



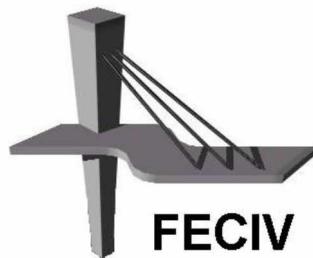
UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

**Dissertação DE MESTRADO**

**TRATAMENTO TERMOMECÂNICO E  
HIGRO-TERMOMECÂNICO DE FIBRAS DE  
BUCHA VEGETAL PARA APLICAÇÃO EM  
COMPÓSITOS COM MATRIZ CIMENTÍCIA**

**CRISTIANE PIRES**

**UBERLÂNDIA, 31 DE JULHO DE 2017**



**FACULDADE DE ENGENHARIA CIVIL  
Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil**



**CRISTIANE PIRES**

**TRATAMENTO TERMOMECÂNICO E  
HIGRO-TERMOMECÂNICO DE FIBRAS DE BUCHA  
VEGETAL PARA APLICAÇÃO EM COMPÓSITOS COM  
MATRIZ CIMENTÍCIA**

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia Civil da Universidade Federal de Uberlândia, como parte dos requisitos para a obtenção do título de **Mestre em Engenharia Civil**.

**Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr. <sup>a</sup> Leila Aparecida de Castro Motta**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)  
Sistema de Bibliotecas da UFU, MG, Brasil.

---

P667t  
2017

Pires, Cristiane, 1987-

Tratamento termomecânico e higro-termomecânico de fibra de bucha vegetal para aplicação em compósitos com matriz cimentícia / Cristiane Pires. - 2017.

132 f. : il.

Orientador: Leila Aparecida de Castro Motta.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil.

Inclui bibliografia.

1. Engenharia civil - Teses. 2. Fibrocimento - Teses. 3. Fibras vegetais - Teses. 4. Recursos naturais renováveis - Teses. I. Motta, Leila Aparecida de Castro. II. Universidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. III. Título.

---

CDU: 624



## ATA DA DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADÊMICO DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL - PPGEC

ATA Nº: 191/2017

**CANDIDATO:** Cristiane Pires

**Nº. Matrícula:** 11522ECV006

**ORIENTADOR:** Prof.ª Dr.ª Leila Aparecida de Castro Motta

**TÍTULO:** "Tratamento termomecânico de fibras de bucha vegetal para aplicação em matriz cimentícia".

**ÁREA DE CONCENTRAÇÃO:** Estruturas e Construção Civil

**LINHA DE PESQUISA:** Construção Civil

**PROJETO DE PESQUISA:** Inovação em Materiais de Construção Civil

**DATA DA DEFESA:** 25 de agosto de 2017

**LOCAL:** Sala de Projeções, bloco 1Y. **HORÁRIO INÍCIO/TÉRMINO:** 14h / 17h10 min

Reuniu-se na **Sala de Projeções Prof. Celso Franco de Gouvêa, bloco 1Y - Campus Santa Mônica** da Universidade Federal de Uberlândia, a Banca Examinadora, designada pelo Colegiado do PPGEC, assim composta: Professores Doutores: **Andrielli Moraes de Oliveira – FECIV/UFU; Holmer Savastano Junior – FZEA/USP** e **Leila Aparecida de Castro Motta** orientadora da candidata. Ressalta-se que o **Prof. Dr. Holmer Savastano Junior** participou da defesa por meio de vídeo conferência desde a cidade de Pirassununga/SP e os demais membros da banca e a aluna participaram in loco.

Iniciando os trabalhos a presidente da mesa **Prof.ª Dr.ª Leila Aparecida de Castro Motta** apresentou a Comissão Examinadora e concedeu à discente a palavra para a exposição do trabalho. A seguir, a senhora presidente concedeu a palavra aos examinadores, que passaram a arguir a candidata. Ultimada a arguição, a Banca, em sessão secreta, atribuiu os conceitos finais. Em face do resultado obtido, a Banca Examinadora considerou a candidata APROVADA. Esta defesa de Dissertação de Mestrado Acadêmico é parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre. O competente diploma será expedido após cumprimento dos demais requisitos, conforme as normas do Programa, a legislação pertinente e a regulamentação interna da UFU. Nada mais havendo a tratar foram encerrados os trabalhos e foi lavrada a presente ata que após lida e aprovada foi assinada pela Banca Examinadora.

Professor Orientador: **Prof.ª Dr.ª Leila Aparecida de Castro Motta – FECIV/UFU**

Membro externo: **Prof. Dr. Holmer Savastano Junior – FZEA/USP**

Membro interno: **Prof.ª Dr.ª Andrielli Moraes de Oliveira – FECIV/UFU**

Uberlândia, 25 de AGOSTO de 2017.

# **A GRADECIMENTOS**

---

Primeiramente agradeço a Deus, por tantas bênçãos e por ter colocado as pessoas certas no meu caminho na realização desta pesquisa.

Aos meus pais, Luis Alberto e Sonia por me incentivarem e sempre fizeram o possível para eu seguir meu caminho. Minha irmã, Mariana, por todo apoio e amizade. Também à minha família que sempre torceram por mim.

Ao meu namorado Rafael pelo imenso apoio, torcida, paciência, compreensão, ajuda e amor.

À minha orientadora, Prof.<sup>a</sup> Leila, a quem admiro profissionalmente e pessoalmente, pela orientação e oportunidade de desenvolver a pesquisa neste tema, pelos ensinamentos, atenção e amizade.

À Faculdade de Engenharia Civil pela oportunidade e por permitirem a flexibilização do meu horário de trabalho. Aos colegas de trabalho pelo apoio. Aos técnicos, Wanderly pela ajuda com o material RTC. Aline, Amanda, Rafael e Túlio pela colaboração.

Aos colegas da pós-graduação em especial Ana Paula, Lorayne, Luana, Marina e Maíza pelos momentos compartilhados, apoio e amizade. Ao Mohammed pela ajuda, apoio e torcida.

Aos alunos de iniciação científica, Welles, por sempre estar disposto a me auxiliar na parte experimental, e ao Cássio, que participou diretamente de todas as etapas da pesquisa, pela dedicação e incondicional ajuda. Ao aluno de pós-doutorado Rondinele, pela ajuda nos ensaios realizados na Química, pelos ensinamentos e por nunca ter medido esforços para me auxiliar

Aos professores Antônio Carlos, Maria Cristina, Peruzzi, Rosenda (FEMEC) e Turibio, pelos valiosos ensinamentos das disciplinas cursadas. Aos professores Andrielli e Jesiel pelas ótimas contribuições para a pesquisa na banca de qualificação.

Ao Laboratório Multusuário da Faculdade de Química pela realização dos ensaios de MEV, EDS e TGA. Ao Laboratório Multusuário de Microscopia da Faculdade de Engenharia Química e o técnico Rafael pelas análises no MEV.

Pires, C. Tratamento termomecânico e higro-termomecânico de fibras de bucha vegetal para aplicação em compósitos cimentícios. 132 p. Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia Civil, Universidade Federal de Uberlândia, 2017.

## RESUMO

---

A presente pesquisa investiga o tratamento termomecânico e higro-termomecânico em fibras de bucha vegetal, *Luffa Cylindrica*, para aplicação em compósitos com matriz cimentícia, avaliando as propriedades mecânicas, físicas e a durabilidade dos compósitos. Os tratamentos consistem na prensagem a quente das fibras na condição seca (termomecânico) ou na condição saturada (higro-termomecânico) e visam melhorar as propriedades das fibras com redução da porosidade e aumento do módulo de elasticidade. Foram realizados os tratamentos termomecânico e higro-termomecânico nas temperaturas ambiente, 120°C, 160°C e 200°C. As fibras, após o tratamento, apresentaram maior módulo de elasticidade e menor absorção de umidade. Destacaram-se as fibras prensadas saturadas a temperatura de 160°C, pois apresentaram ausência do efeito de memória e acréscimo de 95% no módulo de elasticidade em relação à fibra prensada em temperatura ambiente. Porém, as mesmas apresentaram superfície muito lisa que prejudicou a aderência com a matriz. Para avaliar o desempenho em matriz alcalina, foram confeccionados compósitos cimentícios com reforço de fibras submetidas ao tratamento termomecânico em temperatura de 160°C e fibras de referência, prensadas em temperatura ambiente. Para reduzir a alcalinidade da matriz foram testados diferentes teores de substituição de cimento por pozolana. Os resultados indicaram como teores ideais de substituições de 20% de cimento por resíduo de lapidação de vidro e de 40% por resíduo de telha cerâmica. Os resultados mostraram que as fibras prensadas com temperatura de 160°C apresentaram boa compatibilidade com a matriz, comprovada pelo acréscimo de até 70% na resistência à flexão e de até 80% na tenacidade dos compósitos ao comparar com as amostras com reforço de fibras de referência. Por meio das análises dos difratogramas de Raio-X comprovou-se que substituição de parte da massa do cimento por pozolana reduziu a alcalinidade da matriz, tornando a menos prejudicial à fibra.

Palavras-chave: tratamento termomecânico, compósitos cimentícios, fibra vegetal, bucha vegetal, *Luffa cylindrica*, fibrocimento, pozolana, durabilidade.

Pires, C. Thermomechanical and thermos-hygromechanical treatment of *Luffa Cylindrica* fiber to cementitious composites. 132 pp. MSc Dissertation, College of Civil Engineering, Federal University of Uberlândia, 2017.

## ABSTRACT

---

This research investigates the thermomechanical and thermo-hygromechanical treatments of *Luffa Cylindrica* for reinforcement of the cementitious matrix, evaluating mechanical and physical properties and the durability of the composites. The treatments consist of hot pressing of fibers in dry condition (thermomechanical) or saturated condition (hygro-thermomechanical) and aim to improve the properties of the fibers reducing porosity and increasing mechanical properties. The fibers were pressed at room temperature, 120°C, 160°C and 200°C. After treatment, the fibers modulus of elasticity has improved and their moisture absorption has decreased. The saturated fibers pressed at temperature of 160 °C have presented no shape memory and their modulus of elasticity has increased 95% in relation to the fiber pressed at room temperature. However, the treated fiber surface became without roughness and impaired adherence with the matrix. To evaluate the performance in alkaline matrix, fiber reinforced cementitious composites were prepared of *Luffa Cylindrica* submitted to thermomechanical treatment at temperature of 160°C and reference fibers, pressed at room temperature. To reduce the alkalinity of the matrix, part of the cement was replaced by pozzolan. After previous studies of ideal contents, it was replaced 20% of cement by glass powder waste and 40% by tile ceramic waste. The results showed that the fibers pressed at 160°C exhibited good compatibility with the matrix, proven by increase of up to 70% on flexural strength and up to 80% on toughness of composites when comparing with reference samples. The analysis of X-ray diffractograms has shown that the replacement part of cement matrix by pozzolan reduced alkalinity, making less harmful to the fiber.

Keywords: treatment thermo-mechanical, cementitious composites, sponge gourd fiber, *Luffa cylindrica*, fibercement, pozzolan, durability.

# LISTA DE FIGURAS

---

Figura 1 - a) Estrutura celular da fibra vegetal .....	18
Figura 2 - Isotermas de absorção de umidade da madeira e seus constituintes a 25°C.....	20
Figura 3 - Estrutura da Bucha vegetal: a) Fruto amadurecido, após secagem e com a pele removida; b) Estrutura vascular reticulada; c) Vista longitudinal da estrutura interna da fibra .....	23
Figura 4 – Bucha vegetal: a) fruto amadurecido, após secagem e com a pele removida; b) direção das fibras; c) microestrutura da fibra .....	24
Figura 5 - Esquema de classificação de materiais compósitos.....	26
Figura 6 – Curvas típicas cargas x deslocamento de compósitos submetidos a ensaio de flexão: a) sem fibras, b) com fibras .....	27
Figura 7 - Esquema do comportamento de compósito submetido à flexão. a) compósito sem fibra; b) compósito com fibras; c) detalhe do encaminhamento da trinca: (1 e 2) descolamento da fibra; (3) arrancamento da fibra (pull-out); (4) ruptura da fibra .....	28
Figura 8 - Representação esquemática do processo Hatschek .....	29
Figura 9 - MEV de fibras de kraft em compósitos cimentícios. a) morfologia de fibras de kraft; b) presença de partículas de precipitado de produtos de hidratação do cimento na superfície das fibras de kraft; c) presença de partículas de precipitado de produtos de hidratação do cimento dentro do lúmen da fibra.....	33
Figura 10 - Micrografias das zonas de transição matriz e fibra. a) Telhas envelhecidas no laboratório; b) Telhas envelhecidas naturalmente .....	34
Figura 11 – Esquema do consumo do CH na matriz cimentícia .....	36
Figura 12 - Comprimento de arrancamento de fibras de sisal em compósitos cimentícios submetidos a envelhecimento acelerado: a) compósitos sem adição de metacaulinita; b) Compósitos com adição de metacaulinita .....	37
Figura 13 - Processo da obtenção do resíduo de lapidação do vidro.....	38
Figura 14 – Transição vítreia da lignina das fibras vegetais .....	46
Figura 15 – Curva TGA/DTG da fibra de bucha vegetal .....	47
Figura 16 – Alteração dos componentes com temperatura .....	48

Figura 17 – Curva térmicas de DSC das fibras de sisal bruta, extraída, celulose, hemicelulose e lignina .....	49
Figura 18 – Temperatura de transição vítreia: a) componentes isolados em função da umidade; b) matriz de hemicelulose e lignina em relação à umidade do meio ambiente ...	51
Figura 19 - Esquema de densificação da madeira, recuperação e diferentes métodos para evitar o efeito memória: a) estado inicial; b) amolecimento da madeira utilizando vapor; c) densificação; .....	52
Figura 20 - Micrografias das seções transversais das fibras de coco: a) natural; b) prensada a 120 °C; c) presadas a 160 °C e; d) presadas a 200 °C .....	55
Figura 21 – Diagrama tensão x deformação das fibras de coco natural e prensadas em diferentes temperaturas.....	55
Figura 22 – Propriedades mecânicas das fibras de coco naturais e tratadas.....	56
Figura 23 – Propriedades mecânicas das fibras de sisal naturais e tratadas.....	57
Figura 24 – Resumo do planejamento experimental .....	59
Figura 25 - Fibra de bucha vegetal: a) inteira; b) seção transversal .....	60
Figura 26 – Polpa celulósica: a) folha de polpa celulósica; b) polpa celulósica picotada; c) polpa celulósica triturada.....	60
Figura 27 - Resíduo de lapidação de vidro: a) aspecto do resíduo após secagem e fracionamento inicial; b) resíduo seco e destorrado .....	62
Figura 28 – Curva granulométrica do RLV.....	63
Figura 29 – DRX do RLV .....	63
Figura 30 - Resíduo de telha cerâmica: a) aspecto do resíduo após britagem ; b) material passante na peneira com abertura 75 µm.....	64
Figura 31 – Curva granulométrica de RTC .....	65
Figura 32 – DRX do RTC .....	66
Figura 33 - Preparação das fibras de bucha vegetal: a) buchas cortadas nas dimensões ....	67
Figura 34 - a) termoprensa PHHVB 100T; b) aquecimento do conjunto antes da compressão da fibra .....	68
Figura 35 - Aspecto das fibras após compressão.....	68
Figura 36 - Espessura das buchas vegetais após resfriamento: a) PQ120; b) PQ160; c) PQ200 .....	69
Figura 37 – Aspecto das fibras após tratamento termomecânico na condição saturada: a) espessura PQS120; b) espessura PQS160; c) fibras comprimidas .....	70

Figura 38 - Aspecto das amostras PQS200 após tratamento higro-termomecânico.....	70
Figura 39 - Fibra de bucha vegetal: a) esquema da fibra colada na base de papel para ensaio de tração; b)micrografia para obtenção da dimensão transversal da fibra .....	71
Figura 40 – Fibra de bucha vegetal colada na base de papel para ensaio de tração na fibra .....	72
Figura 41 – a) Ensaio de tração da fibra; b) Dispositivos de madeira e lixa utilizados .....	73
Figura 42 – Ensaio de absorção de umidade .....	73
Figura 43 - Esquema da mistura e fabricação dos compósitos.....	75
Figura 44 - Fabricação do compósito utilizando pozolana de RTC: a) materiais utilizados; b) dispositivo para moldagem; c) calda de cimento; d) misturador mecânico; e) filtro de papel na base perfurada do dispositivo; f) primeira camada de calda e fibra; g) segunda camada de calda e h) compósito cimentício antes da prensagem.....	77
Figura 45 – Corpos de prova com diferentes teores de RTC .....	77
Figura 46 - Ensaio de flexão em 4 pontos .....	79
Figura 47 – Curva típica tensão x flecha .....	79
Figura 48 - Exposição dos corpos de prova para envelhecimento natural .....	82
Figura 49 - Gráfico tensão x deformação típico das fibras de bucha vegetal.....	85
Figura 50 - Gráficos das propriedades obtidas pelo ensaio de tração das fibras: a) resistência à tração;.....	87
Figura 51 – Isotermas de absorção de umidade das fibras .....	88
Figura 52 – Secção transversal das fibras de bucha vegetal.....	89
Figura 53 – Superfície das fibras de bucha vegetal .....	90
Figura 54 – Índice de cristalinidade das fibras de bucha vegetal .....	92
Figura 55 – Difratogramas de Raio-X das fibras de bucha vegetal .....	92
Figura 56 – Gráficos propriedades mecânicas x Índice de cristalinidade: a) Resistência à tração x Ic; b) Módulo de elasticidade x Ic .....	93
Figura 57 – Curvas de TGA e DTG da fibra de bucha vegetal natural .....	95
Figura 58 – Curvas de TGA das fibras de bucha vegetal .....	95
Figura 59 - Gráficos das propriedades mecânicas dos compósitos: a) resistência à flexão; b) módulo de Elasticidade; c) tenacidade .....	96
Figura 60 - Diagrama tensão x flecha típicos dos compósitos com RLV .....	98
Figura 61 – Difratogramas de Raio-X dos compósitos com RLV .....	99

Figura 62 - Gráficos das propriedades mecânicas compósitos: a) resistência à flexão; b) módulo de elasticidade; c) tenacidade .....	100
Figura 63 - Diagrama tensão x flecha típicos dos compósitos com RTC .....	101
Figura 64 – Difratogramas de Raio-X dos compósitos com RTC.....	102
Figura 65 – Compósitos após envelhecimento acelerado.....	104
Figura 66 – Compósitos com fibras PQS160: a) compósito com RTC em ensaio de flexão; b) compósito com RLV .....	105
Figura 67 – Falta de adesão fibra/matriz nos compósitos com fibras PQS160: (a) compósito com RLV; (b) compósito com RTC; (c) fibra PQS160; (d) aspecto fibra PQS120 .....	105
Figura 68 – Propriedades mecânicas dos compósitos nas diferentes idades: a) resistência à flexão; b) módulo de elasticidade; c) tenacidade.....	107
Figura 69 – Difratograma dos compósitos que foram submetidos ao envelhecimento natural .....	108
Figura 70 – Curva típica tensão x flecha dos compósitos RLV-160 aos: a) 28 dias; b) 90 dias; .....	109
Figura 71 – Absorção dos compósitos.....	111
Figura 72 – Massa específica aparente dos compósitos .....	112
Figura 73 – Porosidade dos compósitos .....	113
Figura 74 – MEV da seção de ruptura dos compósitos C-PN .....	114
Figura 75 – MEV da seção de ruptura dos compósitos RLV-PN .....	115
Figura 76 – MEV da seção de ruptura dos compósitos RTC-PN.....	116
Figura 77 – MEV da seção de ruptura dos compósitos RLV-160.....	117
Figura 78 – MEV da seção de ruptura dos compósitos RTC160 .....	118
Figura 79 – EDS do interior das fibras inseridas nos compósitos após envelhecimento acelerado: a) C-PN; b) RLV-PN; c) RTC-PN; d) RLV-160; e) RTC-160 .....	120

# LISTA DE TABELAS

---

Tabela 1 – Composição química de algumas fibras vegetais .....	19
Tabela 2 – Propriedades de fibras vegetais, amianto e polipropileno .....	20
Tabela 3 – Alterações dos componentes da madeira em exposição à alta temperatura .....	48
Tabela 4 – Tg dos polímeros da madeira.....	51
Tabela 5 – Caracterização do cimento.....	61
Tabela 6 – Distribuição do tamanho de partículas de RLV.....	63
Tabela 7 – Distribuição do tamanho de partículas de RTC.....	65
Tabela 8 – Cálculos das propriedades físicas .....	80
Tabela 9 – Dimensões das seções das fibras- média e desvio padrão entre parênteses .....	84
Tabela 10 – Resumo das propriedades obtidas pelo ensaio de tração: valores médios e desvios padrãoentre parênteses.....	86
Tabela 11 – Propriedades mecânicas dos compósitos nas diferentes idades - média e desvio padrão entre parênteses.....	106
Tabela 12 – Propriedades físicas dos compósitos - média e desvio padrão entre parênteses .....	111

# SÍMBOLOS E SIGLAS

---

## SÍMBOLOS

$A$	Área da seção transversal
$a$	Absorção
$b$	Largura do corpo de prova
$\delta$	Flecha
$e$	Espessura do corpo de prova
$E$	Módulo de elasticidade
$I$	Momento de inércia da seção transversal
$I_{002}$	Intensidade máxima do pico do ângulo $2\Theta$ próximo a $22^\circ$
$I_{am}$	Intensidade mínima do ângulo $2\Theta$ entre $18^\circ$ e $19^\circ$
$I_c$	Índice de cristalinidade
$L$	Distância do vão do ensaio
$m_i$	Massa imersa
$m_{sss}$	Massa saturada superfície seca
$m_s$	Massa seca
$P$	Força
$r_1$	Raio de um dos diâmetros da fibra
$r_2$	Raio do outro diâmetro da fibra

## SIGLAS

2D-IR	Correlação bidimensional
ANOVA	Análise de variância
ARI	Alta Resistência Inicial
C-S-H	Silicato de Cálcio Hidratado
CEPED	Centro de Pesquisa e Desenvolvimento
CH	Hidróxido de cálcio
CPV	Cimento Portland V
DTG	Termogravimetria Derivada

DSC	Calorimetria Diferencial de Varredura
E	Módulo de Elasticidade
EDS	Espectroscopia por energia dispersiva
EUA	Estados Unidos da América
FEQ	Faculdade de Engenharia Química
FTIR	Espectroscopia de infravermelho
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
Ic	Índice de cristalinidade
IQ	Instituto de Química
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MG	Minas Gerais
MOR	Módulo de Ruptura
NAT	Natural
PAN	Poliacrilonitrila
PN	Prensada Natural
PP	Polipropileno
PQ120	Prensada a quente 120°C
PQ160	Prensada a quente 160°C
PQ200	Prensada a quente 200°C
PQS120	Prensada a quente saturada 120°C
PQS160	Prensada a quente saturada 160°C
PQS200	Prensada a quente saturada 200°C
PVA	Acetato de Polivinila
RLV	Resíduo de Lapidação de Vidro
RPM	Rotação por minuto
RTC	Resíduo de Telha Cerâmica
Tg	Transição vítreia
TGA	Análise termogravimétrica
UFU	Universidade Federal de Uberlândia

# SUMÁRIO

---

1 INTRODUÇÃO.....	12
1.1 Justificativa .....	14
1.2 Objetivo .....	15
1.2.1 Objetivos específicos .....	15
1.3 Estrutura do trabalho .....	15
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	17
2.1 Fibras vegetais .....	17
2.1.1 Estrutura da fibra vegetal .....	17
2.1.2 Absorção de umidade da fibra vegetal .....	19
2.1.3 Propriedades mecânicas da fibra vegetal .....	20
2.1.4 Tipos de fibras vegetais.....	21
2.1.5 Fibra de bucha vegetal .....	22
2.2 Materiais compósitos.....	25
2.2.1 Compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais .....	28
2.2.2 Processo de fabricação do fibrocimento .....	28
2.3 Durabilidade dos compósitos cimentícios com fibras vegetais .....	31
2.3.1 Degradação das fibras vegetais em meio alcalino.....	32
2.3.2 Zona de transição entre matriz e fibra .....	34
2.4 Métodos de modificação e tratamentos para melhoria das propriedades dos compósitos.....	35
2.4.1 Modificação da matriz.....	35
a) Utilização de adições minerais .....	37
b) Carbonatação acelerada.....	40
2.4.2 Modificação da fibra vegetal .....	41
2.4.2.1 Tratamentos químicos .....	41
2.4.2.2 Tratamentos físicos.....	43
2.5 Considerações finais.....	57
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	58
3.1 Planejamento experimental.....	58
3.2 Materiais utilizados.....	59
3.2.1 Fibras.....	59

3.2.1.1 <i>Fibras de bucha vegetal</i> .....	59
3.2.1.2 <i>Polpa celulósica</i> .....	60
3.2.2 Cimento .....	61
3.2.3 Pozolanas .....	61
3.2.3.1 <i>Resíduo de Lapidação de Vidro (RLV)</i> .....	62
3.2.3.2 <i>Resíduo de Telha Cerâmica (RTC)</i> .....	64
<b>3.3 Métodos</b> .....	<b>66</b>
3.3.1 Fibras .....	66
3.3.1.1 <i>Preparação das mantas de fibras de bucha vegetal</i> .....	66
3.3.1.2 <i>Tratamento termomecânico das fibras</i> .....	67
3.3.1.3 <i>Caracterização das fibras de bucha vegetal</i> .....	70
3.3.1.4 <i>Propriedades mecânicas das fibras de bucha vegetal</i> .....	71
3.3.2 Compósitos .....	75
3.3.2.1 <i>Preparação dos compósitos</i> .....	75
3.3.2.2 <i>Caracterização dos compósitos</i> .....	78
3.3.2.3 <i>Microscopia Eletrônica de Varredura</i> .....	80
3.3.2.4 <i>Difração de Raio-X (DRX)</i> .....	81
3.3.3 Avaliação da durabilidade dos compósitos .....	81
3.3.3.1 <i>Ensaio de envelhecimento natural</i> .....	81
3.3.3.2 <i>Ensaio de envelhecimento acelerado</i> .....	82
<b>3.4 Análise estatística dos resultados</b> .....	<b>82</b>
<b>4 RESULTADOS E ANÁLISES</b> .....	<b>84</b>
<b>4.1 Caracterização das fibras de bucha vegetal</b> .....	<b>84</b>
4.1.1 Seção transversal das fibras .....	84
4.1.2 Propriedades mecânicas das fibras de bucha vegetal .....	85
4.1.3 Absorção das fibras de bucha vegetal .....	87
4.1.4 Microscopia Eletrônica de Varredura das fibras .....	88
4.1.5 Determinação do índice de cristalinidade das fibras .....	91
4.1.6 Análises térmicas das fibras .....	94
<b>4.2 Caracterização dos compósitos</b> .....	<b>96</b>
4.2.1 Determinação do melhor teor de RLV e RTC .....	96
4.2.1.1 <i>Resíduo de lapidação de vidro (RLV)</i> .....	96
4.2.1.2 <i>Resíduo de telha cerâmica (RTC)</i> .....	99
4.2.2 Estudo das fibras tratadas aplicadas nos compósitos .....	102

4.2.2.1 <i>Envelhecimento natural</i> .....	103
4.2.2.1 <i>Envelhecimento acelerado</i> .....	103
4.2.2.2 <i>Propriedades mecânicas dos compósitos</i> .....	104
4.2.2.3 <i>Propriedades físicas dos compósitos</i> .....	111
4.2.2.4 <i>Microscopia Eletrônica de Varredura dos compósitos</i> .....	113
5 CONCLUSÃO .....	121
REFERÊNCIAS .....	123

# CAPÍTULO 1

## Introdução

Problemas relacionados com as questões ambientais como escassez de recursos naturais e consumo de energia, geração de resíduos sólidos e emissão de gases têm motivado as pesquisas na área de materiais renováveis. As fibras vegetais têm despertado grande interesse para serem utilizadas em materiais compósitos cimentícios. As combinações entre as propriedades mecânicas, físicas e os benefícios ambientais as tornam atrativas para reforço em matrizes frágeis. As fibras de origem vegetal apresentam vantagens como grande disponibilidade a baixo custo, são biodegradáveis e renováveis, além de que muitas delas são resíduos industriais. Em relação às propriedades destaca-se a ductilidade, a rigidez, o baixo peso específico, aumento na tenacidade e resistência à flexão dos compósitos (SAVASTANO JR., 2003; MOTTA, 2006; ONUAGULUCHI e BANTHIA, 2016). As fibras vegetais incluem as de sisal, linho, juta, canhâmo, hibisco, polpa de eucalipto, canabis, rami, malva, bambu, palma, banana, cana-de-açucar, bucha vegetal e outras (YAN *et al.*, 2016).

Os materiais de construção de matriz frágil reforçado com fibras vegetais existem há muitos séculos, porém a partir dos anos 40 iniciaram mais estudos sobre a utilização dessas fibras na matriz cimentícia em substituição ao amianto, após comprovação dos efeitos nocivos causados à saúde. O amianto quando inalado, pode causar asbestose, mesotelioma e câncer pulmonar (TERRA FILHO *et al.*, 2006). Em países como Austrália e EUA, as fibras vegetais possuem aceitação e constituem matéria-prima renovável há mais de 30 anos (SAVASTANO JR *et al.*, 2006). Apesar das boas propriedades de algumas fibras, nenhuma assemelha as características do amianto, como boa dispersão na matriz, boa compatibilidade com a matriz de cimento, alto módulo de elasticidade e alta resistência (ARDANUY *et al.*, 2015).

As fibras vegetais devem ser aproveitadas conforme abundância nos países e regiões. No Brasil, materiais residuais possuem potencial para produção de fibras como o bagaço da cana, pseudo-caule de bananeira, fibra de coco, rejeito da polpa celulósica de eucalipto, sisal, dentre outras. O

aproveitamento destes resíduos é vantajoso sob ponto de vista econômico e ambiental (MOTTA, 2006). Além disso, a comercialização dos produtos contribui na geração de riqueza e para o maior aproveitamento do potencial agrícola (TANOBÉ, 2003). O aproveitamento das fibras vegetais para reforço de compósitos é atrativo principalmente em países não industrializados, uma vez que a produção é de baixo custo, facilmente disponível e exige baixo grau de industrialização para o processamento, em comparação com as fibras sintéticas, atualmente usadas em fibrocimento (TOLÊDO FILHO *et al.*, 2003).

As aplicações dos compósitos cimentícios atualmente apresentam função não estrutural, como placas cimentícias para painéis de vedação, blocos e telhas de fibrocimento (MOTTA, 2006; ARDANUY *et al.*, 2015). Telhados de fibrocimento são soluções viáveis para habitações de interesse social, instalações rurais, galpões industriais e obras de infraestrutura (SAVASTANO JR *et al.*, 2006). Nas habitações de interesse social do programa governamental “Minha Casa Minha Vida”, as placas cimentícias estão sendo empregadas como fechamento externo, as casas são construídas com a tecnologia adaptada do *wood frame* ou *steel frame*, utilizando nas vedações internas madeira autoclavadas ou placas de gesso acartonado e chapas de fibrocimento na face externa, possibilitando a aplicação de acabamento (PENNA, 2009). Essa tecnologia reduz o custo da obra, pois a demanda por mão de obra e tempo de execução são menores, minimiza o impacto ambiental e gera menos resíduos no canteiro de obras (CRASTO, 2005).

Apesar das vantagens da utilização das fibras vegetais em compósitos cimentícios, a produção industrial é limitada pela durabilidade ao longo do tempo. As fibras diminuem seu desempenho em ambiente alcalino, devido à natureza polar e altamente hidrofilica dos grupos de hidroxilas das moléculas de celulose (TANOBÉ, 2003). A mineralização das fibras e a sua variação dimensional causam enfraquecimento e perda da adesão entre a matriz e a fibra, diminuindo a capacidade de reforço (MOTTA, 2006; ARDANUY e CLARAMUNT, 2011). Vários métodos foram estudados por pesquisadores para melhorar o desempenho das fibras vegetais em matriz alcalina. Alguns tratamentos incluem a redução da alcalinidade da matriz, substituindo parte do cimento por adições minerais (LIMA; TOLÊDO FILHO, 2008; FARIAS FILHO, *et al.*, 2010) e processo de carbonatação acelerada para diminuir o pH da matriz com os produtos da carbonatação (PIZZOL, 2013; FARRAPO, 2015). Tratamentos químicos também podem ser aplicados por meio de acetilação (D’ALMEIDA *et al.*, 2005; LOPES *et al.* 2011), impregnação (MOTTA, 2006)

esterificação (SOUZA *et al.*, 2017) e tratamento alcalino (SANCHEZ *et al.*, 2010; ARSYAD *et al.*, 2015). Pesquisadores também avaliaram métodos de melhoria das fibras vegetais por tratamentos físicos, a hornificação, com ciclos de molhagem e secagem das fibras (FERREIRA *et al.*, 2012; OLIVEIRA *et al.*, 2015), plasma (BARRA, 2014) e o tratamento termomecânico (DAS, *et al.*, 1999; MOTTA, 2006; SILVA, 2015).

