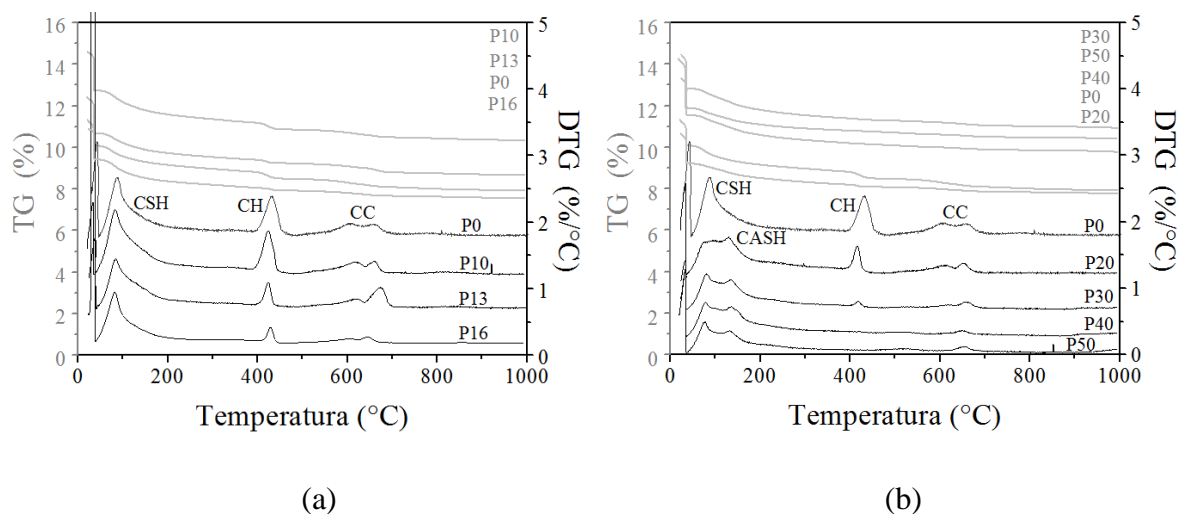


Figura 7: Curvas TG/DTG das pastas: a) P0 e P SCCA (10%, 13%, 16%); b) P0 e P MKL (20%, 30%, 40%, 50%) aos 28 dias de idade.

Os valores (% em massa) de água quimicamente combinada com etringita (fase AFT), C-S-H e CASH e CAH e os teores de CH e de CC, encontram-se na Tabela 3. A pasta de referência (P0) apresentou, como esperado, maior teor de CH que as pastas modificadas, todas com 28 dias de cura. Observa-se que para as pastas de MKL e sílica com menores teores de substituição adotados (20% e 10%), já se evidencia atividade pozolânica, visto que apresentam cerca de 80% e 24% respectivamente, de redução no teor de CH em relação à matriz de referência, significando que este consumo é 75% e 58% maior que o nível de substituição, respectivamente para a MKL e SCCA. Para as substituições de 30%, 40% e 50% de metacaulinita por cimento, obtiveram-se reduções de 90%, 100% e 100% no teor de CH em relação à pasta pura (P0), respectivamente. Para as pastas modificadas por sílica, não se atingiu o consumo de 100% da portlandita, observado nos menores níveis de substituição escolhidos em relação à MKL, todavia sugere o consumo total aos 28 dias de idade se testado teor discretamente maior desta pozolana, que pela substituição de 13% e 16% em massa de CP, apresentou consumo de 70% e 77% de CH em comparação com a P0. Ressalta-se que a



quantidade de hidróxido de cálcio consumida na última pasta citada (P16 SCCA) é somente 3% menor que a consumida na P20 MKL, com isso, é possível inferir que a sílica xerogel pode ser mais reativa que a MKL, para tanto, precisa-se que ambas sejam estudadas em iguais níveis de substituição e tenham a mesma granulometria, visto que a SCCA apresentada possui uma quantidade maior de partículas finas (Figura 3). A influência do tamanho dos grãos nas reações pozolânicas pode ser exemplificada pela pesquisa de LIMA et al. [11] que utilizando sílica gel, onde as partículas são significativamente menores que a sílica xerogel, obteve pasta com maior desidroxilação de CH, se comparado a pasta P10 SCCA desta pesquisa, utilizando menor teor de substituição (5%) de sílica, onde aos 28 dias relatou um valor de 6,79% de CH contra 8,48% descrito neste artigo (Tabela 3). No que se refere às pastas com metacaulinita, apresentaram resultados bastante satisfatórios para os níveis de substituição estudados, destacando o fato de que a pasta com 30% (P30 MKL) pode apresentar consumo total ou maior de portlandita, se analisado em idades superiores de cura, conforme sugerido por MELO FILHO, SILVA e TOLEDO FILHO [44] que substituindo parcialmente 50% por MKL em matriz cimentícia, obteve um consumo de 96% de CH relativo a matriz de referência aos 28 dias de cura, no entanto, ao analisar a mesma pasta na idade de 180 dias, obteve consumo total (100%) do mesmo composto.

Tabela 3: Teores de água quimicamente combinada com os compostos de hidratação; CH e CC (% em massa).

PASTAS	PROPORÇÃO EM MASSA (%)		ÁGUA QUIMICAMENTE COMBINADA COM AFT, C-S-H, CASH, CAH (%)	CH (%)	CC (%)
	CIMENTO	POZOLANA			
P0	100	-	28,80	11,10	3,59
P MKL	80	20	36,09	2,18	1,08
	70	30	36,41	1,13	0,39
	60	40	48,90	0	0
	50	50	61,09	0	0
P SCCA	90	10	32,74	8,48	1,90
	87	13	35,36	3,31	5,28
	84	16	39,10	2,51	1,42

No caso da água quimicamente combinada com etringita, C-S-H, CASH e CAH, é importante ressaltar que picos referentes a Aft não foram evidenciados na Figura 7 pois este composto apresenta-se em processo bastante pronunciado de hidratação nas primeiras 24h de cura [34], idade na qual é certamente indicada sua identificação. Aos 28 dias da análise, as

pastas P MKL em seus respectivos níveis de substituição, apresentaram teores de água quimicamente combinada de 20%, 21%, 41% e 53% maior que a pasta de referência, sendo o primeiro correspondente exatamente ao nível de substituição de cimento nesta pasta (P20 MKL) e o último aproximadamente ao nível de substituição (P50 MKL). Para todas as pastas pode-se dizer que parte da CH produzida reagiu com a MKL e água formando C-S-H, CASH e CAH [20]. Apesar das misturas com SCCA também pode-se inferir o mesmo, uma vez que para a mesma idade de ensaio, as pastas P SCCA (10%, 13% e 16%) despontaram teores de água quimicamente combinada superiores a P0 (12%, 19% e 26% respectivamente). Quanto à calcita, verificou-se uma redução da quantidade para todas as pastas modificadas por pozolanas em relação à referência em decorrência da decarbonatação da CC ocorrida durante o aquecimento das amostras.

A análise dos produtos de hidratação também foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) aos 28 dias de cura (Figura 8) onde se pôde visualizar os principais compostos identificados na termoanálise. Observam-se cristais de portlandita (CH) na forma de placas hexagonais e o conteúdo sem forma geométrica definida incorre na presença de C-S-H. A micrografia de ambas pastas mostradas relata a presença mais evidente de CH na pasta de referência (Figura 8 (a)) do que na pasta com adição de sílica xerogel (Figura 8 (b)).

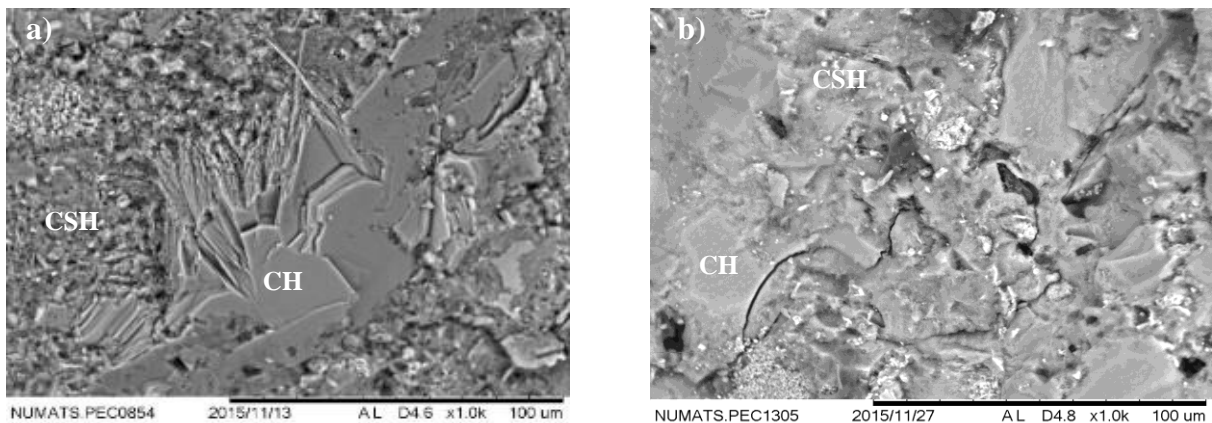


Figura 8: Microscopia eletrônica de varredura das pastas de: a) referência e b) da P16 SCCA. (Aumento de 1000 vezes).

### 3.4 Resistência à compressão e densidade de empacotamento das pastas

As curvas de resistência à compressão média versus idade de cura das pastas estudadas para 3, 7 e 28 dias são apresentadas na Figura 9. A substituição de 16% de CP por SCCA (P16-SCCA) não influenciou significativamente na resistência à compressão em relação à

pasta de referência aos 3 dias de cura, ao nível de 5% de probabilidade, enquanto a pasta com 40% de substituição parcial de CP por MKL (P40-MKL) apresentou redução significativa (16% em relação à P-REF). Este fenômeno pode ser atribuído à maior capacidade da SCCA em relação à MKL, na ação conjunta de reações pozolânicas, efeito fíler e aceleração das reações de hidratação do cimento Portland nas primeiras idades. Resultados similares foram observados por ROCHA et al. [35] que estudaram a substituição do CP por 20% de resíduos de blocos cerâmicos (RBC) em pastas cimentícias e obtiveram resistências inferiores à mistura de referência para todas as idades analisadas. TIRONI et al. [22] ao substituir diversos teores de CP por metacaulinita observaram a manutenção da resistência mecânica aos 28 dias de idade e até mesmo um incremento desta para substituição de 30%, ao ser comparada com aquela do concreto de referência.

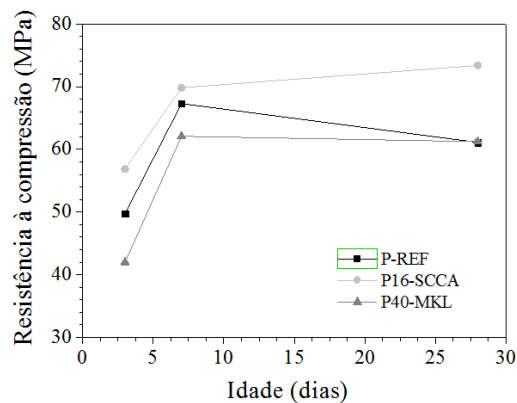


Figura 9: Resistência à compressão versus idade de cura das Pastas P0 (P-REF)), P16 SCCA e P40 MKL.

Após 7 dias de cura não há diferença significativa entre a pasta P-REF e as demais (P16-SCCA e P40-MKL), de acordo com a análise de variância ( $p \leq 0,05$ ). Na idade de 28 dias, as pastas P40-MKL e P-REF se mantiveram iguais estatisticamente, contudo, na P16-SCCA foi verificado um aumento de 17% em relação às demais pastas. No que tange à ação pozolânica, os resultados (Tabela 3) sugerem maior resistência mecânica para a pasta P40-MKL, devido apresentar maior reatividade que a P16-SCCA, (0% e 2,51% de CH, respectivamente). Em contrapartida, este comportamento pode estar associado à ação conjunta da atividade pozolânica e do efeito fíler, desencadeados pela SCCA no arranjo cimentício, uma vez que esta apresentou distribuição granulométrica mais fina que a metacaulinita. Um incremento na resistência também foi verificado por LIMA et al. [11] quando utilizaram baixos teores de sílica gel (das cinzas da casca do arroz) em pastas cimentícias aos 28 dias de cura (66 MPa). Nessa idade, CORDEIRO et al. [39] produziram concretos (convencional e de alta resistência) com 20% de cinzas ultrafinas da casca do arroz, onde a mistura de alta

resistência atingiu aproximadamente 76 MPa, valor análogo a pasta P16-SCCA desenvolvida nesta pesquisa. Os resultados obtidos para a resistência à compressão estão em consonância com os encontrados na literatura [11, 39].

No que se refere à compacidade das misturas, a P-REF apresentou densidade de empacotamento igual a 0,63, enquanto as pastas binárias P16-SCCA e P40-MKL, 0,59 e 0,51, respectivamente. A partir destes resultados, pode-se afirmar que a adição de 16% de SCCA (pasta P16-SCCA) reduziu a densidade de empacotamento desta pasta em relação à de referência. A sílica e o cimento possuem curvas granulométricas próximas, (Figura 3), no entanto, aquela possui área superficial maior e compacidade menor que este, o que acarretou redução no empacotamento da mistura seca. Este comportamento isolado, certamente contribuiria para a redução da resistência à compressão da pasta P16-SCCA em comparação com a referência, contudo, a elevada reatividade pozolânica da sílica, compensou este efeito negativo e aumentou a resistência mecânica desta mistura, visto que foi verificado o consumo de 77% de CH pela P16-SCCA.

A substituição parcial de CP por MKL (pasta P40-MKL) também promoveu redução na densidade de empacotamento desta pasta em relação à referência. É importante ressaltar que embora a SCCA tenha a massa específica e a densidade de empacotamento menor que a MKL, para os níveis de substituição em massa observados, a compacidade da mistura seca é maior para a sílica que para a metacaulinita. Neste caso, a granulometria mais grossa da MKL pode ter influenciado negativamente no empacotamento da mistura binária, uma vez observada a menor compacidade da MKL em relação ao CP e o alto teor de substituição. Este fato seguramente reduziria a resistência à compressão da mistura binária em relação à P-REF, no entanto, esta redução foi compensada pela acentuada atividade pozolânica da MKL, que manteve a propriedade mecânica da P40-MKL em relação à pasta de referência. Resultados similares foram encontrados por ROCHA et al. [35] que estudaram a adição de materiais pozolânicos em matriz cimentícia.

#### **4. CONCLUSÕES**

Mediante aos resultados apresentados foi possível concluir que:

A menor densidade de empacotamento da MKL e SCCA em relação ao cimento é justificada pela alta superfície específica destes materiais, ocasionando grande absorção de água pelas partículas, no ensaio de demanda de água, e elevado consumo de dispersante por estas pozolanas.

Nas pastas com MKL foram observadas reduções significativas na quantidade de CH já nos primeiros níveis de substituição de cimento, com destaque para o teor de 40% de substituição, onde a pozolana mostrou-se completamente eficaz, contemplando 100% do consumo de portlandita. Para todas as P MKL identificou-se a formação de nova fase hidratada aos 28 dias de cura (CASH), o que não foi observado para a pasta de referência e para as pastas com adição de sílica xerogel. A quantidade de água combinada com AFt, C-S-H, CASH e CAH foi aumentada em maior teor que o de substituição de cimento por SCCA. A redução na quantidade de CH e o aumento na quantidade de água combinada indicaram alta atividade pozolânica tanto da MKL como da SCCA.

Aos 28 dias de idade, a resistência à compressão da pasta com MKL é estatisticamente igual a P-REF, enquanto a pasta P16-SCCA é 17% superior. Mesmo a primeira sendo pozolanicamente mais reativa que a segunda, não foi suficiente para mitigar o efeito negativo causado pela redução da compactidade da mistura ao substituir um teor acentuado de um material menos compacto que o cimento (40% de metacaulinita). Contudo, é possível que a reatividade tenha compensado este efeito, visto que houve a manutenção da resistência em relação à pasta de referência. O aumento da propriedade mecânica da pasta P16-SCCA pode ser atribuído ao baixo teor de substituição de CP por sílica que não influenciou significativamente na compactidade da mistura, e caso tenha influenciado negativamente, essa influência foi superada pela atividade pozolânica da sílica, que em contato com o cimento e água, gerou produtos que conferiram maior resistência à mistura cimentícia.

## **5. AGRADECIMENTOS**

Os autores agradecem à Comissão de Aperfeiçoamento de Pessoal do Nível Superior (CAPES) pelo auxílio financeiro, ao Laboratório de análises minerais da CPRM, ao Laboratório de difração de raios X da Faculdade Geociências da UFAM, aos laboratórios da COPPE/UFRJ onde foi realizada a caracterização dos materiais, aos Laboratórios de estruturas e materiais, de Pavimentação e de Usinagem da Faculdade de Tecnologia da UFAM e ao PPGEC/UFAM pela possibilidade do desenvolvimento desta pesquisa.

## **6. REFERÊNCIAS**

- [1] KAJASTE, R.; HURME, M. Cement industry greenhouse emissions – management options and abatement cost. *Journal of Cleaner Production*, 112, pp. 4041-4052, 2016.
- [2] VARGAS, J.; HALOG, A. Effective carbon emission reductions from using upgraded fly ash in the cement industry. *Journal of Cleaner Production*, 103, pp. 948-959, 2015.