O tratamento termomecânico ou prensagem a quente das fibras vegetais pode melhorar as suas propriedades mecânicas como módulo de elasticidade e físicas como reduzir a porosidade e a hidrofilicidade. Com a compressão, ao reduzir a porosidade pode minimizar a deposição dos produtos de hidratação no interior das fibras e devido à redução da seção transversal comprimida, é possível permitir maiores teores de fibras no compósito (MOTTA, 2006).

Neste trabalho é investigado o tratamento termomecânico em fibras de bucha vegetal para aplicação em compósitos cimentícios. O estudo é aplicado nas fibras de bucha vegetal, com boa disponibilidade no Estado de Minas Gerais, boa estrutura que forma uma espécie de tecido natural, pouco estudo em matriz cimentícia e devido à sua composição química, com teor de lignina satisfatório para a prensagem a quente. Com o intuito de diminuir a alcaninadade da matriz parte do cimento foi substituída por resíduo de lapidação de vidro e resíduo de telha cerâmica.

## 1.1 Justificativa

A utilização de fibras vegetais em materiais compósitos e os estudos de tratamento para melhorar seu desempenho e sua durabilidade em matrizes alcalinas justificam-se, pois poderá substituir as fibras sintéticas com maior vantagem econômica e sem necessidade de grande investimento para seu processamento. As fibras vegetais, além de serem fontes renováveis abundantes no Brasil também são menos agressivas ao meio ambiente. Os compósitos reforçados com fibras necessitam de estudos de novas tecnologias mais econômicas, pois os produtos de fibrocimento são empregados principalmente em habitações de baixa renda.

É importante ressaltar a necessidade de mais estudos sobre a fibra de bucha vegetal para aplicação em compósitos, pois faltam dados científicos sobre propriedades mecânicas, térmicas e químicas. Uma melhor compreensão das suas características é necessária para maximizar seus potenciais.

Além das vantagens apresentadas pelas fibras naturais, os resíduos industriais podem ser utilizados como pozolanas nos compósitos com substituição de parte do cimento. Os resíduos deixam de ser descartados para serem aplicados como adição mineral, gerando preservação ao meio ambiente, economia de energia e redução de poluentes da fabricação do cimento.

A comprovação da durabilidade dos compósitos de fibrocimento com fibras vegetais estaria sinalizando uma solução vantajosa na fabricação de placas cimentícias e coberturas principalmente de habitações de interesse social, com vantagens em relação ao custo, à preservação do meio ambiente e economia de energia.

## **1.2 Objetivo**

O objetivo da pesquisa é avaliar a eficiência de fibras de bucha vegetal modificadas por tratamento termomecânico e higro-termomecânico como reforço em matriz cimentícia.

### *1.2.1 Objetivos específicos*

- Modificar as fibras de bucha vegetal pelo tratamento termomecânico e higro-termomecânico em diferentes condições de temperatura e analisar como o tratamento influencia nas propriedades mecânicas e físicas das fibras;
- Modificar a matriz cimentícia pela substituição de parte do cimento por pozolanas de origem residual e avaliar como a modificação influencia nas propriedades mecânicas e físicas dos compósitos;
- Comparar o desempenho mecânico e físico dos compósitos preparados com as fibras tratadas e não tratadas, assim como as diferentes matrizes, aos 28, após envelhecimento natural e acelerado;
- Avaliar a microestrutura dos compósitos estudados nas idades de ensaio.

## **1.3 Estrutura do trabalho**

Esta dissertação é dividida em cinco capítulos. O segundo capítulo apresenta a revisão bibliográfica com as características das fibras vegetais e descrição da fibra utilizada no trabalho. Abordam-se também os compósitos cimentícios reforçados com fibras e o processo de fabricação do fibrocimento. Faz-se uma revisão sobre a durabilidade das fibras vegetais em meio alcalino, descrevendo alguns tratamentos para incremento da vida útil do compósito.

O terceiro capítulo descreve a metodologia para tratamento das fibras de bucha vegetal, preparação dos compósitos, ensaios de caracterização das fibras de bucha vegetal e do fibrocimento produzido. O quarto capítulo expõe os resultados das propriedades das fibras e dos compósitos. O quinto traz as conclusões da dissertação.

# CAPÍTULO 2

## REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Fibras vegetais

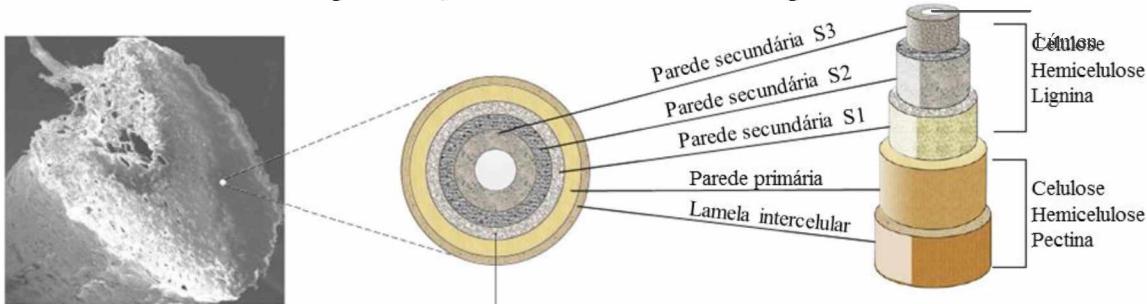
#### 2.1.1 Estrutura da fibra vegetal

As propriedades mecânicas das fibras vegetais são regidas pela geometria celular e pelas propriedades das camadas das células que a formam. Essas camadas que são reguladas pela estrutura da microfibrila e propriedades dos constituintes químicos (PERSSON, 2000). Elas são compostas de 98 a 99% de matéria orgânica com basicamente três polímeros, os quais predomina a celulose, hemicelulose e lignina. O restante de material que compõe é inorgânico (cinzas). A proporção de cada componente depende da fonte, das influências climáticas, do tipo de solo e de outros fatores (MOTTA, 2006; CORREIA, 2011; YAN, *et al.*, 2016; PICKERING *et al.*, 2016).

As fibras vegetais são formadas por células individuais de 10  $\mu\text{m}$  a 25  $\mu\text{m}$  de diâmetro e estas são constituídas por várias camadas compostas de microfibrilas. As microfibrilas são ricas em celulose e polímero vegetal, elas estão fortemente ligadas por hemicelulose amorfa (SAVASTANO, 2000). Na Figura 1a está ilustrado o esquema das camadas da estrutura celular de uma fibra vegetal.

As células das fibras são compostas por quatro camadas e encontram-se aglomeradas pelas lamelas, a lamela intercelular composta por pectina, hemicelulose e lignina, a parede primária, com estrutura reticulada e a parede secundária, dividida em três camadas: camada externa S1 que também possui a estrutura reticulada, a camada intermediária S2, onde as microfibrilas estão orientadas segundo ângulo  $\theta$  em relação ao eixo longitudinal da célula, em espiral, é a mais espessa e com maior teor de celulose, e a camada interna S3, também com microfibrilas em espiral. No interior da célula está o lúmen, com seção elíptica e a região central também pode apresentar a lacuna, cavidade central da fibra (SAVASTANO, 2000; TONOLI, 2009; WEI e MEYER, 2015).

Figura 1 - a) Estrutura celular da fibra vegetal



Fonte: Wei e Meyer (2015).

As microfibrilas que compõem as camadas das paredes celulares são compostas por moléculas de celulose orientadas e são envolvidas por hemicelulose amorfada, lignina e extrativos (TONOLI, 2009). As lacunas e lumens são responsáveis pela incidência dos poros permeáveis, acarretando elevada absorção de água e massa específica aparente inferior a real (SAVASTANO, 2000).

A celulose é um polissacarídeo que se apresenta como um polímero de cadeia longa e linear, constituída de glicose ( $C_6H_{12}O_6$ ) com unidades repetitivas de celobiose (MOTTA, 2006; CORREIA, 2011). Com a presença de hidroxila na cadeia de celulose, ligações de hidrogênio são formadas gerando elevada regularidade estrutural. As moléculas de celulose unidas em paraleloumas às outras criam as microfibrilas, essas originam as fibrilas, e resultam em regiões cristalinas, proporcionando rigidez e arranjo organizado das cadeias intercalado por regiões amorfas. As fibrilas dão origem às fibras de celulose (GENOMICS, 2005; PIMENTA, 2005).

A hemicelulose atua como elemento de ligação entre a celulose e a lignina, não está diretamente relacionada com resistência e dureza da fibra. Ela é um polissacarídeo, formado pela polimerização de glicose, xilose, galactose, arabinose e manose. Apresenta estrutura aberta e é responsável pelo teor de umidade da fibra (YAN *et al.*, 2016). É formado por uma cadeia não linear, com várias ramificações, portanto forma uma substância predominantemente amorfada, sendo facilmente hidrolisadas, logo elas são hidrofilas e sensíveis à degradação térmica (MORSING, 2000).

A lignina é uma substância amorfada com estrutura complexa que une as fibras celulósicas, formando a parede celular. Fornece resistência à compressão às fibras, pois enriquece a parede celular e protege contra danos físicos e químicos. Também são polímeros formados por unidades aromáticas de fenilpropano e apresentam estrutura macromolecular (PASSOS, 2005). Em função da sua cadeia reticulada ela é bastante estável e hidrófoba em comparação à hemicelulose e celulose (MORSING, 2000).

Os outros constituintes das fibras estão presentes em pequenas quantidades como compostos inorgânicos, pectina e os extractivos, que são solúveis em água e liberam açúcares. Essas substâncias não fazem parte da estrutura da parede da célula ou da lamela média (AGOPYAN, 1991; MOTTA, 2006). Na Tabela 1 estão apresentadas as composições químicas de algumas fibras vegetais.

Tabela 1 – Composição química de algumas fibras vegetais

Fibra	Teor de lignina (%)	Teor de celulose (%)	Teor de hemicelulose (%)	Teor de cinzas (%)
Bagaço de cana-de-açúcar	23,8-25,3	44,9-55,2	16,8-31,0	1,1
Bananeira	5-10	60-65	6-8	1,2
Bucha vegetal	11,2-14,7	62-70,8	17,2-20	0,4
Coco	33,8	49,9	11,7	1,5
Juta	15,9	60	22,1	1,0
Rami	0,6-0,7	68,6-76,2	13-16	-
Sisal	5,0	67,2	24,7	1,3

Fonte: Motta e Agopyan (2007); Satyanarayana *et al.* (2007); Guimarães *et al.* (2009); Faruk *et al.* (2012); Souza *et al.* (2017).

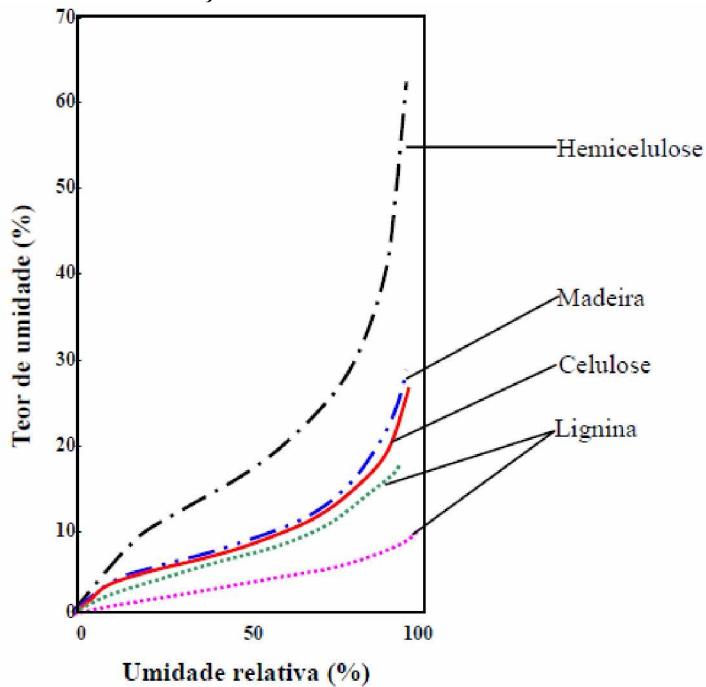
### 2.1.2 Absorção de umidade da fibra vegetal

As fibras vegetais utilizadas como reforço nos compósitos estão sujeitas à mudança de volume devido ao inchamento em contato com a fase líquida. Essa variação dimensional ocorre devido aos polímeros das paredes das células que contém hidroxila e outros grupos que possuem oxigênio que atraem a umidade por ligações de hidrogênio. A hemicelulose é a principal responsável pela absorção, porém a celulose acessível, celulose não cristalina e a lignina também absorvem (ROWELL; BANKS, 1985; DAS *et al.*, 2000).

As paredes das células na presença de umidade expandem-se até o ponto de saturação. Acima deste ponto a umidade permanece como água livre nos vazios da estrutura, sem ocorrer mais inchamento. Ao perder umidade abaixo do ponto de saturação, as paredes das fibras se retraiem. Menor teor de extractivos e maior massa específica da fibra implicam em retração na secagem mais elevada (ROWELL; BANKS, 1985; MOTTA, 2006).

A Figura 2 apresenta as isotermas de absorção da madeira e dos seus constituintes a 25°C. Observa-se que a lignina apresenta menor absorção de umidade enquanto a hemicelulose a mais elevada, sendo ela a principal responsável pela absorção das fibras vegetais.

Figura 2 - Isotermas de absorção de umidade da madeira e seus constituintes a 25°C



Fonte: Morsing (2000).

### 2.1.3 Propriedades mecânicas da fibra vegetal

As propriedades físicas e mecânicas são influenciadas pela variabilidade das espécies, características geográficas, condições climáticas, qualidade do solo, nível de maturidade da planta, diâmetro e comprimento da fibra, velocidade de teste, umidade relativa, localização da fibra na planta e defeitos (YAN *et al.*, 2016).

As fibras vegetais podem ser utilizadas em compósitos com matriz à base de cimento, geopolímero e polímero devido à sua resistência à tração e módulo de elasticidade (YAN *et al.*, 2016). Na Tabela 2 são apresentadas algumas propriedades de fibras vegetais já utilizadas como reforço de matriz cimentícia, além das fibras de amianto e polipropileno.

Tabela 2 – Propriedades de fibras vegetais, amianto e polipropileno

Propriedades	Massa específica (kg/m <sup>3</sup> )	Alongamento na ruptura (%)	Resistência à tração (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)
Aço	7840	0,5-3,5	500-2000	190-210
Amianto crisotila	2200 a 2600	2,0	560 - 750	164
Bambu	1158	3,2	73 a 505	5,1 - 24,6
Bananeira	1031	2,7	384	20 - 51
Bucha vegetal	920-1500	3,0	99,2-113	0,87-1,00

Tabela 2 - Propriedades de fibras vegetais, amianto e polipropileno (continuação)

Cana	1375	9,0	212,0	3,6
Celulose para papel imprensa	1200 - 1500	-	300 a 500	10 - 40
Coco	1289	23,9 a 51,4	95 - 118	1,9-2,8
Juta	-	3,7 - 6,5	230	-
Malva	1409	5,2	160	17,4
Piaçava	1054	6	143	5,6
Polipropileno	932	22,3 a 37	250-589	2-3,4
PVA	1249	8	1421	34,8
Sisal	1511	4,0 a 5,4	347 - 467	13,4-15,2
Vidro	2600	2-3,5	2000-4000	70-80

Fonte: Adaptado de Agopyan (1991); Bentur e Mindess (2007); Motta e Agopyan (2007); Oliveira, *et al.* (2015); Souza *et al.* (2017).

#### 2.1.4 Tipos de fibras vegetais

As fibras lignocelulósicas podem ser classificadas de acordo com sua origem e composição. Ardanuy *et al.* (2015) e Onuaguluchi e Banthia (2016) classificam as fibras vegetais em alguns tipos:

- Fibras liberianas – geralmente são extraídas do lúber de plantas. Alguns exemplos são a juta, rami, linho, abacá e cânhamo. São feixes longos com alta resistência à tração e são utilizadas na fabricação têxtil, fios, cordas, *etc.*
- Fibra de folha – obtidas a partir de tecidos foliares, como sisal, folha de bananeira, curauá, abacaxi, agave e outras. Possuem resistência elevada e são utilizadas na produção de cordas, tecidos, carpetes e tapetes.
- Fibra de semente – são fibras leves e duras como de algodão, fibra de coco, bucha vegetal e outras. São utilizadas na indústria têxtil, isolamento e estofados.
- Fibras de caule – São extraídas a partir de caules de plantas como cana de açúcar, milho, berinjela, girassol e a palha de grãos como cevada, trigo, arroz, *etc.*
- Fibras de grama e outros resíduos – como exemplo são azevém, capim elefante e bambu. Os resíduos são as cascas de amendoim, casca de avelã, palha de milho e outras.
- Fibras de madeira – são provenientes das árvores como eucalipto e pinus.

### 2.1.5 Fibra de bucha vegetal

A fibra vegetal popularmente conhecida como bucha vegetal ou bucha-de-metro (CARVALHO, 2007), pertence à família *Cucurbitaceae* e ao gênero *Luffa*, que compreende sete espécies, sendo a *Luffa cylindrica* a mais cultivada. É caracterizada como uma planta anual, herbácea e com hábitos de crescimento trepador (FERREIRA *et al.*, 2010). É produzida em regiões subtropicais como África, Brasil, China, Coréia, Japão e alguns países da América Central.

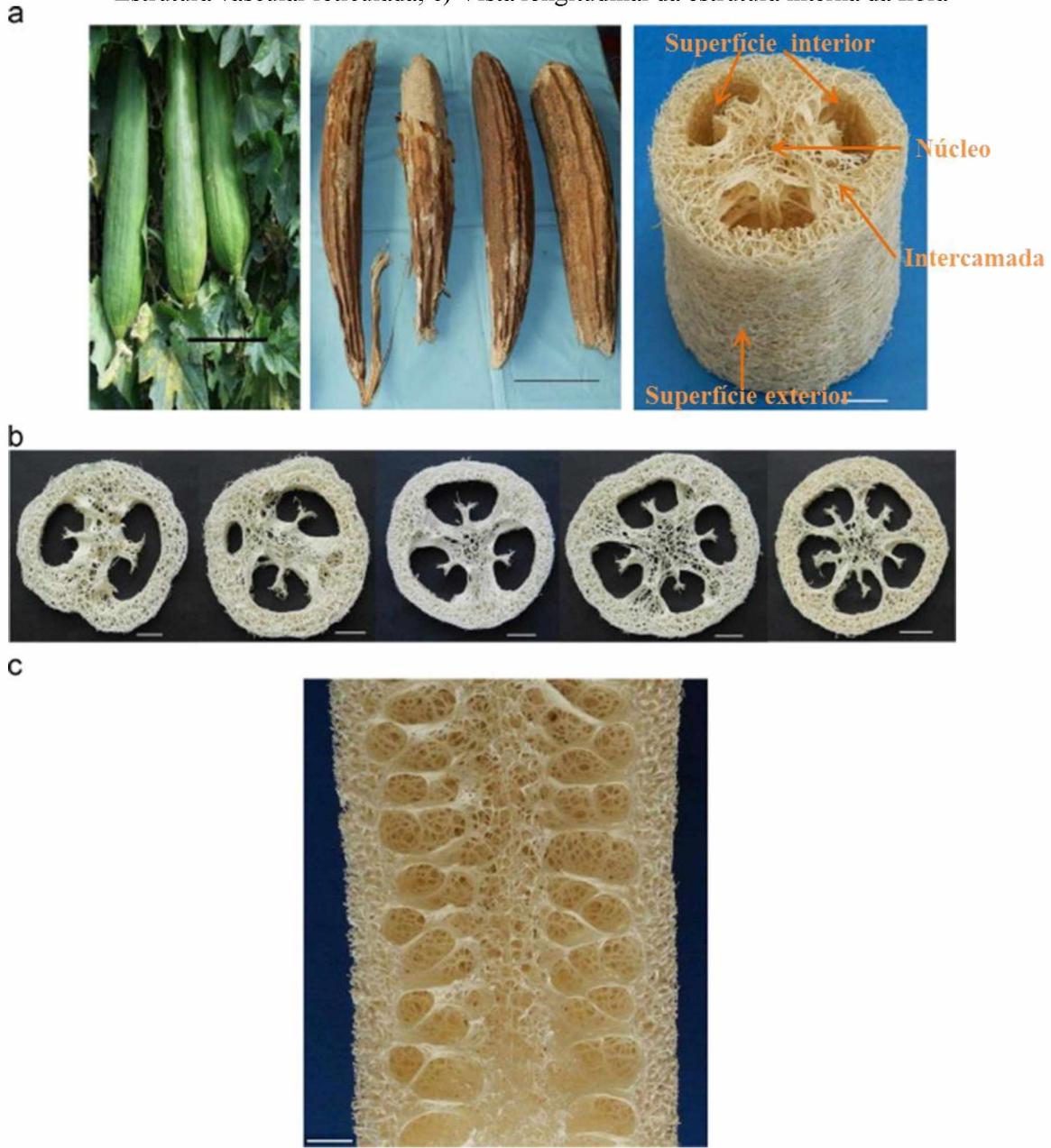
O Brasil é um dos maiores produtores e exploradores dessa fibra. As buchas vegetais são exportadas para os Estados Unidos e Europa, principalmente para uso de esponja para banho (SATYANARAYANA *et al.*, 2007). Segundo o IBGE (2017), no ano de 2006 a produção brasileira foi de 1.198 toneladas de bucha vegetal. O cultivo abrange as regiões Norte, Nordeste, os estados de São Paulo, Minas Gerais e Mato Grosso. A cidade de Bonfim em MG é considerada a capital da bucha vegetal, com produção de 100 mil dúzias anualmente (CARVALHO, 2007).

O fruto seco é formado por um sistema vascular como uma manta tridimensional (BOYNARD *et al.*, 2003; TANOBÉ *et al.* 2005), o fruto maduro possui uma casca grossa e apresenta uma rede fibrosa formando uma esponja de células abertas (SHEN *et al.* 2012). A Figura 3 ilustra a estrutura interna da fibra de bucha vegetal.

A maioria das fibras da bucha vegetal apresenta um padrão de orientação regular. A partir das diferentes orientações das fibras, o material pode ser dividido em quatro regiões, superfície exterior, superfície interior, intercamadas e núcleo, como mostra a Figura 3a. Na superfície interior, as fibras são mais espessas e crescem na direção longitudinal, enquanto na superfície exterior, as fibras crescem ao longo das direções circunferenciais. No núcleo elas estão dispostas na direção radial e na camada intermediária ela cresce nas três direções (SHEN *et al.*, 2012). Na Figura 4 são mostradas a orientação e a microestrutura das fibras da bucha vegetal.

O comprimento do fruto pode variar entre 15 cm a 1,50 m e diâmetros médio de 8 a 10 cm. O produto vegetal apresenta largo emprego doméstico como esponja de banho e no campo da farmacologia, pois os extrativos possuem aplicações terapêuticas e também na biotecnologia. Na indústria, o emprego é amplo, sendo utilizadas na fabricação de palmilhas, solados, correias e capachos (TANOBÉ, 2003). Também são utilizadas na confecção de artesanato como tapetes, chapéus, bolsas e cestas (FERREIRA *et al.*, 2010).

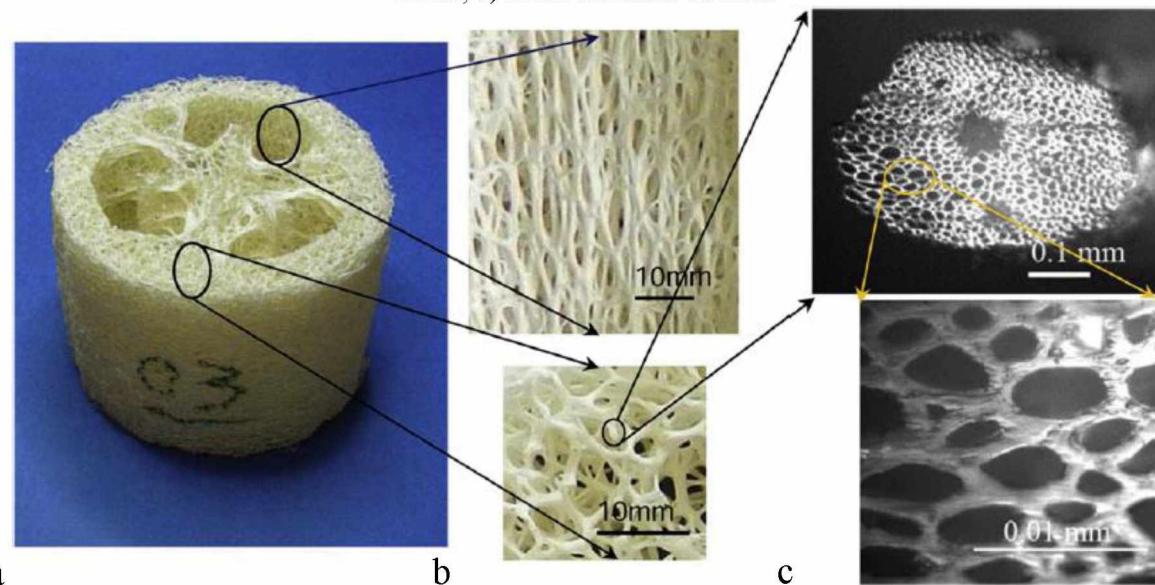
Figura 3 - Estrutura da Bucha vegetal: a) Fruto amadurecido, após secagem e com a pele removida; b) Estrutura vascular reticulada; c) Vista longitudinal da estrutura interna da fibra



Fonte: Shen *et al.* (2014).

A incorporação da fibra de bucha vegetal nos compósitos é geralmente na forma prensada, formando uma manta. Essa forma de estrutura reticulada permite a redistribuição das tensões na matriz, favorecendo o comportamento pós-pico. Após a primeira fissura, as tensões são transferidas às fibras que apresentam boa ancoragem na forma de tecido, permite assim, a elevação da tensão novamente (SOUZA *et al.*, 2007).

Figura 4 – Bucha vegetal: a) fruto amadurecido, após secagem e com a pele removida; b) direção das fibras; c) microestrutura da fibra



Fonte: Shen *et al.* (2013).

Tanobe *et al.* (2005) ressalta a importância da caracterização da bucha vegetal para aplicação em determinado material, pois as características e composição da fibra são responsáveis pelo comportamento delas nos compósitos como absorção e aderência com a matriz. Portanto é necessário realizar ensaios de caracterização antes e após tratamento. No estudo, os autores caracterizaram a bucha vegetal por várias técnicas analíticas, na fibra natural e com diferentes tratamentos.

Nos últimos anos destacaram-se estudos da bucha vegetal como potencial para absorção de líquidos (BAL e BAL, 2004), tratamento de águas residuais (OBOH; ALUYOR, 2011; HENINI *et al.*, 2012) e imobilização de células para a biotecnologia (CHEN; LIN, 2005; ZAMPIERI *et al.*, 2006; SOUZA *et al.*, 2008). Na utilização dessa fibra como reforço em compósitos, com pesquisas sobre caracterização e tratamentos para melhorar o desempenho da fibra em matriz alcalina, destacam-se Boynard e D’Almeida (2000), Tanobe *et al.* (2005), Ghali, *et al.* (2009), Shen, *et al.* (2012), Oliveira, *et al.* (2015); Liu, *et al.* (2016), Souza *et al.* (2017), dentre outros.

Materiais biológicos, como a bucha vegetal, devem ser utilizados como material alternativo buscando soluções sustentáveis. Apesar das pesquisas realizadas, a bucha vegetal ainda não teve suas potencialidades plenamente exploradas. A bucha vegetal (*Luffa cylindrica*) tem sido pouco

explorada na aplicação em compósitos cimentícios, sendo a maioria dos trabalhos destinados a reforço em matriz polimérica (SHEN *et al.*, 2012).

Recentemente, os estudos voltados para tratamentos visando melhorar o desempenho da bucha vegetal em matriz cimentícia restringem-se a poucos pesquisadores. Tong *et al.* (2014) estudaram o efeito das fibras de bucha vegetal com diferentes tratamentos químicos para evitar a retração por secagem e a fissuração de argamassa de cimento. As fibras tratadas apresentaram melhores resultados na retração por secagem do que a bucha natural. Oliveira *et al.* (2015) avaliaram a influência da hornificação da bucha vegetal para ser empregada em compósitos cimentícios. Os autores verificaram que os compósitos reforçados com as fibras hornificadas resultaram na melhoria das propriedades mecânicas aos 90 dias, comparados aos compósitos com fibra natural, indicando possível melhora na durabilidade.

Colorado *et al.* (2015) realizaram tratamentos com solução ácidas e alcalinas em fibras de bucha vegetal para serem utilizadas em matriz cimentícia. As fibras tratadas em solução ácida deterioraram e as que foram submetidas ao tratamento alcalino apresentaram melhor desempenho nos compósitos. Souza *et al.* (2017) submeteram as fibras de bucha vegetal a modificações químicas superficiais para aplicação em compósitos com matriz de cimento. O tratamento melhorou as propriedades mecânicas e diminuiu a absorção de água das fibras. Os compósitos reforçados com a bucha vegetal modificada apresentaram aumento no módulo de ruptura e módulo de elasticidade comparados aos reforçados com fibras sem tratamento, indicando melhor interação entre matriz e fibras.

## 2.2 Materiais compósitos

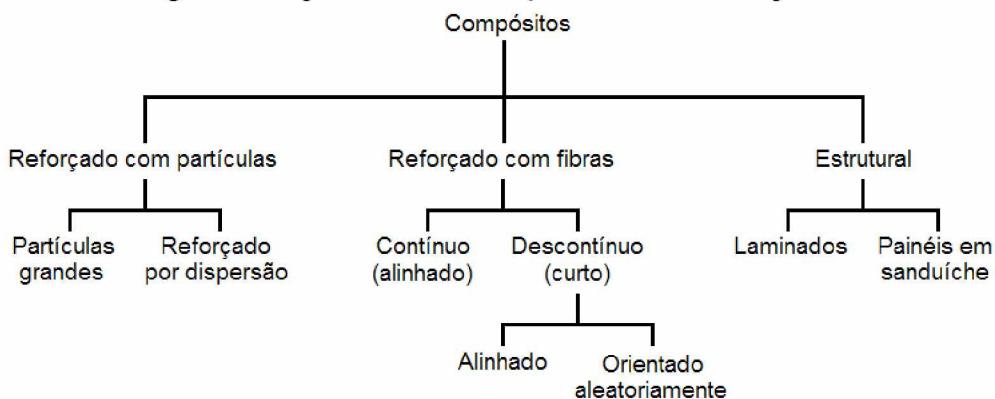
Materiais compósitos consistem em material multifásico, produzido artificialmente em contraste com um material formado naturalmente. Cada fase do compósito deve ser quimicamente diferente e separada por interface distinta. A maioria dos compósitos é produzida para que as combinações melhorarem propriedades, como rigidez, tenacidade e resistência (CALLISTER, 2000; SILVA FILHO; GARCEZ, 2007).

Os compósitos podem ser constituídos de duas ou mais fases, sendo a matriz, que é contínua e envolve as outras fases e as fases dispersas. As propriedades desses compósitos dependem das propriedades dos constituintes, de quantidades e geometria das fases dispersas (forma das

partículas, tamanho, distribuição e orientação). Cada fase desempenha uma função, sendo a contínua, denominada matriz, responsável por assegurar a ligação, enquanto a dispersa desempenha a função de reforço. A matriz é responsável pela distribuição das cargas por meio do reforço e pela proteção da fase descontínua (CALLISTER, 2000 SILVA FILHO; GARCEZ, 2007). Segundo Callister (2000), a classificação dos materiais compósitos consiste em três divisões, compósitos reforçados com partículas, em que a fase dispersa tem partículas com dimensões aproximadamente iguais em todas as direções, compósitos reforçados com fibras e compósitos estruturais, que consistem em combinações de compósitos com materiais homogêneos. Na Figura 5 é mostrado um esquema com a classificação.

O compósito laminado é constituído por dois ou mais materiais com diferentes propriedades e são combinados em camadas, originando novo material com melhores propriedades. Os laminados de fibrocimento podem apresentar mantas de fibras contínuas ou dispersas (DOS SANTOS MARQUES, 2015). Uma ampla variedade de fibras tem sido utilizada em compósitos cimentícios como fibras de aço, vidro, carbono, sintético e natural. Estes tipos de fibras variam consideravelmente nas propriedades, eficácia e custo (BENTUR; MINDESS, 2007).

Figura 5 - Esquema de classificação de materiais compósitos

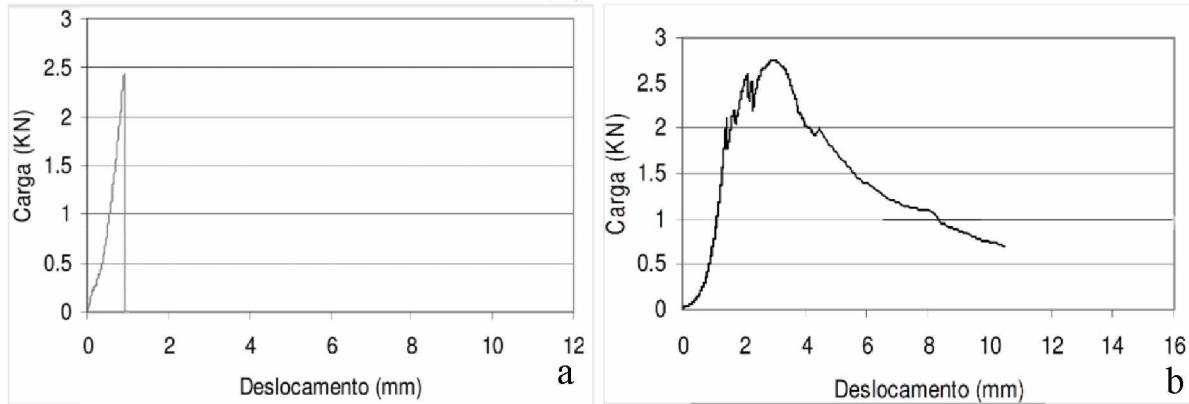


Fonte: Callister (2000).

Na construção civil, as matrizes mais empregadas são as frágeis e apresentam baixa resistência à tração, geralmente pastas, argamassas e concretos, que podem apresentar fissuras e inviabilizar seu uso (Figura 7a). Com a adição das fibras nessas matrizes é possível melhorar propriedades mecânicas com maior benefício no comportamento após o início da fissuração, podendo apresentar deformação plástica considerável (Figura 8b) (AGOPYAN, 1991; FARRAPO, 2015). Figura 6 apresenta curvas típicas de compósitos com e sem fibras. O aumento da tenacidade, ductilidade,

resistência à flexão com a adição de fibras pode permitir a utilização mais intensiva de tais compósitos (TONOLI, 2009; ARDANUY *et al.*, 2015; FARRAPO, 2015; YAN *et al.*, 2016). Estudos concluíram também sobre a redução da retração plástica evitando a fissuração nas primeiras idades (TOLÊDO FILHO *et al.*, 2005).

Figura 6 – Curvas típicas cargas x deslocamento de compósitos submetidos a ensaio de flexão: a) sem fibras, b) com fibras

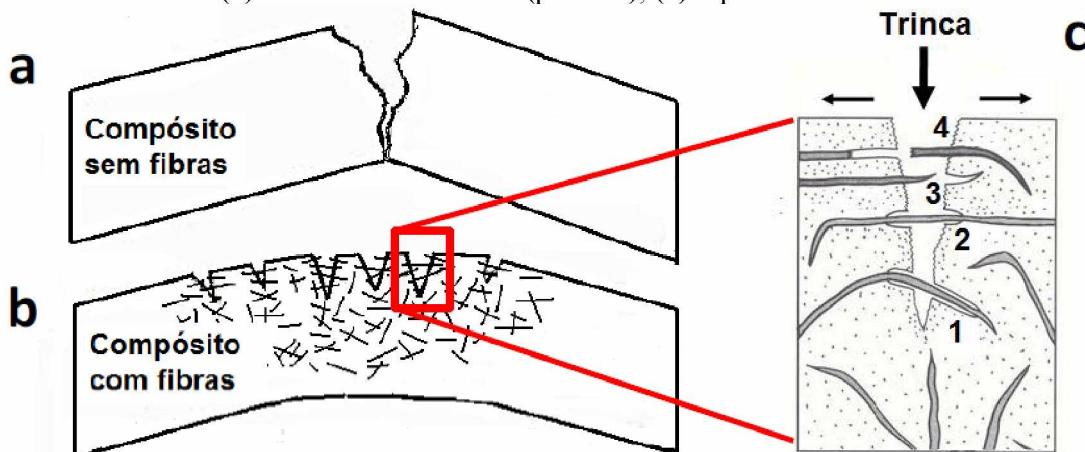


Fonte: Pimentel *et al.*, 2016.

O melhor desempenho mecânico de matriz frágil com a incorporação de fibras depende de três tipos de interação, adesão física e química, atrito e ancoragem mecânica. A ligação de atrito e adesão das fibras na matriz de cimento é fraca, sendo mais eficazes em compósitos com fibras de elevada área de superfície, como fibras finas e matrizes de cimento com baixa relação água cimento. Fibras convencionais com diâmetros maiores que 0,1 mm, o reforço acontece principalmente pelos mecanismos de ancoragem (BENTUR; MINDESS, 2007).

O mecanismo de tenacidade possibilitado pelas fibras em matriz frágil promove um comportamento pseudoplástico do compósito, aumentando a resistência e a capacidade de absorver energia, distribuindo microfissuras ao longo do material. No processo de fratura, as fibras auxiliam a distribuir as tensões na matriz, devido às tensões de aderência, caso essas tensões não excedam a resistência da fibra pode ocorrer o descolamento fibra matriz (Figura 7c- 1 e 2) devido à quebra das ligações de hidrogênio na interface. Este processo de rompimento das ligações de hidrogênio permite o arrancamento (*pull-out*) das fibras (Figura 7c-3), resultando em maior tenacidade devido ao consumo de energia para ocorrer a fratura total. Caso as ligações químicas e físicas entre a matriz e a fibra sejam fortes, ocorre a ruptura da fibra (Figura 7c- 4) (TONOLI, 2009).

Figura 7 - Esquema do comportamento de compósito submetido à flexão. a) compósito sem fibra; b) compósito com fibras; c) detalhe do encaminhamento da trinca: (1 e 2) descolamento da fibra; (3) arrancamento da fibra (pull-out); (4) ruptura da fibra



Fonte: Tonoli (2009).

### 2.2.1 Compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais

As questões ambientais têm motivado pesquisas e um aumento no interesse tem sido dado ao uso de fibras vegetais como alternativa para compósitos cimentícios. As propriedades mecânicas, físicas, baixo custo e seus benefícios ambientais têm sido as principais razões para utilização em compósitos. No Brasil, vários estudos foram realizados com compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais. Destacam-se os seguintes pesquisadores: Agopyan (1991), Ardanuy *et al.* (2015), Claramund *et al.* (2011), Motta (2006), Savastano (2000), Tolêdo filho *et al.* (2000), Tonoli (2009), dentre outros.

Segundo Pickering *et al.* (2016) os principais fatores que influenciam o desempenho mecânico dos compósitos reforçados com fibras vegetais são: a seleção da fibra, incluindo o tipo, tempo de colheita, tipo de extração, aspecto, tratamento e composição; matriz, dispersão e orientação das fibras, processo de fabricação do fibrocimento, resistência interfacial e porosidade.

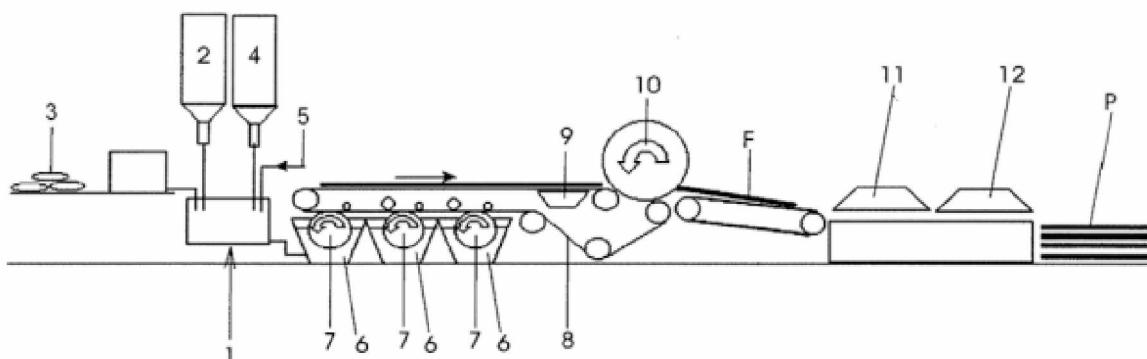
### 2.2.2 Processo de fabricação do fibrocimento

O primeiro compósito cimentício reforçado com fibras amplamente fabricado nos tempos modernos foi o fibrocimento utilizando amianto, desenvolvido por volta de 1900 com invenção do processo *Hatschek* (BENTUR; MINDESS, 2007). O fibrocimento é amplamente utilizado no mundo devido a sua versatilidade, utilizados como coberturas, painéis de revestimento e recipientes de água (IKAI *et al.*, 2010).

O processo de fabricação foi desenvolvido por Ludwing Hatschek, baseado na indústria de papel e desde então o processo foi aperfeiçoado para atingir alta produção e melhor desempenho sem modificar o princípio básico que é a filtragem de uma suspensão bem diluída de cimento em um cilindro rotativo. A produção das folhas de fibrocimento é realizada pelo empilhamento de lâminas finas feitas a partir da suspensão da pasta de cimento, fibras, adições minerais e água, semelhante à produção de papel. Esse processo é utilizado mundialmente para produção de cerca de 85% dos produtos de fibrocimento (BENTUR; MINDESS, 2007; DIAS *et al.*, 2010; IKAI *et al.*, 2010).

Dias *et al.* (2010) e Tonoli (2009) descrevem as etapas de produção de fibrocimento pelo processo *Hatschek*, conforme mostra a Figura 8. A primeira etapa (1) é a preparação da suspensão que consiste na mistura dos materiais sólidos com água, em uma baixa concentração de sólidos (10-15% da massa total). Para isto é adicionado o cimento (2), em sequência as fibras (3), as adições minerais (4) e a água (5). Posteriormente essa suspensão é transportada para tanques (6) com cilindros rotativos (7) onde o material sólido é retido. Em uma esteira de filtro (8) o material do cilindro é removido, formando uma manta fresca de fibrocimento. Na próxima etapa o vácuo (9) é aplicado para remover a água da manta antes de ser colocada na prensa (10), onde é realizada a sobreposição das lâminas. Finalmente a placa fresca fabricada (F) é cortada (11), conformada nos moldes desejados (12) e submetida à cura para obtenção do produto final (P).

Figura 8 - Representação esquemática do processo *Hatschek*



Fonte: Dias *et al.* (2010).

A fase final do processo envolve a cura, a qual pode ser realizada em temperatura ambiente ou em um túnel mantendo os produtos submetidos à condição de cura úmida ou térmica, utilizando o vapor para acelerar o processo de endurecimento. A cura em autoclave também é utilizada em

casos em que é substituído parte do cimento por sílica ativa (BENTUR; MINDESS, 2007; TONOLI, 2009).

As fibras de amianto foram as primeiras fibras a serem utilizadas extensivamente para produção de fibrocimento. O amianto é constituído de minerais fibrosos cristalinos naturais (fibrilas) com filamentos individuais finos com dimensão de 0,1 µm ou menos. Durante os anos de 1960 a 1970 tornou-se evidente que as fibras de amianto apresentam riscos para saúde. Por possuir dimensão pequena pode ser inalada tanto na fabricação quanto na utilização, causando doenças. O tempo de incubação da doença pode chegar a décadas e por este motivo foram necessários muitos anos para descobrir os perigos envolvidos da utilização da fibra (AGOPYAN, 1991; BENTUR; MINDESS, 2007)

No Brasil, a Lei Federal nº 9.055/95 permite que o amianto da variedade crisólita (amianto branco) seja extraída, industrializada, utilizada e comercializada legalmente. Porém como várias pesquisas atestam que essa substância é prejudicial à saúde humana e ao meio ambiente, vários Estados e Municípios passaram a proibir a utilização dessa substância com edição de leis estaduais e municipais (FARIA, 2016).

O grande sucesso dos produtos de fibrocimento com amianto ocorreu devido à boa compatibilidade com a matriz de cimento, além do elevado módulo de elasticidade e resistência comparada com as outras fibras. Apresenta ainda ductilidade relativamente baixa pós-fissuração da matriz (AGOPYAN, 1991; BENTUR; MINDESS, 2007).

A partir de 1980 iniciou-se a busca por alternativas para substituição do amianto por outros materiais que fornecessem bom desempenho, disponibilidade e alta durabilidade a longo prazo em matriz alcalina. Entre as fibras sintéticas que passaram a ser utilizadas estão as de álcool polivinílico (PVA), fibra de vidro alcali resistente, poliacrilonitrila (PAN) e, mais recentemente, as fibras de polipropileno (PP) (IKAI *et al.*, 2010).

As fibras de PVA foram as primeiras a serem utilizadas em larga escala pelas indústrias, devido a alta resistência à tração, módulo de elasticidade elevado, baixa deformação, elevada durabilidade em matriz alcalina e boa aderência com a pasta de cimento, porém o custo é elevado. Enquanto a fibra de polipropileno (PP) possui custo menor do que as fibras de PVA e grande disponibilidade

no mundo. Após intensos estudos, desenvolveu-se e iniciou-se a produção de fibras de PP para substituição do amianto em 2003 (IKAI *et al.*, 2010).

Nos últimos anos, muitos estudos investigaram a substituição do amianto para fabricação de produtos de construção de baixo custo por outras fibras, principalmente as fibras vegetais, por serem um material renovável e de grande disponibilidade (ARDANUY *et al.*, 2015).

### **2.3 Durabilidade dos compósitos cimentícios com fibras vegetais**

Um dos grandes desafios para inserção dos compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais no mercado é a durabilidade do material. Com o processo de envelhecimento na presença de umidade, sofrem redução da resistência mecânica e da tenacidade. Este processo está associado à combinação de enfraquecimento das fibras por ataque alcalino, mineralização das fibras devido à migração dos produtos de hidratação para os lúmens e vazios das células vegetais, além da variação dimensional das fibras devido à alta absorção de umidade. Estes mecanismos fazem com que o material reduza a resistência pós-pico (TOLÉDO FILHO, 2000; ARDANUY *et al.* 2011; DOS SANTOS MARQUES, 2015). É importante que as fibras vegetais apresentem boa aderência com a matriz ao longo do tempo, para garantir a durabilidade do compósito (ARDANUY *et al.*, 2015).

A durabilidade e o desempenho mecânico dos compósitos reforçados com fibras vegetais estão diretamente relacionados com a interface matriz/fibra, pois ela garante a transmissão das tensões internas que serão distribuídas na matriz por meio do reforço (SILVA, 2002; DOS SANTOS MARQUES, 2015). O melhor desempenho da zona de transição pode ser contribuído pelas características da fibra, como morfologia, rugosidade, absorção e porosidade e pelas propriedades da matriz. A quantidade de hidróxido de cálcio presente na matriz influí negativamente na aderência com a fibra (SILVA, 2002).

Os indicadores de degradação devem ser avaliados em relação as propriedades físicas, mecânicas e microestruturais. Entre as propriedades mecânicas, a tenacidade é a melhor indicadora se a fibra está degradando-se. A redução pode indicar que a fibra está fragilizada ou que a interface com a matriz não apresenta características satisfatórias. O módulo de elasticidade também é relevante, indica quanto o compósito poderá deformar sobre ações das cargas de uso. A resistência a flexão é outro parâmetro que pode ser avaliado, porém deve ser cuidadosamente analisado, pois deve ser

levado em consideração a evolução da hidratação do cimento com o passar do tempo (SILVA, 2002).

### *2.3.1 Degradação das fibras vegetais em meio alcalino*

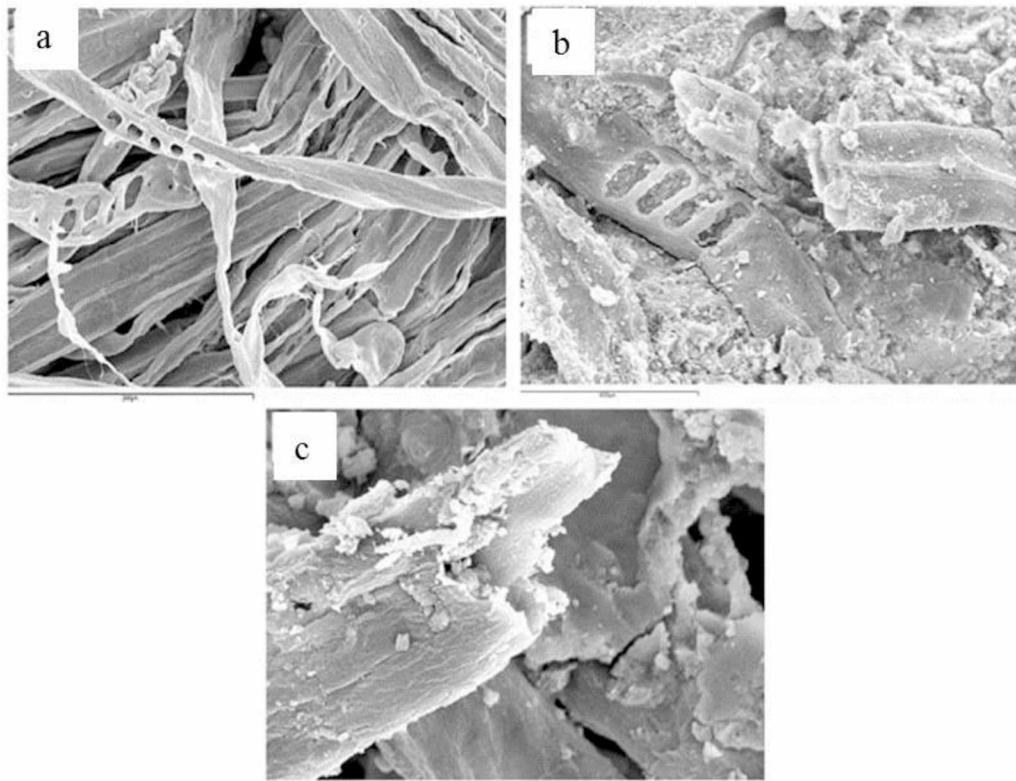
As reações de hidratação que ocorre em matriz com base cimentícia, geram como produtos principais o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), etringita e hidróxido de cálcio  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . O excesso de água na fabricação da pasta se evapora durante o período de cura, conduzindo a uma estrutura porosa na matriz. A porosidade é uma das causas da diminuição da durabilidade, pois permite o acesso de água, que pode conter outras substâncias dissolvidas, ao interior, atingindo o reforço. A água intersticial dissolve o hidróxido de cálcio, formando uma solução alcalina, com pH maior que 13. A água alcalina presente nos poros dissolve a lignina e a hemicelulose na lamela média. As fibras tornam-se vulneráveis e perdem a capacidade de reforço. (TOLÊDO FILHO *et al.*, 2003; TONOLI *et al.*, 2011).

O processo de degradação alcalina apresenta 4 fases: (1) degradação da lignina e parte da hemicelulose; (2) degradação da hemicelulose; (3) degradação da celulose e (4) falha das microfibrilas e, em seguida, a total degradação da fibra (YAN *et al.*, 2016).

A mineralização é outro mecanismo que leva a fragilização da fibra, redução da resistência mecânica e capacidade de deformação. Os produtos de hidratação, como o hidróxido de cálcio, migram para o lúmen e lamelas das fibras (YAN *et al.*, 2016).

ARDANUY *et al.* (2011) estudou o comportamento das fibras na matriz alcalina em várias idades e concluiu que ao ocorrer hidratação do cimento, as fibras vegetais mineralizam, ocorrendo perda principalmente de parte de hemicelulose. Essa mineralização ocorre devido à precipitação de partículas de hidróxido de cálcio na superfície e/ou no lúmen das fibras. A Figura 9 apresenta a superfície de fratura de compósitos reforçados com fibras de kraft com 120 dias de idade, submetido a 4 ciclos de molhagem e secagem. As micrografias confirmam a presença de precipitados de hidróxido de cálcio nas fibras (Figura 9b e c), diminuindo a resistência da área interfacial matriz e fibra, danificando as fibras e reduzindo a capacidade de reforço.

Figura 9 - MEV de fibras de kraft em compósitos cimentícios. a) morfologia de fibras de kraft; b) presença de partículas de precipitado de produtos de hidratação do cimento na superfície das fibras de kraft; c) presença de partículas de precipitado de produtos de hidratação do cimento dentro do lúmen da fibra.



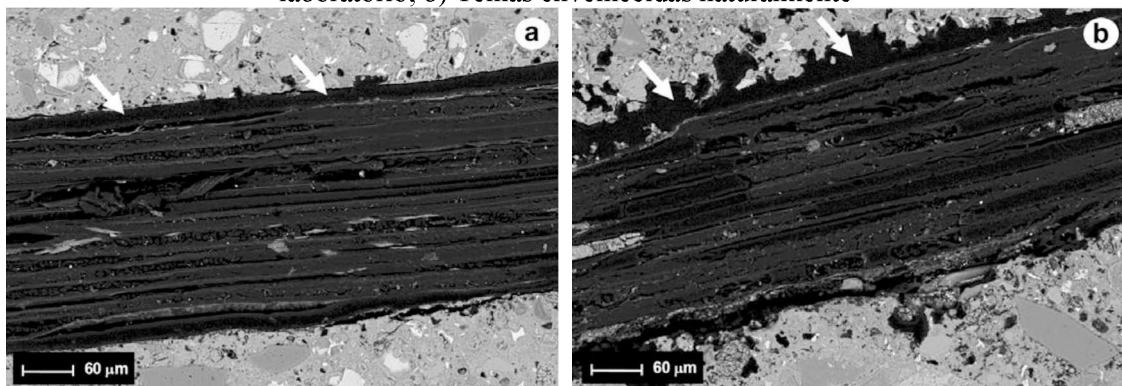
Fonte: Ardanuy *et al.* (2011).

As etapas dos ciclos de secagem e molhagem dos compósitos apresentaram os seguintes comportamentos: a) no primeiro ciclo de secagem, ocorreu redução da seção transversal da fibra devido à perda de água. Essa variação dimensional provoca perda de aderência com a matriz e aparecimento de vazios na zona de transição entre matriz e fibra; b) no ciclo de molhagem subsequente, a água dissolve o hidróxido de cálcio, e as fibras vegetais absorvem essa solução ocorrendo aumento de volume; c) no segundo ciclo de secagem, a água evapora-se e os precipitados de hidróxido de cálcio depositam na superfície e no lúmen das fibras. Nos próximos ciclos as superfícies e lúmen das fibras ficam repletos de produtos com alta alcalinidade (ARDANUY *et al.*, 2011).

Na pesquisa de Tonoli *et al.* (2011) foram avaliadas telhas de fibrocimento fabricadas com fibra vegetal nativa da Colômbia, similar ao sisal. Após 14 anos de envelhecimento natural, analisaram-se as mudanças na microestrutura e na composição química do material e comparada com telhas de referência, armazenadas dentro do laboratório. Em relação à microestrutura, foi analisada a zona

de transição matriz e fibra, como ilustra a Figura 10. É notável que nos compósitos expostas ao envelhecimento natural, a fibra se encontra mais afastada da matriz, devido à variação dimensional da fibra causada pelos ciclos de umidade e secagem, o que também explica a maior porosidade. Nas micrografias das seções transversais dos compósitos foi verificado que as amostras expostas ao envelhecimento natural apresentaram precipitação de produtos de hidratação ricos em cálcio na interface matriz e fibra e no lúmen das fibras, enquanto a telha exposta ao ambiente interno estava quase livre destes produtos (TONOLI, *et al.* 2011).

Figura 10 - Micrografias das zonas de transição matriz e fibra. a) Telhas envelhecidas no laboratório; b) Telhas envelhecidas naturalmente



Fonte: Tonoli *et al.* (2011).

### 2.3.2 Zona de transição entre matriz e fibra

Na interface entre as fibras e a matriz é formada a zona de transição, em que a microestrutura da matriz é diferente. A natureza e o tamanho dessa zona de transição dependem do tipo de fibra, da tecnologia de produção e altera-se com o tempo. As características da interface matriz-fibra influenciam nos mecanismos de descolamento e arrancamento da fibra (BENTUR; MINDESS, 2007).

Na fabricação dos compósitos, a água da pasta de cimento fresca acumula-se ao redor das fibras, tornando a matriz mais porosa nessa região de interface, a zona de transição inicialmente cheia de água não desenvolve uma matriz densa como no restante do compósito e apresenta grande quantidade de CH depositado nos poros (BENTUR; MINDESS, 2007).

Savastano Jr. e Agopyan (1999) investigaram a zona de transição de compósitos reforçados com fibras vegetais, comparando a utilização de fibras de coco, sisal e malva sem tratamento com fibras de amianto e polipropileno. Os autores verificaram que a dimensão da zona de transição é de até

100  $\mu\text{m}$ , a porosidade é maior nessa região e apresenta concentração de hidróxido de cálcio, principalmente com o uso de fibras vegetais. A relação água cimento da matriz influencia na zona de transição, valores elevados aumentam a espessura e ocorre maior acúmulo de produtos de hidratação. Nas idades iniciais do processo de hidratação a porosidade é maior. Portanto, durante a fabricação do compósito, as fibras vegetais sem tratamento atraem grande quantidade de água acarretando em uma zona de transição maior do que as fibras de amianto ou polipropileno.

## **2.4 Métodos de modificação e tratamentos para melhoria das propriedades dos compósitos**

A incompatibilidade das fases dos compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais ocorre devido às diferenças de natureza física, química e mecânica (DOS SANTOS MARQUES, 2015). Portanto, é necessário promover tratamento de modificação da matriz ou da fibra, para amenizar a incompatibilidade e proporcionar melhor desempenho ao compósito.

Muitos pesquisadores desenvolvem estudos para melhorar a durabilidade desses compósitos, submetendo-os a alguns tratamentos, um consiste em modificar a composição da matriz, com o propósito de diminuir a alcalinidade e reduzir os poros e a segunda possibilidade é a modificação das fibras com tratamentos químicos ou físicos para aumentar a estabilidade dimensional na matriz de cimento (ARDANUY *et al.*, 2015).

A forma de análise da durabilidade de compósitos é realizada geralmente por meio de processos acelerados, sendo o tempo necessário limitante para o estudo. Poucos trabalhos abordam a durabilidade de compósitos reforçados com fibras vegetais submetidos ao envelhecimento natural por grandes períodos de tempo (TONOLI, 2011; FARRAPO, 2015).

### *2.4.1 Modificação da matriz*

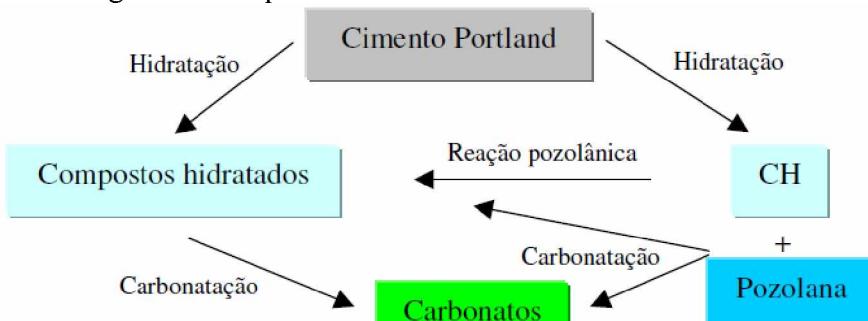
O tratamento para modificar a matriz do compósito consiste em remover ou reduzir a quantidade de hidróxido de sódio, substituindo parte do cimento por adição mineral ou pelo processo de carbonatação acelerada (ARDANUY *et al.*, 2015). O teor de sílica amorfa presente no cimento não é suficiente para transformar todo o hidróxido de cálcio em silicato de cálcio hidratado. Este excesso de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  é apenas satisfatório para concretos reforçados com aço, em que a durabilidade do reforço depende da alcalinidade do meio. Para fibras vegetais essa alcalinidade é a principal

desvantagem, pois reduz a tenacidade e durabilidade do compósito (LIMA; TOLÊDO FILHO, 2008; PIZZOL, 2013; ARDANUY *et al.*, 2015).

Com adição de material com atividade pozolânica no compósito ocorre reação com o CH, denominada reação pozolânica formando novos compostos hidratados, tornando a matriz menos alcalina, além de elevar a resistência à compressão e reduzir permeabilidade (LIMA; TOLÊDO FILHO, 2008; ARDANUY *et al.*, 2015). As adições minerais utilizadas em compósitos cimentícios com fibras vegetais podem ser escória de alto forno, metacaulinita (NITA, 2006) (LIMA; TOLÊDO FILHO, 2008), sílica ativa (SAVASTANO JR *et al.*, 2006), terra diatomácea (OLIVEIRA *et al.*, 2015), resíduo de cerâmica vermelha (FARIAS FILHO *et al.*, 2010), resíduo de lapidação de vidro (ALY *et al.*, 2011), cinzas de casca de arroz (WEI e MEYER, 2016), entre outras.

O hidróxido de cálcio também pode ser consumido pela carbonatação formando carbonatos (NITA, 2006), como ilustra o esquema da Figura 11. O método da carbonatação acelerada é realizada expondo o material em ambiente com alta concentração de gás carbônico ( $CO_2$ ), que reage rapidamente com o hidróxido de cálcio, formando  $CaCO_3$ , diminuindo o pH da matriz, fornecendo um ambiente menos agressivo às fibras. Além disso, o processo melhora as propriedades mecânicas (ARDANUY *et al.*, 2015).

Figura 11 – Esquema do consumo do CH na matriz cimentícia



Fonte: Nita (2006).

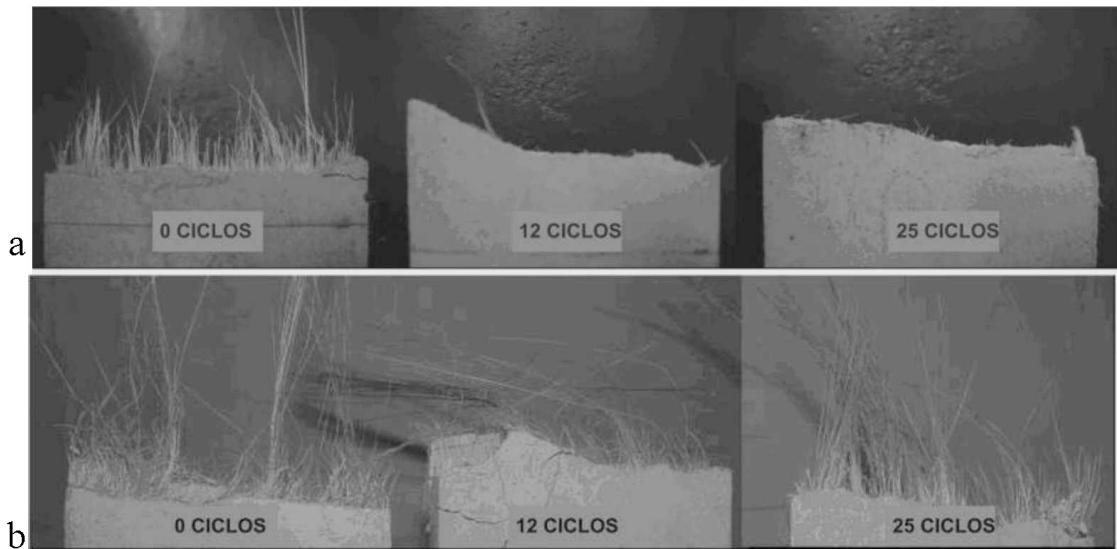
A moldagem dos compósitos sob pressão é outra forma de melhorar a matriz cimentícia, pois diminui o volume de água interna e gera maior resistência e melhor interface entre a matriz e fibra (DOS SANTOS MARQUES, 2015).

### a) Utilização de adições minerais

As pozolanas ou adições minerais são materiais silicosos e podem ser de origem natural, após ativação térmica e subprodutos industriais. Devido aos aspectos econômicos e ambientais os subprodutos industriais podem ser incorporados aos materiais à base de cimento, em proporção de substituição que pode variar até 70%, gerando considerável economia de energia e de custos. (MEHTA e MONTEIRO, 2008). Shao *et al.* (2000) afirma que um material pozolânico deve apresentar três características: conter sílica, ser amorfo e ter grande área de superfície.

Segundo Lima e Tolêdo Filho, a substituição de parte do cimento por adições minerais em compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais melhora as propriedades mecânicas e reduz a absorção. Uma matriz livre de CH diminui a degradação das fibras, a Figura 12 apresenta compósitos submetidos a ensaio de envelhecimento acelerado, observa-se que as amostras com adição de metacaulina mantiveram o comprimento de arrancamento, enquanto as fibras sem adição mineral perderam a resistência pós-fissuração após 12 ciclos de envelhecimento acelerado. Isto indica que as fibras degradaram e romperam-se na superfície da fratura.

Figura 12 - Comprimento de arrancamento de fibras de sisal em compósitos cimentícios submetidos a envelhecimento acelerado: a) compósitos sem adição de metacaulinita; b) Compósitos com adição de metacaulinita



Fonte: Lima e Tolêdo Filho (2016).