- [3] GAO, T.; SHEN, L.; SHEN, M.; LIU, L.; CHEN, F. GAO, L. Evolution and projection of CO<sub>2</sub> emissions for China's cement industry from 1980 to 2020. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 74, pp. 522-537, 2017.
- [4] PARIS, J. M.; ROESSLER, J. G.; FERRARO, C. C.; DeFORD, H. D.; TOWNSEND, T. G. A review of waste products utilized as supplements to Portland cement in concrete. *Journal of Cleaner Production*, 121, p.p. 1-18, 2016.
- [5] AQUINO, W., LANGE, D. A., OLEK, J., "The influence of metakaolin and sílica fume on the chemistry of alkali-silica reaction products", *Cement and concrete composites*, v. 23, pp. 485-493, 2001.
- [6] SINGH, M.; SRIVASTAVA, A. BHUNIA, D. An investigation on effect of partial replacement of cement by waste marble slurry. *Construction and Building Materials*, 134, pp. 471-488, 2017.
- [7] MORAES, J.C.B.; AKASAKI, J. L.; MELGES, J. L. P.; MONZÓ, J.; BORRACHERO, M. V.; SORIANO, L.; PAYÁ, J.; TASHIMA, M.M. Assessment of sugar cane straw ash (SCSA) as pozzolanic material in blended Portland cement: Microstructural characterization of pastes and mechanical strength of mortars. *Construction and Building Materials*, 94, pp. 670-677, 2015.
- [8] LI, M.; ZHU, X.; MUKHERJEE, A.; HUANG, M.; ACHAL, V. Biomineralization in metakalion modified cement mortar to improve its with lowred cement contente. *Journal of Hazardous Materials*, 329, pp. 178-184, 2017.
- [9] ALTOUBAT, S.; JUNAID, M. T.; LEBLOUBA, M.; BADRAN, D. Effectiveness of fly ash on the restrained shringkage cracking resistance of self-compacting concrete. *Cement and Concrete Composites*, 79, pp. 9-20, 2017.
- [10] GURSEL, A. P.; MARYMAN, H.; OSTERTAG, C. A life-cycle approach to environmental, mechanical and durability properties of "green" concrete mixes rice husk ash. *Journal of Cleaner Production*, 112, pp. 823-836, 2016.
- [11] LIMA, S. P. B., VASCONCELOS, R. P., PAIVA, O. A., CORDEIRO, G. C., CHAVES, M. R. M., TOLEDO FILHO, R. D., FAIRBAIRN, E. M. R., "Production of silica gel from residual rice husk ash", *Química Nova*, v. 34, n. 1, pp. 71-75, 2011.
- [12] BADOGIANNIS, E. G.; SFIKAS, I. P.; VOUKIA, D. V.; TREZOS, K. G.; TSIVILIS, S.G. Durability of metakaolin self-compacting concrete. *Construction and Building Materials*, 82, pp. 133-141, 2015.
- [13] PAIVA, H.; SILVA, A. S.; CACHIM, P.; FERREIRA, V.M. Microstructure and hardened state properties on pozzolan-containing concrete. *Construction and Building*, 140, pp. 374-384, 2017.
- [14] SOUZA, L. M. S.; FAIRBAIRN, E. M. R.; TOLEDO FILHO, R. D.; CORDEIRO, G. C. Influence of initial CaO/SiO<sub>2</sub> ratio on the hydration of rice husk ash-Ca(OH)<sub>2</sub> and sugar cane bagasse ash-Ca(OH)<sub>2</sub> pastes. *Química Nova*, 37, pp. 1600-1605, 2014.

- [15] JAMIL, M.; KAISH, A. B. M. A.; RAMAN, S. N.; ZAIN, M. F. M. Pozzolanic contribution of rice husk ash in cementitious system. *Construction and Building Materials*, 47, pp. 558-593, 2013.
- [16] MARCHETTI, G.; RAHHAL, V. F.; IRASSAR, E. F. Influence of packing density and water film thickness on early-age properties of cement pastes with limestone filler and metakaolin. *Materials and Structures*, 50:111, pp. 1-11, 2017.
- [17] VANCE, K.; KUMAR, A.; SANT, G.; NEITHALATH, N. The rheological properties of ternary binders containing Portland cement, limestone, and metakaolin or fly ash. *Cement and Concrete Research*, 52, pp. 196-207, 2103.
- [18] RICHARSON, I.; TAYLOR, H. F. W. *Cement chemistry*, Third Edition, London, Institution of Civil Engineers, 2016.
- [19] AYUB, T.; KHAN, S. U.; MEMON, F. A. Mechanical characteristics of hardened concrete with different mineral admixtures: a review. *The Scientific World Journal*, 2014, pp. 1-15, 2014.
- [20] KRAJCI, L.; MOJUMDAR, S. S.; JANOTIKA, I.; PUERTAS, F.; PALACIOS, M.; KULIFFAYOVÁ, M. Performance of composites with metakaolin-bended cements. *J Therm Anal Calorim*, 119, pp. 851-863, 2015.
- [21] RASHAD, A. M. Metakaolin as cementitious material: History, scours, production and composition – A comprehensive overview. *Construction and Buildings Material*, 41, pp. 303-318, 2013.
- [22] TIRONI, A.; TREZZA, M. A.; SCIAN, A. N.; IRASSAR, E. F. Assessment of pozzolanic activity of different calcined clays. *Cement and Concrete Composites*, 37, pp. 319-327, 2013.
- [23] MOR, S.; MANCHANDA, C. K.; KANSAL, S. K.; RAVINDRA, K. Nanosilica extraction from processed agricultural residue using green technology. *Journal of Cleaner Production*, 143, pp. 1284-1290, 2017.
- [24] KONGMANKLANG, C.; RANGSRIWATANANON, K. Hydrothermal synthesis of high crystalline silicalite rice husk ash. *Journal of Spectroscopy*, 2015, 1-5, 2015.
- [25] RAJANNA, S. K.; KUMAR, D.; VINJAMUR, M.; MUKHOPADHYAY, M. Silica microparticles from hice husk ash for drug delivery. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 54, pp. 949-956, 2015.
- [26] DE LARRARD, F., *Concrete mixture proportioning: a scientific approach*, London, E & FN Spon, 1999.
- [27] MARQUES, M. G. S. Study and mechanical properties and durability of the cementation composites reinforced with amazon fiber. Thesis of Doctorate Degree in Structural Engineering, Engineering Scholl, University of São Paulo, São Carlos, Brazil, 2015. (In Portuguese).

- [28] ASTM C150/C150M – 16e1. Standard Specification for Portland Cement, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016.
- [29] KALAPATHY, U., PROCTOR, A., SHULTZ, J. An improved method for production of silica from rice hull ash. *Bioresource Technology*, 85(3), pp. 285-289, 2002.
- [30] KALAPATHY, U., PROCTOR, A., SHULTZ, J., Silica xerogels from rice hull ash: structure, density and mechanical strength as affected by gelation pH and silica concentration. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, v. 75, pp. 464-468, 2000.
- [31] BOGESHWARAN, K.; KALAIVANI, R.; ASHRAF, S.; MANIKANDAN, G. N.; PRABHU, G. E. Production of silica from rice rusk. *International Journal of ChemTech Research*, 6(9), pp. 4337-4345, 2014.
- [32] SAHMARAN, M.; BILIC, Z.; OZBAY, E.; ERDEM, T. K.; YUCEL, H. E. Improving the workability and rheological properties of Engineered Cementitious Composites using factorial experimental design. *Composites: Part B*, 45, pp. 356-368, 2013.
- [33] CALMON, J. L.; TRISTÃO, F. A.; GIACOMETTI, M.; MENEGUELLI, M.; MORATTI, M.; TEIXEIRA, J. E. S. L. Effects of BOF steel slag and other cementitious materials on the rheological properties of self-compacting cement pastes. *Construction and Building Materials*, 40, pp. 1046-1053, 2013.
- [34] TAYLOR, H. F. W., *Cement chemistry*, London, Academic Press, 1990.
- [35] ROCHA, C. A. A.; CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; Influence of stone cutting waste and ground waste clay brick on the hydration and packing density of cement pastes. *Ibracon Structures and Materials Journal*, 6 (4), pp. 661-680, 2013.
- [36] DWECK, J.; CUNHA, A. L. C.; PINTO, C. A.; GONÇALVES, J. P.; BÜCHLER, P. M. Thermogravimetry on calcined mass basis – Hydrated cement phases and pozzolanic activity quantitative analysis. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 97 (1), pp. 85-89, 2009.
- [37] OKORONKWO, E. A.; IMOISILI, P. E.; OLUSUNLE, S. O. O. Extraction and characterization of Amorphous Silica from Corn Cob Ash by Sol-Gel Method. *Chemistry and Materials Research*, 3(4), 2013.
- [38] FERNANDES, I. J.; CALHEIRO, E. KIELING, A. G.; MORAES, C. A. M.; ROCHA, T. L. A. C.; BREHM, F. A.; MODOLO, R. C. E. Characterization of rice husk ash produced using different biomass combustion techniques for energy. *Fuel*, 165, pp. 351-359, 165.
- [39] CORDEIRO, G. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; TAVARES, L.M.; FAIRBAIRN, E. M. R. Experimental characterization of binary and ternary blended-cement concretes containing ultrafine residual rice husk and sugar cane bagasse ashes. *Construction and Building Materials*, 29, pp. 641-646, 2012.
- [40] FORMAGINI, S. Dosagem científica e caracterização mecânica de concretos de altíssimo desempenho. Thesis of Doctorate Degree in Civil Engineering, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brazil, 2005. (In Portuguese).



- [41] BUI, L. A.; CHEN, C.; HWANG, C., WU, W. Effect of silica forms in rice husk ash on the properties of concrete. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 19 (3), pp. 252 – 258, 2012.
- [42] WEI, J.; MEYER, C. Utilization of rice rusk ash in green natural fiber-reinforced cement composites: Mitigating degradation of sisal fiber. *Cement and Concrete Research*, 81, pp. 94-111, 2016.
- [43] XU, W.; LO, T. Y.; MEMON, A. M. Microstructure and reactivity of rich husk ash. *Construction and Building Materials*, 29, pp. 514-547, 2012.
- [44] MELO FILHO, J. A.; SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D. Degradation kinetics and mechanisms on sisal fiber cement composite systems. *Cement and Concrete Composites*, 40, pp. 30-39, 2013.

### 3 ARTIGO 2

O presente artigo será submetido à *Construction & Building Materials* das Engenharias I (ISSN 0950-0618), com classificação da produção intelectual Qualis A1 conforme critérios estabelecidos pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e fator de impacto de 3.169 para o ano base 2016 segundo o critério de classificação da *Journal Citations Reports* (JCR).

#### AVALIAÇÃO DO TECIDO DE JUTA E MALVA TRATADA POR HORNIFICAÇÃO COMO REFORÇO DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS

Daiana Góes Cavalcante <sup>a\*</sup>, Maria Gorett dos Santos Marques <sup>a</sup>, João de Almeida Melo Filho <sup>a</sup>, Holmer Savastano Jr. <sup>b</sup> Raimundo Pereira de Vasconcelos <sup>a</sup>

<sup>a</sup>Federal University of Amazonas – Faculty of Technology, Graduate Program in Civil Engineering, Gal. Rodrigo Otávio Jordão Ramos Av., 3000, 69077-001 Manaus, AM, Brazil.

<sup>b</sup>University of São Paulo – Faculty of Animal Science and Food Engineering, Department of Biosystems Engineering, Duque de Caxias Norte Street, 225, 13630-000 Pirassununga, SP, Brazil.

#### Resumo

O presente artigo avaliou o efeito do tratamento do tecido de juta e malva pelo processo de hornificação, a fim de melhorar sua estabilidade volumétrica e durabilidade, para uso como reforço em matrizes cimentícias. A pesquisa indicou que o tratamento reduziu apenas 9% a capacidade da retenção de água do tecido e modificou seu comportamento térmico principalmente no que se refere à molécula de celulose (curvas TG/DTG). Para a análise do comportamento do tecido como reforço em materiais compósitos, foram produzidas placas cimentícias sem reforço, com o tecido hornificado e não tratado (natural) e matriz modificada por 40% de metacaulinita. O compósito foi submetido ao envelhecimento acelerado para o estudo de sua durabilidade, sendo analisado quanto ao comportamento físico e mecânico. A utilização do reforço hornificado não promoveu ganho significativo no módulo de ruptura (resistência à tração na flexão), porém agregou maior energia específica aos compósitos. Para a condição experimental do reforço tratado combinado à matriz modificada, não houve perda de resistência (MOR) após 50 ciclos de envelhecimento acelerado. As micrografias (MEV) dos compósitos para a matriz com metacaulinita reforçada com tecido hornificado não apresentou indício de variação volumétrica das fibras, por outro lado houve descolamento que pode está associado à baixa adesão fibra-matriz.

**Palavras-chave:** Tecido de juta e malva; matriz cimentícia modificada; durabilidade; hornificação; reforço.

## 1. INTRODUÇÃO

No cenário mundial, a construção civil está entre as indústrias que mais consomem recursos naturais para a produção de diversos materiais, ou para a fabricação de matérias-primas dos materiais de construção. Como exemplo, tem-se o cimento, cujos principais recursos primários para sua produção é o calcário e a argila, e está entre os materiais mais consumidos no mundo. A indústria do cimento produz alta emissão de CO<sub>2</sub> para a atmosfera e utiliza grande quantidade de energia em seu processo [1-3]. Unido a isto, a indústria da construção também é responsável por expressiva geração de resíduos e pela demanda de materiais que durante a sua fabricação necessitam expressiva quantidade de energia e recursos naturais, dentre eles, pode-se destacar as fibras sintéticas, que são comumente aplicadas como reforço de materiais cimentícios (Ex.: Polipropileno-PP e Polivinil-álcool-PVA), em substituição, para muitas situações, as fibras de amianto, desde a sua proibição de uso em muitos países [4-6]. Somado a isto, tem-se o alto custo na produção destas fibras, principalmente pelo consumo de energia, produtos químicos e matérias-primas petroquímicas, onde, este contexto vem estimulando a comunidade científica na busca por novas alternativas, visto que os produtos a base de cimento apresentam baixa resistência à tração e rigidez [4-7]. As fibras naturais de origem vegetal vêm sendo consideradas opções potenciais como elementos de reforço, pois são provenientes de fontes renováveis, possuem baixo custo e métodos simplificados de produção se comparadas às sintéticas. Além disso, possuem alta disponibilidade, baixa densidade e redução de lixo sólido (produtos petroquímicos utilizados na produção de fibras sintéticas) [5-9].

O emprego de fibras lignocelulósicas curtas e longas tem sido comum em compósitos cimentícios produzidos por pesquisadores [10-12]. A primeira, vem mostrando custos mais acessíveis, por permitir maior concentração de fibras por volume de compósito, além, de favorecer a dispersão e distribuição na matriz, promovendo melhor desempenho sobretudo no estágio pós-fissuração. As fibras longas oferecem as vantagens de um maior comprimento de ancoragem e paredes celulares mais espessas, que geralmente propiciam aos compósitos melhor desempenho em relação às fibras curtas [10-12]. Tais compósitos podem ser desenvolvidos com reforço bidirecional, para tanto, podem ser empregadas as telas e tecidos produzidos com fibras. Este último, tem seus fios combinados de diversas formas e se distinguem basicamente por três características: geometria, distribuição das fibras e combinações de várias espécies de fibra no mesmo tecido [13]. Na teoria, apenas os fios na direção do carregamento respondem aos esforços solicitantes, enquanto os fios transversais a

este, são considerados sem função estrutural, tendo o papel somente de manter os fios longitudinais posicionados ao longo da moldagem dos compósitos, sendo uma vantagem sobre a utilização de fibras longas. No entanto, algumas linhas de pesquisa afirmam que os mecanismos de interação entre os fios do tecido e a matriz cimentícia são muito complexos, podendo este conceito não ser aplicado em compósitos cimentícios [13,14]. Em tese, o uso de tecidos como reforço de materiais cimentícios, em condições especiais, apresenta um alto potencial para o desenvolvimento, por exemplo, de elementos de paredes finas para a indústria da construção [15].

O objetivo de reforçar matrizes cimentícias que servem de base para os materiais de construção (concreto, argamassa, pasta de cimento), está relacionado principalmente a baixa resistência à tração destas matrizes e seu comportamento frágil, ou seja, o material rompe abruptamente sem se deformar, o que não é indicado para muitas aplicações práticas no campo da engenharia. Nos compósitos reforçados, além da transferência de tensões da matriz para as fibras, que permitem ganho de resistência às cargas de tração, o material compósito ganha um comportamento dúctil, desde que tenha aderência adequada entre o reforço e a matriz [12,15,16]. Isto implica que o material reforçado deve apresentar características mecânicas superiores se comparadas ao convencional, como maior resistência à tração na flexão e maior capacidade de absorver energia antes de romper. Desta forma, é possível o uso do material em condições pós-fissurado, o que sugere o emprego mais intenso destes compósitos na construção civil [12,16].

Em face disso, um esforço considerável vem sendo dedicado à utilização de diversas fibras naturais como reforço de matrizes para materiais de construção, a custo mais acessível [5,6]. No entanto, existe uma questão central a ser resolvida antes da aplicação destes materiais no mercado, a sua durabilidade reduzida destes compósitos, consequência de duas principais limitações: a) a degradação dos componentes das fibras (lignina, hemiceluloses e parte da cellulose) no ambiente cimentício alcalino e b) a aderência fibra-matriz prejudicada pela variação dimensional das fibras, decorrente de sua higroscopicidade. Estes fatores, reduzem a capacidade de reforço nos compósitos e foram melhor detalhados por estudos anteriores, que investigaram as fibras após envelhecimento acelerado e natural dos compósitos (exposição às intempéries naturais) [5,17-20].

Gram [17] e Toledo Filho et al. [18] relataram que em compósitos cimentícios, houve a dissolução dos polímeros amorfos das fibras, lignina e hemiceluloses, assim como, a hidrólise alcalina da cellulose, ou seja, a degradação das moléculas de cellulose por meio dos

íons hidróxidos ( $\text{OH}^-$ ), principalmente o hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ). A consequência disto é a redução do grau de polimerização da celulose que incorre na perda de resistência à tração das fibras. Também ocorre a cristalização da cal no lúmen e na lamela média destas fibras, que afetam suas propriedades de resistência e flexibilidade [18,19]. Melo Filho et al. [20] defenderam dois principais mecanismos de degradação das fibras em matriz de cimento: a mineralização e degradação da lignina, hemiceluloses e celulose. O primeiro, é resultado da migração dos produtos de hidratação (sobretudo o  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) para a superfície da fibra. O segundo, ocorre pela adsorção de íons de cálcio e hidroxila. É observado nesta última pesquisa, que não houve degradação da celulose das fibras que reforçaram matrizes com substituição do cimento Portland por 50 % de metacaulinita, ao contrário dos compósitos convencionais, cujo reforço também sofreu degradação das moléculas de celulose. Por fim, Wei e Meyer [5] apresentaram dois novos conceitos dentro do contexto dos mecanismos de degradação das fibras vegetais, a mineralização do hidróxido de cálcio (CH) e a automineralização. Com a degradação da lignina, e depois, da hemiceluloses, decresce a integridade e estabilidade das paredes celulares, que facilmente tem as ligações entre as moléculas celulósicas rompidas e ocorre a degradação completa das microfibrilas de celulose. Com essa degradação, os produtos de hidratação se infiltram na parede celular e levam-na à mineralização, ou seja, o CH é o produto que danifica a ligação entre os componentes das fibras até deteriorar as microfibrilas celulósicas. Por isso, foi denominado mineralização do CH (causada por este). Em contrapartida, a automineralização indica o papel de proteção desempenhado pela lignina e celulose, que previne as paredes celulares do contato com os minerais (principalmente a portlandita).

Diante da contextualização abordada, existem algumas alternativas que visam aumentar a vida útil das fibras lignocelulósicas no ambiente cimentício. A modificação da matriz cimentícia é uma opção bastante promissora, no que tange à eliminação do ataque alcalino, que pode ser realizada pela substituição parcial do cimento por alguma pozolana, que reage quimicamente com o hidróxido de cálcio, eliminando-o e produzindo novos minerais de hidratação que conferem maior resistência mecânica à matriz [20-24]. Esta medida deve ser conjunta ao tratamento das fibras, visto sua alta capacidade de absorção de água, que promove variações em seu volume e implica na perda de contato físico com a matriz, prejudicando a aderência [25-28]. Visando solucionar ou pelo menos reduzir este problema, diversos trabalhos vêm mostrando a eficiência de alguns tratamentos, por exemplo, a impermeabilização das fibras com polímero [15,22], o tratamento em solução de hidróxido de

Sódio (NaOH) [25] ou simplesmente a aplicação de ciclos de molhagem e secagem, processo denominado hornificação [5,6,12,25-31]. Este procedimento é comumente utilizado na indústria de papel e celulose e provoca o enrijecimento da estrutura polimérica das fibrocélulas, acarretando perda da capacidade de retenção de água, e por consequência, melhor estabilidade dimensional da fibra [26,27,32]].

Deste modo, este artigo apresenta um estudo da durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com duas camadas de tecido de juta e malva, produzido no estado do Amazonas, Brasil, e hornificado por dez ciclos de molhagem e secagem. Foi desenvolvida uma matriz livre de hidróxido de cálcio, com substituição parcial de cimento por metacaulinita (40%). O comportamento físico e mecânico (flexão) dos compósitos foi avaliado após 50 ciclos de envelhecimento acelerado.

## **2. MATERIAIS E MÉTODOS**

### **2.1 Materiais**

Como reforço para os compósitos cimentícios produzidos, foi utilizado o tecido de juta (*Corchorus capsularis*) e malva (*Ureta Lobata Lin*), ambas fibras no mesmo tecido, fabricado e comercializado em Manaus, Amazonas, Brasil, fornecido pela empresa Brasjuta da Amazônia S/A. O tecido escolhido para a aplicação nos compósitos é de abertura média das tramas igual a 5 mm, o mais apropriado para a penetração da matriz cimentícia entre as camadas de reforço, em decorrência do método de moldagem executado. Foram produzidos dois tipos de matriz com a seguinte composição: (1) M0: Cimento Portlad Comum (CPI-S), similar ao tipo I da ASTM-C-150 [33], areia de rio, grãos < 0.6 mm (30 mesh), água e aditivo superplastificante a base de éter policarboxílico (Glenium® 51); e (2) M40-MKL: matriz com os mesmos materiais da M0, porém, modificada pela substituição parcial do CPI-S por 40 % (em massa) de metacaulinita (MKL) produzida a partir de solo argiloso caulínico. A composição expressa em óxidos dos componentes finos das misturas mencionadas e a caracterização granulométrica dos materiais, são apresentadas na Tabela 1 e Figura 1, respectivamente. É importante destacar que a curva cinza da Fig. 1 representa a granulometria da areia de rio comercializada na região, porém, a utilizada nesta pesquisa foi a areia cujos grãos passaram na peneira 0.6 mm, ilustrada pela curva preta.

Tabela 1. Composição expressa em óxidos dos materiais finos.

Composição em óxidos	Cimento Portland	MKL
SiO <sub>2</sub>	15,5	40,8
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,9	48,8
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,0	6,6
TiO <sub>2</sub>	0,3	2,3
CaO	70,6	-
K <sub>2</sub> O	0,9	0,1
MnO	0,04	-
SO <sub>3</sub>	4,7	1,1
ZrO <sub>2</sub>	0,02	0,2
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	-	-
Perda ao fogo (%)	3,30	2,51
D50* (μm)	19,5	25,6

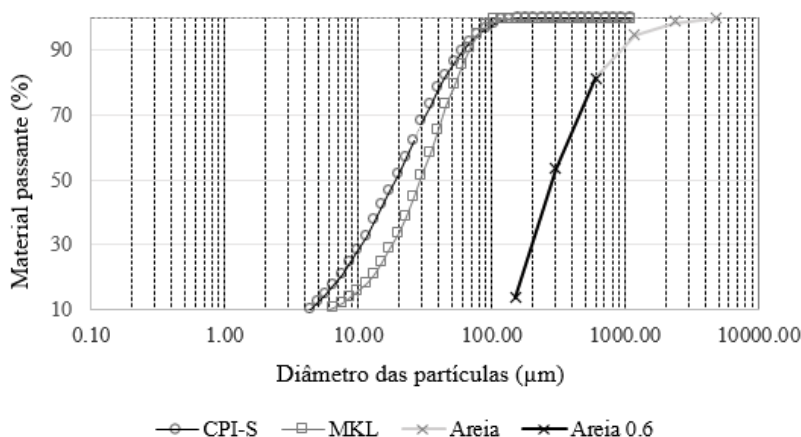


Figura 1: Curvas granulométricas do material cimentante e da areia.

## 2.2 Tratamento do tecido

O processo de hornificação no tecido de juta e malva seguiu as metodologias de Claramunt et al. [26] e Ferreira et al. [30] com adaptações. O procedimento consistiu em dez ciclos de molhagem e secagem conforme os seguintes passos: (1) pré-tratamento realizado por meio de lavagem do tecido em água corrente em condições de temperatura ambiente, seguido por secagem em estufa a 60 °C por 24 h, de acordo com Ref [25]. (2) imersão do tecido em água, em temperatura ambiente por 3 horas (tempo de sauração do tecido); (3) secagem do tecido em estufa com circulação de ar à temperatura de 80 °C; a estufa foi previamente programada à atingir 80 °C, a uma taxa de aquecimento de 2 °C/min, mantendo esta temperatura por 16 h. Após o tempo de secagem, a estufa foi resfriada até a temperatura de 25

°C, a fim de evitar um possível choque térmico nas fibras [28]. Este procedimento (2 ao 3) foi realizado por 10 vezes (10 ciclos) e na sequência os tecidos de juta e malva foram acondicionados em sacos plásticos selados até sua posterior utilização.

## **2.3 Caracterização do tecido**

### **2.3.1 Capacidade de absorção de água**

Os valores de absorção de água foram determinados para o tecido natural e hornificado, seguindo o preconizado pela Standard Tappi UM 256 [34] e as adaptações realizadas por Fidelis et al. [15] e Ferreira et al [30]. As amostras de 10 x 10 cm foram secas em estufa (40 °C) até atingir constância de massa, e, na sequência, imersas em água destilada até sua máxima capacidade de absorção. Leituras de massa eram realizadas nos tempos de imersão de 10, 30, 60, 120, 180, 240, 300, 360, 420, 480 e 1440 min, onde as amostras de tecido eram removidas, retirado o excesso de água da superfície com um papel absorvente e pesadas. O processo de secagem foi realizado em estufa a 80 °C por 12 h, após este período a estufa foi resfriada até a temperatura de 25 °C e repetia-se o procedimento para todos os tempos de leitura até 24 h.

### **2.3.2 Massa específica**

Foram retiradas amostras do tecido na forma de cordão de aproximadamente 2 mm, secas em estufa e posteriormente colocadas no porta amostra de um picnômetro ao gás hélio (modelo MVP – 6DC da Quantachrome Instruments) em quantidade acima de uma grama. O volume da massa específica real das amostras é quantificado por meio do gás no equipamento.

### **2.3.3 Análise termogravimétrica (TGA)**

O ensaio foi desenvolvido em um equipamento SDT Q600, simultaneamente TGA/DTA/DSC, da TA Instruments. Utilizando um cadinho de alumina com capacidade de 90 microlitros, foram pesadas amostras (tamanho médio < 1mm) de aproximadamente 10 mg e submetidas a uma taxa de aquecimento de 10 °C/min até atingir 750 °C com fluxo de gás nitrogênio de 30 ml/min.

## **2.4 Produção dos compósitos**

A produção das misturas contemplou o seguinte procedimento: os materiais sólidos foram homogeneizados manualmente, dentro de sacos plásticos, por meio de agitação vigorosa durante 1 min e introduzidos no recipiente de um misturador planetário. Em seguida,



o material seco foi umedecido, adicionando-se compassadamente 50 % da água calculada para a mistura, de modo que esta ficasse visualmente úmida e o tempo de mistura não ultrapassasse 5 min. Após isto, a medida que a mistura umedecida era homogeneizada durante 5 min, a uma velocidade de 115 rpm, foi adicionada uma solução de 50% da água restante e superplastificante, previamente homogeneizados por 30 s. Neste passo, o misturador era desligado em tempos intercalados de 1 min para a retirada da argamassa contida na lateral do recipiente do misturador. Logo após, a homogeneização da mistura foi realizada por mais 8 min à velocidade de 237 rpm.

Os compósitos foram moldados por meio de um sistema pneumático que injetou a argamassa com consistência adequada (espalhamento de Kantro [37]: matriz ref = 133, 60 mm; matriz modif = 154.78 mm) em forma acrílica de dimensões 350 x 350 mm disposta na vertical. A fim de garantir a espessura do compósito, foi projetado um sistema de vedação lateral nas formas acrílicas com lençol de borrachas (1mm e 2mm de espessura) e conjunto de parafusos, onde os tecidos de reforço foram afixados. A espessura das placas moldadas foi de 10 mm e a desmoldagem realizada 24 horas após a moldagem. As placas compósitas foram mantidas em cura húmida até a idade de 28 dias e foram submetidas aos ensaios físico-mecânicos na condição saturada (imersas em água 24 h antes dos ensaios).

Foram produzidas tanto placas com reforço de duas camadas de tecido de juta e malva quanto placas sem reforço para efeito de comparação com as reforçadas (Placa REF). As placas foram divididas em dois grandes grupos: (1) placas não envelhecidas e (2) placas submetidas ao envelhecimento acelerado. Para o primeiro grupo, foram produzidas placas na seguinte configuração: MREF (placa de referência, moldada com a matriz de referência e sem reforço), TN\_MREF (placa reforçada com tecido natural e com matriz de referência), TN\_MMKL (placa reforçada com tecido natural e com matriz modificada por MKL) e TH\_MMKL (placa reforçada com tecido hornificado e com matriz modificada por MKL). As placas do segundo grupo apresentavam a seguinte composição: TN\_MREF (placa reforçada com tecido natural e com a matriz ref), TN\_MMKL (placa reforçada com tecido natural e com a matriz modificada por MKL) e TH\_MMKL (placa reforçada com tecido hornificado e com matriz modificada por MKL).

## **2.5 Caracterização física e mecânica dos compósitos**

Foram extraídos dezesseis corpos de prova de 160 x 40 x 10 mm (comprimento x largura x espessura) das placas laminadas produzidas, onde seis dos quais foram submetidos aos ensaios físicos, aos 28 dias de idade, para a determinação da absorção de água (WA),

densidade aparente (BD) e porosidade aparente (AVV) em concordância com o estabelecido na ASTM C-948-81 Standard [38].

As propriedades mecânicas foram obtidas por meio do ensaio de flexão em quatro pontos realizado em uma máquina de testes universais (modelo EMIC DL-30000 N), equipada com uma célula de carga de 1 kN, operando a uma velocidade de deflexão de 1.5 mm/min. Foram ensaiados quinze corpos de prova para cada subgrupo (MREF a TH\_MMKL) e determinado os valores do módulo de ruptura (MOR), limite de proporcionalidade (LOP), módulo de elasticidade (MOE) e energia específica (SE). Estes parâmetros foram calculados de acordo com o procedimento orientado pelo comitê RILEM 49 TFR [39] e adaptado por Savastano et al. [40] para a determinação da energia específica. As informações do cálculo detalhado para obtenção das propriedades mecânicas podem ser vistas na Ref. [11] e [41]. A deflexão específica foi determinada por meio da divisão entre o valor da deflexão e a distância entre os apoios (135 mm). O tratamento dos resultados foi avaliado estatisticamente pela Análise de Variância (ANOVA) seguido pelo teste de Tukey ao nível de significância de 0.05, utilizando o programa Minitab versão 17.

## **2.6 Envelhecimento acelerado dos compósitos**

Cada subgrupo de placas compósitas enquadradas no grupo (2) foi submetido ao envelhecimento acelerado por meio de ciclos de imersão e secagem, a fim de investigar a eficiência ou não do tratamento do tecido (hornificação) e da matriz (modificada por 40 % de MKL) após o envelhecimento. Este procedimento foi executado com adaptações da norma EN 494 Standard [42] em uma estufa climática modelo MA 035 da Marconi. Os ciclos de imersão (corpos de prova submersos em água) tiveram duração de 170 min, seguido pela etapa de secagem, onde as amostras foram submetidas ao aquecimento a 60 °C (com ventilação) em igual período de tempo. Um ciclo é representado por um período completo de imersão e secagem com um intervalo de tempo entre ciclos de 10 min. Os corpos de prova foram envelhecidos com 50 ciclos.

## **2.7 Caracterização microestrutural dos compósitos reforçados**

As amostras foram extraídas da região fraturada dos compósitos após cura úmida aos 28 dias, envelhecimento acelerado e ensaio de flexão, preparadas de modo a possibilitar a visualização da porosidade da matriz e da interface fibra-matriz. Com relação aos produtos de hidratação do cimento, estes foram estudados no artigo 1, por meio da análise termogravimétrica e microscopia (MEV), onde os resultados indicaram que a matriz com 40%

de substituição de metacaulinita por cimento se configurou tecnicamente adequada a esta aplicação, por se tratar de matriz livre de hidróxido de cálcio.

Foram escolhidas amostras para cada tipo de compósito produzido, com tecido não tratado e hornificado, submetidos ou não ao envelhecimento acelerado. A análise microestrutural foi realizada em um microscópio eletrônico de varredura de baixo vácuo (MEV), modelo TM-3000 da Hitachi, operando a uma tensão de aceleração de 15 kV, acoplado com o sistema de espectroscopia por energia dispersiva (EDS). A aquisição das imagens foi obtida por elétrons retrodispersos em diferentes ampliações. A preparação das amostras consistiu em quatro etapas: (1) extração da amostra com auxílio de uma politriz, em dimensões de 10 x 10 mm; (2) embutimento com resina e cura por 24 h; (3) lixamento da resina utilizando lixas com gramaturas de 320, 400 e 600, respectivamente e (4) polimento das amostras empregando suspensão de diamante e três espessuras de polina (pano de polimento), 6 mm, 3 mm e 1 mm, respectivamente.

### **3 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

#### **3.1 Caracterização físico-química do tecido natural e hornificado**

Os resultados da caracterização físico-química do tecido de juta e malva são mostrados na Tabela 2 e Figura 2.

Da Tabela 2 observa-se que após os 10 ciclos de molhagem e secagem no tecido de juta e malva houve uma redução de 9 % na retenção de água pelas fibras. A hornificação promove um colapso na estrutura da fibra, resultando na redução do diâmetro dos lumens, na delaminação entre as fibrocélulas e a lamela média e redução da área de seção transversal, conforme foi identificado por Ferreira et al. [30] após 5 e 10 ciclos de molhagem e secagem nas fibras de juta e curauá. Estas modificações induzem às fibras à reterem menor quantidade de água sem prejudicar sua resistência à tração, visto que a estrutura mais afetada pela hornificação na fibra é a do componente hemicelulose, principal responsável pela absorção de água na fibra [12,30,46]. O tecido hornificado nesta pesquisa apresentou uma alteração discreta no pico de hemicelulose (250 a 300°C), verificado pela análise termogravimétrica (TG/DTG) na Figura 2. Isto pode estar relacionado com a quantidade de ciclos de molhagem e secagem, que propiciou uma redução de apenas 9 % na absorção do tecido. Ferreira et al. [30] observaram reduções na fibra de juta de aproximadamente 14% após 5 ciclos e 30% após 10 ciclos.

Comparando os resultados da Ref [30] aos obtidos nesta pesquisa, as fibras do tecido não conseguiram reduzir com eficiência a capacidade da absorção de água. Isto pode ser explicado pelos seguintes motivos: (1) a metodologia adotada no ensaio foi adaptada da Ref [30]; (2) o tecido não é composto somente por fibras de juta, e sim por juta e malva, onde não é conhecido as proporções de cada fibra; e (3) o tratamento ao qual a indústria submete as fibras antes de produzir o tecido, pode desencadear previamente algum efeito de retenção de água nestas fibras, onde o tratamento por hornificação pode não ser o mais adequado. Fidelis et al. [15] obtiveram redução maior que 100% da absorção de água quando submeteram o tecido de juta ao tratamento por impregnação do polímero SBR (estireno butadieno).

A massa específica do tecido não foi alterada após o tratamento por hornificação e está em consonância com os valores de fibras vegetais encontrados na literatura [16], conforme apresentado na Tabela 2.

Tabela 2. Propriedades físico-químicas do tecido de juta e malva.

<b>Tratamento por hornificação</b>	<b>Absorção de água (%)</b>	<b>Massa específica (g/cm<sup>3</sup>)</b>
0 ciclos - TN	549.80	1.2 ± 0.5
10 ciclos - TH	505.40	1.3 ± 0.5

Na Figura 2 é apresentada a análise termogravimétrica (TGA) realizada no tecido de juta e malva. É possível observar três intervalos de decomposição para as fibras naturais e hornificadas, onde o primeiro está relacionado com a perda de água (cerca de 100 °C). O segundo estágio que ocorre no intervalo de temperatura de 250 a 350 °C, onde há a perda simultânea de celulose, hemiceluloses, lignina e pectina [47].

O segundo pico é observado entre 300 e 400 °C e está associado a degradação da celulose e o terceiro à decomposição lenta da lignina, que pode ocorrer entre 250 a 600 °C [47]. Cada macromolécula apresenta uma resistência à temperatura distinta, a celulose por exemplo, possui alta resistência térmica (300 a 400 °C) e de acordo com Ref. [30] o relato do pequeno pico entre 250 a 300 °C é devido a decomposição da hemicelulose. O comportamento ilustrado na Figura 2 é semelhante ao da fibra de juta estudado por Ferreira et al. [30].

É possível observar também na a influência do tratamento na decomposição das fibras do tecido. A curva DTG da fibra hornificada apresenta um pico maior de celulose que o da fibra não tratada. Isso decorre da necessidade de uma energia mais alta para a despolimerização das moléculas de celulose, que pode está relacionada com um maior número

de ligações de hidrogênio, o que significa uma macromolécula mais cristalina [30]. No intervalo referente à decomposição da hemiceluloses (250 a 300 °C) é percebida uma discreta alteração na curva de DTG, que pode estar relacionada com uma ínfima destruição da estrutura desta molécula após os ciclos de hornificação. Em tese, isto significa que a molécula com a função de maior absorção de água pelas fibras [12] não foi modificada, o que é confirmado pelo pico referente à perda de água (0 a 100 °C), que consumiu a mesma energia para evaporá-la (curva TG e DTG), fato que possivelmente explica a baixa redução na retenção de água (9%) pelas fibras após os 10 ciclos de molhagem e secagem.