Como o objetivo do trabalho é a substituição de parte do cimento por resíduo de lapidação de vidro e resíduo de telha cerâmica, como adições minerais, nesta seção serão apresentadas características desses materiais e estudos com a utilização dos mesmos.

## Resíduo de lapidação de vidro

O resíduo de lapidação de vidro (RLV) apresenta atividades pozolânicas pois o vidro é um material homogêneo, amorfo e inorgânico e possui como principal componente a sílica ou dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ), cerca de 72 %. Para favorecer a reação pozolânica a granulometria do resíduo deve ser menor do que 75  $\mu\text{m}$ , pois quanto maior a área de superfície mais rápida e benéfica é a reação (BABU; PRAKASH, 1995). O RLV apresenta natureza amorfa, quantidade de sílica suficiente e pode ser moída até a dimensão fina para ativar a reação pozolânica, portanto, o material satisfaz os requisitos básicos para uma pozolana (SHAO *et al.*, 2000).

O RLV é obtido durante o processo de produção de peças de vidro, placas são recortadas nas dimensões requeridas e posteriormente passam por um processo de lapidação, para retirada das arestas cortantes. A lapidação ocorre em presença de água e produz um material granular, a porção mais fina é transportada em suspensão pela água. A água com resíduo da lapidação é transportada até uma estação de tratamento, onde realiza-se a separação do material por decantação e filtragem. O resíduo gerado é destinado à fabricação de novas placas de vidro. Em uma indústria, na cidade de Uberlândia/MG, a quantidade de resíduo gerado é estimada em 12 toneladas/mês (RIBEIRO, 2015). Na Figura 13 é apresentado um fluxograma do processo de obtenção do resíduo de lapidação do vidro.

Figura 13 - Processo da obtenção do resíduo de lapidação do vidro



Fonte: Antônio (2012).

Aly *et al.* (2011), avaliou o efeito de nano argila e resíduo de vidro nas propriedades de argamassas reforçadas com fibras de linho. Os compósitos foram fabricados com 20% de substituição do cimento por resíduo de vidro e para acelerar a reação pozolânica foram adicionados 2,5% de nano

argila que apresenta elevada superfície específica. Os resultados dos ensaios após 28 dias mostraram que o resíduo de vidro e a nano argila melhoram a resistência à flexão, impacto, tenacidade e durabilidade após envelhecimento acelerado comparado com amostras sem adição de pozolanas.

### **Resíduo de telha cerâmica**

Outro tipo de adição mineral é a argila calcinada, que apresenta as características de pozolanicidade (GARCIA *et al.*, 2015). A argila calcinada é um material pozolânico natural, que após tratamento térmico em temperaturas de 600 a 900°C, estruturas cristalinas dos minerais são destruídas adquirindo estrutura amorfada (MEHTA e MONTEIRO, 2008). O resíduo de cerâmica vermelha possui propriedades potencialmente similares às argilas calcinadas e são pouco aproveitadas como pozolana no Brasil (GARCIA *et al.*, 2015).

Os materiais cerâmicos vermelhos estão presentes nas construções em tijolos, blocos, telhas, revestimentos entre outros. Podem ser empregados como agregados e como adição pozolânica para concretos e argamassas, substituindo parte do aglomerante (SALES; ALFERES FILHO, 2014).

Apesar da modernização dos processos industriais, maior controle e padronização dos produtos nas empresas de telha cerâmica vermelha, as perdas persistem em número significativo no processo produtivo e no transporte (SALES; ALFERES, 2014; GARCIA *et al.*, 2015). As peças queimadas defeituosas não são reaproveitadas e estes materiais (cacos cerâmicos) são descartados. Em pesquisa realizada no Estado de São Paulo, estima-se que as perdas estão entre 3% a 5%, representando um descarte anual de 0,8 a 1,3 milhões de toneladas no estado (GARCIA *et al.* 2015). Em diagnóstico realizado em indústrias cerâmicas nas cidades de Monte Carmelo e Ituiutaba, Minas Gerais, foi relatada uma perda de 3% de telhas após a queima, essas perdas constituem os resíduos (cacos) em uma estimativa de 1,6 milhões de cacos por mês (DIAS, 2004).

Garcia *et al.* (2015) analisaram amostras coletadas em 8 indústrias de cerâmica no Estado de São Paulo. Os cacos de cerâmica vermelha passaram por processos de fragmentação até adquirir um material passante na peneira nº 200 mesh (75 µm). O material mostrou-se adequado para utilização como pozolana, no ensaio Chapelle apresentou o consumo médio de 500 mg de Ca(OH)<sub>2</sub> /g. As temperaturas de queima que apresentaram maior reatividade foram entre 700°C e 800°C, pois em

temperaturas maiores ocorre a recristalização da caulinita. O estudo mostra que o material é uma alternativa para o aproveitamento dos resíduos industriais e contribui para o meio ambiente.

Farias Filho *et al.* (2010) investigaram a utilização de resíduo de tijolo moído e metacaulinita em substituição de 20% e 40% de cimento em argamassas reforçadas com fibras curtas de sisal. Para verificar o desempenho dos compósitos cimentícios, as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à flexão, após 28 dias, 135 e 180 dias de envelhecimento natural e envelhecimento acelerado com 94 ciclos de molhagem e secagem.

Os resultados dos ensaios de resistência à flexão indicaram que a substituição do cimento pelas adições minerais aumentou a resistência à flexão para todas as misturas. Este aumento está associado à formação de novos produtos de hidratação. Nos compósitos com 20% de adição de metacaulinita, a tenacidade reduziu até 53% após o envelhecimento, demonstrando que essas quantidades de adições minerais não foram suficientes para impedir a deterioração da fibra. As amostras com 40% de substituição por metacaulinita obtiveram matriz isenta de hidróxido de cálcio. A tenacidade aumentou 25% após envelhecimento natural e reduziu apenas 8% no envelhecimento acelerado. Os compósitos com a utilização do resíduo de tijolo moído apresentaram comportamento similar, porém menos eficiente (FARIAS FILHO *et al.*, 2010).

#### *b) Carbonatação acelerada*

O mecanismo de carbonatação ocorre com a difusão do CO<sub>2</sub> pelos poros não saturados na matriz de cimento. O gás carbônico é dissolvido na fase aquosa nos poros, transformando em ácido carbônico (H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>). Este é dissociado em íons de HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> e CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, enquanto o hidróxido de cálcio (CaOH<sub>2</sub>), dissocia-se em Ca<sup>2+</sup> e OH<sup>-</sup>, resultando na precipitação do CaCO<sub>3</sub>. (ALMEIDA, *et al.* 2013; PIZZOL, 2013). Segundo Tonoli *et al.* (2010) e Almeida *et al.* (2013), a carbonatação é um tratamento eficaz para diminuir a degradação das fibras de celulose em meio agressivo. Pesquisa realizada pelos autores indicou melhoria nas propriedades mecânicas, redução da absorção de água e aumento da densidade aparente. Essa densificação da matriz, menor dimensão dos poros e redução da porosidade está associada à precipitação do CaCO<sub>3</sub>, que é um produto mais estável que o CH.

Pizzol (2013) estudou o impacto da carbonatação acelerada na microestrutura e nas propriedades químicas e mecânicas de compósitos cimentícios reforçados com fibras de polpa celulósica e

sintéticas. A carbonatação acelerada foi realizada após a moldagem dos compósitos, em tempos de 2,4,6, 8 e 10 horas. Ao avaliar as amostras com solução de fenolftaleína, notou-se redução da intensidade da coloração violeta para incolor. Quanto maior o tempo de exposição, menor é a intensidade da cor violeta, comprovando a diminuição da alcalinidade da pasta.

Pizzol (2013) ressalta o aumento da massa específica das amostras após 200 ciclos de envelhecimento acelerado e a redução da absorção de água e da porosidade aparente devido ao preenchimento dos poros com o precipitado de  $\text{CaCO}_3$ , impedindo a entrada de água. Com a carbonatação ocorreu o aumento significativo do módulo de ruptura e da energia específica dos corpos de prova, devido à melhoria da aderência entre a matriz e as fibras.

#### *2.4.2 Modificação da fibra vegetal*

Para melhorar o desempenho mecânico e durabilidade, evitando a degradação do compósito, é necessário modificar o caráter hidrofílico das fibras e melhorar a adesão com a matriz por meio de tratamentos (ARDANUY *et al.*, 2015; DOS SANTOS MARQUES, 2015).

##### *2.4.2.1 Tratamentos químicos*

Os tratamentos químicos consistem em empregar alguma substância química que irá reagir com as fibras vegetais, para aumentar a adesão interfacial entre fibra e matriz e diminuir a hidrofilicidade. O tratamento varia com a composição da fibra, principalmente a proporção de celulose (ALBINANTE *et al.*, 2013). A maioria dos métodos apresentam melhoria nas propriedades mecânicas das fibras e melhor adesão entre fibra e matriz (LI *et al.*, 2007). Os tratamentos químicos mais relatados são tratamento alcalino ou Mercerização, acetilação, silano, acrilização, isocianatos, permanganato, impregnação, entre outros (MOTTA, 2006; LI *et al.*, 2007; ONUAGULUCHI; BANTHIA, 2016; PICKERING, *et al.* 2016).

###### *a) Acetilação*

O tratamento de acetilação de fibras vegetais visa substituir grupos de hidroxila para reduzir a polaridade da fibra, pois os grupos de hidroxila presentes na celulose, hemicelulose e lignina são responsáveis pelo caráter polar das fibras. O tratamento consiste na modificação química das fibras com solução de anidrido acético (D’ALMEIDA *et al.*, 2005). Algumas hidroxilas são substituídas

por grupos de acetil ( $\text{CH}_3\text{CO}$ ), que apresentam caráter apolar com formação de acetato de celulose (LOPES *et al.*, 2011).

D’Almeida *et al.* (2005) realizaram a acetilação de bucha vegetal e analisaram a estrutura e morfologia por meio de FTIR e MEV. Observaram que o tratamento foi efetivo. A camada mais externa das fibras foi eliminada, com consequente aumento da área superficial, contribuindo para melhorar a interface matriz-fibra. Houve redução parcial do grupo de hidroxilas, diminuindo a polaridade das fibras.

#### *b) Impregnação*

A impregnação superficial consiste no tratamento com uma solução de polímeros diluídos, de tamanho grande para que não penetrem na estrutura das fibras. O tratamento é feito principalmente com resina epóxi, que age como um adesivo e aumenta a dureza superficial (ROWELL, 2004).

O tratamento por impregnação pode ser com manômetro-polímero, em que um derivado de acrílico dissolvido em um solvente é impregnado por ciclo de vácuo e pressão. Após o tratamento, a madeira é aquecida a uma temperatura que o catalisador torna-se ativo e ocorre a polimerização. Neste tratamento o polímero fica localizado no lúmen da célula e na parede celular (ROWELL, 2004).

Motta (2006) realizou dois tipos de tratamento por impregnação nas fibras de sisal e coco, utilizando o polímero estireno que reveste a estrutura e/ou preenche os lúmens e a impregnação com o polímero polar, álcool furfurílico, que reage com as paredes das células. Uma mistura das duas resinas também foi testada nas fibras. O tratamento das fibras é realizado a vácuo e pressão e curadas durante 48 h em estufa a temperatura de  $70\pm5^\circ\text{C}$ . Os resultados mostraram que a impregnação foi mais satisfatória para fibras de coco, pois resultou em melhora nas propriedades mecânicas e físicas. O módulo de elasticidade das fibras de coco tratadas com álcool furfurílico foi o melhor resultado obtido entre as impregnações testadas. O tratamento nas fibras de sisal não apresentou melhora nas propriedades.

*c) Mercerização ou tratamento alcalino*

A mercerização consiste no tratamento alcalino de fibras, este método remove grande parte da hemicelulose, lignina e materiais solúveis em meio alcalino, de maneira que a superfície da fibra se torne áspera (ARSYAD *et al.*, 2015).

Mohanta; Acharya (2016) realizaram o tratamento de mercerização em fibras de bucha vegetal em solução com hidróxido de sódio (NaOH). As fibras tratadas apresentaram menor absorção, maior índice de cristalinidade e melhor estabilidade térmica. As propriedades mecânicas dos compósitos poliméricos reforçados com a bucha vegetal foram melhores para as fibras que foram mercerizadas. Com o tratamento foi observado por meio das micrografias, que a superfície se torna mais rugosa e ocorre a remoção parcial das impurezas na superfície das fibras, portanto ocorre melhor interação com a matriz.

*2.4.2.2 Tratamentos físicos*

Os tratamentos físicos modificam as propriedades estruturais e superficiais das fibras sem alterar a composição química e podem influenciar na adesão com a matriz (FARUK *et al.*, 2012). Os tratamentos físicos incluem corona, plasma frio, raios ultravioletas, tratamentos térmicos com radiação de elétrons, tratamento termomecânico, hornificação, entre outros (MOTTA, 2006; FARUK *et al.*, 2016; PIECKERING *et al.*, 2016).

*a) Hornificação*

Os ciclos de molhagem e secagem, conhecido como hornificação causa a retração das fibras devido à formação de ligações de hidrogênio com a celulose. O tratamento reduz a absorção de umidade, assim as fibras apresentam maior estabilidade dimensional, consequentemente melhor adesão matriz e fibra e redução da mineralização das fibras (CLARAMUND *et al.*, 2010; CLARAMUND *et al.*, 2011).

Oliveira *et al.* (2015) realizaram o tratamento de hornificação de fibra de bucha vegetal para utilização em compósitos cimentícios e verificaram que nas primeiras idades, o tratamento não alterou significativamente as propriedades da fibra. No entanto, os compósitos ensaiados após 90 dias apresentaram melhora nas propriedades mecânicas e menor redução na resistência em comparação com os compósitos com fibras naturais.

*b) Plasma frio*

O princípio da geração do plasma consiste no fornecimento de energia para átomos e moléculas de um gás, que pode ser por aumento de temperatura, aplicação de voltagem ou ondas eletromagnéticas. Os elétrons deixam o núcleo dos átomos e tornam-se livres, espécies ionizadas e neutras. A fibra exposta ao plasma pode interagir com as espécies e produtos voláteis formados na superfície da mesma (AHMED, 2007), portanto ocorre modificação na superfície das fibras (CAMPOMORI, 2016), sem causar grandes mudanças na sua estrutura (CARNEIRO, 2013). O tratamento com plasma nas fibras vegetais é geralmente realizado sem aumento significativo de temperatura utilizando método por plasma a frio (AHMED, 2007).

O tratamento por plasma visa melhorar a adesão fibra e matriz devido ao aumento da hidrofobilidade pela introdução de uma camada de filme ou grupos funcionais hidrofóbicos, pela redução dos resíduos e componentes amorfos e aumento da rugosidade da superfície (CARNEIRO, 2013).

Barra (2014) realizou o tratamento com polimerização plasma frio de metano em fibras de coco verde e sisal para utilização em compósito cimentício. As fibras de sisal apresentaram comportamento satisfatório. Com tratamento por 10 e 20 minutos apresentaram redução na hidrofilicidade, enquanto as fibras de coco apresentaram comportamento contrário. No ensaio de arrancamento, as fibras de sisal submetidas ao tratamento por 20 minutos indicaram boa aderência com a matriz. Após o ensaio de degradação em solução cimentícia, concluiu-se que o tratamento retardou o processo de degradação alcalina da hemicelulose e da lignina para as fibras de sisal tratadas por 10 e 20 min. Os ensaios mecânicos indicaram aumento na resistência, enquanto o módulo de elasticidade permaneceu inalterado com o tratamento.

*c) Tratamento termomecânico*

O tratamento termomecânico é um tratamento físico e os métodos consiste na submissão de um material à força de compressão e aquecimento simultaneamente. Pode ser realizado a seco (termomecânico), com vapor (higro-termomecânico) ou com água (hidro-termomecânico) (ARRUDA, 2012). Esse processo é empregado no tratamento de madeiras maciças, partículas e lâminas de madeira nos processos de moldagem e densificação (MOTTA, 2006; SILVA, 2015). O tratamento resulta no aumento da massa específica do material devido à redução do volume dos

vazios nos lúmens das fibras vegetais. É importante que a compressão deve ser realizada de modo que não frature o material (NAVI; SANDBERG, 2012).

O tratamento termomecânico passa por quatro estados: plastificação no amolecimento devido à força de compressão, ocorrência de grandes deformações, endurecimento e transformação da compressão fixada devido ao relaxamento das tensões internas. A densificação de madeiras é capaz de melhorar as propriedades mecânicas como resistência à compressão, resistência ao impacto, módulo de elasticidade, estabilidade dimensional, redução da higroscopícidade e alívio de tensões internas (ROWELL; PEGGY, 1987; MORSING, 2000; KOCAEFE *et al.*, 2008; NAVI; SANDBERG, 2012).

O efeito do tratamento termomecânico nas madeiras depende da composição, temperatura, tempo de exposição e tensão aplicada, acarretando aumento da cristalinidade da celulose, aumento da quantidade de lignina, redução do teor de hemicelulose e extractivos, tornando o material com maior dureza superficial e redução da higroscopícidade (SILVA, 2015).

Na sequência serão apresentados alguns tópicos relacionados com o comportamento da madeira, fibras e dos seus constituintes durante o aquecimento, a influência de alguns fatores no tratamento termomecânico e estudos realizados com prensagem a quente em fibras vegetais.

- **Transição vítreia**

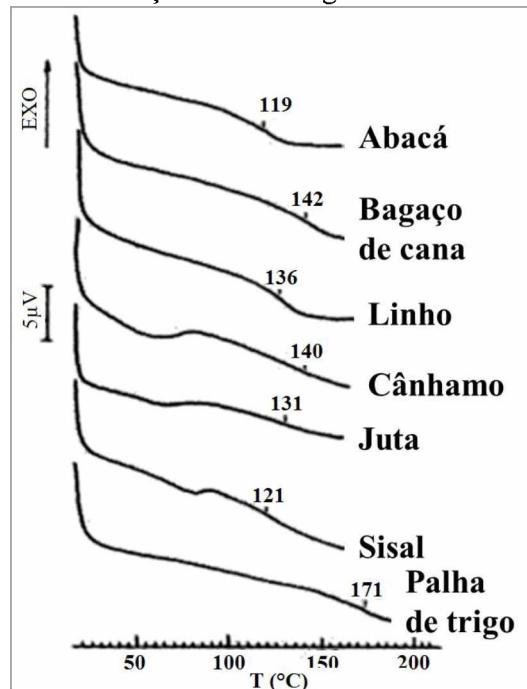
A compressão a quente amolece os polímeros amorfos, lignina e hemicelulose, para aliviar as tensões internas resultantes da compressão (ROWELL e PEGGY, 1987). Este amolecimento está relacionado com a temperatura de transição vítreia ( $T_g$ ) e consiste na transformação de um material no estado sólido rígido para um estado plástico (CALLISTER, 2007). Nessa passagem de estado, as cadeias poliméricas possuem maior mobilidade, pois apresentam um estado desordenado maior (FIGUEROA; MORAES, 2009).

A transição vítreia está relacionada com a temperatura, teor de umidade, peso molecular de cada polímero e a natureza do material (FIGUEROA; MORAES, 2009). Nessa fase muitas propriedades modificam-se, especialmente a rigidez (MORSING, 2000; SANDBERG; NAVI, 2007). A temperatura de transição vítreia é diferente para cada polímero da madeira (FIGUEROA; MORAES,

2009). Sendo que o amolecimento da celulose é limitado, devido ao seu arranjo cristalino e ligações secundárias entre as moléculas (MORSING, 2000).

A lignina é a principal responsável pelo amolecimento da fibra em altas temperaturas. Segundo Vasile *et al.* (2006), os valores de Tg da lignina em fibras vegetais estão entre 123,6°C até 154,5°C dependendo do tipo de fibra. A lignina saturada pode diminuir sua Tg em até 60°C. Na pesquisa desenvolvida pelos autores, eles compararam o comportamento térmico da lignina de diferentes fibras vegetais. A transição vítreo foi determinada por meio de DSC e 2D IR. A Figura 14 apresenta as curvas de DSC para as ligninas das fibras pesquisadas, os valores apresentados nas curvas são as Tg de cada fibra.

Figura 14 – Transição vítreo da lignina das fibras vegetais



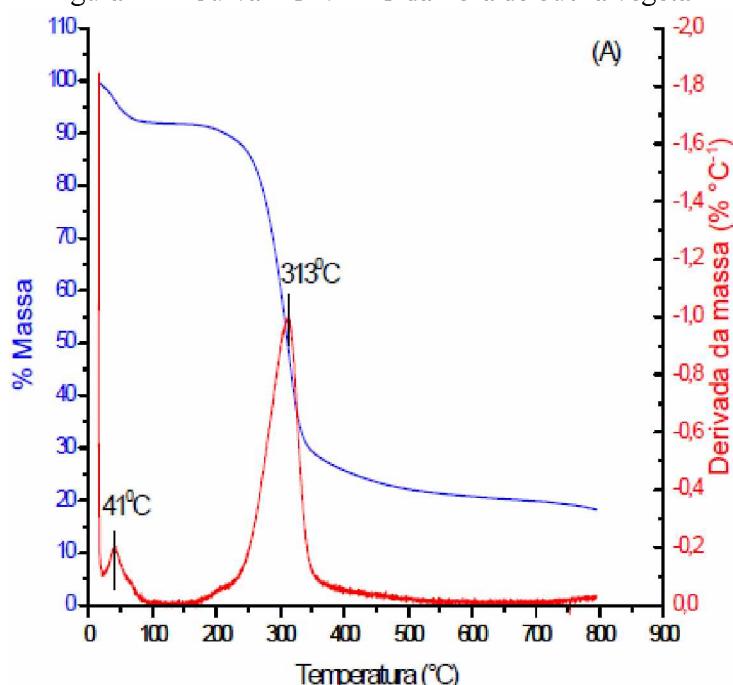
Fonte: Vasile *et al.* (2006)

Khan e Ashraf (2007) realizaram a caracterização térmica da lignina do bagaço, resíduo de coco e a casca do eucalipto. As temperaturas de transição vítreo da lignina das amostras analisadas apresentaram valores próximos a 110°C. Não foi encontrado na literatura estudos para determinação da temperatura de transição vítreo da lignina da fibra de bucha vegetal.

- **Influência da temperatura sobre os polímeros da madeira**

Ao submeter a madeira em alta temperatura, ocorre a degradação térmica dos polímeros: celulose, hemicelulose e lignina (FIGUEROA, 2012). As técnicas de análises, termogravimetria (TGA), sua derivada (DTG) e a calorimetria exploratória diferencial (DSC), permitem determinar em qual temperatura o material ocorre a degradação. A partir destas técnicas é possível verificar as propriedades das fibras como a umidade residual, temperatura de decomposição, dentre outros (SANTOS, 2012). A Figura 15 apresenta uma curva de TGA/DTG da fibra de bucha vegetal.

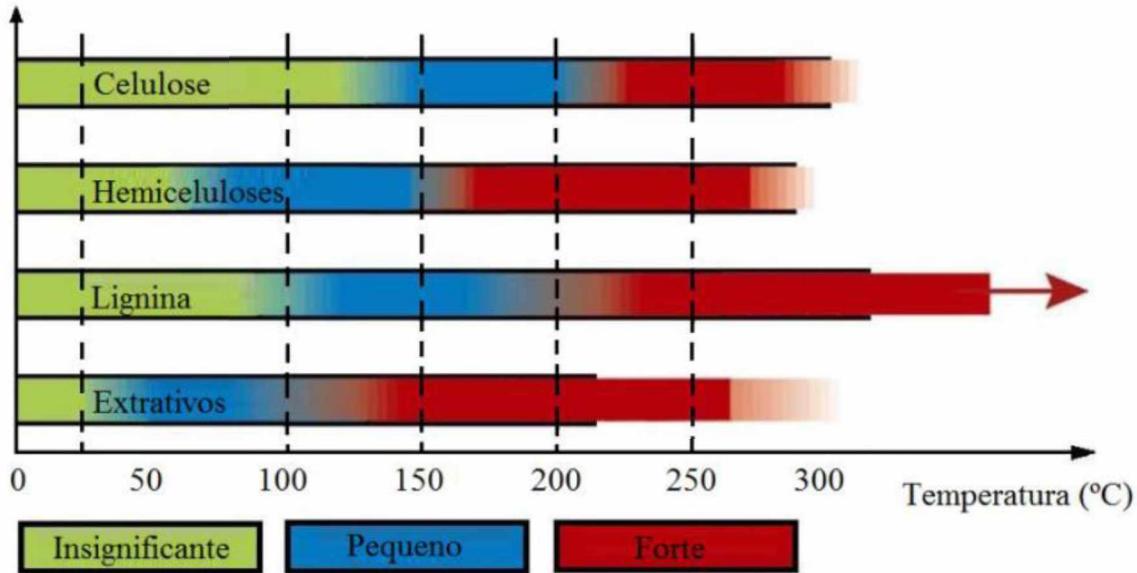
Figura 15 – Curva TGA/DTG da fibra de bucha vegetal



Fonte: Siqueira, 2008

Diversos pesquisadores realizaram estudos de análise termogravimétrica de fibras de bucha vegetal, eles descrevem que há uma perda de massa, entre 4% a 9%, em baixa temperatura, próxima a 50°C até 100°C. Esta perda de massa inicial está relacionada com a desidratação da fibra. Entre 100°C a 200°C ocorre perda de mais 6,46%. No intervalo de 100°C a 250°C ocorre a mudança de cor da fibra para tom acastanhado. Acima de 250°C inicia-se a degradação térmica da bucha vegetal. Entre 250°C a 350°C a perda de massa está entre 63,6% a 68% e está associado à degradação da hemicelulose e da celulose. Temperaturas superiores a 400°C resulta na quebra de ligação da lignina. Na temperatura próxima a 600°C a fibra já perdeu 81,3% da massa inicial (TANOBE, 2003; TANOBE *et al.*, 2005; SIQUEIRA, 2008; GUIMARÃES *et al.*, 2009; OLIVEIRA, 2013).

Figura 16 – Alteração dos componentes com temperatura



Fonte: Sundqvist (2004); Figueroa (2012).

Tabela 3 – Alterações dos componentes da madeira em exposição à alta temperatura

Temperatura	Alterações	
	Saída de extrativos e mudança de cor	
	Hemicelulose	Inicia-se o amolecimento
	Lignina	Altera-se a estrutura.
	Evapora-se a água de impregnação	
	Inicia-se mudanças significativas de cor	
	Hemicelulose	Há perda de massa
	Lignina	Mudança na estrutura devido à saída de umidade
	Aumenta a cristalinidade	
	Transição vítreia da celulose amorfã	
	Hemicelulose	Degradação significativa
	Lignina	Transição vítreia
	Celulose	Transição vítreia para amostras secas
	Hemicelulose	Degradação térmica
	Lignina	Aumento da taxa de degradação
	Celulose	Despolimerização, desidratação e perda de até 83% da sua massa.
	Hemicelulose	Degradação completa

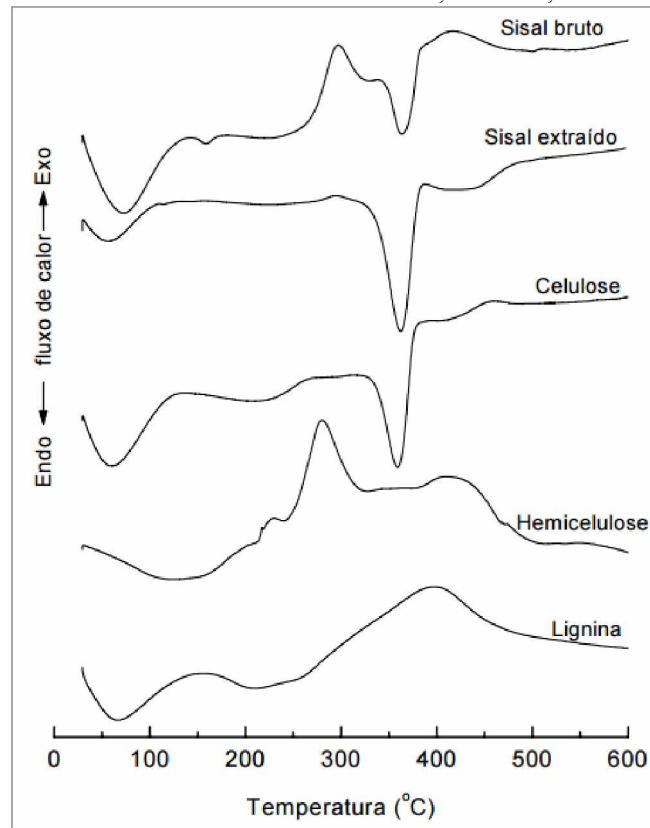
Fonte: Adaptado de Figueroa, 2012.

Segundo Schaffer (1973), a partir de 50°C inicia-se as mudanças físicas e químicas dos componentes. Na Figura 16 e na Tabela 3 estão apresentadas as alterações dos polímeros e extrativos de acordo com a temperatura durante o aquecimento. Observa-se que as alterações iniciam-se pelos extrativos em baixas temperaturas. Dentre os polímeros, a hemicelulose apresenta

menor estabilidade térmica que pode ser explicada pela sua estrutura não cristalina, diversidade estrutural e baixo peso molecular, o que auxilia na rápida degradação. Com a degradação da hemicelulose melhora a estabilidade dimensional da madeira (FIGUEIROA, 2012).

Muitos estudos foram realizados a respeito do comportamento térmicos de fibras vegetais. Porém, encontram dificuldades nas análises de DSC devido à evaporação da água e a sobreposição das Tgs da celulose, lignina e outros componentes. Portanto, para melhor compreensão das propriedades térmicas é necessário realizar a caracterização das fibras e dos seus constituintes separadamente (MARTIN *et al.*, 2010; TOMXZAK; 2010). A Figura 17 apresenta as curvas de DSC para sisal bruto, sisal extraído (sem extractivos) e de seus componentes (celulose, hemicelulose e lignina). Observa-se que a curva do sisal bruto apresenta os picos dos 3 polímeros.

Figura 17 – Curva térmicas de DSC das fibras de sisal bruta, extraída, celulose, hemicelulose e lignina



Fonte: (MARTIN *et al.*, 2010)

- **Influência da umidade sobre os polímeros da madeira**

O amolecimento dos polímeros dentro da parede da célula pode ser induzido pela umidade. O que é importante para a termocompressão de materiais higroscópicos como a madeira (STOKKE *et al.*,

2014). Diversos autores pesquisaram a transição vítreia dos componentes da madeira e verificaram que ela é influenciada pela umidade (MORSING, 2000; MANGALAM, 2005; PONCSÁK *et al.*, 2006; STOKKE *et al.*, 2014;). A adição de água em um material polimérico diminui a temperatura de transição vítreia. Com a absorção de umidade pela parede celular ocorre o amaciamento dos polímeros presentes nela (STOKKE *et al.*, 2014).

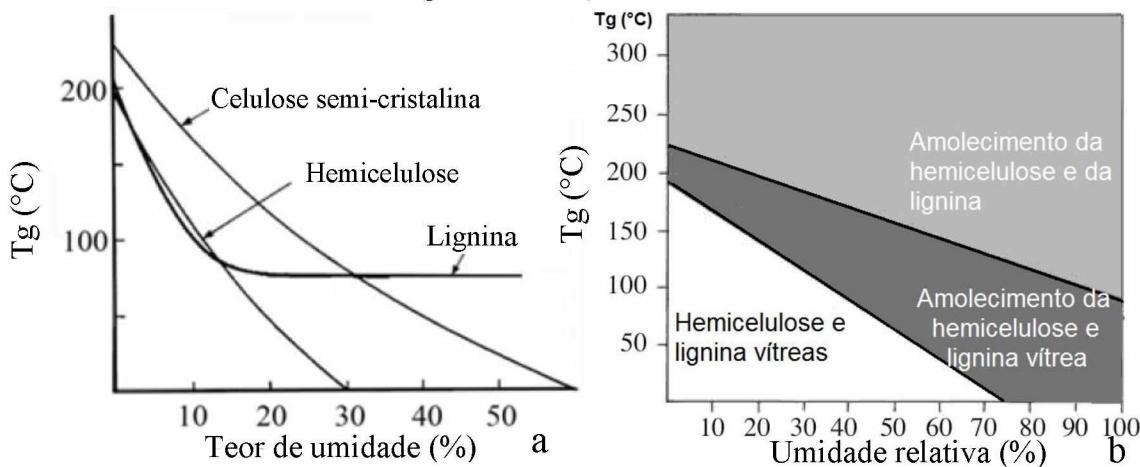
No tratamento higro-termomecânico, a umidade age como plastificante para os polímeros da madeira. Tal fato acontece devido à formação de ligações secundárias aos grupos polares nas moléculas dos polímeros, ocorrendo a separação delas. A presença de água reduz a ligação entre as cadeias proporcionando mais espaço para movimentação dos polímeros (MORSING, 2000). O volume livre do sistema aumenta com a umidade tornando-se mais fácil a deformação (BIRKINSHAW, 1993 *apud* MORSING, 2000).