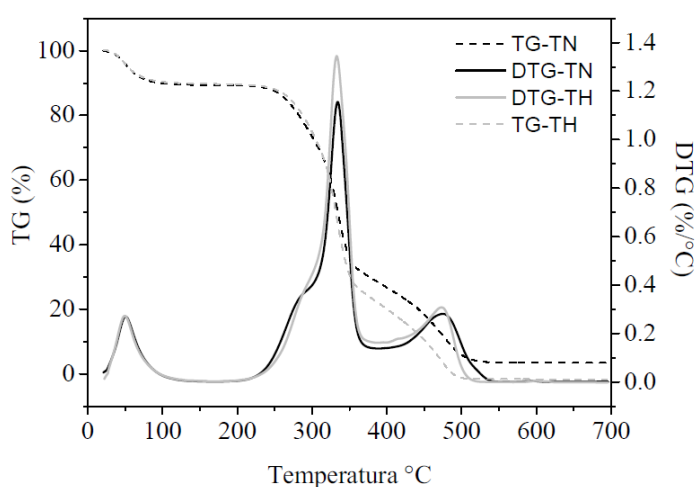


Figura 2: Análise térmica (TG/DTG) do tecido de juta e malva antes e após os ciclos de hornificação.

### 3.2 Comportamento físico e mecânico dos compósitos

Na Figura 3 são observadas as curvas de tensão x deflexão específica dos materiais compósitos reforçados com tecido de juta e malva com e sem tratamento e matriz cimentícia convencional e modificada. Esses gráficos foram obtidos do ensaio de flexão em quatro pontos após cura úmida aos 28 dias e após 50 ciclos de envelhecimento acelerado. É evidente a contribuição da matriz cimentícia na região elástica até a ocorrência da primeira fissura, após isto, inicia o importante papel do reforço. Isto decorre da transferência de tensões da matriz para as fibras, gerando ao compósito a capacidade de suportar cargas e não romper (comportamento dúctil) sem antes apresentar expressivas deformações. A matriz convencional (sem reforço) é caracterizada por ruptura abrupta (comportamento frágil), como pode ser visualizado na Fig 3a, indenficada por matriz de referência (MREF).

Os compósitos com tecido natural (sem tratamento) tem o mesmo comportamento dos compósitos com tecido tratado, quando reforça a mesma matriz. Isto é observado na Figura 3b

onde se tem a matriz modificada por metacaulinita sendo reforçada pelo tecido natural e hornificado (TN-MKL e TH-MKL respectivamente). Outra semelhança consiste em valores estatisticamente iguais da máxima tensão destes compósitos, evidenciando que o tratamento por hornificação não interfere na propriedade de resistência na flexão [12]. Contudo, ocorreu melhoria significativa na energia específica (Tabela 3), ou seja, necessitou de uma energia 36% maior para romper a matriz TH-MMKL ( $2.19 \text{ kJ/m}^2$ ) em relação à matriz TN-MKL ( $1.61 \text{ kJ/m}^2$ ). Atinente ao tratamento da matriz (substituição de 40% de cimento por metacaulinita TN-MKL) e com reforço do tecido não tratado, em comparação à mistura de referência reforçada (TN-MREF), houve manutenção da resistência (MOR) segundo a análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Resultado semelhante também ocorreu para o ensaio de resistência à compressão das pastas de referência e modificada por MKL (40%) aos 28 dias de cura úmida, descrito no Capítulo 2 deste trabalho. Relativo à energia específica destes mesmos compósitos, houve expressiva diferença nos valores, enquanto a TN-MKL absorveu  $1.61 \text{ kJ/m}^2$ , a TN-MREF absorveu apenas  $0.76 \text{ kJ/m}^2$ , diferença acima de 100 %.

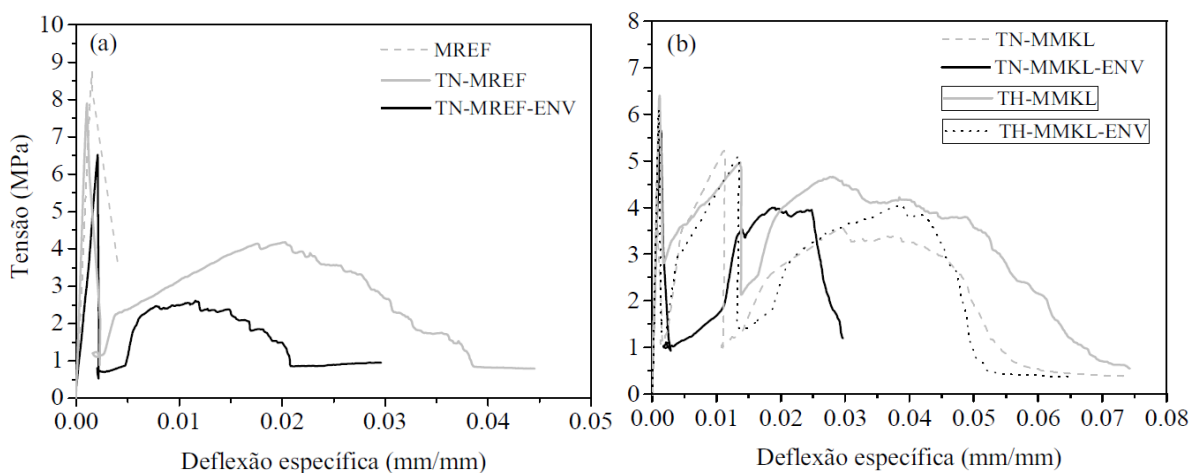


Figura 3: Curvas tensão x deflexão de compósitos: (a) sem reforço (MREF), com tecido de juta e malva natural e matriz de referência após cura de 28 dias (TN-MREF) e após 50 ciclos de envelhecimento (TN-MREF-ENV); (b) com tecido natural e matriz modificada por MKL após cura de 28 dias (TN-MMKL) e após 50 ciclos de envelhecimento (TN-MMKL-ENV).

Para todos os compósitos cuja matriz foi modificada por metacaulinita, mesmo após o envelhecimento acelerado (50 ciclos), o tecido de fibras não perdeu completamente sua capacidade de reforço, isto é observado por meio do comportamento das curvas tensão x deflexão (Figura 3b). A citada matriz com reforço do tecido natural não teve perda significativa do MOR, porém a capacidade de se deformar antes de romper foi prejudicada,

representado pela curva TN-MKL-ENV (Figura 3b) e constatado pela redução da capacidade de absorção de energia, que foi 73% menor que a matriz não envelhecida (TN-MKL), verificado pela energia específica de ambos compósitos (de 1.61 kJ/m<sup>2</sup> a 0.93 kJ/m<sup>2</sup>) na Tabela 3.

O melhor comportamento ocorreu na matriz com tecido hornificado (TH-MMKL), que além de não ter alteração significativa em sua capacidade resistente (MOR), houve uma menor perda da energia específica após o envelhecimento (40%), ou seja, o compósito TH-MMKL-ENV conseguiu ainda recuperar significativamente a energia necessária para continuar se deformando antes da ruptura final, ainda apresentando comportamento dúctil. A pouca variação do MOR para compósitos reforçados envelhecidos pode está associado a uma menor variação volumétrica das fibras e consequente melhor adesão fibra-matriz [41].

Como o MOR se manteve para os compósitos reforçados envelhecidos pode significar uma menor variação volumétrica das fibras e consequentemente uma melhor adesão fibra-matriz [41].

A Tabela 3 apresenta a media dos valores das propriedades físicas de absorção de água (WA), densidade aparente (BD) e porosidade aparente (AVV), assim como das propriedades mecânicas do módulo de ruptura (MOR), limite de proporcionalidade (LOP), a relação MOR/LOP, módulo de elasticidade (MOE) e energia específica (SE), para todos os compósitos estudados e submetidos à cura úmida de 28 dias e envelhecimento acelerado (50 ciclos).

Tabela 3. Propriedade físicas e mecânicas dos compósitos não envelhecidos e envelhecidos.

Grupo	Subgrupo	WA (%)	AVV (%)	BD (%)	MOR (MPa)	LOP (MPa)	MOE (GPa)	SE (kJ/m <sup>2</sup> )	MOR/LOP
Compósitos não envelhecidos	MREF	14.63	27.53	1.88	8.75	8.75	16.31	0.26	1.00
	TN_MREF	14.89	28.03	1.88	6.45	6.45	13.69	0.76	1.00
	TN_MMKL	17.07	30.45	1.78	6.58	6.58	15.88	1.61	1.00
	TH_MMKL	17.25	30.75	1.78	6.57	6.57	14.77	2.19	1.00
Compósitos com envelhecimento acelerado	TN_MREF-ENV	13.56	25.59	1.89	5.15	5.15	8.09	0.37	1.00
	TN_MMKL-ENV	16.42	29.30	1.79	6.13	6.13	13.51	0.93	1.48
	TH_MMKL-ENV	16.24	29.33	1.81	6.37	6.37	14.92	1.56	1.00

Para os tecidos natural e hornificado como reforço da mesma matriz (TN\_MMKL e TH\_MMKL) não houve diferença significativa entre as médias correspondentes ( $p > 0.05$ ), quando aplicado o teste de Tukey com o nível de significância igual a 5% para as propriedades de absorção, densidade e porosidade aparentes, indicando que o tratamento do

tecido não influenciou nestas propriedades. Isto também é verificado nos picos da DTG referente à hemiceluloses ( $250^{\circ}$  a  $300^{\circ}$ ) dos dois tecidos (Figura 2) que apresentou alteração ínfima, onde este componente é o principal responsável pela absorção de umidade na fibra [12].

Entre as matrizes modificadas (TN\_MMKL) e de referência (TN\_MREF) reforçadas com tecido, houve variação significativa ( $p < 0.05$ ), explicado pela característica física distinta de cada material cimentante (cimento e metacaulinita) que possuem área superficial ( $993 \text{ m}^2/\text{kg}$  e para o CP e  $15752 \text{ m}^2/\text{kg}$  para a MKL) e textura dos grãos (Fig. 1) diferentes, o que propicia à matriz capacidade de absorção e índice de vazios desiguais, respectivamente.

Após o processo de envelhecimento acelerado, para todos os compósitos a densidade (BD) e a absorção foram estatisticamente mantidas. No que diz respeito à porosidade, houve uma tendência à redução dos valores (AVV) após o envelhecimento das matrizes com tecido não tratado e hornificado. Todavia a única redução significativa ( $p < 0.05$ ) ocorreu para o compósito com tecido natural e matriz REF após o envelhecimento. Isto pode ser explicado pelo preenchimento dos espaços vazios da matriz com produtos de hidratação do cimento, o que pode ocasionar a modificação da interface fibra-matriz [43].

Estudos prévios realizados por Ballesteros et al. [12] utilizando compósitos reforçados com fibras longas de pinho branqueado não tratado e tratado por hornificação e submetidos a cura térmica e ao envelhecimento acelerado (200 ciclos), obtiveram valores similares ao desta pesquisa para as propriedades físicas. Resultados semelhantes para as mesmas propriedades foram encontrados por Marques [25], que utilizou tratamento por hornificação em telas de fibras de arumã e comparou os compósitos reforçados não envelhecidos e envelhecidos com 50 ciclos de imersão e secagem. Os resultados físicos encontrados por Marques [25] diferiu dos obtidos nesta pesquisa somente na porosidade, um valor de AVV 17 % maior que desta pesquisa foi observado para os compósitos com fibras hornificadas e não envelhecidos, assim como 22% a mais para os compósitos envelhecidos. Mesmo com esta diferença, os resultados encontrados na literatura são avaliados como similares aos desta pesquisa, visto que a NBR 5640 [44] estabelece um limite máximo de 37% para divergência entre as propriedades físicas das diferentes condições experimentais.

Para as propriedades mecânicas mostradas na Tabela 3 e Figura 3, como anteriormente comentado, a análise estatística apontou diferença significativa ( $p < 0.05$ ) entre a resistência (MOR) da matriz de referência e as demais matrizes reforçadas. Mesmo o MREF sendo significativamente maior que os compósitos reforçados, não é vantajosa sua aplicação como



material de construção, pois consiste em material frágil (ruptura abrupta), observado pela curva na Fig. 1a e sua energia específica significativamente menor em relação aos demais compósitos (Tabela 3).

O LOP geralmente é menor que o MOR em matrizes reforçadas com fibras vegetais. Esta propriedade indica a tensão máxima atingida antes do material sair do regime elástico, quando submetido a um carregamento contínuo. No caso dos compósitos produzidos neste estudo, todos tiveram um comportamento similar, o LOP coincidiu com o MOR, inicialmente apresentando a característica de um material frágil. O que distinguiu as matrizes reforçadas da convencional, foi a capacidade de recuperar energia após a primeira fissura, ou seja, após o limite máximo da região elástica (LOP) que foi igual a tensão de ruptura (MOR). Em decorrência disso, a relação MOR/LOP não foi alterada para nenhuma das condições experimentais. Comportamento semelhante foi observado na literatura em compósito reforçado com fibras de sisal após 50 ciclos de imersão e secagem [11] e após 200 ciclos de envelhecimento em compósito com fibras de pinho hornificada [12].

Desta forma, antes da primeira fissura da matriz, a análise do LOP segue o mesmo princípio de análise do MOR, no que tange ao efeito do tratamento do tecido e da matriz, onde se destaca que não houve perda significativa nos valores de LOP para a matriz modificada com MKL e com o reforço tratado e não tratado após os 50 ciclos de envelhecimento acelerado. Com isso, é notada a alta capacidade de deformação elástica desses materiais compósitos, além da capacidade de deformação plástica, evidenciada por seus valores de energia específica notadamente maiores que para o MREF.

Dos valores apresentados para o MOE na Tabela 3, pode-se inferir que o tecido reduziu a rigidez das matrizes cimentícias significativamente ( $p < 0.05$ ), possibilitando um comportamento ductil para a maioria destes compósitos. O MOE do TN\_MMKL não apresentou redução na rigidez em relação ao material frágil ( $p > 0.05$ ), porém sua ductilidade foi observada pela alta energia específica ao comparado com o MREF. Após o envelhecimento acelerado, apenas o compósito TH\_MMKL-ENV não teve sua rigidez alterada.

A relação MOR/LOP não é alterada significativamente para nenhuma formulação, indicando a integridade da capacidade de reforço [11-12].

A redução significativa ( $p < 0.05$ ) da SE em todos os compósitos envelhecidos pode está relacionada com a dissolução e precipitação dos produtos de hidratação do cimento que

podem propiciar uma melhor adesão fibra-matriz e provocar a ruptura da fibra ao invés do descolamento por falta de aderência [11]. A maior queda observada ocorreu na matriz REF.

Estudo desenvolvido por Claramunt et al. [27] observou uma perda de MOR (23%) e SE (71%) para matrizes reforçadas com fibras celulósicas não tratadas após envelhecimento, assim como MOR (20%) e SE (40%) para as fibras tratadas por 4 ciclos de hornificação. Esses resultados indicam adequado desempenho dos compósitos produzidos com fibras tratadas e matriz modificada pela presente pesquisa.

De acordo com os requisitos de resistência na flexão estabelecidos pela NBR 15498, para placas planas de fibrocimento sem amianto testadas em estado saturado, os compósitos produzidos e submetidos a 50 ciclos de envelhecimento acelerado foram enquadrados na categoria 2 (MOR mín = 4 MPa).

### **3.3 Caracterização microestrutural dos compósitos reforçado**

As micrografias (MEV) das superfícies fraturadas dos compósitos cimentícios reforçados com tecido de juta e malva não envelhecidos, são mostrados na Figura 4. A primeira observação realizada foi a penetração da matriz (ref. e modif. por metacaulinita) entre os cordões (fios) e por volta das fibras, indicando sua reologia adequada para estes compósitos.

Na Figura 4 verifica-se descolamento entre as duas fases (fibra-matriz) de todos os compósitos indicando baixa adesão na interface fibra-matriz. No caso específico da Figura 4a e b são evidenciados espaços vazios, onde possivelmente eram preenchidos por fibras, que pode ter ocorrido pelo desprendimento de algumas fibras da matriz [12], onde também é observado a degradação superficial das fibras (Figura 4b), provalmente pelo ataque dos cristais de Portlandita, visto que se trata da matriz de referência.

As trincas e folgas apontadas pelas setas, das Figura 4c a f, seguem a direção da interface fibra-matriz, possivelmente pela falta de aderência entre os dois materiais. As Figuras 4e e f mostram essa percepção com mais nitidez e trata-se do compósito com tecido hornificado e matriz modificada, onde se percebe que até os 28 dias de idade, não houve ocorrência de instabilidade volumétrica e degradação das fibras, apenas a falta de adesão entre algumas fibras e a matriz. Estas imagens (4e e f) representam a pior situação dos compósitos TH\_MMKL, onde em outras micrografias não foi evidenciado expressivo número de fissuras. Isto é confirmado pelo desempenho mecânico do compósito (Tabela 3), onde seu módulo de ruptura foi estatisticamente igual ao compósito com tecido natural e matriz modif. (TN\_MMKL) apresentando maior ductilidade.

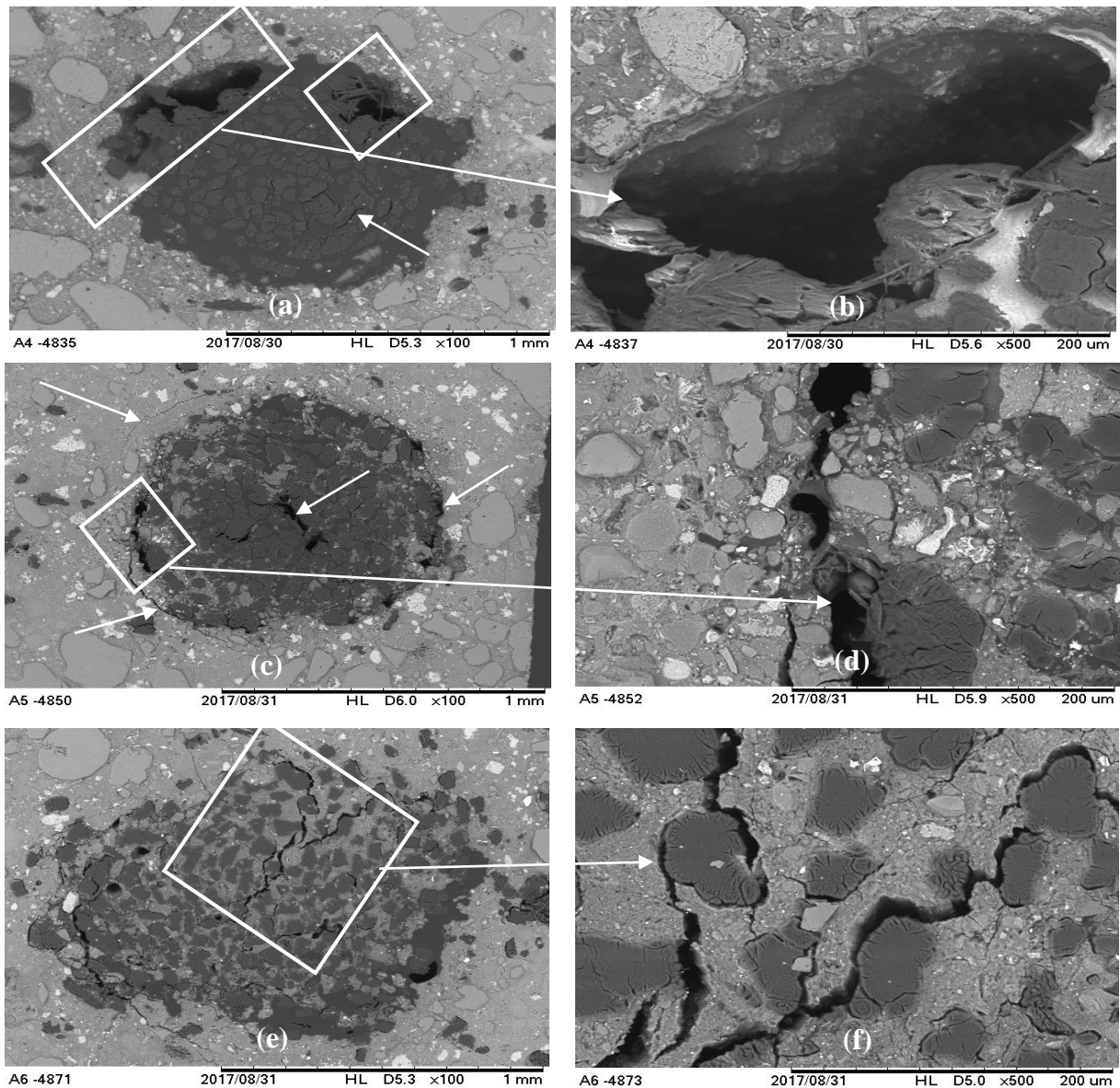


Figura 4: Micrografias da superfície fraturada de compósitos não envelhecidos e reforçados com tecido de juta e malva natural e hornificado com matriz ref e modificada: (a) e (b) Cordão do TN\_MREF; (c) e (d) Cordão do TN\_MMKL; (e) e (f) Cordão do TH\_MMKL.

A Figura 5 apresenta a superfície fraturada dos compósitos cimentícios reforçados com o tecido e submetidos ao envelhecimento acelerado. Da mesma forma que nos compósitos não envelhecidos, para as amostras envelhecidas, constatou-se a eficiência reológica das matrizes de referência e modificada, visualizado pela matriz presente entre os cordões (Figura 5c e d) e envolto das fibras (Figura 5a).

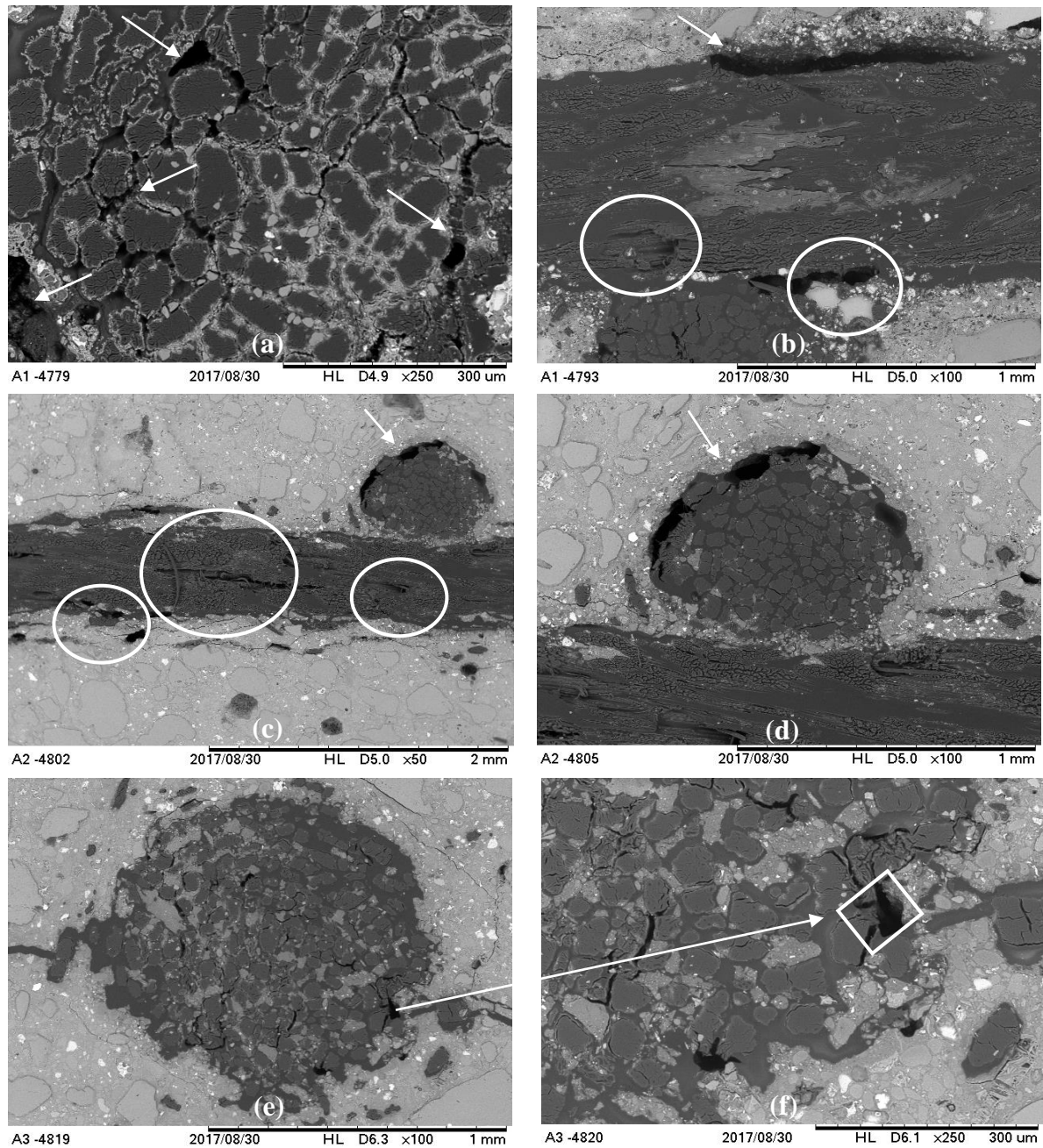


Figura 5: Micrografias da superfície fraturada de compósitos envelhecidos e reforçados com tecido de juta e malva natural e hornificado com matriz ref e modificada: (a) e (b) Cordões do TN\_MREF-ENV; (c) e (d) Cordões do TN\_MMKL-ENV; (e) e (f) Cordão do TH\_MMKL-ENV.

Nas imagens dos compósitos TN\_MREF-ENV (Figura 5a e b) e TN\_MMKL-ENV (Figura 5c e d), são notados os desprendimentos das fibras, identificado por círculos, sobretudo na interface fibra-matriz, no caso do TN\_MREF-ENV (Figura 5b). Há registros de espaços vazios nas interfaces fibra-matriz dos tecidos não tratados, possivelmente deixados pela expansão volumétrica das fibras (Figura 5a e b). Na Figura 5c e d não há indício da variação dimensional, a evidência mais expressiva para o TN\_MMKL-ENV é o descolamento (sem arrancamento) entre algumas fibras superficiais do cordão e a matriz, possivelmente pela

falta de aderência entre os dois materiais. A principal diferença observada entre as placas compósitas TN\_MREF e TN\_MMKL envelhecidas, está na união entre os cordões. Enquanto os fios transversais com os longitudinais da TN\_MMKL-ENV estão ligados pela matriz (modificada por 40% de MKL), os cordões da TN\_MREF-ENV não estão, observando presença de vazios neste encontro (dos fios transversais e longitudinais).

Com relação aos compósitos envelhecidos reforçados com tecido hornificado (Figura 5e e f), a menor perda de adesão é verificada quando comparada às fibras não tratadas. Em visão geral, isso é verificado pela ausência de vazios no contato cordão-matriz, identificando apenas fissuração nesta interface e menor incidência de aberturas entre as fibras do cordão.

Confrontando as interpretações das micrografias com os resultados do ensaio de flexão em quatro pontos, onde a resistência na flexão (MOR) para os compósitos TN\_MMKL e TH\_MMKL foram estatisticamente iguais antes e após os 50 ciclos de envelhecimento, verifica-se que ambos os compósitos apresentaram a mesma adesão fibras-matriz, identificando-se maior aderência entre o reforço hornificado e a matriz (Figura 5e e f), o que pode ter sido um caso isolado. No ensaio de absorção verificou-se que o reforço tratado com 10 ciclos de hornificação teve uma capacidade de absorver apenas 9 % a menos que o tecido natural.

A redução da porosidade (AVV) após o envelhecimento (Tabela 3) do compósito TN\_MMKL é atribuída ao depósito de materiais nos espaços vazios da matriz e na mudança de configuração da interface fibra-matriz. Desta forma, uma matriz mais porosa pode facilitar o desprendimento das fibras, em contrapartida, a matriz com menor índice de vazios, pode induzir à ruptura da fibra [12, 13]. Isso pode explicar o motivo da manutenção da resistência (MOR) do TN\_MMKL.ENV. O compósito com fibras hornificadas apresentou valores de WA e AVV estatisticamente iguais ao compósito TN\_MMKL e maior que o compósito com matriz de referência.

A adesão fibra-matriz pode ter sido igual entre os compósitos TN\_MMKL e TH\_MMKL, porém, maior que o compósito TN\_MREF verificado pelos resultados de MOR que foram iguais para aqueles e superior em relação a este.

A tendência de aumentar a SE nos compósitos reforçados com tecido hornificado em relação aos compósitos com tecido natural, para as condições envelhecidas e não envelhecidas, juntamente com a manutenção do MOR para para estes mesmos compósitos, corrobora com a hipótese de aumento na aderência entre os dois materiais, também observado

pelo não desprendimento das fibras, apenas fissuras e trincas na interface fibras-matriz (perda de adesão) em algumas fibras do cordão do tecido.

#### 4 CONCLUSÕES

A caracterização física, mecânica e morfológica dos compósitos estudados na presente pesquisa, revelaram que não houve diferença significativa entre as fibras tratadas por 10 ciclos de hornificação e as fibras naturais. A quantidade de ciclos possibilitou apenas redução de 9% na absorção do tecido de juta e malva, e isto não influenciou na absorção e porosidade dos compósitos com tecido natural e hornificado, envelhecidos e não envelhecidos. Isto também foi confirmado pela análise termogravimetria dos tecidos natural e hornificado, que apresentou discreta alteração nos picos da DTG referente à hemicelulose (250° a 300°), principal responsável pela absorção de umidade na fibra.

Em relação as propriedades mecânicas, o maior ganho observado entre os compósitos com reforço natural e hornificado (TN\_MMKL e TH\_MMKL) foi a capacidade de absorver energia antes de romper, evidenciado pela energia específica (SE) que foi maior para o TH\_MMKL que para o TN\_MMKL, tanto na condição não envelhecida como envelhecida por 50 ciclos de imersão e secagem. Ainda neste contexto, o TH\_MMKL teve uma perda de 40% da SE após o envelhecimento acelerado, enquanto o TN\_MMKL teve uma perda de 73% ao ser envelhecido. Indicando a eficiência de um tecido em relação ao outro no que tange a capacidade de suportar maiores deformações antes de romper.

Em termos de resistência na flexão (MOR), o tecido hornificado não influenciou nesta propriedade. Neste quesito, a matriz modificada por metacaulinita foi a responsável por gerar os melhores compósitos, promovendo melhorias significativas nas propriedade de MOR e SE. Este resultado pode ser atribuído ao fato desta matriz ser livre do hidróxido de cálcio, não ocasionando a degradação das fibras após 50 ciclos de envelhecimento acelerado. No que se refere à adesão fibra matriz, é necessário estudar uma quantidade de ciclos de hornificação que possibilite ao tecido absorver significativamente menos água, ou utilizar outro tratamento para melhorar esta característica, e desta forma, poder enquadrar estes compósitos em uma categoria de MOR mais elevada, segundo critério de classificação de placas planas cimentícias sem amianto da NBR 15498.

## 5 AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à CAPES e CNPQ pelo suporte financeiro, assim como ao Laboratório de Análises Mineraias da CPRM, Laboratório de Construções e Ambiente FZEA/USP, laboratórios da Faculdade de Tecnologia e de Difração de Raios X da Faculdade de Geociências da UFAM, Laboratório de Engenharia de Materiais do IFAM, à Empresa Industrial de Juta S/A e à BrasJuta da Amazônia S/A.

## 6 REFERÊNCIAS

- [1] Kajaste, R., Hurme, M., 2016. Cement industry greenhouse emissions – management options and abatement cost. *Journal of Cleaner Production* 112, p. 4041-4052.
- [2] Vargas, J., Halog, A., 2015. Effective carbon emission reductions from using upgraded fly ash in the cement industry. *Journal of Cleaner Production* 103, p. 948-959.
- [3] Gao, T., Shen, L., SHEN, M., LIU, L., CHEN, F., GAO, L., 2017. Evolution and projection of CO<sub>2</sub> emissions for China's cement industry from 1980 to 2020. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 74, p. 522-537.
- [4] K.L. Mok, S.H. Han, S. Choi, The implementation of clean development mechanism (CDM) in the construction and built environment industry, *Energy Policy* 65 (2014) 512–523.
- [5] Wei, J., Meyer, C., 2015. Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites. *Cement and Concrete Research* 73, p. 1-16.
- [6] Santos, S. F., Tonoli, G. H. D., Ballesteros, J. E. M., Fiorelli, J., Savastano Jr., H., 2015. Non-conventional cement-based composites reinforced with vegetable fibers: A review of strategies to improve durability. *Materiales de Construcción* 65, n. 317.
- [7] Soroushian, P., Won, J. P., Hassan, M., 2012. Durability characteristics of CO<sub>2</sub>-cured cellulose fiber reinforced cement composites. *Construction & Building Materials* 34, p. 44–53.
- [8] Ishizaki, M.H., Visconte, L.L.Y., Furtado, C.R.G., Leite, M.C.A.M., Leblanc, J.L., 2006. Caracterização mecânica e morfológica de compósitos de polipropileno e fibras de coco verde: influência do teor de fibra e das condições de mistura. *Polímeros* 16, p. 182–186.
- [9] Defoirdt, N., Biswas, S., Vriese, L., Tran, L. Q. N., Acker, J. V., Ahsan, Q., Gorbatikh, L., Vuure, A. V., Verpoest, I., 2010. Assessment of the tensile properties of coir, bamboo and jute fibre. *Composites: Part A* 41, p. 588-595.
- [10] Chung, D.D.L., 2005. Dispersion of short fibers in cement. *J. Mater. Civ. Eng.* 17, 379–383.

- [11] Tonoli, G. H. D., Savastano Jr., H., Santos, S.F., Dias, C. R. M., John, V. M., Lahr, F. A. R., 2011. Hybrid Reinforcement of Sisal and Polypropylene Fibers in Cement-Based Composites. *Jornal of Materials in Civil Engineering* 23, n. 2, p. 177-187.
- [12] Ballesteros, J. E. M., Santos, S. F., Mámol, G., Savastano, H. Jr., 2015. Evaluation of cellulosic pulps treated by hornification as reinforcement of cementitious composites. *Construction & Building Materials* 100, p. 83–90.
- [13] Peled, A., Bentur, A., 2000. Geometrical Characteristics and Efficiency of Textile Fabrics for Reinforcing Cement Composites. *Cement and Concrete Research* 30, p. 781-790.
- [14] Soranakom, C., Mobasher, B., 2009. Geometrical and Mechanical Aspects of Fabric Bonding and Pullout in Cement Composites. *Materials and Structures* 42, p. 765 – 777.
- [15] Fidelis, M. E. A., Silva, F. A., Toledo Filho, R. D., 2014. The influence of fiber treatment on the mechanical behavior of jute textile reinforced concret. *Key engineering materials* 600, p. 469-474.
- [16] Agopyan, V., Savastano, H. Jr., John, V. M., Cincotto, M.A., 2005. Developments on vegetable fibre–cement based materials in São Paulo, Brazil: an overview. *Cement and Concrete Composites* 27, p. 527-536.
- [17] Gram, H. E., 1983. Durability of natural fibres in concrete. *Swedish Cement and Concrete Research Institute S-100* 44, pp.1-255.
- [18] Toledo Filho, R. D., Scrivener, K., England, G. L., Ghavami, K., 2000. Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites. *Cement and Concrete Composites* 22, p. 127–143.
- [19] SM, S., 1985. Alkali resistance of some vegetable fibers and their adhesion with Portland cement. *Res. Indones* 15, p. 121–126.
- [20] Melo Filho, J. A., Silva, F. A., Toledo Filho, R. D., 2013. Degradation kinetics and aging mechanisms on sisal fibers cement composite systems. *Cement & Concrete Composites* 40, p. 30-39.
- [21] Marques, M. G. S., Melo Filho, J. A., Molina, J. C., Toledo Filho, R. D., Vasconcelos, R. P., Calil Júnior, C., 2014. Numerical-experimental assessment of the arumã fiber as reinforcement to the cementitious matrix. *Key Engineering Materials* 600, p. 460-468.
- [22] Fidelis, M. E. A., Toledo Filho, R. D., Silva, F. A., Mechtcherine, V., Butler, M., Hempel, S., 2016. The effect of accelerated aging on the interface of jute textile reinforced concrete. *Cement and Concrete Composites* 74, p. 7-15.
- [23] Richarson, I., Taylor, H. F. W. *Cement chemistry*, Third Edition, London, Institution of Civil Engineers, 2016.
- [24] Ayub, T., Khan, S. U., Memon, F. A., 2014. Mechanical characteristics of hardened concrete with different mineral admixtures: a review. *The Scientific World Journal*, p. 1-15.