Os fenômenos moleculares que ocorrem são a redução das interações de Van der Waals inter e intra-moleculares e das ligações de hidrogênios dos polímeros amorfos que possuem grupos funcionais de hidroxila (-OH). As moléculas de água adsorvidas ficam localizadas entre as moléculas de hidroxila. Desta maneira, a distância intermolecular e a mobilidade aumentam e como consequência ocorre a redução da temperatura de transição vítreia (SANDBERG; NAVI, 2007).

A lignina apresenta maior efeito na plasticidade da madeira ou fibra vegetal. Em presença de água ocorre a substituição de ligações de hidrogênio dentro da lignina por ligações com a água. A transição vítreia da hemicelulose e a celulose semi-cristalina saturadas ocorre em temperatura ambiente. Elas possuem muitos grupos de hidroxila e são altamente higroscópicos, ao saturar a sua  $T_g$  cai para temperatura inferior à temperatura ambiente, sem necessidade de aquecimento para ocorrência da plastificação (MORSING, 2000; SANDBERG; NAVI, 2007).

A Figura 18 apresenta as temperaturas de transição vítreia dos polímeros da madeira em função da umidade. É possível verificar que em alta umidade a lignina apresenta maior temperatura transição vítreia além da celulose cristalina. Portanto para tratamento higro-termomecânico, a escolha da temperatura deve ser pelo menos 25°C superior que a  $T_g$  da lignina. Com estas condições a lignina, hemicelulose e celulose semicristalina estarão relativamente móveis e podem ser deformados (SANDBERG; NAVI, 2007).

Figura 18 – Temperatura de transição vítreia: a) componentes isolados em função da umidade; b) matriz de hemicelulose e lignina em relação à umidade do meio ambiente



Fonte: Sandberg; Navi, 2007.

Em relação à celulose cristalina o amolecimento é limitado, pois apresenta estrutura compacta e estável. A interação entre os polímeros é maior do que a interação polímero/água nas temperaturas abaixo da degradação térmica, a água é incapaz de penetrar na rede cristalina. As microfibrilas permanecem cristalinas e muito rígidas em alta temperatura e alto teor de umidade (MORSING, 2000; SANDBERG; NAVI, 2007). A Tabela 4 apresenta a transição vítreia ( $T_g$ ) para os polímeros da madeira, observa-se que a temperatura de transição vítreia diminui significativamente em presença de umidade. Enquanto que a degradação térmica ocorre independente da umidade.

Tabela 4 –  $T_g$  dos polímeros da madeira

	Transição vítreia (°C)		Início da degradação severa (°C)	
	Seca	Saturada	Seca	Saturada
Celulose	>230	>220	>200	>160
Hemicelulose	160-220	<25	>160	>160
Lignina	>150	60-90	>160	>160

Fonte: Morsing, 2000.

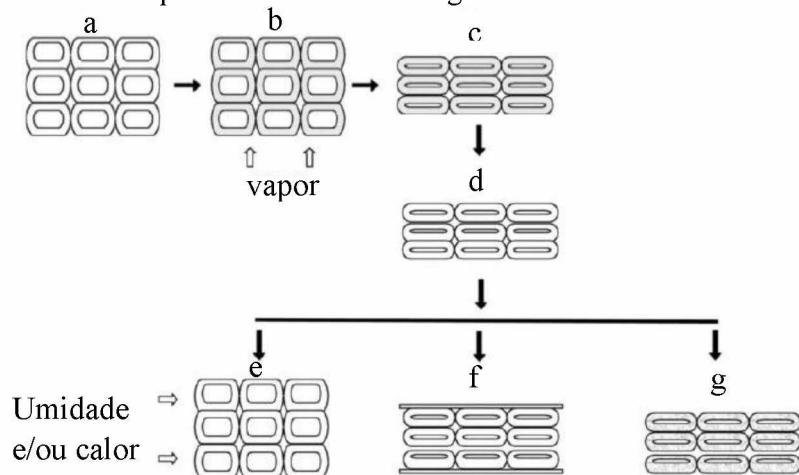
- **Efeito memória**

O tratamento termomecânico melhora as propriedades do material, porém a densificação é instável e pode recuperar totalmente ou parcialmente o volume inicial quando a madeira tratada é submetida à temperatura e umidade elevadas devido ao efeito de memória. Este mecanismo pode ser evitado com o tratamento higro-termomecânico, no qual o material é submetido à compressão e o aquecimento com vapor de água (HEGER *et al.*, 2004; MOTTA, 2006; NAVI; SANDBERG, 2012).

O efeito de memória é o principal ponto negativo do tratamento termomecânico e é decorrente do armazenamento de energia de deformação elástica durante a compressão das microfibrilas semicristalinas da hemicelulose (HEGER *et al.*, 2004). Sandberg *et al.* (2013) apresentam maneiras de prevenir o efeito memória de um material densificado. Na Figura 19 é mostrado um esquema de algumas formas citadas:

1. impedir a recuperação por fixação da movimentação mecânica ;
2. impedir a interação com água;
3. formar ligações cruzadas covalentes por modificação química;
4. aliviar as tensões armazenadas nas microfibrilas e na matriz por meio de hidrólise das hemiceluloses ou tratamento higro-termomecânico, pois durante a secagem ocorre redução das tensões internas.

Figura 19 - Esquema de densificação da madeira, recuperação e diferentes métodos para evitar o efeito memória: a) estado inicial; b) amolecimento da madeira utilizando vapor; c) densificação; d) resfriamento; e) recuperação da espessura; f) restrição mecânica; g) restrição por tratamento químico ou tratamento higro-termomecânico



Fonte: Sandberg *et al.* (2013).

- **Mecanismos de melhoria da estabilidade dimensional e redução da higroscpicidade**

Os mecanismos de melhoria da estabilidade dimensional e de redução da higroscpicidade alcançados pela madeira devido ao tratamento em elevadas temperaturas ocorrem pela combinação de um ou mais fatores (ROWELL, 2004):

1. degradação das hemiceluloses higroscópicas para formação de açúcares solúveis, que sofrem reações formando polissacarídeos altamente ramificados, estes absorvem menos água;
2. degradação das hemiceluloses higroscópicas para formação de açúcares livres formam furanos intermediários, que podem sofrer polimerização durante o tratamento originando um adesivo;
3. amolecimento da matriz das paredes celulares, principalmente a lignina, para permitir o rearranjo das ligações, com o alívio das tensões internas;
4. degradação das hemiceluloses higroscópicas, formando produtos voláteis que desaparecem durante o tratamento termomecânico;
5. surgimento de ligação cruzada entre polímeros de carboidratos e/ou lignina e hidratos de carbono;
6. densificação da madeira, reduzindo o tamanho dos poros e o volume de vazios, restringindo o fluxo de umidade;
7. aumento da cristalinidade da celulose.

- **Tratamento termomecânico aplicados em fibras vegetais**

Considerando que as modificações das fibras vegetais sejam semelhantes às que acontecem nas madeiras, o tratamento termomecânico torna-se uma alternativa viável a ser aplicado nas fibras vegetais para aumentar a durabilidade de fibrocimentos (SILVA, 2015). A prensagem à quente pode ser aplicada às fibras vegetais, melhorando as propriedades mecânicas como o módulo de elasticidade, reduzindo a porosidade e a absorção. A redução da porosidade das fibras pode minimizar a migração de produtos de hidratação do cimento para o interior das fibras. A redução da seção transversal após o tratamento pode permitir maiores teores de fibras nos compósitos (MOTTA, 2006).

DAS *et al.* (1999) avaliaram o desempenho do uso do tratamento higro-termomecânico para diminuir a variação dimensional em fibras de juta para aplicação em compósitos. As fibras foram prensadas a 200°C por 4 e 8 minutos com tensão de 98 MPa. Os autores confirmaram que o

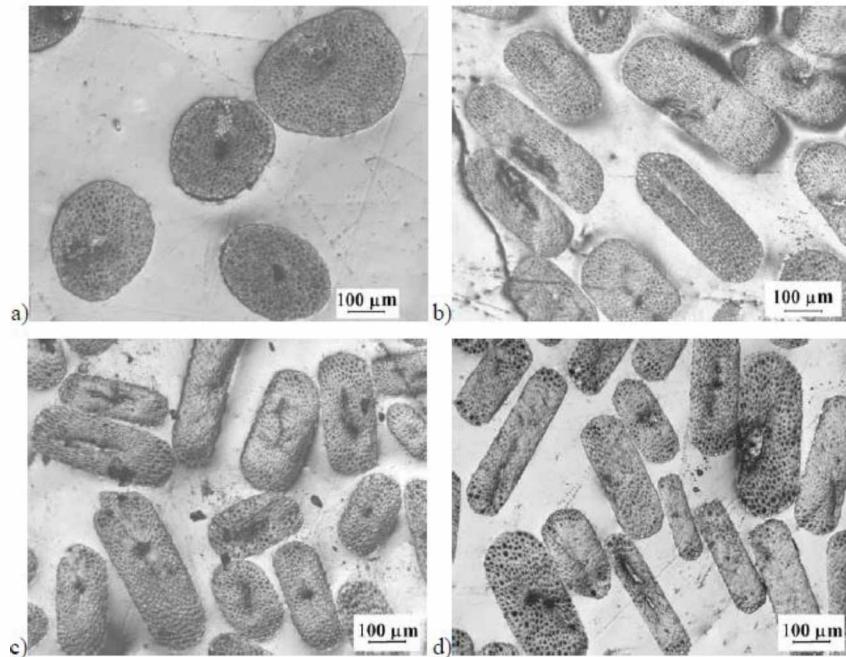
tratamento melhorou a estabilidade dimensional das fibras, sendo aumentada com o maior tempo de prensagem, porém a fibra perde resistência mecânica com a maior duração do processo.

Motta (2006) realizou tratamento termomecânicas em fibras de coco e sisal, investigando os fatores que podem influenciar como pressão, temperatura e tempo de permanência da pressão e temperatura. Posteriormente, ensaios de caracterização das fibras naturais e tratadas foram realizados para verificar o desempenho desse método. As pressões investigadas foram 60 e 90 MPa, tempos de prensagem e aquecimento de 5, 15, 30 e 60 minutos e temperaturas ambiente, 120°C, 160°C, 20°C e 240°C. Nos primeiros ensaios foi definido o melhor desempenho das fibras com pressão aplicada de 90 MPa por 5 minutos, portanto a partir desses parâmetros a temperatura foi variada.

As fibras de coco apresentam alto teor de lignina, cerca de 35%, portanto são adequadas para o tratamento termomecânico, favorecendo a plastificação durante o aquecimento enquanto fibra de sisal, com baixo teor de lignina, apresenta melhores resultados com o tratamento com as fibras saturadas. Na Figura 20 estão apresentadas as seções transversais das fibras de coco naturais e prensadas com 90 MPa por 5 minutos em diferentes temperaturas. Observa-se que as fibras tornam-se mais comprimidas em temperaturas de prensagem mais elevadas (MOTTA, 2006).

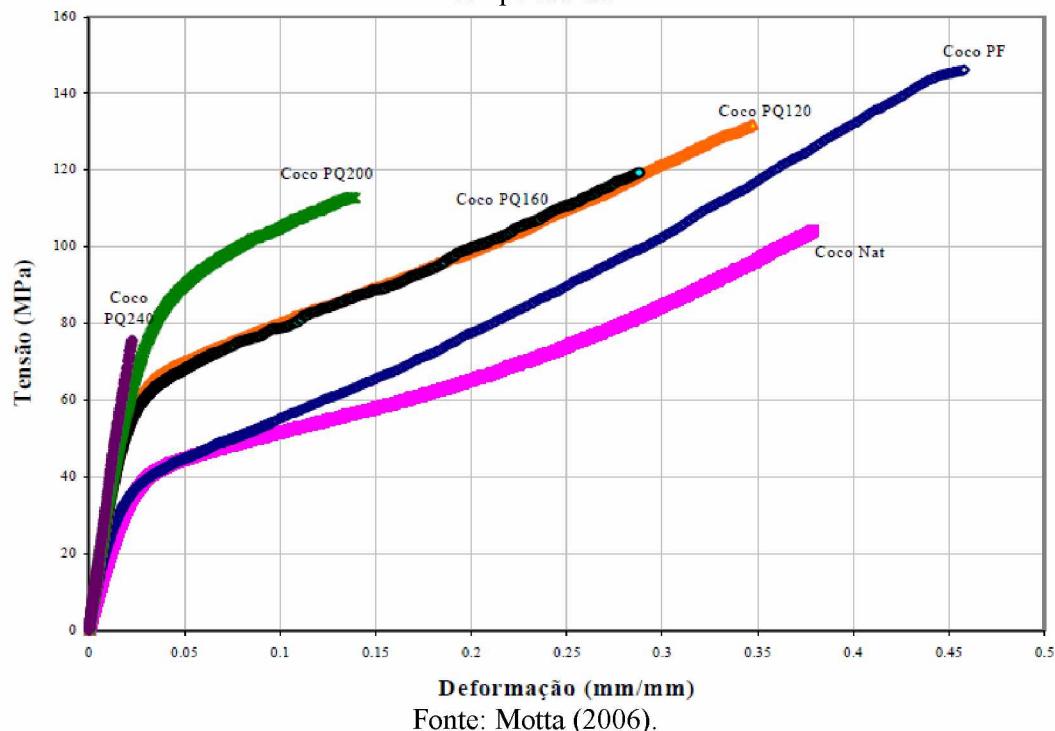
Nos resultados de tração direta das fibras verificou-se um acréscimo no módulo de elasticidade ao elevar a temperatura, as fibras prensadas a 20°C apresentaram limite de proporcionalidade duas vezes maior do que a fibra natural. O gráfico tensão x deformação é apresentado Figura 21. As fibras prensadas a 240°C apresentaram módulo de elasticidade alto, mas redução da deformação final e da resistência à tração. Além da coloração extremamente escura e quebradiça ao toque (MOTTA, 2006).

Figura 20 - Micrografias das seções transversais das fibras de coco: a) natural; b) prensada a 120 °C; c) presadas a 160 °C e; d) presadas a 200 °C



Fonte: Motta (2006).

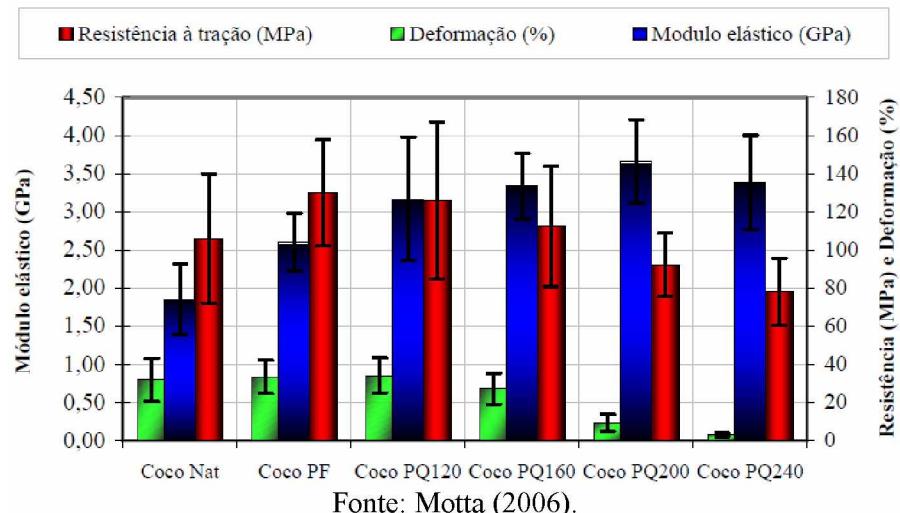
Figura 21 – Diagrama tensão x deformação das fibras de coco natural e prensadas em diferentes temperaturas.



Fonte: Motta (2006).

A resistência à tração é maior para as fibras prensadas a temperatura até 160°C em comparação com a fibra natural. O maior valor para resistência à tração é da fibra prensada em temperatura ambiente. A Figura 22 apresenta os resultados para deformação, resistência à tração e módulo de elasticidade das fibras de coco (MOTTA, 2006).

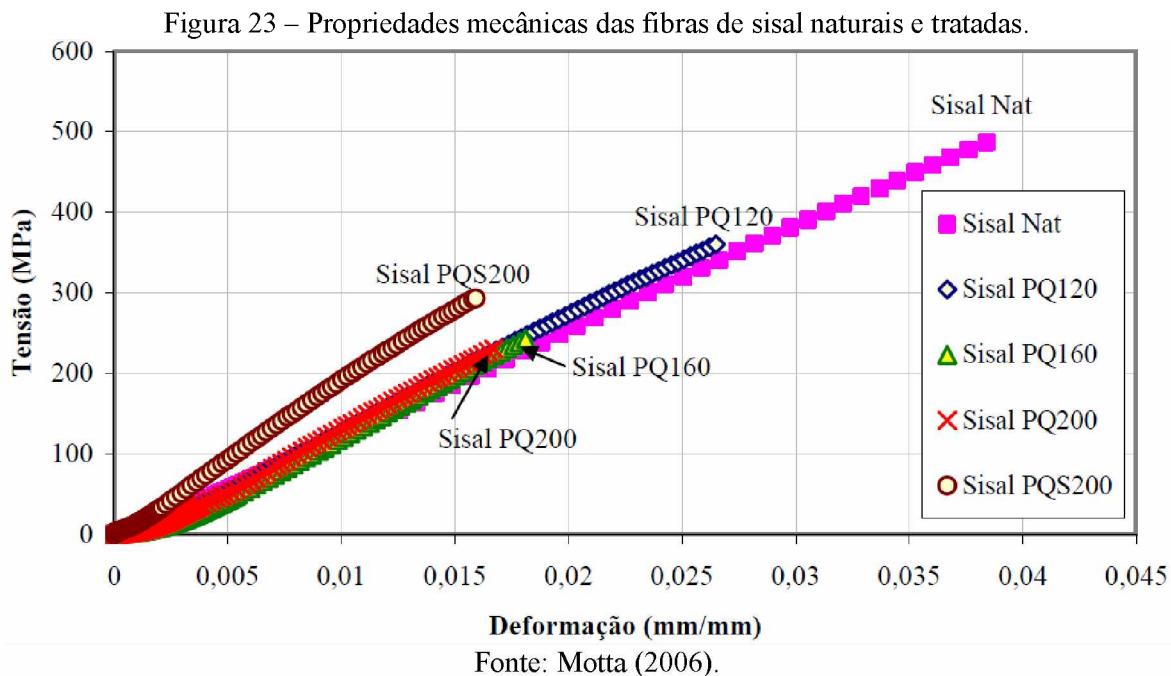
Figura 22 – Propriedades mecânicas das fibras de coco naturais e tratadas.



Fonte: Motta (2006).

A porosidade, a massa específica e absorção de água foram determinadas, os resultados mostraram que redução da porosidade e da absorção de água é crescente com a temperatura de prensagem e a massa específica aumenta com o incremento de temperatura. As fibras presas a 200°C apresentaram os melhores resultados (MOTTA, 2006).

As fibras de sisal presas nas temperaturas de 120°C, 160°C e 200°C não resultaram em melhoria nas propriedades mecânicas. A resistência à tração reduziu, o módulo de elasticidade e deformação não se alteraram de forma significativa. A fibra de sisal saturada e comprimida a 200°C resultou em queda na resistência à tração comparada com a fibra presa em temperatura ambiente, porém o módulo de elasticidade teve acréscimo de 38%. Os melhores resultados para absorção foi da fibra presa a 200°C (MOTTA, 2010). A Figura 23 mostra a curva tensão x deformação das fibras de sisal.



## 2.5 Considerações finais

Considerando as vantagens econômicas e ambientais da utilização das fibras vegetais em compósitos cimentícios e os estudos que comprovam a melhoria do desempenho das fibras após tratamentos, este trabalho investiga o tratamento termomecânico e higro-termomecânico aplicado em fibras de bucha vegetal. Os tratamentos visam reduzir a porosidade, diminuir a hidrofilicidade e aumentar o módulo de elasticidade da fibra vegetal (MOTTA, 2006).

O tratamento termomecânico consiste na compressão a quente de um material e pode ser realizado na condição seca e saturado (higro-termomecânico). A vantagem do tratamento higro-termomecânico é que a umidade, durante a prensagem com temperatura, auxilia no rearranjo das estruturas e alívio das tensões interna resultando em um material com menor volume aparente e ausência de efeito de memória.

Para verificar o desempenho da fibra de bucha vegetal tratada aplicada como reforço para matriz alcalina, serão confeccionados compósitos com matriz cimentícia com substituição de parte do cimento por pozolana. Sendo esse outro tratamento que visa melhorar o desempenho das fibras em matriz cimentícia. Ao realizar a substituição, o hidróxido de cálcio presente na matriz será consumido pela reação pozolânica dando origem ao silicato de cálcio hidratado. A matriz tornará menos alcalina podendo minimizar a degradação da fibra.

# CAPÍTULO 3

## MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1 Planejamento experimental

Este capítulo apresenta o planejamento experimental e descreve os materiais utilizados para produção dos compósitos cimentícios e os métodos para o tratamento das fibras e moldagem dos corpos de prova. Aborda também como foram realizadas as caracterizações das fibras e dos compósitos.

Para avaliar o tratamento termomecânico aplicado nas fibras de bucha vegetal, foram produzidos compósitos cimentícios com reforço de fibra de bucha vegetal e substituição de parte da massa do cimento por pozolanas. As variáveis analisadas foram: o tipo de matriz e o tratamento termomecânico das fibras. A Figura 24 resume o planejamento experimental.

Foi realizado o tratamento termomecânico das fibras de bucha vegetal nas condições seca e saturada (higro-termomecânico) e em diferentes temperaturas. A partir dos resultados de caracterização das propriedades mecânicas e físicas, foram selecionadas as fibras com melhor desempenho para serem aplicadas como reforço dos compósitos.

As matrizes foram produzidas em 3 formulações, sendo a primeira de referência, utilizando apenas cimento, a segunda com substituição de 20% do cimento, em massa, por resíduo de lapidação de vidro (RLV) e a terceira com substituição de 40% em massa do cimento por resíduo de telha cerâmica (RTC). Foram realizados estudos prévios para determinar o teor ideal de substituição por meio de ensaio de flexão em quatro pontos.

A avaliação da durabilidade foi realizada por meio de envelhecimento natural, com exposição dos corpos de prova em ambiente externo, sujeitos às mudanças climáticas, e o envelhecimento acelerado, submetendo as amostras a ciclos de molhagem e secagem.

Figura 24 – Resumo do planejamento experimental



Fonte: Autora.

### 3.2 Materiais utilizados

#### 3.2.1 Fibras

##### 3.2.1.1 Fibras de bucha vegetal

As fibras utilizadas na pesquisa foram as buchas vegetais de metro inteiras (*Luffa cylindrica*), *in natura* e sem casca, obtidas de fornecedor da região de Uberlândia-MG. As buchas vegetais inteiras apresentaram diâmetro médio de 9,5 cm e comprimento de 79 cm. A massa específica de  $1,50 \pm$

0,01 g/cm<sup>3</sup> foi determinada por picnometria com gás Hélio. Na Figura 25 estão ilustradas as fibras utilizadas na pesquisa.

Figura 25 - Fibra de bucha vegetal: a) inteira; b) seção transversal



Fonte: Autora.

### 3.2.1.2 Polpa celulósica

A utilização de polpa celulósica é essencial para produção dos compósitos pela simulação do processo *Hatschek*. Elas são responsáveis pela retenção do material particulado que irá gerar o compósito. Na moldagem, além da utilização de um filtro, as fibras de celulose auxiliam na retenção dos finos durante a remoção do excesso de água presente na mistura pela aplicação do vácuo.

A polpa celulósica empregada na pesquisa foi a de eucalipto branqueada. As folhas de celulose em tamanho A4 foram picotadas em pequenos pedaços e trituradas em um liquidificador até obter um material fino e dispersivo em água. Na Figura 26 estão mostradas as etapas até obtenção da fibra utilizada.

Figura 26 – Polpa celulósica: a) folha de polpa celulósica; b) polpa celulósica picotada; c) polpa celulósica triturada



Fonte: Autora.

### 3.2.2 Cimento

Para não influenciar na avaliação do compósito, foi necessário utilizar um cimento sem adições pozolânicas. Dessa maneira, o cimento Ultra Rápido – CPV ARI marca Holcim foi utilizado, que além de não conter adições minerais reativas, o teor de filler calcário é limitado a 5%, conforme a ABNT NBR 5733:1991. Na Tabela 5 são apresentados os resultados de caracterização do cimento utilizado e as normas correspondentes aos ensaios realizados.

Tabela 5 – Caracterização do cimento

Caracterização do Cimento CP V	Resultados	Normas de ensaio	Parâmetros da norma ABNT NBR 5733 (1991)
Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	3,015	ABNT NBR NM 23:2001	
Índice de finura (área específica – m <sup>2</sup> /kg)	540,44	ABNT NBR 1159:2012	≥ 300
Resistência à compressão aos 7 dias (MPa)	37,20	ABNT NBR 7215:1997	≥34,0
Pasta de consistência normal (%)	39	ABNT NBR 16606 : 2017	
Tempo de início de pega (min)	150	ABNT NBR 16607 : 2017	≥1
Tempo de final de pega (min)	200	ABNT NBR 16607 : 2017	≤10

Fonte: Autora.

Conforme a ABNT NBR 5733 (1991), a área específica, o tempo de início e fim de pega e a resistência à compressão atendem as exigências para o cimento Portland de alta resistência inicial.

### 3.2.3 Pozolanas

No trabalho foram utilizados dois tipos de pozolanas nos compósitos cimentícios, resíduo de lapidação de vidro (RLV) e resíduo de telha cerâmica (RTC), com o objetivo de reduzir a alcalinidade da matriz. O teor ideal das pozolanas foi determinado a partir do estudo com substituição de 0%, 10%, 20%, 30% e 40% em massa do cimento em compósitos reforçados com bucha vegetal prensada natural.

### 3.2.3.1 Resíduo de Lapiadação de Vidro (RLV)

O RLV foi utilizado por suas comprovadas propriedades pozolânicas quando finamente moído, conforme relata Aly *et al.* (2011), Ribeiro (2015) e Paiva (2012). O material, disponível no Laboratório de Materiais de Construção Civil, foi utilizado na pesquisa de Ribeiro (2015). O RLV utilizado na pesquisa foi adquirido em uma indústria na cidade de Uberlândia.

As amostras de resíduo de vidro utilizadas no estudo foram secas em estufa na temperatura de  $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ , posteriormente fracionadas e destorroadas, utilizando almofariz e mão de gral e novamente o material foi seco em estufa por 7 dias (RIBEIRO, 2015). A Figura 27 apresenta o aspecto do resíduo antes e após destorramento e secagem.

Figura 27 - Resíduo de lapidação de vidro: a) aspecto do resíduo após secagem e fracionamento inicial; b) resíduo seco e destorrado



Fonte: Ribeiro (2015).

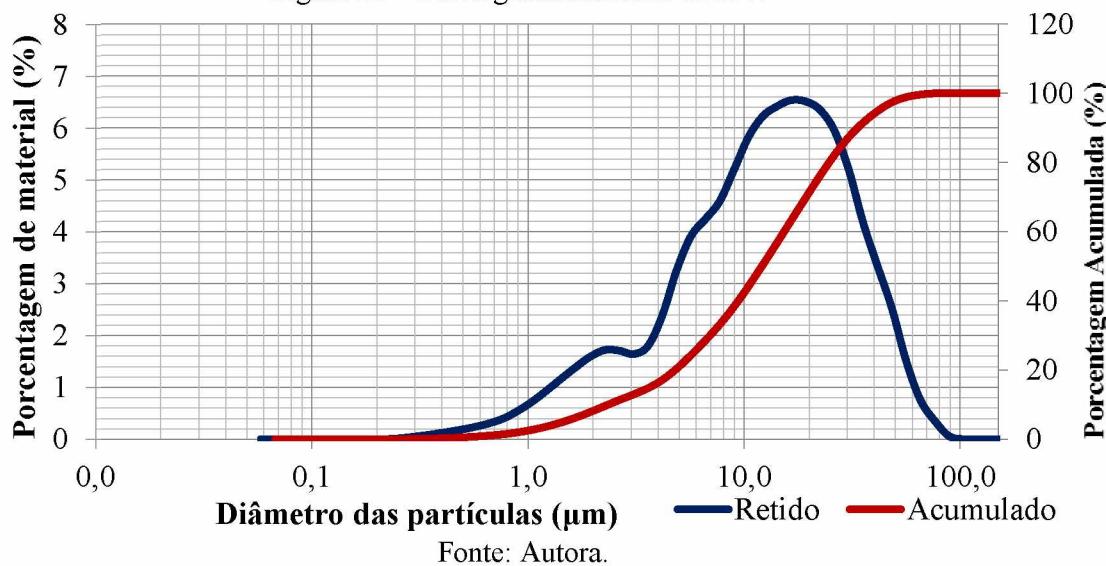
O índice de atividade pozolânica determinado pelo ensaio Chapelle modificado (ABNT NBR 15895:2010) indica o teor de hidróxido de cálcio fixado igual a 1180 mg de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  por grama de RLV (RIBEIRO, 2015). O valor encontrado indica alta reatividade do material.

A composição granulométrica foi realizada no Laboratório de Separação de Sólido-Fluído do FEQ/UFU, por um equipamento analisador a laser de partículas, Mastersizer MS2000. A Figura 28 e a Tabela 8 apresentam a distribuição granulométrica do RLV. O material apresentou distribuição com aproximadamente 98,5% das partículas com dimensão inferior a 76,3  $\mu\text{m}$  e a faixa com maior quantidade de grãos está entre 10 a 20  $\mu\text{m}$ .

A difração de Raio-X foi realizado no difratômetro Lab X, marca Shimadzu, modelo XRD-6000, com fonte de radiação  $\text{CuK}_{\alpha}$  voltagem de 40 kV, corrente 30 mA, velocidade  $2^{\circ}/\text{min}$  e faixa de varredura de  $2\Theta = 5$  a  $70^{\circ}$ , no Laboratório Multusuário do IQ/UFU. O difratograma mostrado na

Figura 29 confirma a característica amorfa do material, pois não apresentou pico atribuído a composto cristalino.

Figura 28 – Curva granulométrica do RLV



Fonte: Autora.

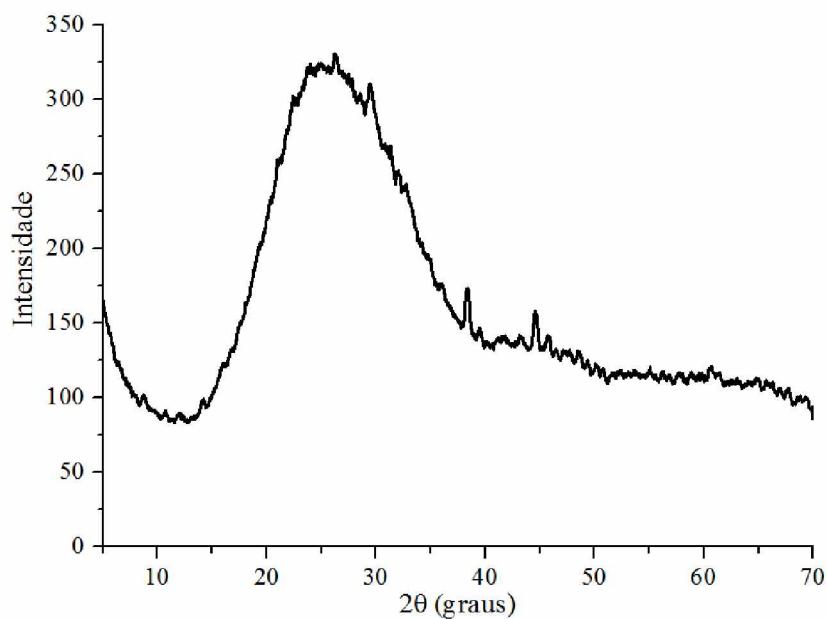
Tabela 6 – Distribuição do tamanho de partículas de RLV

Amostra	$D_{10}$ ( $\mu m$ )	$D_{50}$ ( $\mu m$ )	$D_{90}$ ( $\mu m$ )
RLV	1,71	12,20	35,56

$D_x$  : Diâmetro Equivalente. Ponto característico da curva granulométrica em que  $x\%$  das partículas apresentam diâmetro inferior a esse ponto.

Fonte: Autora.

Figura 29 – DRX do RLV



Fonte: Autora.