- [25] Marques, M. G. S. Study and mechanical properties and durability of the cementation composites reinforced with amazon fiber. Thesis of Doctorate Degree in Structural Engineering, Engineering Scholl, University of São Paulo, São Carlos, Brazil, 2015. (In Portuguese).
- [26] Claramunt, J., Ardanuy, M., García-Hortal, J. A., 2010. Effect of drying and rewetting cycles on the structure and physicochemical characteristics of softwood fibres for reinforcement of cementitious composites. *Carbohydrate Polymers* 79, p. 200-205.
- [27] Claramunt, J., Ardanuy, M., García-Hortal, J. A., Tolêdo Filho, R. D., 2011. The hornification of vegetable fibers to improve the durability of cement mortar composites. *Cement and Concrete Composites* 33, p. 586-595.
- [28] Ferreira, S. R., Lima, P. R. L., Silva, F. A., Toledo Filho, R. D., 2012. Effect of sisal fiber hornification on the adhesion with Portland cement matrices,. *Revista Matéria* 17, n. 2, p. 1024-1034.
- [29] Ballesteros, J. E. M., Fiorelli, J., Savastano Jr., H., Vidil, L., 2015. Evaluation of the Effect of Drying and Rewetting Cycles in Eucalyptus Pulps. *IACSIT International Journal of Engineering and Technology* 7, n. 5.
- [30] Ferreira, S. R., Silva, F. A., Lima, P. R. L., Toledo Filho, R. D., 2017. Effect of hornification on the structure, tensile behavior and fiber matrix bond of sisal, jute and curauá fiber cement based composite systems. *Construction & Building Materials* 139, p. 551-561.
- [31] Ballesteros, J. E. M., Santos, V., Mámol, G., Frías, M., Fiorelli, J., 2017. Potential of the hornification treatment on eucalyptus and pine fibers for fiber-cement applications. *Cellulose* 24, p. 2275-2286.
- [32] Weise, U., 1998. Hornification – mechanisms and terminology. *Paperi Ja Puu* 80, p. 110–115.
- [33] American Society for Testing and Materials. ASTM C150/C150M – 16: Standard Specification for Portland Cement. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016.
- [34] T UM 256, Water Retention Value (WRV), 2015.
- [35] American Society for Testing and Materials. ASTM D3822/D3822M-14: Standard Test Method for Tensile Properties of Single Textile Fibers. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014.
- [36] Fidelis, M. E. A., Pereira, T. V. C., Gomes, O. F. M., Silva, F. A., Toledo Filho, R. D., 2013. The effect of fiber morphology on the tensile strength of natural fibers. *Jornal of Materials Research & Technology* 2, p. 149-157.
- [37] Calmon, J. L., Tristão, F. A., Giacometti, M., Meneguelli, M., Moratti, M., Teixeira, J. E. S. L., 2013. Effects of BOF steel slag and other cementitious materials on the rheological properties of self-compacting cement pastes. *Construction and Building Materials* 40, p. 1046-1053.

- [38] American Society for Testing and Materials. ASTM C 948-81: Standard Test Method for Dry and Wet Bulk Density, Water Absorption and Apparent Porosity of Thin Sections of Glass-Fiber Reinforced Concrete. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2009.
- [39] Reunion internationale des laboratoires d'essais et des recherches sur les matériaux et les constructions (rilem). rilem 49tfr: testing methods for fibre reinforced cement-based composites, *Matériaux et Constructions* 17 (1984) 441–456.
- [40] Savastano Jr, H., Warden, P. G., Coutts, R. S. P., 2000. Brazilian waste fibres as reinforcement for cement-based composites. *Cement and Concrete Composites* 22, p. 379-384.
- [41] Tonoli, G. H. D., Santos, S.F., Joaquim, A. P., Savastano Jr., H., 2010. Effect of Accelerated Carbonation on Cementitious Roofing Tiles Reinforced with Lignocellulosic Fibre. *Construction and Building Materials* 24, n. 2, p. 193-201.
- [42] European Standard. EN 494: Standard Test Method for Fibre-Cement Profiled Sheets and Fittings for Roofing - Products Specification and Test Methods. British Standards Institution, London, UK, 1994.
- [43] Correia, V.C., Santos, S.F., Mármod, G., Curvelo, A.A., Savastano Jr., H., 2014. Potential of bamboo organosolv pulp as a reinforcing element in fiber-cement materials. *Construction and Building Materials* 72, p. 65-71.
- [44] NBR 5640, Standard. Structural Tile Fiber-Cement, Specification, 1995.
- [45] NBR 15498, Standard. Flat Non-asbestos Cementitious Sheet – Requirements and Test Methods, 2007.
- [46] C. Ackermann, L. Göttching, H. Pakarinen, Recycled fiber and deinking, in: L. Göttching, H. Pakarinen (Eds.) *Papermaking Science and Technology. Recycled Fiber and Deinking* (Book 7, pp. 359–438), Finland, Finnish Paper Engineers' Association, 2016.
- [47] A. Arbelaz, B. Fernández, J.A. Ramos, I. Mondragon, Thermal and crystallization studies of short flax fibre reinforced polypropylene matrix composites: effect of treatments, *Thermochim. Acta* 440 (2006) 111–121.

## 4 RESULTADOS COMPLEMENTARES

### 4.1 Morfologia e tração direta do tecido de juta e malva

As micrografias mostradas na Figura 16 foram realizadas na superfície longitudinal das fibras e do cordão do tecido natural e hornificado. Conforme é observado, a fibra da Figura 16 (b) possui a superfície alterada em relação a Figura 16 (a), provavelmente ocasionado pelo tratamento por hornificação, onde se confirma o que diz a literatura, que a hornificação promove um colapso na estrutura da fibra sem prejudicar sua resistência, induzindo às fibras à reterem menor quantidade de água (BALESTEROS *et al.*, 2015; FERREIRA *et al.*, 2017). Essa percepção seria melhor observada com uma visualização da seção transversal da fibra, onde se notaria a redução da área de seção transversal por meio da diminuição dos lumens e da espessura das paredes, conforme relatado por Ferreira *et al.* (2012, 2017) e Fidelis *et al.* (2013).

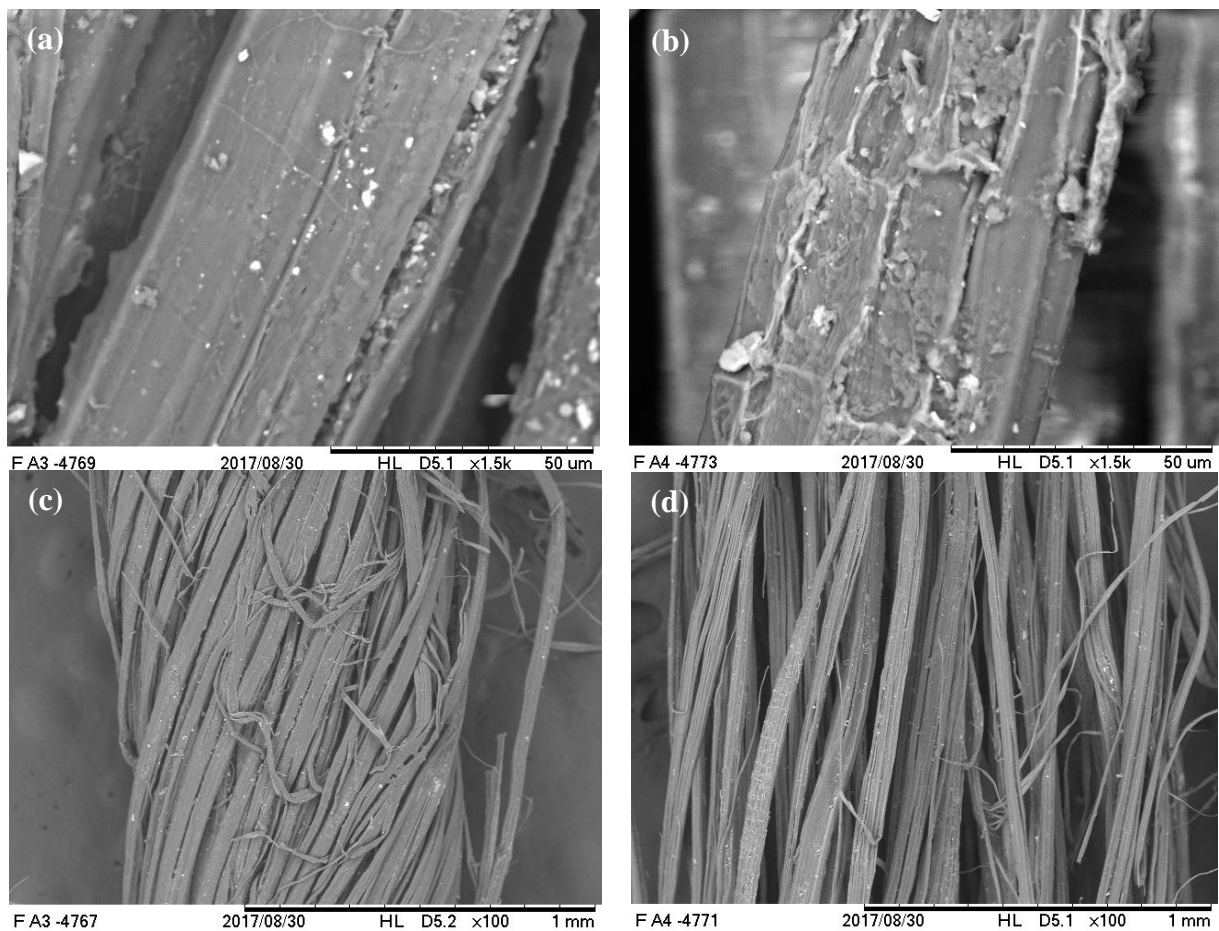


Figura 16: Micrografias do tecido natural e hornificado de juta e malva (a) vista de uma fibra do tecido natural em secção longitudinal; (b) vista de uma fibra do tecido hornificado em secção longitudinal; (c) cordão do tecido natural; (d) cordão do tecido hornificado.

Os pontos brilhosos visualizados nas imagens de (a) a (d) da Figura 16, podem estar associados aos polissacarídeos normalmente depositados na parede celular das fibras (trata-se de uma camada protetora natural das fibras vegetais) (MARQUES, 2015). Também podem estar relacionados ao uso da oleína de palma, aplicada às fibras (pela indústria) antes de iniciar o processo de fabricação do tecido de juta e malva. Sendo um ou outro dos elementos citados, o fato é que por serem materiais oleosos podem prejudicar na aderência entre as fibras e a matriz cimentícia, quando aplicado em materiais compósitos.

No que se refere à caracterização mecânica do tecido mencionado a Figura 17 apresenta as curvas força x deformação específica do tecido de juta e malva obtida por meio do ensaio de tração direta.

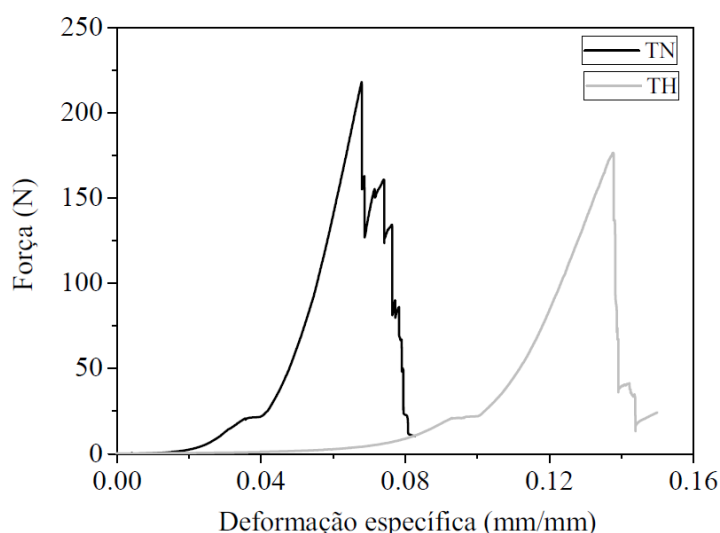


Figura 17: Micrografias do tecido natural e hornificado de juta e malva.

As curvas força x deformação para o tecido de juta e malva natural (TN) e hornificado (TH) apresentam comportamentos similares até alcançarem a força máxima. Primeiro a curva cresce até um determinado valor de força onde permanece constante ao longo de uma discreta variação de deformação, em seguida continua ascendendo até o momento da ruptura, onde a força decresce rapidamente e em seguida ocorre uma recuperação da capacidade de suporte de carga. Os intervalos de recuperação e decréscimo na força ocorrem com maior frequência e são mais perceptíveis no gráfico para o tecido natural. Para o tecido tratado, verifica-se uma descendência brusca da curva com uma ligeira recuperação em um baixo valor de força, caracterizando o ganho de rigidez após o processo de hornificação (FERREIRA *et al.*, 2017). Comportamento semelhante foi encontrado por Fidelis *et al.* (2013) para o tecido de juta sem tratamento e por Ferreira *et al.* (2017) para fibra de juta não tratada e

tratada por hornificação. No entanto, nesta última pesquisa, a fibra de juta após 5 e 10 ciclos de hornificação, suportou maiores cargas que a fibra natural, o que não foi observado no presente trabalho, onde o tecido hornificado por 10 ciclos suportou carga 24% a menos que o tecido natural.

## 4.2 Análise estatística

### 4.2.1 Pastas cimentícias

As Tabelas 4 a 6 apresentam os resultados estatísticos referentes às resistências à compressão das pastas fabricadas (P-REF, P16-SCCA e P-MKL) para 3, 7 e 28 dias de cura. Os testes de validação da ANOVA e sua aplicação propriamente dita foram realizados separadamente, primeiro para o conjunto de resultados das resistências aos 3 dias, depois para o de 7 dias e por último de 28 dias.

Tabela 4: Resistência à compressão das pastas REF para os tempos de cura estudados.

<b>Propriedades</b>	<b>3 DIAS (MPa)</b>	<b>7 DIAS (MPa)</b>	<b>28 DIAS (MPa)</b>
$\bar{x}$	49,74	67,30	61,12
DP (%)	4,75%	3,37%	4,02%
Mín.	46,30	63,10	53,10
Máx.	59,10	73,00	63,60

Tabela 5: Resistência à compressão das pastas com 16% de substituição de CP por SCCA para os tempos de cura estudados.

<b>Propriedades</b>	<b>3 DIAS (MPa)</b>	<b>7 DIAS (MPa)</b>	<b>28 DIAS (MPa)</b>
$\bar{x}$	56,84	69,84	73,38
DP (%)	6,51%	4,51%	2,33%
Mín.	49,10	63,60	71,00
Máx.	67,10	76,30	77,20

Tabela 6: Resistência à compressão das pastas com 40% de substituição de CP por MKL para os tempos de cura estudados.

<b>Propriedades</b>	<b>3 DIAS (MPa)</b>	<b>7 DIAS (MPa)</b>	<b>28 DIAS (MPa)</b>
$\bar{x}$	41,98	62,08	61,18
DP (%)	2,91%	3,92%	4,02%
Mín.	38,50	58,40	54,40
Máx.	46,70	69,70	66,70

A Tabela 7 apresenta os resultados da validação da ANOVA, os quais são comparados com àqueles da propriedade mecânica das pastas P0, PSCCA e PMKL. Os P-valores superiores a 5% encontrados a partir dos testes de Anderson-Darling (AD) e de Bartlett (BT) para a resistência à compressão (Tabela 7) validam o modelo de ANOVA. Isto infere que os

valores de resistência seguem o padrão de uma distribuição normal e que as variâncias entre os tratamentos (P-REF, P16-SCCA e P40-MKL) são iguais para os três tempos de cura. Esta mesma interpretação pode ser inferida dos gráficos de normalidade e homogeneidade (Figura 18) para a propriedade mecânica de todos os tratamentos aos 28 dias de cura.

Tabela 7: Resultados da validação e da ANOVA para as pastas P0, PSCCA e PMKL.

Propriedade	Tempo cura	Validação		ANOVA
		AD	BT	
RC	3 dias	0,290	0,256	0,000
	7 dias	0,697	0,826	0,012
	28 dias	0,129	0,458	0,000

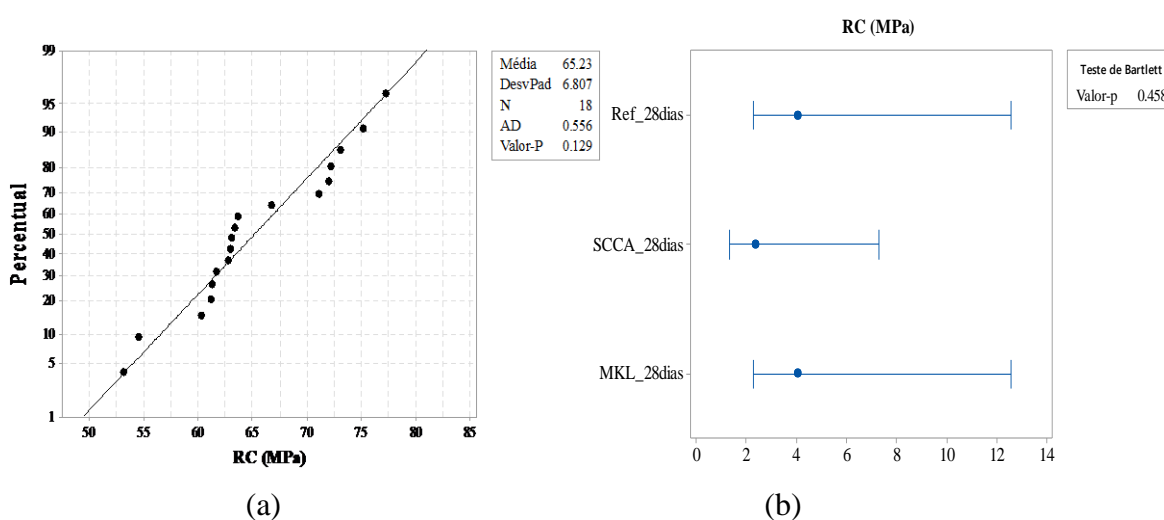


Figura 18: Resultados do teste de normalidade (a) e de homogeneidade de variâncias (b) para a resistência à compressão das pastas cimentícias aos 28 dias de cura.

A análise de variância apresentada na Tabela 7 (P-valor < 0,05) evidenciou que as substituições parciais do cimento pelas pozolanas testadas, influenciaram de forma significativa nos valores de resistência à compressão para os três tempos de cura estudados. Visto que houve significância entre as médias dos tratamentos, aplicou-se o teste de Tukey, onde os agrupamentos (Ag) juntamente com as médias ( $\bar{x}$ ) dos tratamentos são apresentados na Tabela 8.

Tabela 8: Resultados do teste de Tukey para avaliação do efeito de substituição parcial do cimento por pozolanas na propriedade de resistência à compressão.

Propriedade	Tempo cura	Estatística	Pastas cimentícias		
			P-REF	P16-SCCA	P40-MKL
RC	3 dias	Ag	A	A	B
		$\bar{x}$ (MPa)	49,74	56,84	41,98
	7 dias	Ag	AB	A	B
		$\bar{x}$ (MPa)	67,30	69,84	62,08
	28 dias	Ag	B	A	B
		$\bar{x}$ (MPa)	61,12	73,38	61,18

Da Tabela 8, observou-se que aos 3 dias de cura, as resistências médias das pastas P-REF e P16-SCCA apresentaram resultados estatisticamente equivalentes, enquanto da P40-MKL foi inferior às pastas mencionadas. Na idade de sete dias, houve manutenção nas resistências das pastas com MKL e com SCCA em relação à pasta de referência. Aos 28 dias de idade, as pastas P40-MKL e P-REF se mantiveram iguais estatisticamente, porém, a pasta com sílica apresentou-se superior 17% em relação às demais pastas. Estes resultados estão discutidos e representados graficamente na subseção 3.4 do Capítulo 2.

#### 4.2.2 Compósitos cimentícios

As Tabela 9 e 10 apresentam os valores estatísticos dos módulos de resistência (ruptura) de tração na flexão estática (MOR) dos compósitos ensaiados: (1) após cura úmida aos 28 dias, segundo os tratamentos T0 (MREF), T1 (TN\_MREF), T2 (TN\_MMKL) e T3 (TH\_MMKL); e (2) após envelhecimento acelerado, para os tratamentos T4 (TN\_MREF.ENV), T5 (TN\_MMKL.ENV) e T6 (TH\_MMKL.ENV). Ver Tabela 3, item 1.5 do Capítulo 1, referente à identificação das placas compósitas de referência, reforçada com tecido de juta e malva natural na matriz de referência, reforçada com tecido de juta e malva natural na matriz modificada por 40% de metacaulinita e à reforçada com tecido de juta e malva hornificado na matriz modificada por 40% de metacaulinita, respectivamente, para as condições não envelhecidas e envelhecidas.

Tabela 9: Módulo de resistência na flexão estática dos compósitos com fibras naturais e tratadas por hornificação, envelhecidos e não envelhecidos.

Tratamentos	T0	T1	T2	T3	T4	T5	T6
	MOR (MPa)	MOR (MPa)	MOR (MPa)	MOR (MPa)	MOR (MPa)	MOR (MPa)	MOR (MPa)
$\bar{x}$	8,75	6,45	6,58	6,57	6,04	5,99	6,37
DP (%)	0,02%	0,12%	0,24%	0,22%	1,22%	0,47%	0,32%
Mín.	8,73	6,31	6,30	6,40	5,22	5,66	6,10
Máx.	8,76	6,55	6,72	6,83	7,44	6,33	6,72

No que se refere à análise de variância (ANOVA), as condições experimentais delineadas influenciaram de forma significativa nos valores do módulo de ruptura na flexão (P-valor < 0,05). Os agrupamentos (Ag) e as médias ( $\bar{x}$ ) do teste de Tukey de um fator (condição experimental) são apresentados na Tabela 10.

Tabela 10: Resultados do teste de Tukey para avaliação do efeito do tratamento do tecido, da matriz e do envelhecimento acelerado nas propriedades mecânicas dos compósitos.

Propriedades	Estatística	Condições experimentais						
		T0	T1	T2	T3	T4	T5	T6
MOR	Ag	A	B	B	B	C	B	B
	$\bar{x}$ (MPa)	8,75	6,45	6,58	6,57	5,15	6,13	6,37

A Tabela 10 apresenta os resultados do MOR dos compósitos convencional (REF) e reforçados com tecido tratado (hornificação) e não tratadas (T3 e T6) e com tratamento da matriz por metacaulinita para efeito de comparação com a matriz de referência.

Em termos desta resistência mecânica, os tratamentos T1 ao T6 apresentaram resultados significativamente menores em relação ao T0 (matriz de referência), podendo ser explicado pela inadequada aderência entre os dois materiais (fibra-matriz cimentícia). Os ganhos das matrizes reforçadas estão ligados com a capacidade de deformação e suporte de altas cargas após sua primeira fissura (ver resultados do módulo de elasticidade no capítulo 3), enquanto a matriz sem reforço rompe logo após sua capacidade resistente de carga.

No que tange aos compósitos reforçados sem envelhecimento, ensaiados aos 28 dias de cura, observou-se que tanto a modificação da matriz por metacaulinita (T2) quanto o tratamento da matriz e do tecido simultaneamente (T3), tiveram resistências estatisticamente equivalentes.

Ao submeter estes compósitos a 50 ciclos de envelhecimento acelerado, houve redução significativa no valor do módulo de resistência para o compósito reforçado com



tecido natural (sem tratamento) e com matriz de referência (T4), como era esperado, por motivo de degradação e instabilidade dimensional das fibras (redução de 20%). Estatisticamente, não houve diferença significativa na resistência (MOR) dos materiais não envelhecidos para os envelhecidos com a seguinte configuração: compósitos com tecido não tratado e matriz modificada (T5) e com tecido e matriz tratados (T6).

Comparando-se apenas os compósitos envelhecidos, também foi verificado uma redução estatisticamente significativa entre o módulo de ruptura do tratamento T4 e os tratamentos T5 e T6, respectivamente, compreendendo-se que houve eficiência dos tratamentos (matriz e tecido). Estes resultados estão explicados, discutidos e representados graficamente na subseção 3.2 do Capítulo 3.

## CONCLUSÕES E SUGESTÕES

Das análises realizadas a partir dos resultados obtidos nos ensaios descritos na presente pesquisa, algumas conclusões podem ser formuladas, dentre elas, destacam-se àquelas fundamentais:

Com relação a seleção e caracterização das matérias-primas dos compósitos:

- a) a argila caulinítica estudada confirmou o potencial para fabricação da metacaulinita (MKL), evidenciado pela difração de raios X (DRX) e pela análise termogravimétrica. A primeira técnica apontou expressiva parte da estrutura do material como amorfa, não mais sendo identificada a estrutura cristalina da caulinita observada no solo. A termoanálise não indicou para a argila calcinada o pico endotérmico verificado para a argila *in natura*, confirmando a transformação dos minerais;
- b) do processo de extração da sílica das cinzas da casca do arroz (SCCA) foi constatado sua amorficidade pelo DRX que apresentou formação *halo* em torno do ângulo de 22° de Bragg, ambas pozolanas apresentaram sílica e alumina amorfas;
- c) no tocante a caracterização física dos materiais cimentícios, a sílica apresentou distribuição granulométrica mais aproximada ao cimento que a metacaulinita, no entanto, a compacidade da MKL foi mais eficiente que a da SCCA, em relação à compacidade determinada para o cimento.
- d) o tecido de juta e malva após o tratamento por 10 ciclos de hornificação não apresentou mudança significativa na retenção de água, porém mostrou redução de 24 % da resistência à tração em relação ao tecido natural. Este fato pode estar associado ao novo arranjo estrutural das cadeias de celulose após a ciclagem, evidenciado pela maior perda de massa para o tecido tratado, observado pelos picos das curvas TG/DTG referentes à celulose.

A definição da matriz empregada nos compósitos cimentícios reforçados com tecido de juta e malva foi pautada nos resultados da análise termogravimétrica:

- a) a metacaulinita teve melhor performance ao nível de 40% de substituição parcial do cimento, visto que não apresentou hidróxido de cálcio aos 28 dias de idade. Uma matriz com menor consumo de cimento é favorável não apenas às fibras orgânicas naturais, que sofrem degradação em meio alcalino, mas também ao

desenvolvimento limpo, uma vez que a produção de cimento emite expressiva quantidade de CO<sub>2</sub> para a atmosfera. Além disso, a matriz apresentou comportamento reológico adequado ao preenchimento dos espaços vazios deixados na matriz pelo tecido.

- b) para a sílica xerogel (SCCA) é sugerida uma investigação com teores maiores de substituição aos estudados neste trabalho, visto que foi pequeno o percentual (em massa) de CH apresentado aos 28 dias de idade (2,51%), para a substituição de 16% deste material em relação a massa do cimento. Este resultado suscita a possibilidade de que um percentual de substituição maior que o mencionado e menor que o observado para a MKL (40%), seria necessário para produzir uma matriz 100% livre de hidróxido de cálcio utilizando esta pozolana.
- c) outra sugestão incide em aplicar a sílica com baixos níveis a outras finalidades, visto que pelas análises térmicas realizadas, apresenta alto valor de água quimicamente combinada com compostos químicos resistentes à compressão (RC), produzidos na hidratação do cimento (CSH, CASH e CAH). Conclusão constatada pelos resultados de resistência à compressão das matrizes cimentícias, onde a pasta com 16% de substituição parcial pelo cimento atingiu RC 17% maior que as pastas de referência e modificada por 40% de MKL.

A respeito do desenvolvimento, caracterização e durabilidade dos compósitos seguem as principais considerações:

- a) as placas compósitas foram moldadas por um sistema de ar comprimido, que somado a adequada reologia da matriz cimentícia foi possível preencher os espaços vazios deixados na matriz pelo tecido de juta e malva, sendo um método eficiente para a produção de compósitos cimentícios têxteis.
- b) Com relação a caracterização mecânica de tração na flexão dos compósitos reforçados com duas camadas de tecido sem tratamento e tratado por hornificação foi observado que somente para o compósito com tecido hornificado houve formação de múltiplas fissuras no terço médio. As demais condições experimentais (placas reforçadas com tecido não tratado e com matriz de referência e modificada por 40% de metacaulinita) tiveram comportamento padrão de dupla fissuração. O tratamento do tecido foi benéfico no tocante à tenacidade, observado pelo aumento de 36% da energia específica deste compósito em relação ao reforçado com tecido

natural. Não foi verificado aumento significativo na tensão última, avaliado ao nível de 5% de probabilidade pela análise de variância.

- c) a redução da resistência à tração do tecido após hornificado não influenciou na resistência à tração na flexão dos compósitos com tecido tratado, se comparado ao compósito reforçado com tecido natural e a mesma matriz (40% de MKL). Isto foi analisado estatisticamente conforme descrito no item anterior.
- d) a durabilidade dos compósitos estudados foi avaliada por meio do envelhecimento acelerado, aplicando 50 ciclos de molhagem e secagem. As consequências negativas do processo de envelhecimento foram mais agravantes no compósito de referência, onde a matriz era 100% alcalina. Na maioria destes, ocorreu ruptura frágil, com ínfima recuperação de energia e redução maior que 25% da resistência. Em contrapartida, na maioria dos compósitos parcialmente modificados pela metacaulinita, houve bom desempenho mecânico, representado pela recuperação de 27 % e 60% da energia específica dos compósitos com tecido natural e hornificado, respectivamente. Houve também manutenção de seus módulos de ruptura (MOR).
- e) Na análise microestrutural dos compósitos modificados após os ciclos de envelhecimento, não foi verificado degradação das fibras, contudo foi observado desprendimento em algumas fibras da matriz, indício de baixa aderência fibra-matriz. Isto pode explicar o fato de não haver diferença significativa entre as resistências da matriz com MKL reforçada com tecido natural da matriz com tecido hornificado. Mesmo assim, os melhores resultados da durabilidade foram para este último compósito (modificado por MKL e reforçados com TH), devido principalmente à energia específica e formação de múltipla fissuração após o ensaio mecânico.

Apesar dos resultados encontrados, mais estudos devem ser realizados para melhor explicar o que ocorre na interface fibra hornificada – matriz. Para que este material seja viável tecnicamente, é necessário estudos mais aprofundados utilizando técnicas como o ensaio de arrancamento, melhoramentos e/ou adaptações na técnica de moldagem, estudos de diferentes ciclos de hornificação para o tecido destas fibras ou outro tratamento no reforço que propenda obter maior adesão entre os dois materiais.

No entanto, é sugerido para projetos futuros, a continuação do estudo de durabilidade química, empregando maior número de ciclos de imersão e secagem, bem como exposição ao

envelhecimento natural para a matriz com substituição do cimento por metacaulinita. A utilização de outras técnicas de caracterização da matriz como a porosimetria por intrusão de mercúrio, visando analisar a estrutura dos poros das placas compósitas submetidas ao envelhecimento acelerado e natural.

O aperfeiçoamento da técnica de moldagem aplicada neste trabalho compreende outra sugestão, pois contribuirá para adição de mais camadas do tecido de juta e malva, inclusive do tecido com trama mais fechada (1 mm de espessamento entre tramas) comercializado na região. Isto contribuirá para o aumento da resistência e ductilidade dos compósitos com matriz tratada por metacaulinita, visto que haverá um maior percentual de fibras como reforço da matriz. Outra opção que pode ser viável no procedimento de moldagem é a substituição da areia pelo pó de calcário como agregado inerte na mistura cimentícia.

## REFERÊNCIAS

AGROPALMA. Disponível em: < <http://www.agropalma.com.br/produtos/organicos/oleo-de-palma-organico-2> >. Acesso em 01 de outubro de 2017.

AGUIAR, A. S. Estudos das propriedades físicas e mecânicas de placas cimentícias reforçadas com fibras longas de malva. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Amazonas – PPGEC, Amazonas, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. *Agregado miúdo – Determinação da massa específica e massa específica aparente*, NBR NM 52, Rio de Janeiro, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. *Agregados - Determinação da composição granulométrica*, NBR NM 248, Rio de Janeiro, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. *Cimento Portland comum*, NBR 5732, Rio de Janeiro, 1991.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. *Concreto – procedimento para moldagem e cura de corpos de prova*, NBR 5738, Rio de Janeiro, 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. *Concreto – ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos*, NBR 5739, Rio de Janeiro, 2007.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - *Standard Test Method for Tensile Properties of Single Textile Fibers*, ASTM D3822/D3822M-14, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014.

BALLESTEROS, J. E. M. *et al.* “Evaluation of cellulosic pulps treated by hornification as reinforcement of cementitious composites”. *Construction and Building Materials*, v. 100, pp. 83-90, 2015.

BELCHIOR, W. M. Avaliação das propriedades físicas e mecânicas de microconcretos com substituição parcial do cimento por resíduos cerâmicos. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Amazonas – PPGEC, Amazonas, 2017.

BELMONTE, E. P. Espectroscopia por fluorescência de raios x por reflexão total: um estudo simulado utilizando o método de Monte Carlo. Dissertação de Mestrado em Ciências de Energia Nuclear. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COOPE, Rio de Janeiro, 2005.

BLEDZKI, A. K., GASSAN, J. “Composites reinforced with cellulose based fibres”. *Progress in polymer science*, v. 24, pp. 221-274, 1999.

BRAMESHUBER, W. *et al.* 2006, *Textile Reinforced Concrete - State-of-the-Art Report of RILEM TC 201-TR*, Ed. W. Brameshuber.

CASTRO, A. L., PANDOLFELLI, V. C. “Revisão: Conceitos de dispersão e empacotamento de partículas para a produção de concretos especiais aplicados na construção civil”. *Cerâmica*, v. 55, pp. 18-32, 2009.

CLARAMUNT, J., ARDANUY, M., GARCÍA-HORTAL, J. A. “Effect of drying and rewetting cycles on the structure and physicochemical characteristics of softwood fibres for reinforcement of cementitious composites”. *Carbohydrate Polymers*, v. 79, pp. 200-205, 2010.

CANEVAROLO Jr., S. V. *Ciência dos Polímeros*. Artliber Editora Ltda. São Paulo, 2006.

COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO - CONAB. Disponível em: < <http://www.conab.gov.br> >. Acesso em 05 maio 2015.

CORDEIRO, G. C., Utilização de cinzas ultrafinas do bagaço de cana-de-açúcar e da casca de arroz com aditivos minerais em concreto. Tese de doutorado. Universidade Federal do Rio de Janeiro – COPPE, Rio de Janeiro, 2006.

DE LARRARD, F. *Concrete mixture proportioning: a scientific approach*. E & FN Spon. London, 1999.

DEFOIRDT, N. *et al.* “Assessment of the Tensile Properties of Coir, Bamboo and Jute Fibre”. *Composites: Part A*, v. 41, pp. 588–595, 2010.

DITTENBER, D. B., GANGARAO, H. V. S. “Critical Review of Recent Publications on Use of Natural Composites in Infrastructure”, *Composites: Part A*, Article in Press, 2012.

EUROPEAN STANDARD - *Standard Test Method for Fibre-Cement Profiled Sheets and Fittings for Roofing - Products Specification and Test Methods*, EN 494, British Standards Institution, London, UK, 1994.

FEITOSA, B. A.; GIACON, V. M.; VASCONCELOS, R. P. Otimização do processo hidrotérmico de extração da sílica presente nas cinzas da casca do arroz e caracterização do efluente ácido gerado. *Fifth amazon green materials*, Manaus, Amazonas, 2014.

FERREIRA, S. R. *et al.* “Effect of sisal fiber hornification on the adhesion with Portland cement matrices”. *Revista Matéria*, v. 17, pp. 1024-1034, 2012.

FERREIRA, S. R. *et al.* “Effect of hornification on the structure, tensile behavior and fiber matrix bond of sisal, jute and curauá fiber cement based composite systems”. *Construction and Building Materials*, v. 139, pp. 551-561, 2017.

FIDELIS, M. E. A. Desenvolvimento e caracterização mecânica de compósitos cimentícios têxteis reforçados com fibras de juta. Tese de doutorado. Universidade Federal do Rio de Janeiro – COPPE, Rio de Janeiro, 2014.

FIDELIS, M. E. A. *et al.* “The effect of fiber morphology on the tensile strength of natural fibers”. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 2, pp. 149-157, 2013.

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 engineering materials*, v. 600, pp. 469-474, 2014.

FIDELIS, M. E. A. *et al.* “The effect of accelerated aging on the interface of jute textile reinforced concrete”. *Cement and Concrete Composites*, v. 74, pp. 7-15, 2016.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS – FAO. Disponível em: < <http://www.fao.org>>. Acesso em 05 maio 2014.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS – FAO. [http://www.fao.org/fileadmin/templates/est/COMM\\_MARKETS\\_MONITORING/Jute\\_Hard\\_Fibres/Documents/STAT\\_BULL\\_2014.pdf](http://www.fao.org/fileadmin/templates/est/COMM_MARKETS_MONITORING/Jute_Hard_Fibres/Documents/STAT_BULL_2014.pdf). Acesso em 20 agosto 2017.