### 3.2.3.2 Resíduo de Telha Cerâmica (RTC)

O resíduo de telha cerâmica (RTC) é um tipo de resíduo de cerâmica vermelha em que os estudos de Garcia *et al.* (2015), Pinheiro (2008) e Vieira (2005) comprovaram sua atividade pozolânica. O material disponível no Laboratório de Materiais da FECIV/UFU foi obtido em forma de cacos de telhas de três indústrias da cidade de Monte Carmelo/MG. O material foi fragmentado em britadoras de empresas da cidade de Uberlândia e posteriormente em moinhos de bola no laboratório até adquirir finura passante na peneira com abertura de malha de 75  $\mu\text{m}$ . A Figura 30 apresenta o aspecto do RTC após serem britados (a) e após cominuição para ser utilizado como adição mineral (b).

Figura 30 - Resíduo de telha cerâmica: a) aspecto do resíduo após britagem ; b) material passante na peneira com abertura 75  $\mu\text{m}$

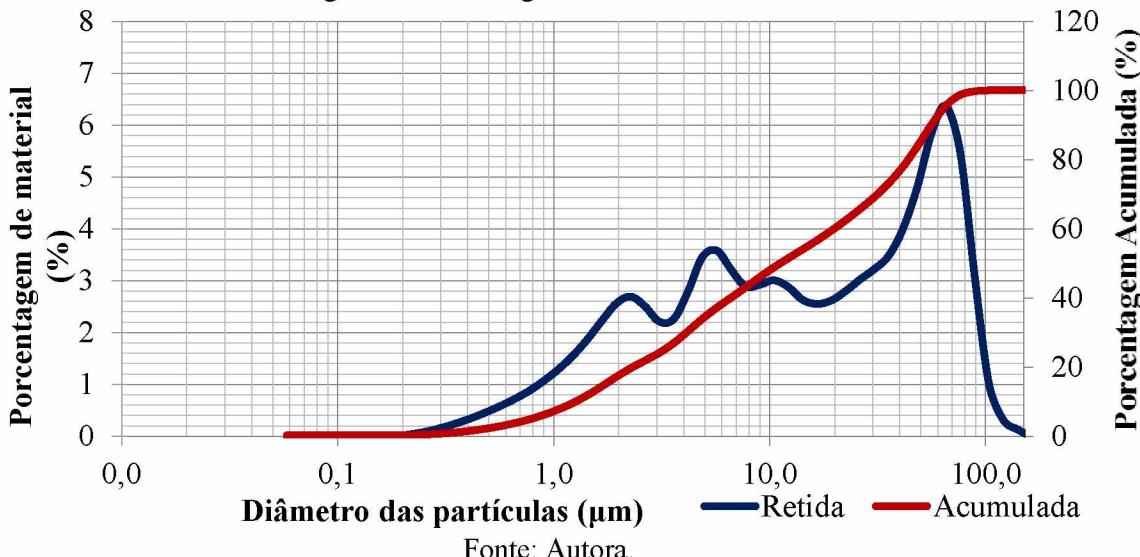


Fonte: Autora.

Conforme a Figura 31 e a Tabela 7 apresentam, o RTC mostrou distribuição com aproximadamente 95% das partículas com dimensão inferior a 76,3  $\mu\text{m}$ . Observa-se uma distribuição uniforme e a maior porcentagem de grãos estão entre 60 e 70  $\mu\text{m}$ . O índice de atividade pozolânica foi determinado pelo ensaio Chapelle modificado, em que o teor de hidróxido de cálcio fixado foi de 714,808 mg de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  por g de RTC.

Ao comparar a distribuição granulométrica das duas pozolanas, verifica-se que o RLV apresenta aspecto mais fino, 90% dos grãos possui dimensões menores de 35,56  $\mu\text{m}$  enquanto para o RTC as dimensões são inferiores a 56,22  $\mu\text{m}$  em 90% do material.

Figura 31 – Curva granulométrica de RTC



Fonte: Autora.

Tabela 7 – Distribuição do tamanho de partículas de RTC

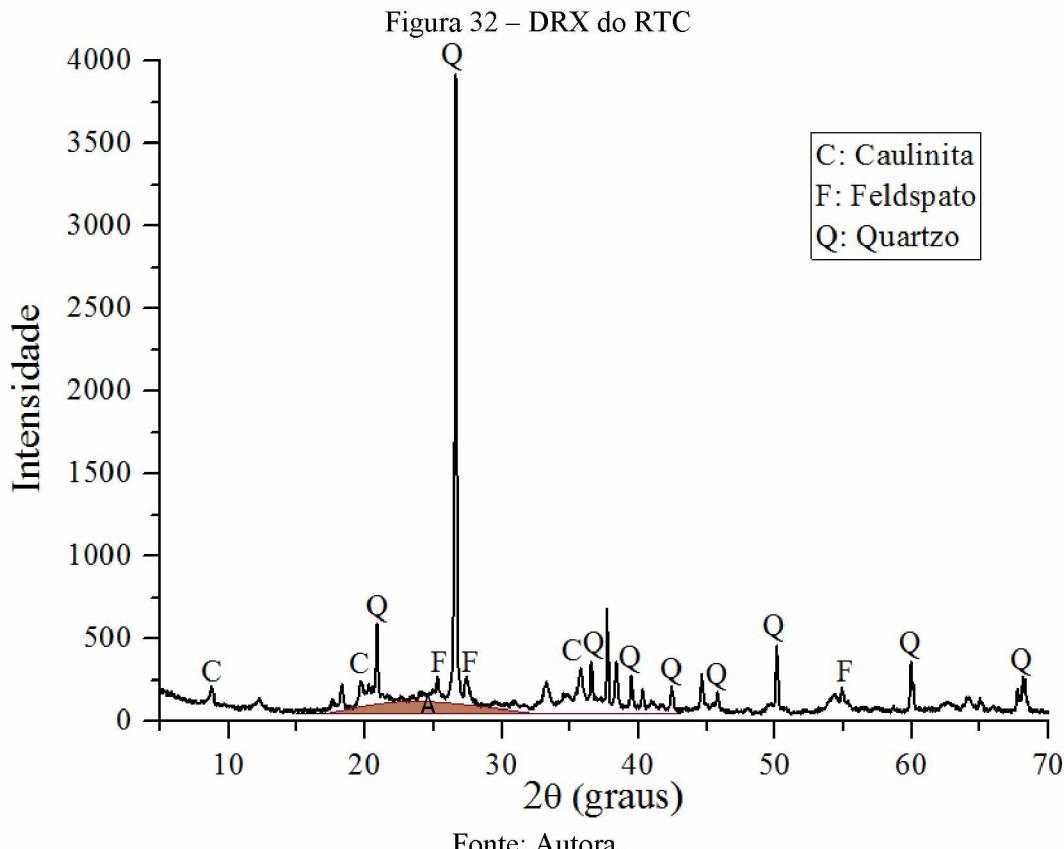
Amostra	$D_{10}$ ( $\mu m$ )	$D_{50}$ ( $\mu m$ )	$D_{90}$ ( $\mu m$ )
RTC	1,56	12,20	56,22

$D_x$  : Diâmetro equivalente: ponto característico da curva granulométrica em que x% das partículas apresentam diâmetro inferior a esse ponto.

Fonte: Autora.

A caracterização por difração de Raio-X (Figura 32) apresenta as composições mineralógicas dos picos cristalinos do RTC. O difratograma indica a presença de fases cristalinas como de quartzo ( $SiO_2$ ), caulinita ( $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ ) e feldspato ( $K_{0,5}Na_{0,5}AlSi_3O_8$ ). O desvio na linha entre  $2\theta$  15 e 30 graus indicam um singelo halo amorfo (A) do material, que pode estar associado a existência de sílica no estado amorfo, a qual permite reagir com o  $Ca(OH)_2$  e forma-se novos produtos de hidratação, caracterizando a atividade pozolânica do RTC.

Ao realizar uma comparação entre as duas pozolanas utilizados, os resultados indicaram que o RLV apresenta-se mais reativo, por ser completamente amorfo e com maior atividade pozolânica pelo método Chapelle modificado, enquanto o RTC apresenta muitas fases cristalinas que diminui a reatividade do material.



Fonte: Autora.

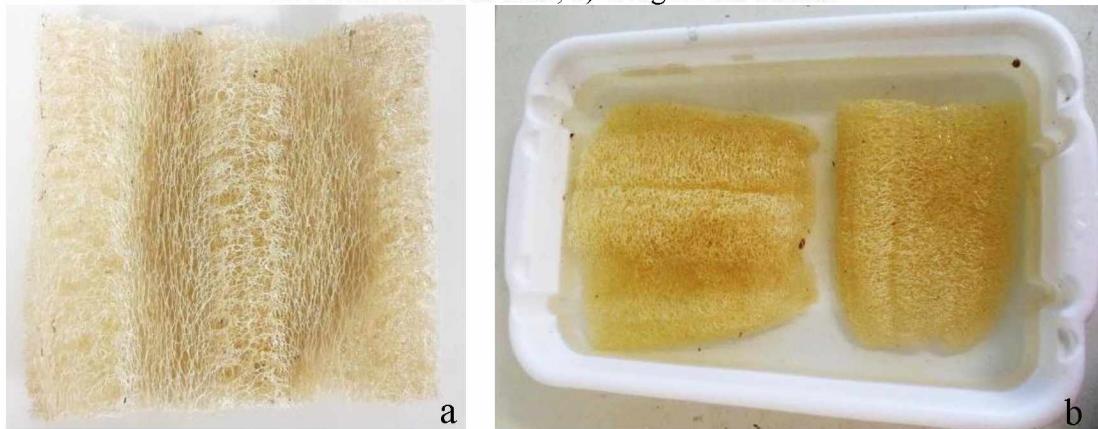
### 3.3 Métodos

#### 3.3.1 Fibras

##### 3.3.1.1 Preparação das mantas de fibras de bucha vegetal

A preparação das fibras para o tratamento termomecânico foi realizada primeiramente cortando as buchas inteiras in natura em partes com 21 cm de comprimento e abrindo-as para retirada do núcleo e sementes. Para facilitar a retirada das amostras, a bucha vegetal foi saturada em água. As amostras foram lavadas em água morna, aproximadamente 45°C, para retirada das impurezas e secas em estufa por 24 horas em temperatura de 60°C. Na Figura 33 é apresentada a preparação das amostras.

Figura 33 - Preparação das fibras de bucha vegetal: a) buchas cortadas nas dimensões 210 x 210 mm e abertas; b) lavagem das buchas



Fonte: Autora.

### 3.3.1.2 Tratamento termomecânico das fibras

Para utilizar a bucha vegetal como reforço, elas foram comprimidas na direção normal ao seu comprimento, prensadas em temperatura ambiente e a quente. O equipamento utilizado para compressão foi uma termoprensa, marca Hidralmac, modelo PHHVB 100T (Figura 34a), capacidade de 1000 kN. O equipamento permite programar a temperatura de aquecimento dos pratos superior e inferior e ajuste no manômetro com a pressão desejada.

Os métodos utilizados no tratamento termomecânico das fibras vegetais foram baseados na pesquisa desenvolvida por Motta (2006) que investigou os fatores que influenciam na eficiência do tratamento de fibras de coco e sisal, os quais são: pressão aplicada, tempo de prensagem e temperatura para tratamento termomecânico. Portanto, com os resultados obtidos por Motta (2006) foram adotados: o tempo de prensagem de 5 minutos, 90 MPa de pressão e temperaturas de 120°C, 160°C e 200°C.

Para obter a pressão de 90 MPa em cada amostra, foram determinadas as massas de cada manta de bucha vegetal a ser prensada, com a massa específica e a espessura final aproximada, a pressão em Bar foi definida.

Figura 34 - a) termoprensa PHHVB 100T; b) aquecimento do conjunto antes da compressão da fibra

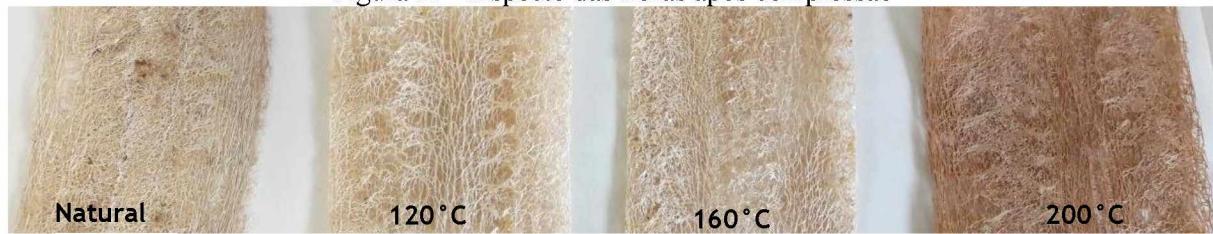


Fonte: Autora.

Para realizar a prensagem a quente, a termoprensa foi programada para aquecer nas temperaturas estabelecidas, uma placa metálica foi apoiada acima do prato inferior da máquina para regularização da superfície. O tempo para aquecimento dos pratos e da placa foi de aproximadamente 60 minutos. Após o aquecimento iniciava-se o tratamento. Com os pratos já aquecidos, eles foram encostados na fibra sem aplicar pressão por 5 minutos na temperatura determinada do tratamento, seguindo o procedimento adotado por Motta (2006), como mostra a Figura 34b. Posteriormente, foi realizada a compressão da amostra por mais 5 minutos, nas temperaturas 120°C, 160°C e 200°C. Após este período a pressão foi aliviada, a manta de bucha vegetal retirada e cortada nas dimensões 200 mm x 200 mm para moldagem dos compósitos.

As mantas de bucha vegetal de referência (PN), sem tratamento térmico, foram comprimidas na condição saturada em temperatura ambiente de 25±5°C, na termoprensa, por 5 minutos, com tensão de 90 MPa. Após a prensagem a manta foi seca em estufa a 60°C por 24 h com uma placa de metal, com massa de 10,5 kg, sobre as amostras para garantir que elas permanecessem nas mesmas espessuras após a secagem. Posteriormente, as mantas foram cortadas nas dimensões de 200 mm x 200 mm. As fibras PN foram prensadas saturadas para evitar o efeito de memória. A Figura 35 apresenta o aspecto das fibras de bucha vegetal após compressão.

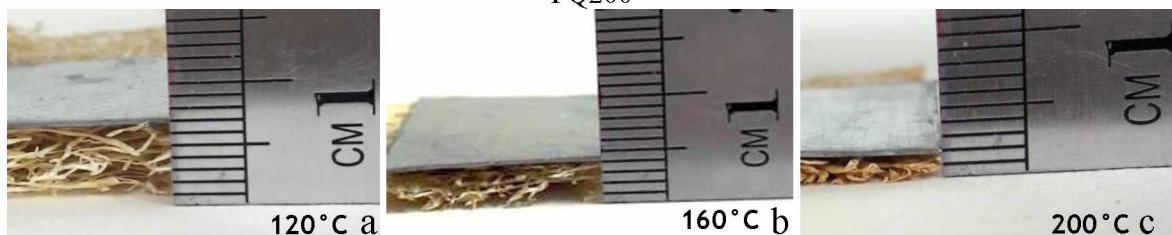
Figura 35 - Aspecto das fibras após compressão



Fonte: Autora.

Após o resfriamento das buchas notou-se que as amostras que receberam o tratamento termomecânico, aumentaram de espessura, isto ocorreu principalmente nas que foram aquecidas com 120°C e 160°C, sendo a primeira em maior proporção. Ao serem retiradas da termoprensa elas apresentaram espessura média de 1 mm. Após o resfriamento e absorção de umidade do ambiente, as fibras PQ120 apresentaram espessura de 7 mm, a PQ160 de 4 mm e PQ200 de 1,5 mm. Este fato pode ser explicado devido ao efeito de memória que madeiras e as fibras possuem ao serem aquecidas e posteriormente com presença de umidade tendem a voltar à sua forma original. A Figura 36 mostra a diferença nas espessuras das buchas de cada tratamento. Acredita-se que a temperatura não foi suficiente para amolecimento da lignina para formação de novas ligações nas fibras PQ120 e PQ160.

Figura 36 - Espessura das buchas vegetais após resfriamento: a) PQ120; b) PQ160; c) PQ200

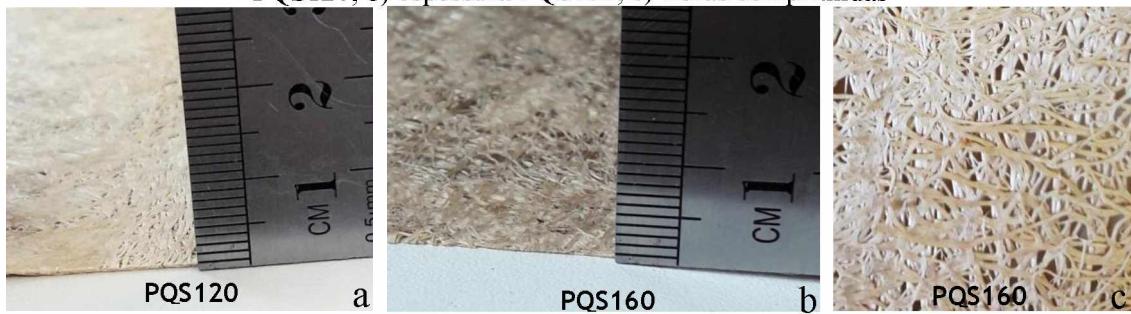


Fonte: Autora.

Para evitar este efeito memória e testar o tratamento higro-termomecânico, prensagem a quente com presença de vapor, as buchas foram saturadas antes de serem prensadas, dessa forma durante o processo gera-se vapor. Após a compressão as fibras foram levadas para estufa a 60°C para secagem. Durante o período na estufa e de resfriamento, apoiou-se uma placa metálica sobre as mantas por 24 horas, restringindo o retorno à forma original. A condição saturada e a temperatura elevada favorecem o amolecimento da matriz termoplástica, hemicelulose e lignina, respectivamente, permitindo o rearranjo da estrutura (HILLIS; ROZSA, 1978; MOTTA, 2006). Este procedimento foi satisfatório para as fibras saturadas e prensadas em temperaturas de 120°C (PQS120) e 160°C (PQS160), as mantas apresentaram-se mais compactas e com ausência de efeito memória, como ilustra a Figura 37.

Porém as fibras aquecidas a 200°C (PQS200) degradaram-se e permaneceram fixadas no prato superior na termoprensa, ao retirar parte do material foi perdido, além de ocorrerem manchas de coloração diferente e as fibras tornaram-se quebradiças. Na Figura 37 é mostrado o aspecto das fibras PQS200.

Figura 37 – Aspecto das fibras após tratamento termomecânico na condição saturada: a) espessura PQS120; b) espessura PQS160; c) fibras comprimidas



Fonte: Autora.

Figura 38 - Aspecto das amostras PQS200 após tratamento higro-termomecânico



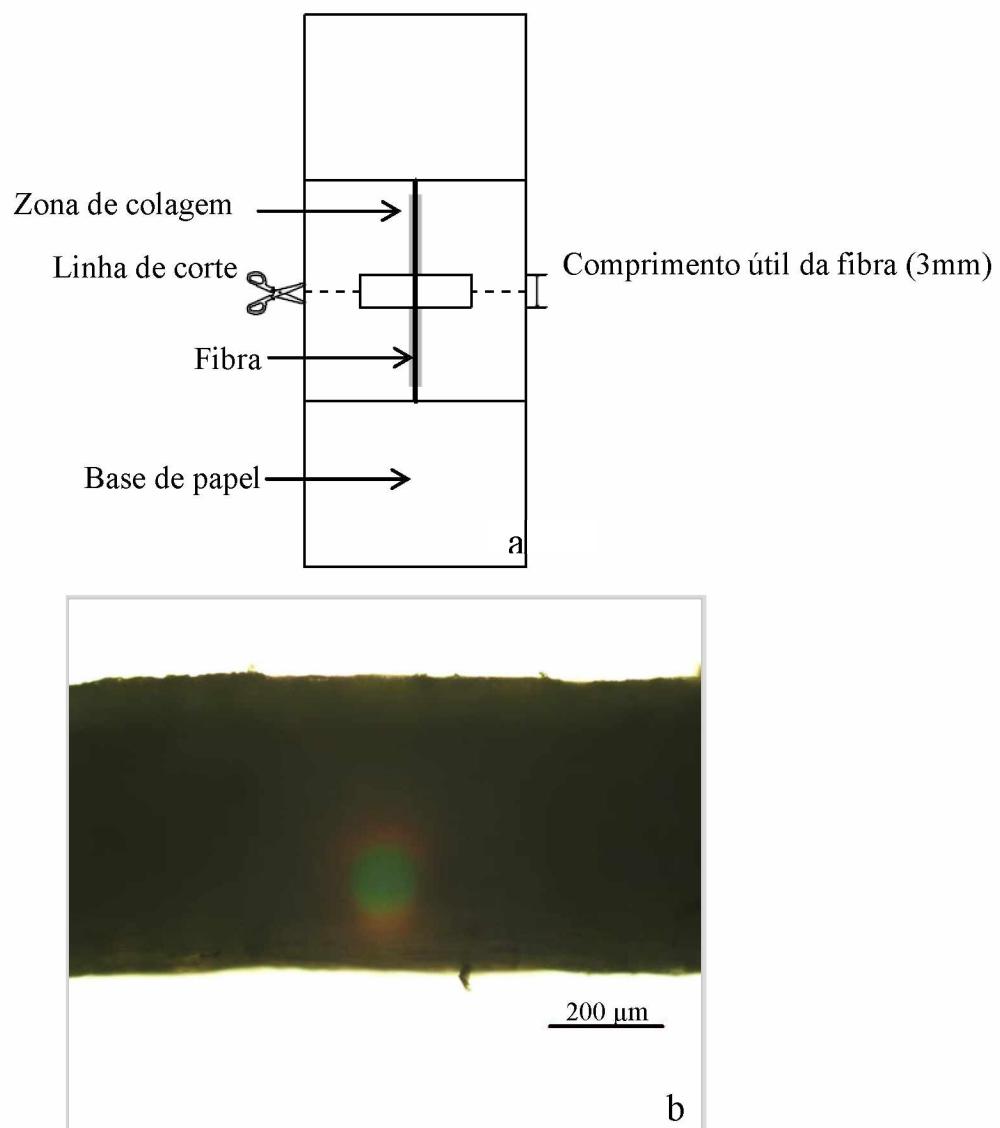
Fonte: Autora.

### 3.3.1.3 Caracterização das fibras de bucha vegetal

#### 3.3.1.3.1 Seção transversal das fibras

Para caracterização das fibras quanto à seção transversal e para realização do ensaio de tração direta, as fibras foram retiradas da bucha vegetal e coladas com cola de madeira em uma base de papel com abertura de 3 mm, conforme a Figura 39a. Para determinação das seções transversais das fibras utilizou-se um paquímetro Mitutoyo com resolução de 0,01 mm para direção normal ao plano da base de papel e micrografias para a outra direção. As imagens para determinar as dimensões dos corpos de prova (fibras) foram obtidas por microscópio ótico, marca Olympus, modelo CX40 e uma câmara de alta resolução, marca Zeiss, modelo ICc5. As análises das imagens foram realizadas utilizando o software Zen lite, versão 2012. Na Figura 39b é apresentada a micrografia obtida para obtenção da dimensão transversal da fibra.

Figura 39 - Fibra de bucha vegetal: a) esquema da fibra colada na base de papel para ensaio de tração; b) micrografia para obtenção da dimensão transversal da fibra



Fonte: Autora.

O formato da fibra de bucha vegetal é elíptico, portanto para calcular a área para obter a tensão utilizou-se a Equação 1:

$$A = r_1 \times r_2 \times \pi \quad (1)$$

Em que:

$A$  = área da seção transversal da fibra;

$r_1$  = raio de um dos diâmetros da fibra (obtido por análise de imagem);

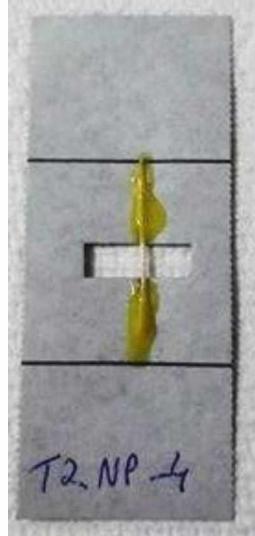
$r_2$  = raio do outro diâmetro da fibra (obtido por medição direta com paquímetro).

### 3.3.1.4 Propriedades mecânicas das fibras de bucha vegetal

A caracterização das propriedades mecânicas das fibras de bucha vegetal natural e tratadas foram obtidas pelo ensaio de tração direta, seguindo o método adotado por Motta *et al.* (2010), para determinar a resistência à tração, deformação e módulo de elasticidade. A máquina de ensaios utilizada foi a *Instron* modelo 5982 e célula de carga de 5 kN. As bases de papel (Figura 40) foram fixadas nas garras com uso de dispositivos de madeira com lixas nas superfícies para garantir melhor aderência, como mostra a Figura 41.

A distância entre as garras é a mesma do comprimento útil da fibra (3 mm) e a deformação foi determinada pela relação entre o alongamento e o comprimento inicial da fibra. A área considerada para cálculo de tensão foi obtida por microscópio ótico e paquímetro, conforme descrito na seção 3.3.3.1. Após a fixação da base de papel na máquina, as laterais foram cortadas, para que o ensaio fosse realizado apenas na fibra (Figura 41). A velocidade de ensaio adotada foi de 2 mm/min (MOTTA *et al.*, 2010). Para cada condição de tratamento das fibras foram ensaiadas 30 amostras.

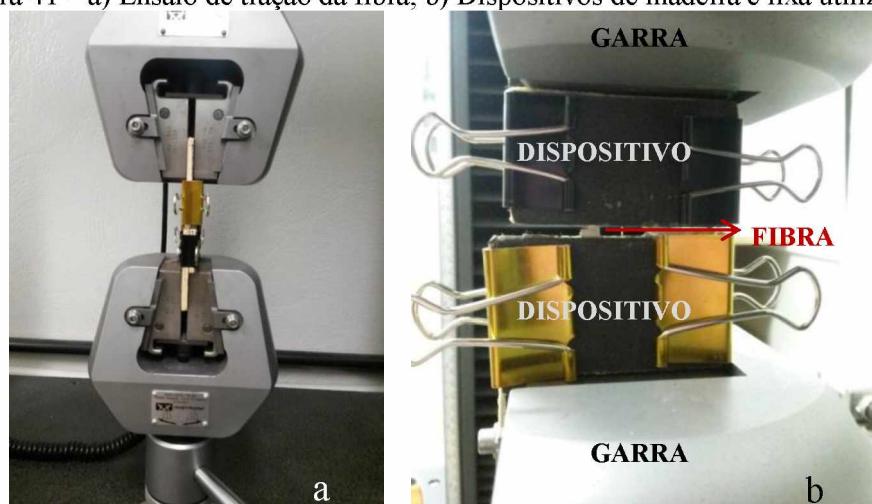
Figura 40 – Fibra de bucha vegetal colada na base de papel para ensaio de tração na fibra



Fonte: Autora.

O ensaio foi realizado apenas nas fibras pois o ensaio da manta provoca acomodações e alinhamento inicial das fibras, em que o início da solicitação efetiva é de difícil determinação para o cálculo do módulo de elasticidade. Além disso, na manta as fibras são solicitadas à tração, à flexão e à torção conforme sua disposição em relação à direção da força de tração do ensaio. Portanto, como as fibras nos compósitos estão ancoradas individualmente na matriz optou-se pelo ensaio individual das fibras extraídas da manta.

Figura 41 – a) Ensaio de tração da fibra; b) Dispositivos de madeira e lixa utilizados



Fonte: Autora.

### 3.3.1.4.1 Absorção de umidade das fibras de bucha vegetal

Foi realizada uma avaliação comparativa quanto à absorção de umidade entre as fibras de bucha vegetal prensadas em temperatura ambiente e tratadas. Duas amostras de cada tratamento com massa de aproximadamente 0,5 g foram colocadas em um dessecador com solução saturada de Nitrato de Sódio ( $\text{NaNO}_3$ ), para criar uma atmosfera com alta umidade. O ensaio foi realizado em laboratório com temperatura controlada igual a 21°C. As medidas de massa foram realizadas em balança analítica com resolução de 0,00001 g, nos intervalos: 1, 2, 24, 48, 72 e 120 horas. Com um termo-higrômetro foram determinadas as medidas de temperatura e umidade do ambiente. A Figura 42 apresenta como o ensaio foi realizado.

Figura 42 – Ensaio de absorção de umidade



Fonte: Autora.

### 3.3.1.4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura das fibras

As fibras naturais e tratadas foram analisadas por microscopia com o intuito de analisar de forma comparativa as seções transversais e as superfícies antes e após tratamento. Os ensaios foram realizados no Laboratório Multusuário de Microscopia na FEQ/UFU e o equipamento utilizado foi o Microscópio eletrônico de varredura Carl Zeiss, modelo EVO MA15. As fibras foram metalizadas com ouro e voltagem utilizada foi de 5 kV. Para garantir a integridade da estrutura original da seção transversal das fibras, elas foram mergulhadas em nitrogênio líquido por aproximadamente 3 minutos e fraturadas com auxílio de pinças.

### 3.3.1.4.3 Determinação do índice de cristalinidade

O índice de cristalinidade ( $I_c$ ) foi determinado por meio de difração de Raio-X (DRX) a fim de verificar a mudança do caráter cristalino das fibras de bucha vegetal após os tratamentos. O  $I_c$  das fibras vegetais está relacionado com a celulose, por ser o único componente cristalino. Foram realizadas análises de difração de Raio-X nas amostras de bucha vegetal natural e tratadas. O equipamento utilizado foi difratômetro Lab X, marca Shimadzu, modelo XRD-6000, com fonte de radiação  $\text{CuK}_\alpha$  voltagem de 40 kV, corrente 30 mA, velocidade  $2^\circ/\text{min}$  e faixa de varredura de  $2\Theta = 5^\circ$  a  $40^\circ$ , no Laboratório Multusuário do IQ/UFU.

As amostras foram picotadas em dimensão aproximada de 1 mm. No porta amostras foi colocada uma fita dupla face e o material compactado em um pastilhador. Com os resultados obtidos nos difratogramas foi possível estimar o índice de cristalinidade ( $I_c$ ) pela Equação (2) (SEGAL *et al.*, 1959 *apud* PEREIRA *et al.*, 2012).

$$I_c = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100 \quad (2)$$

Em que:

$I_c$  = Índice de cristalinidade (%);

$I_{002}$  = intensidade máxima de difração, valor máximo pico em um ângulo  $2\Theta$  próximo a  $22^\circ$ , representando o material cristalino;

$I_{am}$  = intensidade da difração amorfa, valor mínimo em um ângulo  $2\Theta$  entre  $18^\circ$  e  $19^\circ$ , representando os constituintes amorfos da fibra.

### 3.3.1.4.4 Análise térmica das fibras

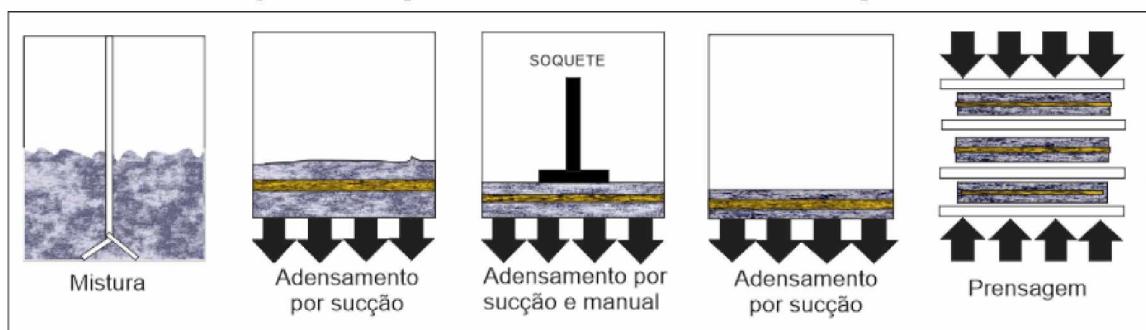
As análises térmicas das fibras de bucha vegetal tratadas e não tratadas foram obtidas por análise termogravimétrica (TGA). As fibras foram picotadas em dimensão de aproximadamente 1 mm. O ensaio foi realizado em velocidade de aquecimento de 10°C/min de 30°C até 600°C, em atmosfera de nitrogênio. As análises foram feitas no equipamento modelo TGA-50 e marca Shimadzu, no Laboratório Multusuário do IQ/UFU.

## 3.3.2 Compósitos

### 3.3.2.1 Preparação dos compósitos

A preparação dos compósitos foi uma simulação do processo *Hatschek*, desenvolvido por Savastano (2000), que consistiu em aplicação de sucção e adensamento em camadas de uma calda de cimento e a manta de bucha vegetal prensada. A Figura 43 apresenta o esquema da mistura e moldagem dos compósitos. Foi produzida uma calda de cimento, pozolana e fibra de celulose (Figura 44 a e c), com concentração de sólidos de 45% em massa. O excesso de água foi removido por vácuo (Figura 44 b). A polpa celulósica foi utilizada para permitir a moldagem por sucção em 2% em volume da mistura que corresponde ao volume mínimo necessário para reter o material cimentício durante a sucção da água. O teor de fibra de bucha vegetal foi de 3% em volume, em única camada, na forma de uma manta, em que a manta de bucha vegetal foi posicionada na porção média do compósito durante a moldagem.

Figura 43 - Esquema da mistura e fabricação dos compósitos



Fonte: Oliveira *et al.* (2015).

A confecção dos compósitos foi realizada em um dispositivo que possui uma base perfurada com dimensões de 200 x 200 mm. A mangueira da bomba à vácuo é acoplada em sua base para realizar

a sucção da água (Figura 44b). Para evitar a passagem dos sólidos durante o processo, foi utilizado papel filtro na base do dispositivo (Figura 44e). A moldagem foi realizada pelas seguintes etapas (Figura 44):

- Em um misturador mecânico, marca Pavitest, modelo C3010 e RPM de 4/s, dispersou-se a fibra de celulose juntamente com a água por 5 minutos, em velocidade baixa (Figura 44d);
- Adicionou-se o cimento e a pozolana e misturou-se por 5 minutos, na velocidade baixa;
- No dispositivo de moldagem (Figura 44b), metade da mistura foi adicionada;
- Posicionou-se a fibra de bucha vegetal;
- A sucção foi aplicada para que o excesso de água fosse retirado e adensou-se com soquete de madeira (Figura 44f);
- A bomba à vácuo foi desligada, o restante da calda foi adicionado e novamente o vácuo foi acionado. Realizou-se o adensamento com o soquete (Figura 44g);
- Com uma espátula realizou-se o acabamento na face superior do compósito;
- O corpo de prova foi retirado do dispositivo (Figura 44h). Realizou-se a prensagem de 4 placas de compósitos, separadas por placas metálicas com dimensões de 200 x 200 mm, em uma prensa manual, com tensão de 3,2 MPa, conforme recomendações de Motta (2006). A prensagem foi aplicada para reduzir os vazios da pasta e retirar o excesso de água que não foi succionada. A prensagem foi aplicada por 6 horas para garantir o tempo final de pega do cimento.

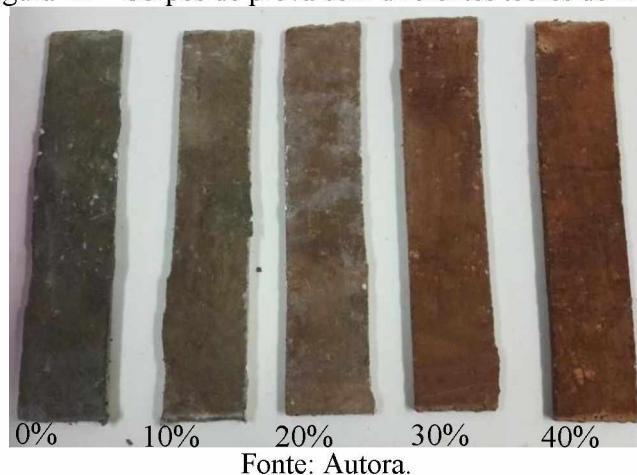
A cura dos corpos de prova deu-se em câmara úmida com umidade relativa 75% e temperatura de 23°C, durante os 28 dias de idade. Após este período algumas amostras foram submetidas ao envelhecimento natural até os 90 dias de idade e outras ao envelhecimento acelerado. Cada placa de compósito produzida, com dimensões de 200x200 mm, foi cortada aos 21 dias, utilizando serra de disco, obtendo-se 4 amostras com largura de 4 cm e comprimento de 20 cm (Figura 45).

Figura 44 - Fabricação do compósito utilizando pozolana de RTC: a) materiais utilizados; b) dispositivo para moldagem; c) calda de cimento; d) misturador mecânico; e) filtro de papel na base perfurada do dispositivo; f) primeira camada de calda e fibra; g) segunda camada de calda e h) compósito cimentício antes da prensagem



Fonte: Autora.

Figura 45 – Corpos de prova com diferentes teores de RTC



Fonte: Autora.

Antes da produção dos compósitos para avaliação o comportamento das fibras submetidas ao tratamento termomecânico, foi necessário obter o teor de pozolanas ideal da matriz dos compósitos. Os teores propostos e testados foram de 0%, 10%, 20%, 30% e 40% em substituição da massa de cimento por RLV e RTC. Foram fabricadas 4 placas, totalizando 16 corpos de prova, de cada substituição testada, sendo 8 corpos de prova para cada idade de ensaio, 28 e 90 dias. Na Figura 45 estão ilustrados os corpos de prova de cada teor estudado de RTC.

### 3.3.2.2 Caracterização dos compósitos

#### 3.3.2.2.1 Propriedades mecânicas

Nas idades estabelecidas para verificação das propriedades mecânicas, os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de flexão. Os ensaios de flexão em 4 pontos foram baseados em Motta (2006). Utilizou-se uma máquina de ensaios *Instron*, modelo 5982 e célula de carga de 5 kN. A distância entre os apoios inferiores foi de 150 mm, a velocidade da aplicação da carga foi de 2,0 mm/min e a flecha adotada foi o deslocamento do cutelo de carga da máquina durante o ensaio. O parâmetro para finalização dos ensaios foi o limite de flecha de 5 mm. Na Figura 46 é mostrado como foi realizado o ensaio de flexão em 4 pontos.

O módulo de ruptura (MOR) foi determinado pela Equação 3 e o módulo de elasticidade (E) pela Equação 4.

$$MOR = \frac{P_{máx}L}{be^2} \quad (3)$$

$$E = \frac{23L^3}{1296I} \left( \frac{P}{\delta} \right) \quad (4)$$

Em que:

$P_{máx}$  = força máxima durante o ensaio (N);

$L$  = distância do vão do ensaio (mm);

$b$  = largura do corpo de prova (mm);

$e$  = espessura do corpo de prova (mm);

$E$  = módulo de elasticidade (MPa)

$$I = \text{momento de inércia da seção transversal} \rightarrow \frac{be^3}{12} (\text{mm}^4);$$

$P/\delta$  = coeficiente angular da reta obtida da curva P x  $\delta$  (força x flecha) no trecho elástico (N/mm).

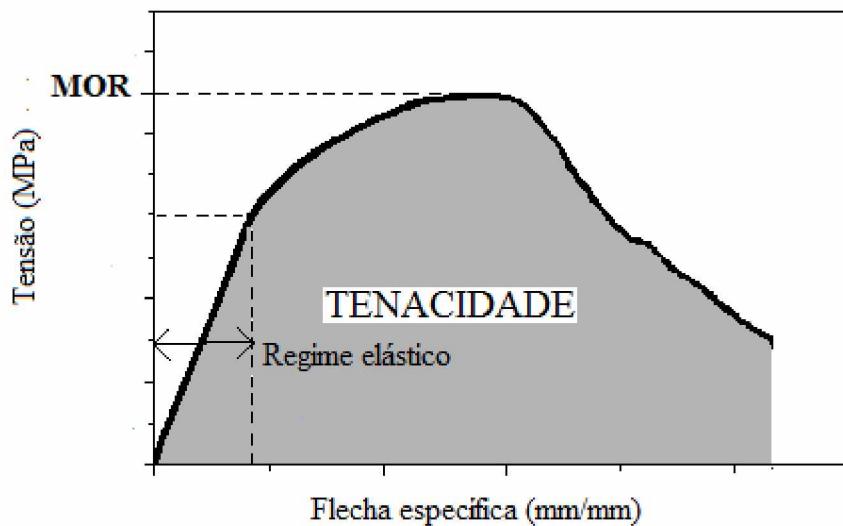
Figura 46 - Ensaio de flexão em 4 pontos



Fonte: Autora.

A tenacidade do corpo de prova foi obtida pela energia de fratura em  $\text{kJ/m}^2$ . Determinou-se a energia específica por meio da integração da área sob a curva Força x flecha, até o ponto de flecha máxima (fim do ensaio), dividida pela área da seção transversal das amostras. A Figura 47 apresenta o esquema de uma curva típica tensão x flecha e as representações do MOR, regime elástico e deformação.

Figura 47 – Curva típica tensão x flecha

Fonte: Adaptado de Almeida *et al.* (2005)

Foram determinadas as medidas de largura e espessura dos corpos de prova com um paquímetro digital, de marca Mitutoyo com precisão de 0,01 mm. A média de 3 medidas das amostras foi realizada para determinação do MOR, E e tenacidade.

### 3.3.2.2.2 Propriedades físicas

As propriedades físicas avaliadas foram massa específica aparente, porosidade e absorção de água de 6 amostras de compósitos previamente ensaiados, nas respectivas idades definidas. A absorção e porosidade foram determinadas de acordo ASTM C 948-81(2009).

Para determinação das massas das amostras, os corpos de prova foram imersos em água até estabilidade de massa. Em uma balança hidrostática foi realizada a determinação da massa imersa ( $m_i$ ). Para massa saturada superfície seca ( $m_{sss}$ ) retirou-se a amostra da água, removeu-se a umidade superficial e foi determinada a massa em uma balança digital. Posteriormente, os corpos de prova foram secos em estufa com temperatura entre 100 a 110°C durante pelo menos 24 h até estabilidade de massa. Após remoção da estufa, foram resfriados em um dessecador até temperatura ambiente e determinada a massa seca ( $m_s$ ). A Tabela 8 apresenta o resumo dos cálculos das propriedades físicas.

Tabela 8 – Cálculos das propriedades físicas

Propriedade avaliada	Unidade	Determinação	Observações
Massa específica aparente	Kg/dm <sup>3</sup>	$m_s / m_{sss} - m_i$	$m_s$ – Massa seca em estufa
Absorção	%	$(m_{sss} - m_s / m_s) \times 100$	$m_i$ – Massa imersa
Porosidade	%	$(m_{sss} - m_s / m_{sss} - m_i) \times 100$	$m_{sss}$ – Massa saturada superfície seca

Fonte: Adaptado de Silva (2002).

### 3.3.2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

Amostras dos compósitos ensaiados à flexão foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para avaliar a microestrutura, visou-se verificar a interface matriz-fibra, o tipo de ruptura da fibra e a ocorrência de mineralização das fibras. As análises por MEV foram realizadas nas idades 28, após envelhecimento natural (90 dias) e após envelhecimento acelerado, os quais correspondem às mesmas idades dos testes de flexão. As amostras foram obtidas dos corpos de prova após ensaio de flexão.

As micrografias foram realizadas no Laboratório Multiusuário de Micrografia da FEQ/UFU. Nos compósitos ensaiados aos 90 dias e após envelhecimento acelerado foi realizado EDS acoplado ao

MEV no Laboratório Multusuário do IQ/UFU, com o equipamento modelo Vega3 e marca Tescan, com a finalidade de analisar a composição com objetivo de verificar a presença de produtos de hidratação no interior das fibras.

#### *3.3.2.4 Difração de Raio-X (DRX)*

As análises de DRX foram realizadas nos compósitos utilizados no estudo de teor ideal de RLV e RTC, nas idades de 2 anos e 6 meses respectivamente. As amostras dos compósitos estavam armazenadas em laboratório. Os materiais foram previamente transformados em pó com uso de almofariz e mão de gral e posteriormente peneirados na peneira com abertura de 75  $\mu\text{m}$ .

O ensaio foi executado no Laboratório Multusuário do IQ/UFU, no equipamento difratômetro Shimadzu 6000 LAB X, operando a 40 kV e 30 mA com fonte de radiação  $\text{CuK}_\alpha$ , faixa de varredura de  $2\Theta = 5$  a  $70^\circ$ , velocidade  $2^\circ/\text{min}$  e passo de  $0,02^\circ$ . A análise e refinamento dos dados foi realizado utilizando o software Origin 5.0, utilizando o banco de dados cristalográfico International Center for Diffraction Data (ICDD).

A técnica de difração de Raio-X possibilita a análise mineralógica de sólidos cristalinos presentes em um material. E foi importante para caracterizar as adições minerais utilizadas e verificar o consumo do hidróxido de cálcio na reação pozolânica nos compósitos.

#### *3.3.3 Avaliação da durabilidade dos compósitos*

##### *3.3.3.1 Ensaio de envelhecimento natural*

Os compósitos após cura de 28 dias em câmara úmida foram submetidos ao envelhecimento natural durante 62 dias, atingindo os 90 dias de idade. Os corpos de prova de todas as tipologias estudadas foram dispostos em um suporte com declividade de 30% e face direcionada para o norte geográfico, seguindo as recomendações de Agopyan (1991) e Savastano Jr. (2000), na estação meteorológica da Universidade Federal de Uberlândia. O posicionamento do suporte foi realizado de modo que os corpos de prova recebam a maior incidência dos raios solares. Os corpos de prova foram sujeitos à exposição ao sol e chuva, variações de temperatura e umidade. A Figura 48 mostra o suporte em que os corpos de prova em ensaio de envelhecimento natural ficaram posicionados.

Figura 48 - Exposição dos corpos de prova para envelhecimento natural



Fonte: Autora.

Os corpos de prova submetidos ao ensaio de envelhecimento natural foram 8 para cada condição de tratamento da bucha vegetal e para as diferentes adições minerais utilizadas. Ao atingirem a idade de 90 dias os compósitos foram ensaiados à flexão, conforme descrito no item 3.2.5, além da análise das propriedades físicas e da microestrutura.

#### *3.3.3.2 Ensaio de envelhecimento acelerado*

O ensaio de envelhecimento acelerado buscou simular as condições ambientais de maneira que acelere a degradação. Adotou-se a metodologia de ensaio desenvolvida por Fidelis (2014) que avaliou compósitos cimentícios reforçados com tecido de juta. Após 28 dias de cura em câmara úmida, as amostras foram submetidas ao processo de envelhecimento acelerado, com 20 ciclos de molhagem e secagem, os quais simulam a exposição ao sol e chuva. Os ciclos consistem em 24 h de molhagem, os corpos de prova ficaram imersos em água, e 48 h de secagem em estufa com circulação de ar marca Labor ABC, na temperatura de  $38 \pm 2^\circ\text{C}$ . Após os 20 ciclos os compósitos foram ensaiados à flexão.

### **3.4 Análise estatística dos resultados**

Os resultados obtidos foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e teste Tukey, com nível de confiança de 95% ( $p<0,05$ ), a fim de verificar as diferenças significativas entre os valores

médios encontrados das propriedades mecânicas das fibras e dos compósitos. Foram utilizados os softwares Excel e Past.

# CAPÍTULO 4

# Resultados e análises

## 4.1 Caracterização das fibras de bucha vegetal

### 4.1.1 Seção transversal das fibras

A Tabela 9 apresenta as dimensões das seções transversais das fibras natural (Nat), prensada em temperaturas ambiente (PN), prensadas a seco em temperatura de 120°C (PQ120), 160°C (PQ160) e 200° (PQ200) e prensadas saturadas em temperaturas de 120°C (PQS120) e 160°C (PQS160). A dimensão transversal 1 foi obtida por micrografia e a dimensão transversal 2 medida com paquímetro na direção normal ao plano da base do papel. Observa-se pela relação entre os diâmetros que quanto maior a temperatura de prensagem, mais comprimidas as fibras se apresentam e que a menor dimensão da seção coincide com o sentido de prensagem. A área da seção transversal da fibra prensada natural (PN) corresponde a 62,5% da área da bucha natural (Nat) antes da prensagem. A redução da área comprova a diminuição dos vazios nas fibras com a compressão e pode permitir maiores teores de fibras no compósito.

Tabela 9 – Dimensões das seções das fibras- média e desvio padrão entre parênteses

Fibra	Dimensão transversal 1 (μm)	Dimensão transversal 2 (μm)	Relação entre as dimensões	Área da seção (mm <sup>2</sup> )
Nat	498,16 (80,11)	314,41 (89,88)	1,58	0,120 (0,04)
PN	464,51 (74,24)	210,86 (47,18)	2,20	0,075 (0,027)
PQ120	452,14 (73,36)	238,06 (57,76)	1,89	0,085 (0,027)
PQS120	459,329 (84,67)	164,19 (42,35)	2,79	0,056 (0,013)
PQ160	500,66 (98,96)	241,11 (44,51)	2,07	0,095 (0,026)
PQS160	478,38 (99,34)	138,79 (35,34)	3,44	0,049 (0,013)
PQ200	540,80 (92,17)	222,44 (41,47)	2,43	0,095 (0,027)

Fonte: Autora.

As fibras que foram prensadas a quente na condição saturada (PQS120 e PQS160) apresentaram mais comprimidas que as demais. As áreas das seções das amostras saturadas apresentaram

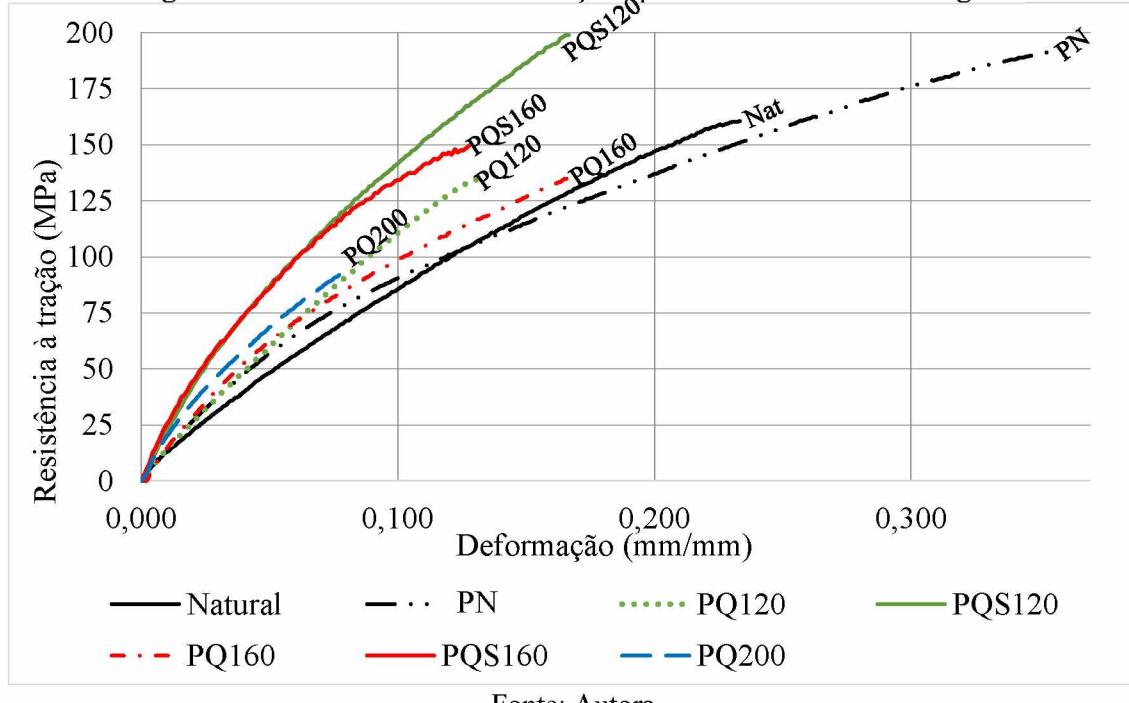
valores significativamente inferiores aos das fibras prensadas a seco. A redução da área da seção das fibras reduz a porosidade e pode garantir melhores resultados nas propriedades mecânicas.

Foi verificada diminuição do efeito memória nas fibras PQS120 e PQS160. Após a secagem e armazenamento em ambiente natural não foi notado aumento na espessura da manta. Esse comportamento pode ser explicado pela condição saturada das fibras durante o tratamento termomecânico, que auxiliou no amolecimento da matriz termoplástica, ou seja, ocorreu a redução da temperatura de transição vítreia, permitindo rearranjo da estrutura e alívio das tensões internas. As fibras PN, após a retirada da estufa e permanência em condições ambientais, também não foi notado mudança de volume decorrente do efeito memória.

#### 4.1.2 Propriedades mecânicas das fibras de bucha vegetal

Na Figura 49 são apresentadas as curvas típicas para fibra ensaiada fibras de bucha vegetal Nat, PN, PQ120, PQS120, PQ160, PQS160 e PQ200.

Figura 49 - Gráfico tensão x deformação típico das fibras de bucha vegetal



Fonte: Autora.

Observa-se que com o aumento da temperatura a inclinação da curva aumenta e a deformação diminui. Nota-se pelo gráfico que a redução da deformação final das fibras é mais expressiva para PQ200, o qual corresponde a uma diminuição de aproximadamente 30% em relação à fibra Nat.

As fibras PQS160 apresentam o maior módulo de elasticidade. Essa elevação do módulo pode ser explicada devido ao rearranjo das estruturas da fibra no aquecimento e/ou por ligações entre cadeias dos polímeros, tornando a estrutura mais rígida, permitindo tensões elevadas sob pequenas deformações (ROWELL, 2004; MOTTA, 2006).

A Figura 50 e a Tabela 10 apresentam os resultados dos ensaios de tração das fibras, resistência, módulo de elasticidade e deformação das fibras de bucha vegetal.

Ao comparar os resultados das fibras Nat, PN, PQ120, PQ160 e PQ200 observa-se que com o acréscimo da temperatura de prensagem a resistência à tração diminui, porém ocorre elevação do módulo de elasticidade, sendo que a fibra PQ200 tem seu módulo 93% maior do que a fibra Nat, enquanto o decréscimo na tensão de ruptura é de 36%. Ao realizar o tratamento com as fibras saturadas o resultado foi satisfatório, a resistência à tração apresenta valores próximos às fibras PN. A justificativa é que como após o tratamento as fibras ficaram mais comprimidas, as áreas da seção transversal tornaram-se menores, portanto não acarretou em redução na tensão de ruptura após o tratamento. O módulo de elasticidade das buchas PQS120 e PQS160 foram os melhores resultados obtidos, as fibras PQS160 apresentaram valor 2,31 vezes maior do que a fibra Nat.

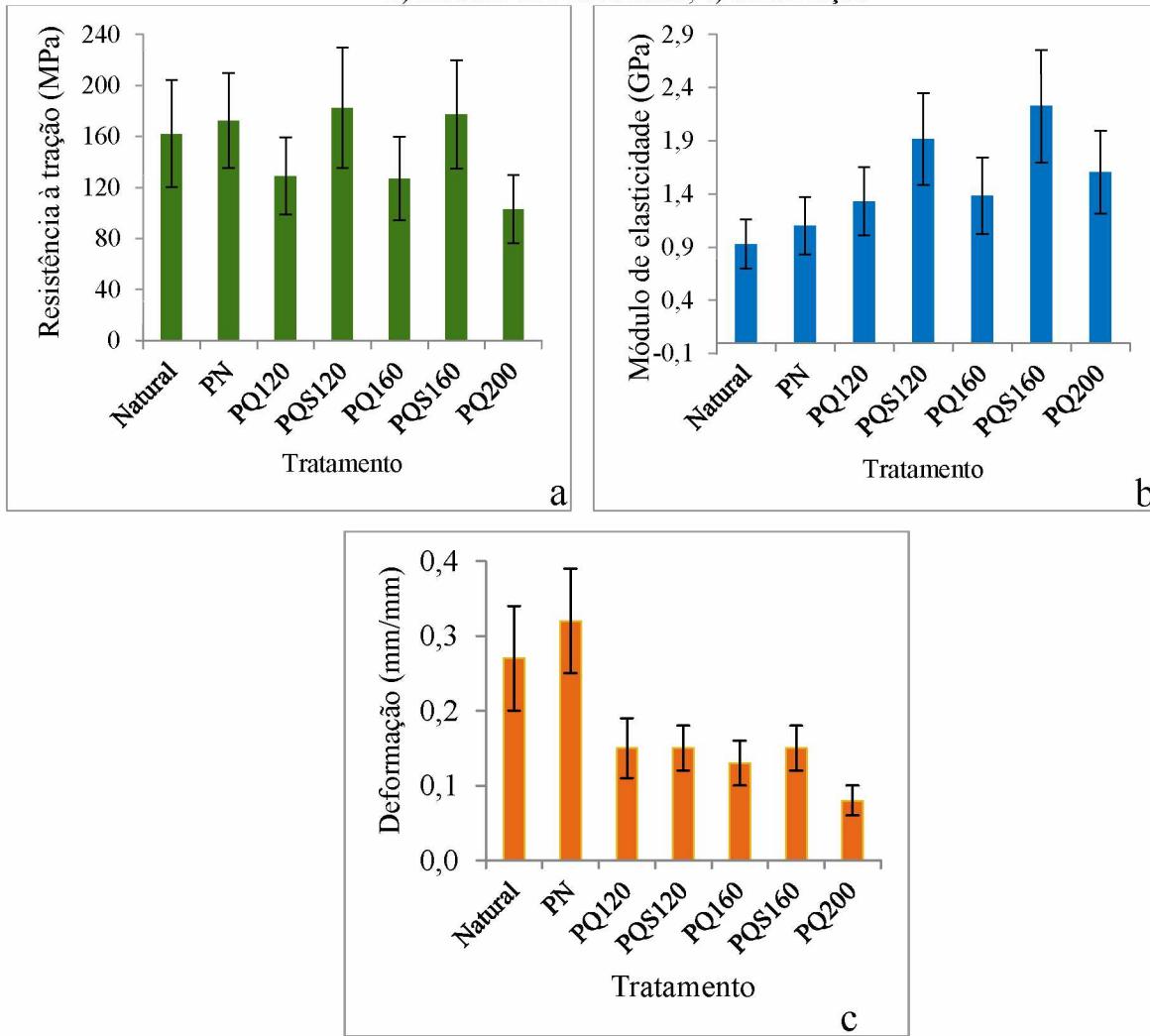
Com o aumento do módulo de elasticidade, pode garantir que a fibra atinja maiores tensões com deformações menores. Essa propriedade é importante para aplicação como reforço de matrizes frágeis, que iniciam a fissuração com baixas deformações (MOTTA, 2006). Verifica-se que o módulo de elasticidade segue uma tendência de acréscimo com a elevação da temperatura. Com a prensagem à quente, a estrutura da fibra pode estar tornando-se mais cristalina devido ao rearranjo das microfibrilas na matriz plástica durante a compressão (ROWELL, 2004; MOTTA, 2006), o que causa a redução da deformação na ruptura.

Tabela 10 – Resumo das propriedades obtidas pelo ensaio de tração: valores médios e desvios padrão entre parênteses

	Nat	PN	PQ120	PQS120	PQ160	PQS160	PQ200
Resistência à tração (MPa)	161,76 (41,86)	172,09 (36,93)	128,90 (29,92)	182,79 (46,92)	126,95 (32,65)	177,93 (44,19)	103,01 (26,68)
Módulo de elasticidade (GPa)	0,93 (0,23)	1,10 (0,27)	1,33 (0,34)	1,91 (0,37)	1,38 (0,36)	2,15 (0,47)	1,60 (0,39)
Deformação (mm/mm)	0,28 (0,07)	0,32 (0,07)	0,15 (0,04)	0,15 (0,03)	0,13 (0,03)	0,15 (0,03)	0,08 (0,02)

Fonte: Autora.

Figura 50 - Gráficos das propriedades obtidas pelo ensaio de tração das fibras: a) resistência à tração; b) módulo de elasticidade; c) deformação



Fonte: Autora.

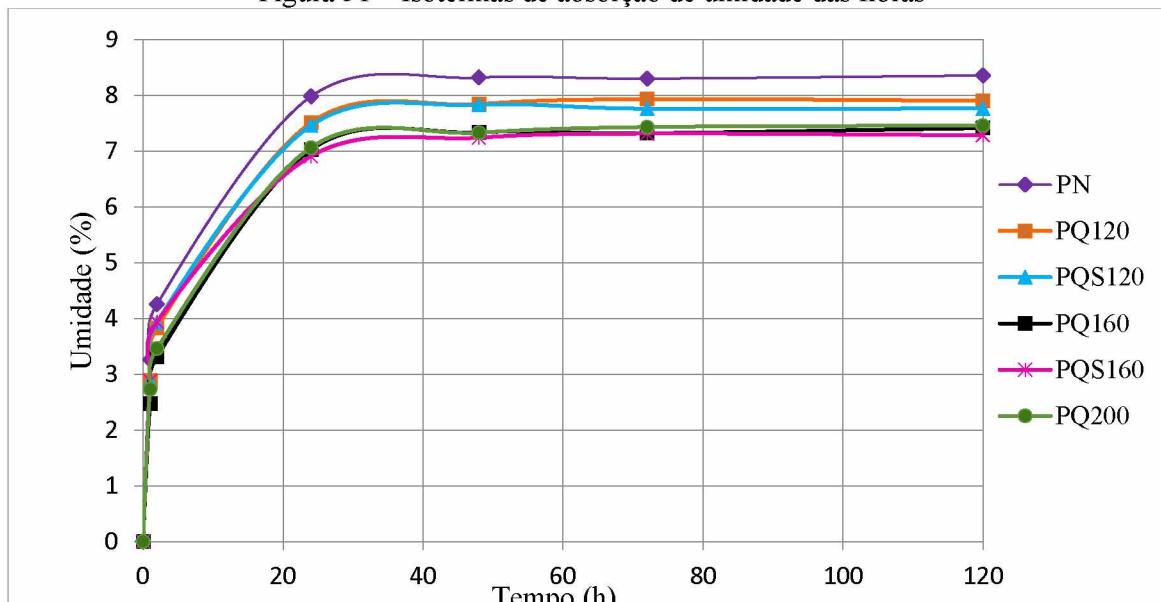
Foi realizada análise estatística ANOVA e teste Tukey, ao nível probabilístico de significância de 5%, entre a média de todos os resultados após os tratamentos. Houve diferença significativa nas propriedades de resistência à tração e módulo de elasticidade entre as fibras prensadas saturadas em relação às fibras prensadas a seco, exceto ao comparar a resistência à tração com as fibras PN. Em relação às fibras PQS120 e PQS160, a análise mostrou que elas apresentaram resultados estatisticamente semelhantes.

#### 4.1.3 Absorção das fibras de bucha vegetal

O ensaio de absorção foi realizado em ambiente com umidade de 75% e temperatura de 21°C. Os resultados do ensaio mostraram que o tratamento termomecânico reduz a absorção de umidade,

sendo que a redução é maior com o aumento temperatura de prensagem. As fibras PQ160, PQS160 e PQ200, apresentaram menores valores, com redução de aproximadamente 22% comparadas às fibras PN, é preciso padronizar, como mostra a Figura 51. A redução da absorção com a elevação da temperatura pode ocorrer devido a maior degradação da hemicelulose por ser a principal responsável pela entrada de umidade na fibra. Menor absorção das fibras poderá reduzir a migração dos produtos de hidratação para seu interior, além de diminuir a variação dimensional e melhorar a interação matriz e fibras (SOUZA *et al.*, 2017).

Figura 51 – Isotermas de absorção de umidade das fibras



Fonte: Autora

#### 4.1.4 Microscopia Eletrônica de Varredura das fibras

A Figura 52 ilustra a seção transversal das fibras de bucha vegetal natural (Nat) e após o tratamento termomecânico e higro-termomecânico. Observa-se que a fibra é formada por grande número de células e com paredes celulares finas. Apresenta uma estrutura porosa formada pelos lúmens, com diâmetro médio de aproximadamente 12  $\mu\text{m}$ .

Verifica-se que a partir das micrografias com o aumento da temperatura durante o tratamento ocorreu redução dos vazios e as fibras tornaram-se mais compactas, consequentemente, a capacidade de absorver umidade é reduzida e diminui o espaço para deposição do hidróxido de cálcio. Destacam-se as fibras que foram prensadas saturadas (PQS120 e PQS160).