FORMAGINI, S. Dosagem científica e caracterização mecânica de concretos de altíssimo desempenho, Tese de doutorado. Universidade Federal do Rio de Janeiro – COPPE, Rio de Janeiro, 2005.

GIL, A. C. Como elaborar projetos de pesquisa. 4. ed. São Paulo: Atlas S.A., 2002.

GIL, A. C. Métodos e Técnicas de Pesquisa Social. 6ª edição. São Paulo. Editora Atlas S.A, 2008.

GRAM, H. E. “Durability of natural fibres in concrete”. Swedish Cement and Concrete Research Institute. S-100 44 Stockholm, CBI Fo 1:83, pp.1-255, 1983.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA – IBGE. Disponível em: <http://www.ibge.gov.br> . Acesso em 05 maio 2014.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA – IBGE. Produto interno bruto dos municípios 2005-2009. Disponível em: <http://www.ibge.gov.br> . Acesso em 18 junho 2012.

INSTITUTO DE DESENVOLVIMENTO AGROPECUÁRIO E FLORESTAL SUSTENTÁVEL DO ESTADO DO AMAZONAS – IDAM. Gráficos das culturas de Coari-Am. 2012.

JOHN, M. J., ANANDJIWAL, R. D. “Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites”. *Polymer Composites*, pp. 187-207, 2008.

KALAPATHY, U.; PROCTOR, A., SHULTZ, J. Silica xerogels from rice hull ash: structure, density and mechanical strength as affected by gelation pH and sílica concentration. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, vol. 75, p 464 – 468, 2000.

LIMA, S. P. B. Estudo da produção e aplicação em pastas cimentícias de sílica gel proveniente das cinzas da casca de arroz. Dissertação de mestrado. PPGEC/UFAM. Manaus, 2009.



LEWIN, M. Handbook of Fiber Chemistry. Edited by Menachem Lewin, Third Edition, International Fiber Science and Technology, CRC 1.056 Pages, Press 2006.

LIMA, S. P. B. *et al.* Production of silica gel from residual rice husk ash. *Química Nova*, n.01, p. 71-75, 2011.

MARTIN, A.R.; MARTINS, M. A.; MATTOSO, L.H.C.; SILVA, O.R.R.F.; *Polímeros*. 19, 1 (2009).

MAILVAGANAM, N. Admixture compatibility in special concretes. Gramado. In: International conference on high-performance concrete, and performance and quality of concretes structures. 3. Proceedings. pp. 615-633. 1999.

MALHOTRA, V. M., MEHTA, P. K., *Pozzolanic and cementitious materials*, 1 ed., Amsterdam, Gordon and Brach Publishers, 1996.

MARANGON, E., Caracterização material e estrutural de concretos autoadensáveis reforçados com fibras de aço. Tese de doutorado. Universidade Federal do Rio de Janeiro – COPPE, Rio de Janeiro, 2011.

MARGEM, J. I. *et al.* Pullout Tests Behavior of Polyester Matrix Reinforced with Malva Fiber. *Materials Science Forum*, v. 869, p. 371-376, 2016

MARQUES, M. G. S. Caracterização das Propriedades da Fibra Vegetal de Arumã para Aplicação como Reforço à Matriz Cimentícia. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Amazonas. Manaus, 2009.

MARQUES, M. G. S. *et al.* “Numerical-Experimental Assessment Of The Arumã Fiber As Reinforcement To The Cementitious Matrix”. *Key Engineering Materials*, v. 600, PP. 460-468, 2014.

MARQUES, M. G. S. Estudo das Propriedades Físicas e Mecânicas e da Durabilidade de Compósitos Cimentícios Reforçados com Fibra Amazônica. Tese de doutorado. Universidade de São Paulo. São Carlos. 2015.

MELO FILHO, J. A. Desenvolvimento e caracterização de laminados cimentícios reforçados com Fibras Longas de Sisal. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Rio de Janeiro – COPPE. Rio de Janeiro, 2005.

MELO FILHO, J. A. Durabilidade química e térmica e comportamento mecânico de compósitos de alto desempenho reforçados com fibras de sisal. Tese de doutorado. Universidade Federal do Rio de Janeiro – COPPE, Rio de Janeiro, 2012.

MELO FILHO, J. A.; SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D. “Degradation kinetics and aging mechanisms on sisal fibers cement composite systems”. *Cement & concrete composites*, v. 40, pp. 30-39, 2013.

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO – MAPA. Disponível em: < <http://www.agricultura.gov.br/assuntos/camaras-setoriais-tematicas/documentos/camaras-setoriais/fibras-naturais/anos-anteriores/estatistica-e-perspectiva-juta-malva.pdf/view> >. Acesso em 19 setembro 2017.

- MONTE, R. Avaliação de metodologias de ensaio destinadas à verificação da eficiência de aditivos superplastificantes em pastas de cimento *Portland*. Dissertação de mestrado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.
- OLIVEIRA, I. R. C. Propriedades mecânicas, físicas e químicas de compósitos cimentícios reforçados com fibras longas de juta e malva. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Amazonas – PPGEC, Amazonas, 2013.
- RONCERO, J., Effect of Superplasticizers on the Behavior of Concrete in the Fresh and Hardened State: Implications for High Performance Concrete. Doctoral Thesis. Universitat politècnica de Catalunya, Barcelona, Spain, 2000.
- SABIR, B.B., WILD, S., BAI, J. “Metakaolim and calcined clays as pozzolanas for concrete: a review”. *Cement and Concrete Composites*, v. 23, pp. 441-454, 2001.
- SAVASTANO Jr. H. Sistema de cobertura para construção de baixo custo: uso de fibras vegetais e de outros resíduos agroindustriais. 2000. 144p. Tese (Livre-docência) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.
- SATYANARAYANA, K. G., GUIMARÃES, J.L., WYPYCH, F. *Composites Part A*, v. 38, pp. 1694-1709, 2007.
- SILVA, A. C., Estudo da durabilidade de compósitos reforçados com fibras de celulose. Dissertação de mestrado. Departamento de Engenharia de Construção Civil/EPUSP. – São Paulo, 2002.
- TAYLOR, H. F. W. *Cement chemistry*. Academic Press. London, 1990.
- THOMAS, S., *et al.* 2011, “Natural Fibres: Structure, Properties And Applications”. *Cellulose Fibers: Bio and Nano Polymer Composites – Green Chemistry and Technology*. Springer-Verlag. Edited by KALIA, S., KAITH, B. S., KAUR, I.
- WEI, J., MEYER, C. “Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites”, *Cement and Concrete Research*, v. 73, pp. 1-16, 2015.
- ZIMMERMANN, T., POHLER, E., GEIGER, T. “Cellulose Fibrils for Polymer Reinforcement”, *Advanced Engineering Materials*, v. 6, pp. 754-761, 2004.

**APÊNDICE**

**APÊNDICE A - RELATÓRIO DE VISITA TÉCNICA**

**DAIANA GÓES CAVALCANTE**

**RELATÓRIO 1 – VISITA TÉCNICA ÀS COMUNIDADES RURAIS DO  
MUNICÍPIO DE COARI-AM**

Coari, 24 de setembro de 2014

## 1 INTRODUÇÃO

O presente relatório tem como objetivo registrar a coleta de informações obtida na primeira visita técnica desta pesquisa, realizada às comunidades rurais do município de Coari, Amazonas, Brasil, com auxílio do Instituto de Desenvolvimento Agropecuário, Florestal e Sustentável do Amazonas (IDAM) a fim de conhecer o processo de plantio, colheita e beneficiamento primário das fibras de juta e malva produzidas pelas comunidades ribeirinhas do estado do Amazonas.

Na visita ao IDAM, localizado no referido município, obteve-se a informação de que até o presente momento, as comunidades estavam produzindo somente a fibra de malva e que a produção das fibras de juta havia reduzido substancialmente no município e em todo o estado. Ao realizar a visita em quatro comunidades do município de Coari e entrevistar os agricultores ribeirinhos, encontrou-se plantação de fibras em somente uma comunidade, a Vila de Trocaris, e particularmente a fibra de malva. Não houveram registros de plantações da fibra de juta, onde segundo os entrevistados, não optam por trabalhar com esta fibra, devido ao processo de colheita e beneficiamento primário levar mais tempo e ser mais trabalhoso comparado à fibra de malva.

## 2 VILA DO TROCARIS

A comunidade Vila do Trocaris, localizada à margem esquerda do rio Solimões (Figura 1), cerca de 40 minutos de lancha à zona urbana do município de Coari-Am, possui 402 habitantes, os quais segundo o Plano Diretor Participativo do Município de Coari (2007) sobrevivem principalmente por meio da pesca e cultivo de fibras de malva, grãos (milho), extrativismo (cacau) e hotaliças.

A entrevista aos ribeirinhos teve como objetivo conhecer o procedimento desde a plantação até o beneficiamento das fibras de juta e malva, que foram objetos da pesquisa proposta à dissertação de mestrado do Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil pela Universidade Federal do Amazonas (PPGEC/UFAM), visando aplicação como reforço em material cimentício para a construção civil.

Segundo relatos da visita técnica, verificou-se que o plantio das espécies de juta (*Corchorus capsularis*) e malva (*Ureta Lobata Lin*) é iniciado com a vazante do rio, em terras supersaturadas, destacando-se o fato de que a comunidade cultiva somente as fibras de malva, devido o procedimento de obtenção das fibras de juta ser mais demorado.

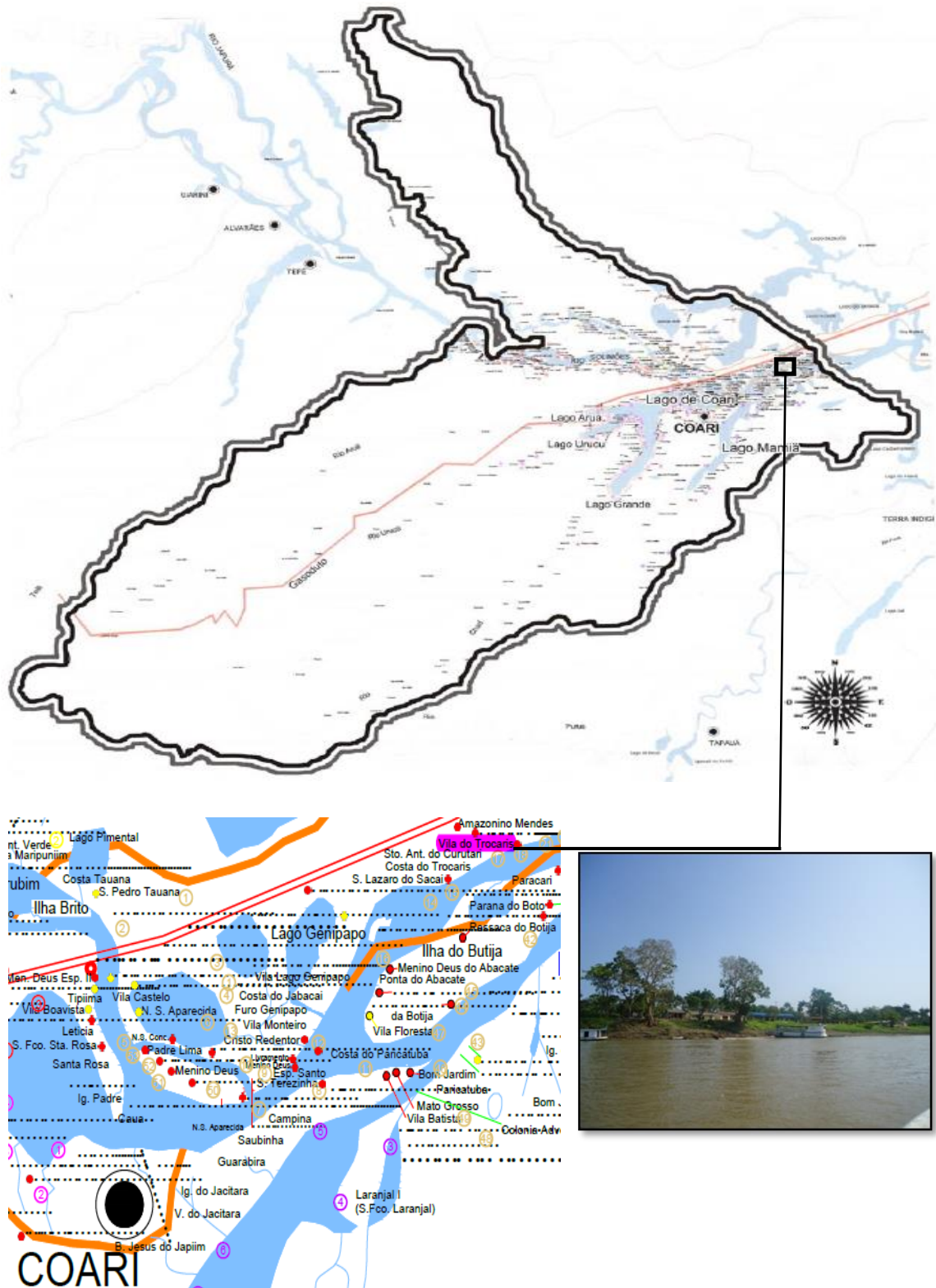


Figura 1: Localização da Vila do Trocaris em Coari-Am.  
 Fonte: Adaptado de IDAM (2005) e Plano diretor do município de Coari (2007).

O processo de plantação é realizado com as seguintes atividades:

- a) Limpeza das sementes e tratamento com água quente;
- b) Coloca-se as sementes previamente tratadas em sacas e posteriormente em cuias (recipiente natural obtido de uma árvore específica);
- c) Joga-se as sementes de malva nas terras de várzea de forma alinhada.

A experiência dos ribeirinhos revelam que o plantio dessas espécies inicia-se na vazante do rio que ocorre nos meses de agosto (segunda quinzena do mês) a outubro (até dia 15 aproximadamente), porém isso não é regra, há uma variação constante da natureza em relação a estas datas. Neste ano, no dia da visita técnica (24 de setembro de 2014) a plantação de malva estava completa (Figura 2) decorrente da vazante ter iniciado mais cedo.



Figura 2: Plantação de malva na Vila do Trocariz, em Coari, Amazonas.

A despeito da colheita das citadas fibras, é efetuada de acordo com a época em que o rio inicia a cheia, o que normalmente ocorre nos meses de janeiro a abril. Segundo o agricultor entrevistado, quanto mais tempo decorrer entre a vazante e a cheia do rio, maior será o valor de fibras produzidas (em peso), devido as plantas destas espécies (juta e malva) atingirem um maior crescimento, podendo alcançar até três metros de altura quando o período de colheita ocorre, após seis meses da época de plantação (Figura 3).



Figura 3: Planta de malva seca (esqueleto), aproximadamente 3 m de altura.

O procedimento da colheita e beneficiamento primário por parte das comunidades ribeirinhas está sumarizado abaixo:

- a) Realiza-se o corte da planta de malva, extraíndo-se os galhos e folhas que são posteriormente aproveitados como adubos para nova plantação. Dessa forma, é separado somente o “caule” da planta, o qual os ribeirinhos denominam “vara”.
- b) Organizam-se as varas formando-se feixes, que por sua vez são compostos por dez a trinta varas, dependendo do diâmetro destas, de forma que cada feixe produz em torno de 1,0 kg de fibra. Os produtores denominam este procedimento como “alerar as varas de malva”.
- c) A próxima atividade é a submerção dos feixes em água (rio), por aproximadamente oito dias, período no qual as fibras de malva tornam-se maleáveis, possibilitando a extração manual destas.
- d) As fibras de malva são retiradas dos feixes e dispostas em forma de carretel, posteriormente são estendidas em um varal previamente confeccionado para este destino, visando a secagem natural com o auxílio do sol. Ressalta-se que dependendo das condições climáticas de cada dia, o processo de secagem pode ocorrer ao longo de três dias ou mais.

- e) Após secagem natural, os carreteis de fibras são retiradas do varal e armazenadas em um local denominado paiol, onde, na sequência, são confeccionados os fardos manualmente prensados que pesam entre 80 a 100 kg (Figura 4).



Figura 4: Beneficiamento primário das fibras de juta e malva.

Após o procedimento apresentado, as fibras de juta e malva, beneficiadas primariamente pela comunidade ribeirinha, é comercializada no município de Coari-Am, onde a principal indústria local é uma filial da Empresa industrial de juta S/A, localizada no mesmo município. Lá as fibras são dispostas em fardos (Figura 5 a)) com o auxílio de uma máquina de prensagem (Figura 5 b)) visando posterior transporte para a indústria matriz na capital amazonense.



Figura 5: a) disposição das fibras de juta e malva em fardos; b) máquina de prensagem para sucessivo armazenamento em fardos.

### 3 INFORMAÇÕES COMPLEMENTARES

- Foram entrevistados o Sr. Daniel da comunidade São Lázaro de Sacaí e o Sr. Luís da comunidade da Vila do Trocaris; ambos proprietários de terrenos com cultivo de malva.



- As fibras de juta só possibilitam extração manual a partir de 18 dias submersas em água, motivo pelo qual os ribeirinhos não optam por cultivá-las.
- Com 50 kg de semente produz-se aproximadamente 5 t de fibras de malva.
- A comunidade ribeirinha denomina “repiquete” o período em que se inicia a vazante e a cheia do rio.

#### **4 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

INSTITUTO DE DESENVOLVIMENTO AGROPECUÁRIO E FLORESTAL SUSTENTÁVEL DO ESTADO DO AMAZONAS – IDAM. Mapa das Comunidades rurais do município de Coari-Am, 2005.

LEI COMPLEMENTAR MUNICIPAL Nº. 004, DE 30 DE JUNHO DE 2008 - Plano diretor participativo do município de Coari, 2008.

## APÊNDICE B - PROCESSO DE FABRICAÇÃO DOS TECIDOS DE JUTA E MALVA

As etapas do processo interno de beneficiamento das fibras de juta e malva da primeira indústria escolhida para a visita técnica, consiste no descrito na Figura A, onde segundo a direção da empresa, os produtos finais (tecidos ou telas) até então, eram constituídos com maiores proporções de fibras de malva que de juta.





Figura A – Processo industrial de Beneficiamento das fibras de juta e malva: (a) fardo das fibras provenientes da produção na zonal rural amazense; (b) codicionamento das fibras para desfiamento; (c) e (d) limpeza das fibras e início do processo de desfiamento; (e) finalização do processo de desfiamento e acondicionamento em bobinas; (f) produção dos cordões; (g) condicionamento dos cordões em carretéis menores; (h) transferência dos cordões dos carretéis menores para maiores; (i) fios engomados nos teares e preparação para a fabricação do tecido; (j) costura da trama (cordas horizontais) e fabricação do tecido.