Figura 52 – Seção transversal das fibras de bucha vegetal

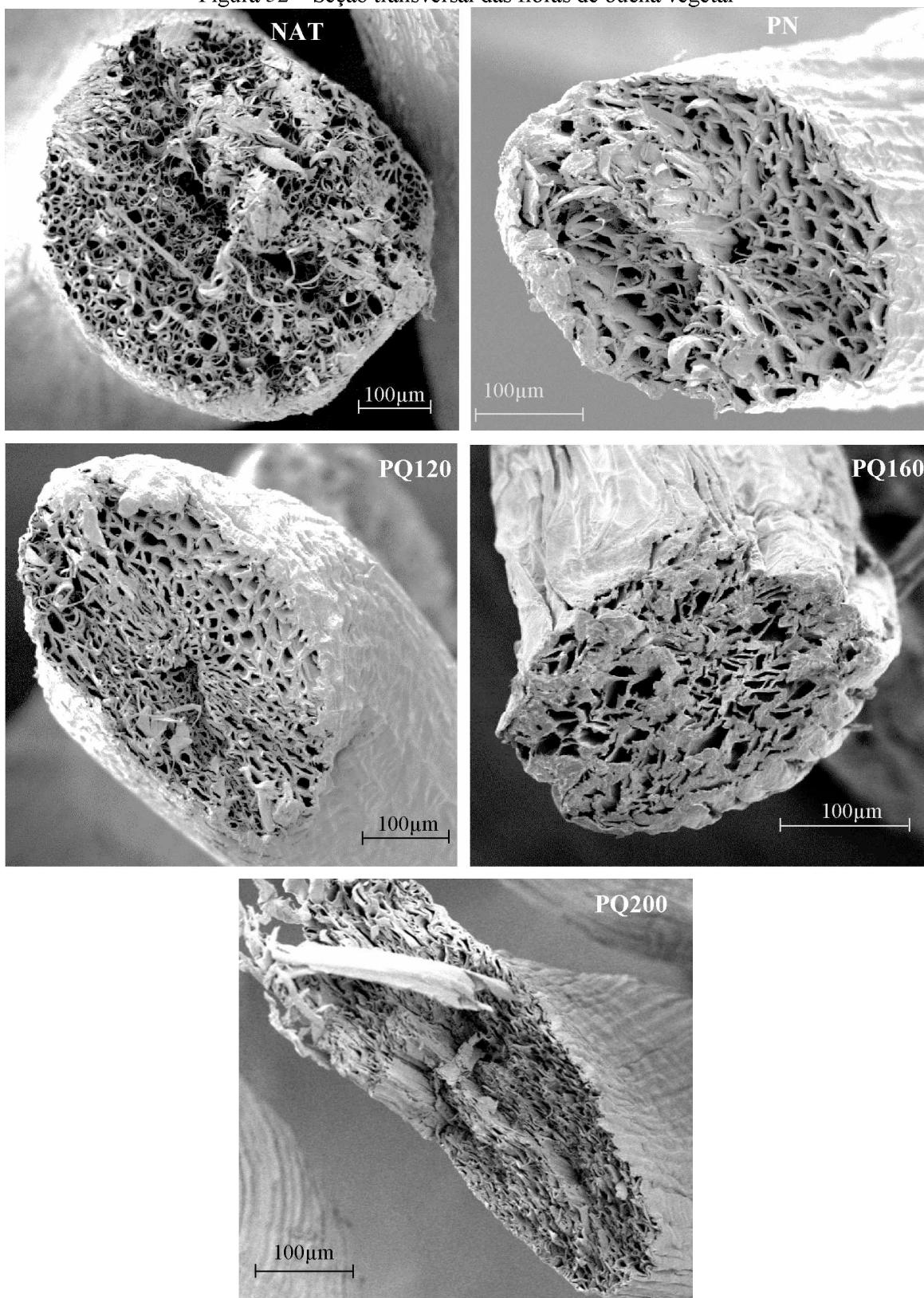
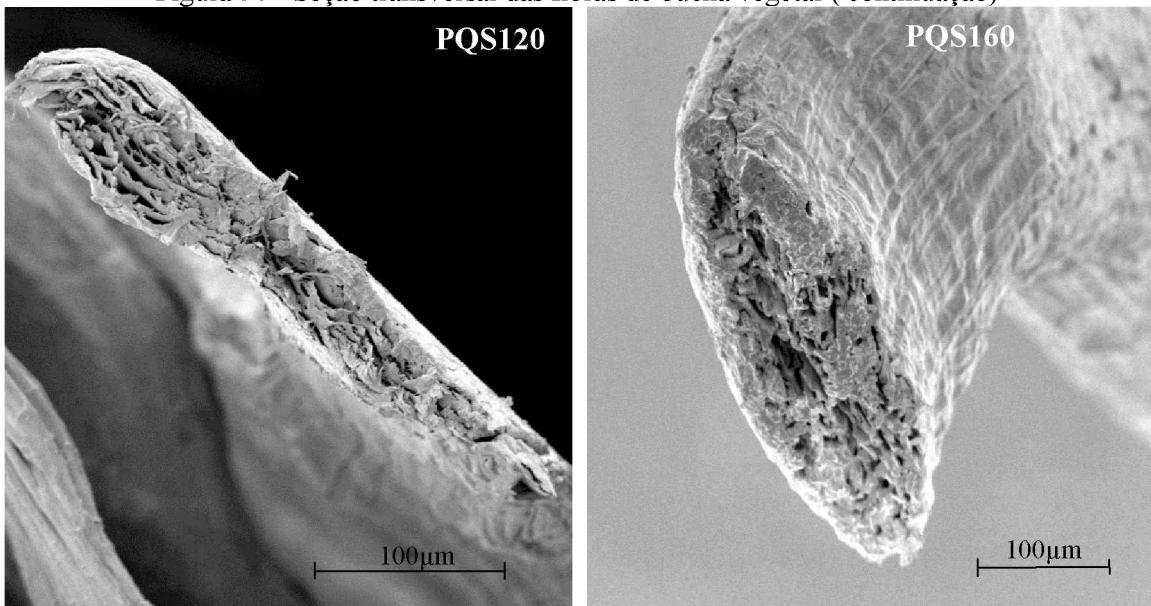


Figura 50 - Seção transversal das fibras de bucha vegetal (continuação)



Fonte: Autora

A Figura 53 mostra as superfícies das fibras natural e prensadas a quente. A fibra de bucha vegetal Nat apresenta aspecto homogêneo e rugoso. O mesmo é observado para as fibras PN e as prensadas à seco (PQ120, PQ160 e PQ200). Nas fibras prensadas saturadas (PQS120 e PQS160) há diferença significativa no aspecto da superfície. As mesmas tornaram-se mais lisas, sem a presença da rugosidade e podem prejudicar a aderência com a matriz dos compósitos. Observa-se que nas seções transversais e nas superfícies das fibras que a integridade é mantida após os tratamentos.

Figura 53 – Superfície das fibras de bucha vegetal

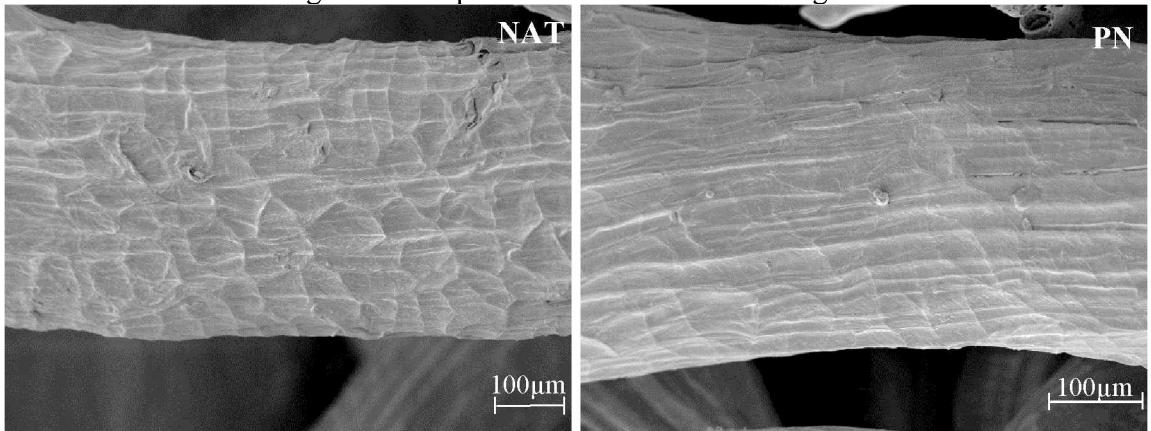
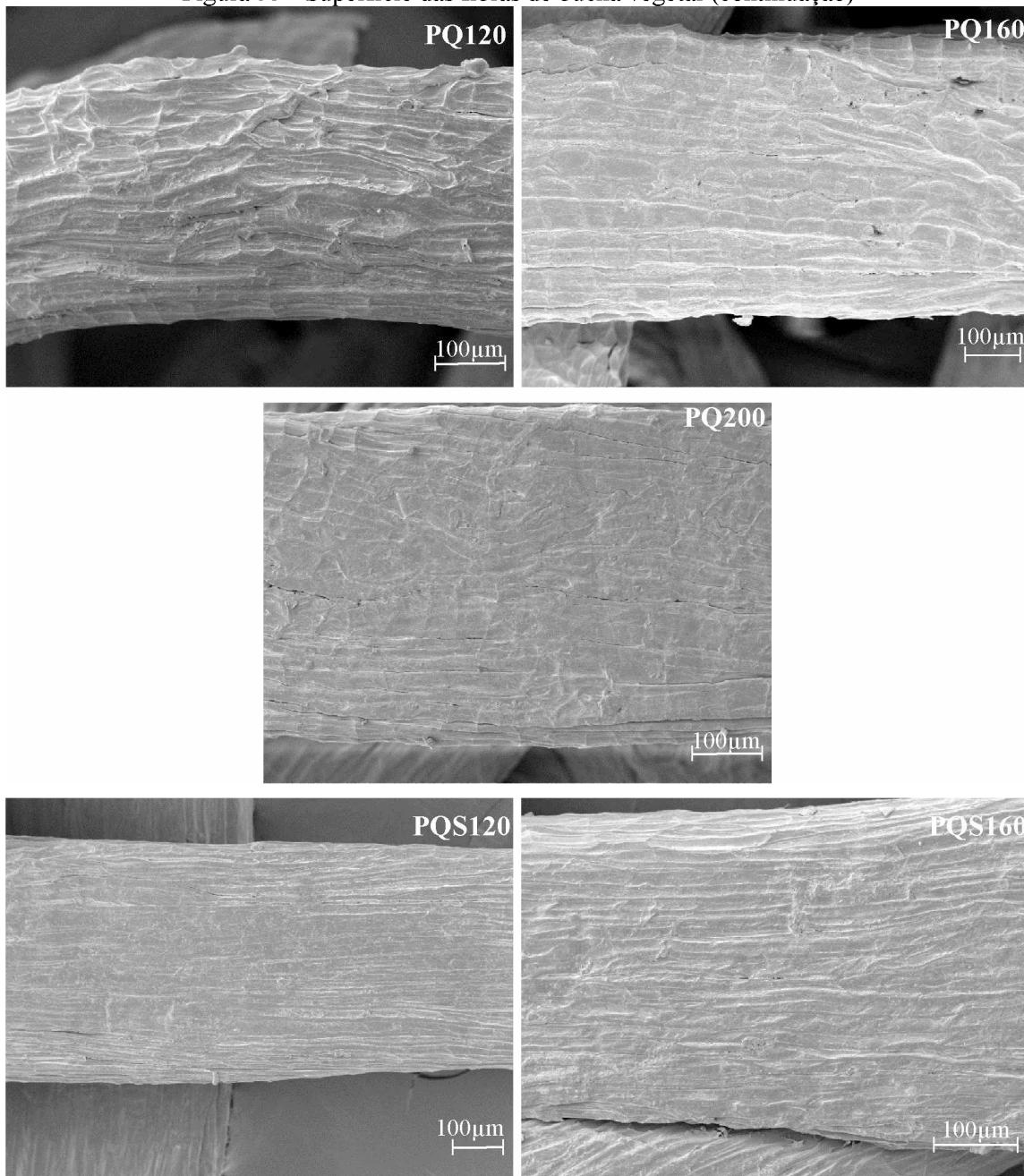


Figura 53 - Superfície das fibras de bucha vegetal (continuação)



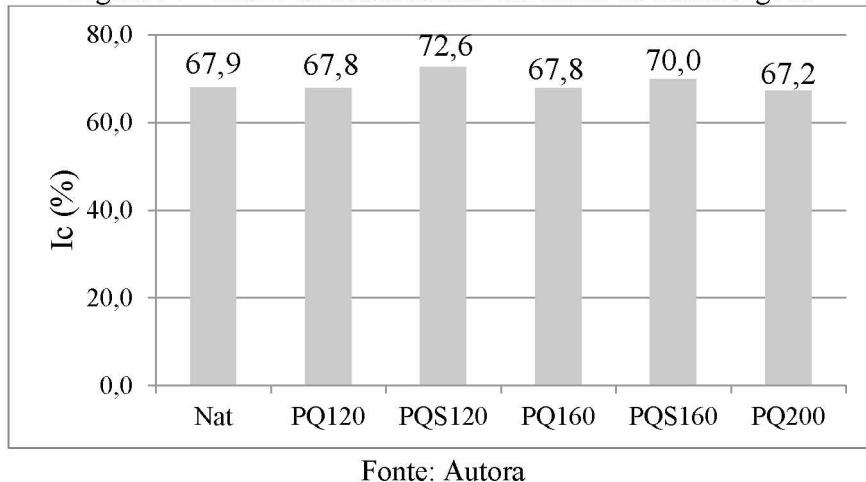
Fonte: Autora

#### 4.1.5 Determinação do índice de cristalinidade das fibras

A Figura 54 apresenta os resultados de índice de cristalinidade das fibras tratadas e não tratadas. Os valores foram obtidos pelos difratogramas de Raios-X e estão ilustrados na Figura 55. Os resultados indicaram pequeno acréscimo no índice de cristalinidade para as fibras prensadas saturadas (PQS120 e PQS160). Enquanto para as fibras prensadas a seco os valores apresentaram-

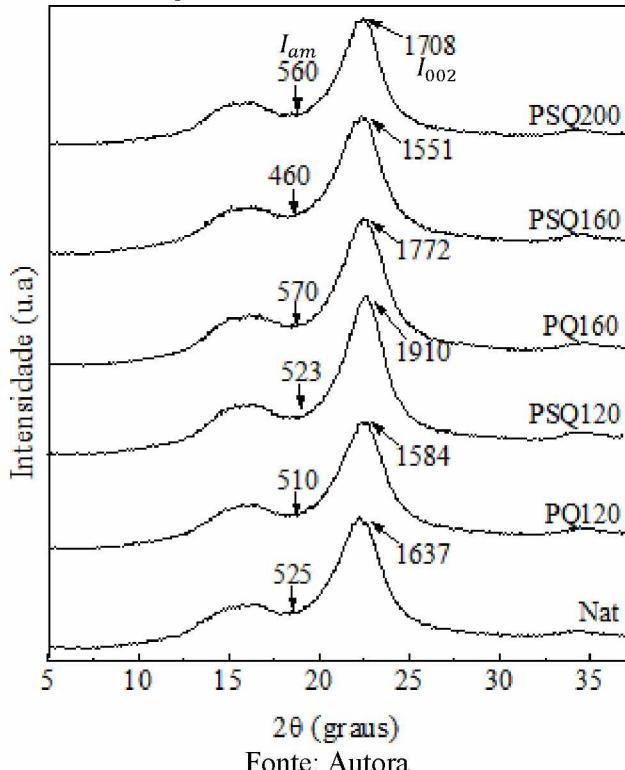
se próximos. O aumento da cristalinidade da fibra vegetal pode melhorar as propriedades mecânicas dos compósitos (MOHANTA; ACHARYA, 2016).

Figura 54 – Índice de cristalinidade das fibras de bucha vegetal



Fonte: Autora

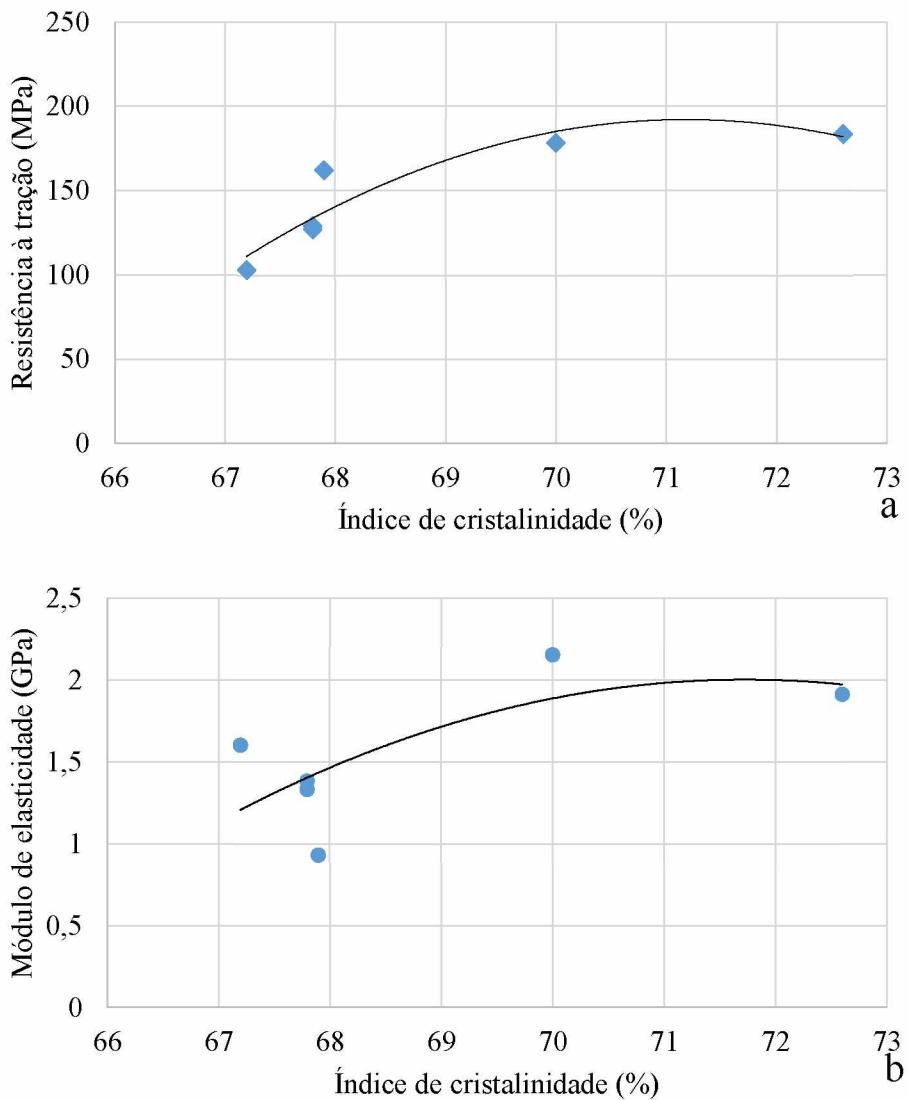
Figura 55 – Difratogramas de Raio-X das fibras de bucha vegetal



Fonte: Autora

A Figura 56 mostra que a partir dos resultados obtidos foi possível notar uma tendência de melhora nas propriedades mecânicas de resistência à tração e de módulo de elasticidade das fibras com o aumento do índice de cristalinidade.

Figura 56 – Gráficos propriedades mecânicas x Índice de cristalinidade: a) Resistência à tração x Ic; b) Módulo de elasticidade x Ic



Fonte: Autora.

Segundo Sandberg e Navi (2007), este aumento do índice de cristalinidade não necessariamente está relacionado com o aumento da cristalinidade da celulose causado pelo rearranjo das estruturas durante o tratamento termomecânico. Pela definição da equação utilizada para o cálculo de Ic, o índice também está relacionado com o valor da fase cristalina em relação à fase amorfa, composta pela lignina, hemicelulose e celulose semicristalina. Portanto o aumento o Ic após tratamento pode ser devido à redução da fase amorfa por perda de hemicelulose e lignina hidrolisadas.

Tanahashi (1990) ressalta que o aumento do diâmetro dos cristais e do Ic da celulose é causada pelo tratamento higro-termomecânico. Durante o processo em altas temperaturas e vapor, os

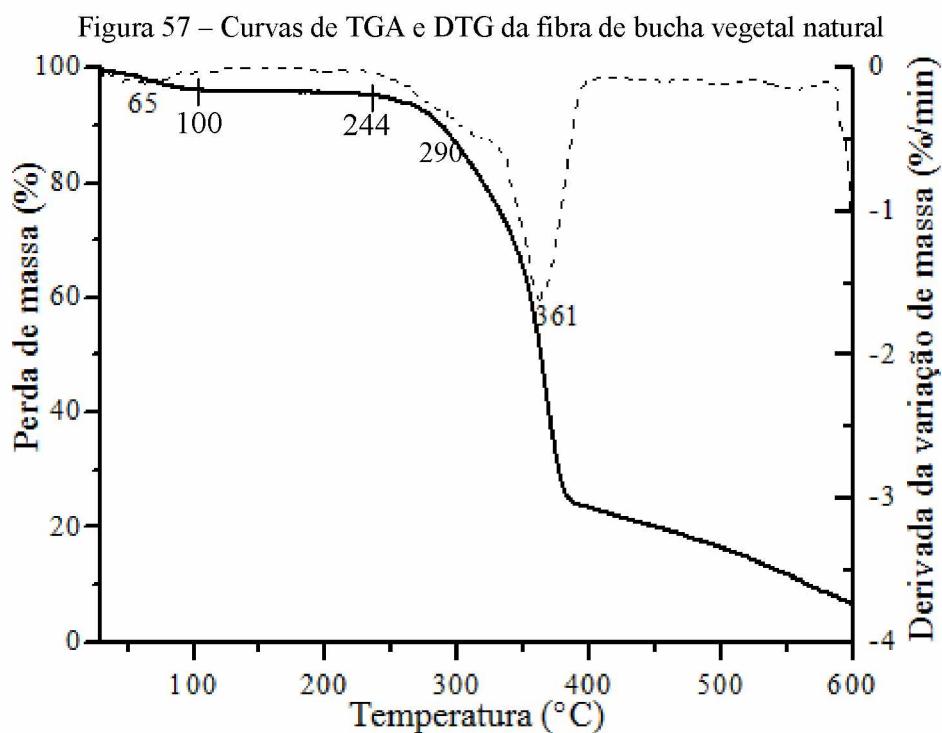
polímeros da madeira degradam parcialmente, tornam-se móveis e as tensões internas na parte cristalina são dissipadas. Como consequência, a cristalinidade da celulose pode aumentar devido ao rearranjo e à reorientação das moléculas de celulose e também devido à remoção dos componentes amorfos. Além disso, o tratamento com vapor dá mobilidade à lignina e à hemicelulose, portanto, a celulose torna-se livre para movimentar e possibilita a fusão de microfibrilas próximas, as quais tornam-se maiores.

O aumento da cristalinidade após o tratamento higro-termomecânico também pode explicar a redução do efeito de memória das fibras prensadas saturadas. O rearranjo da celulose, a fusão das fibrilas e a redução das conexões das microfibrilas com a hemicelulose devido à hidrólise das mesmas podem ser responsáveis pelo alívio das tensões internas (TANAHASHI, 1990).

#### *4.1.6 Análises térmicas das fibras*

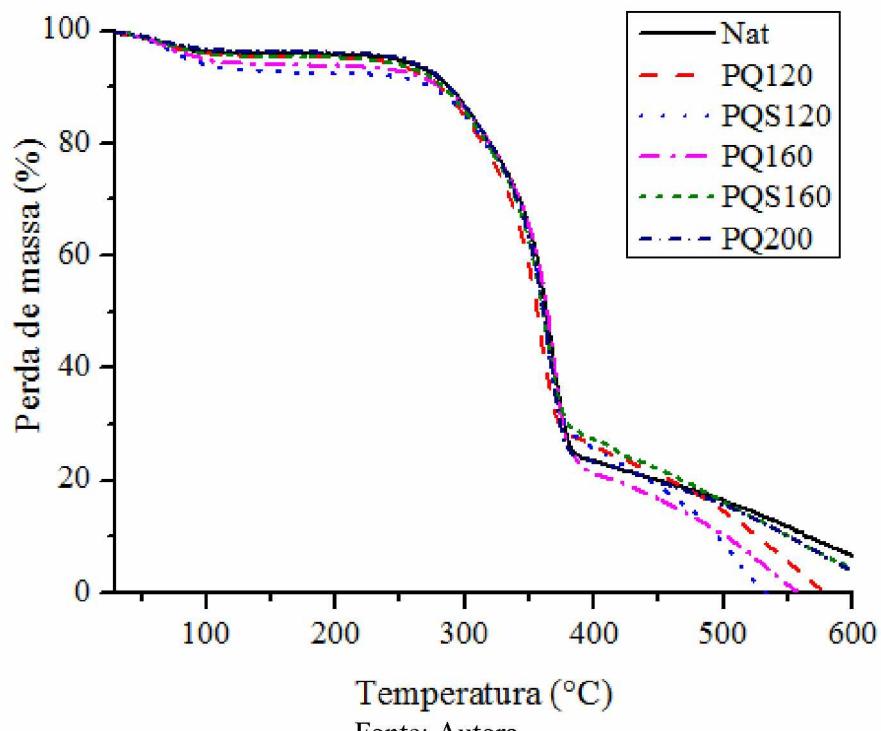
O comportamento térmico da fibra de bucha vegetal Nat está representado nas curvas de TGA e DTG mostradas na Figura 57. Pelas curvas foi possível observar que a degradação térmica severa inicia-se com 244°C. A curva DTG apresenta três estágios. Inicialmente relacionado com a perda de massa até 100°C, que foi de 4,1% referente à perda da umidade da fibra. O segundo estágio em 290°C, pode estar relacionado com a despolimerização da hemicelulose e o terceiro em 361°C que pode ser atribuído à decomposição da  $\alpha$ -celulose, até o fim dessas etapas ocorreu a redução de 76 % da massa da fibra. Após 361°C as degradações dos polímeros continuaram até ser completa (D’ALMEIDA *et al.*, 2005; TANOBE *et al.*, 2005; FARINA *et al.*, 2012; OLIVEIRA, 2013).

Não foi possível verificar diferenças significativas no comportamento térmico das fibras entre os tratamentos testados. Os perfis das curvas de TGA são muito parecidos e indicaram que as fibras tratadas apresentaram comportamento semelhante à fibra Nat, como mostra a Figura 58.



Fonte: Autora.

Figura 58 – Curvas de TGA das fibras de bucha vegetal



Fonte: Autora.

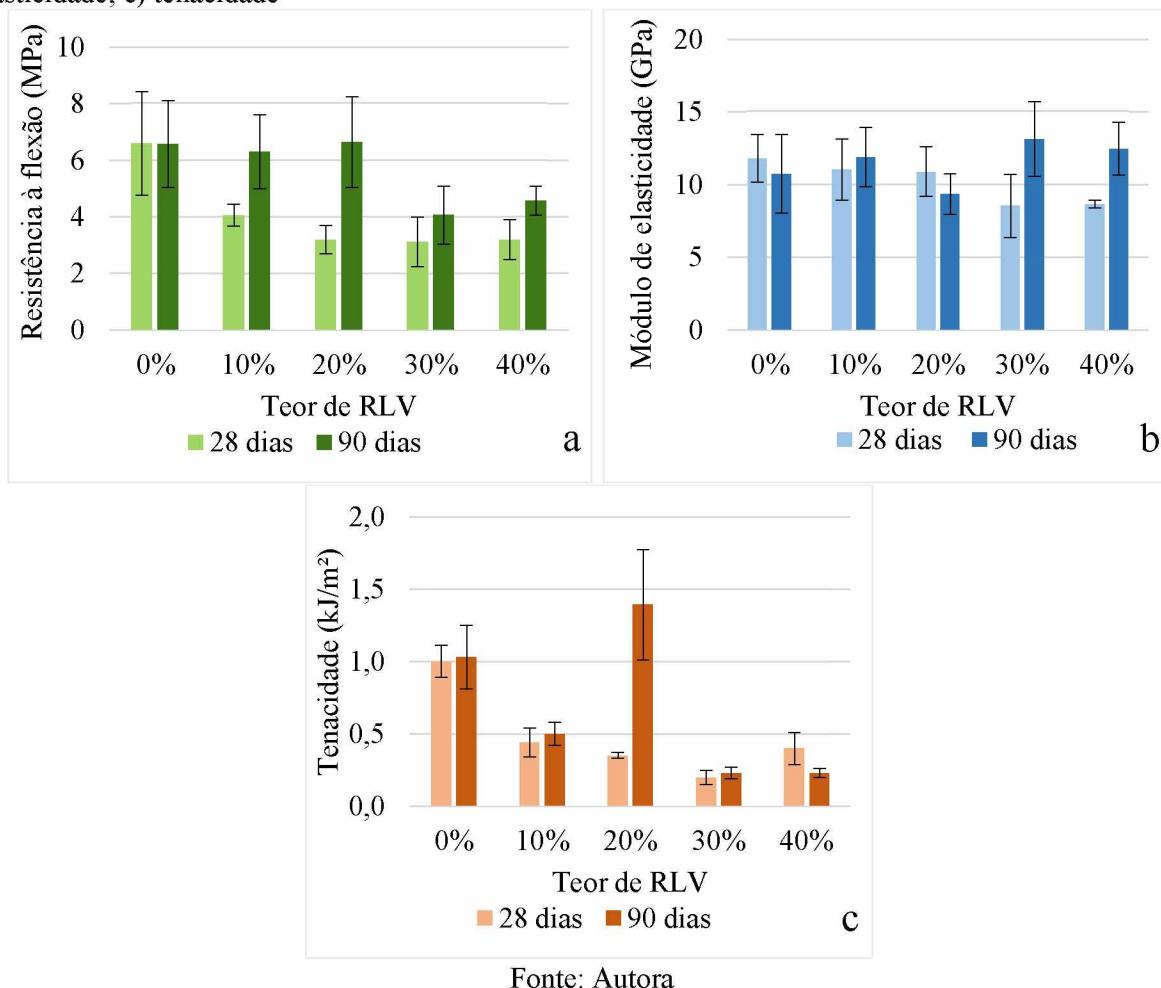
## 4.2 Caracterização dos compósitos

### 4.2.1 Determinação do melhor teor de RLV e RTC

#### 4.2.1.1 Resíduo de lapidação de vidro (RLV)

Com os resultados obtidos de resistência à flexão, módulo de elasticidade e tenacidade no ensaio de flexão dos compósitos foi possível verificar qual teor de substituição do cimento pela pozolana é mais favorável para o compósito. Os corpos de prova foram ensaiados aos 28 e 90 dias, eles foram retirados da câmara úmida 24 horas antes do ensaio e armazenados na sala de ensaios. Na Figura 59 são apresentados os gráficos com as propriedades obtidas para cada teor de RLV.

Figura 59 - Gráficos das propriedades mecânicas dos compósitos: a) resistência à flexão; b) módulo de Elasticidade; c) tenacidade



Fonte: Autora

Ao analisar o comportamento dos compósitos, o teor de 20% mostrou-se mais eficaz com melhores propriedades mecânicas aos 90 dias. Nesse teor, houve um acréscimo de 34% na tenacidade em

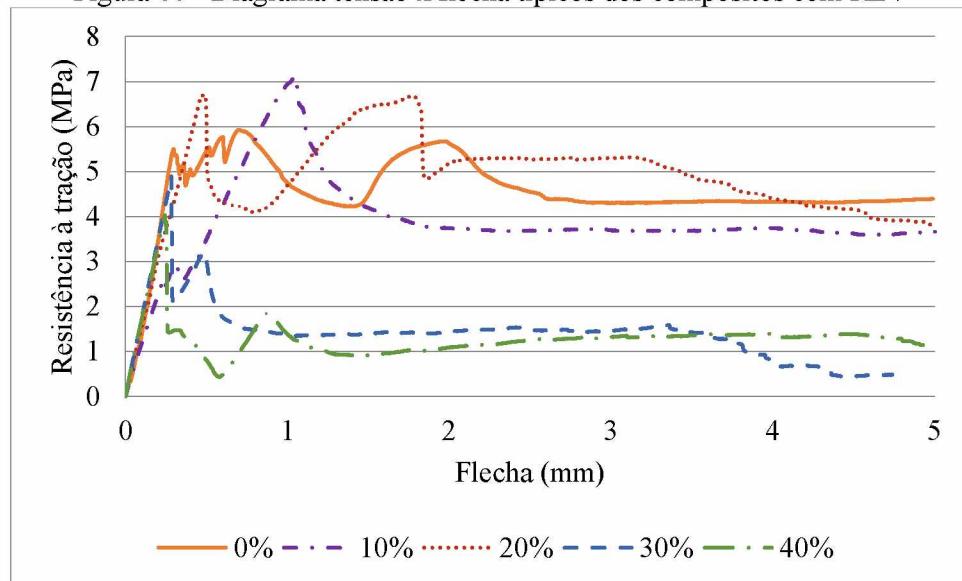
relação aos compósitos de referência, além dos valores de módulo de ruptura próximos as amostras sem substituição. De acordo com a ANOVA, os resultados das propriedades de resistência à flexão e tenacidade são estatisticamente diferentes aos 90 dias, comprovou-se que o teor de RLV influenciou no desempenho dos compósitos.

O acréscimo das propriedades nos ensaios aos 90 dias de idade é devido à reação pozolânica ser lenta, portanto o ganho na resistência também é lento (MEHTA; MONTEIRO, 2008). A atividade pozolânica resulta na formação de novos produtos de hidratação e em uma estrutura com menos poros. Portanto, a matriz torna-se mais resistente e com menor capacidade de absorção de água (LIMA; TOLÊDO FILHO, 2008), deste modo representa importante papel na durabilidade (MEHTA; MONTEIRO, 2008). O aumento da tenacidade no avanço da idade indica melhora na aderência entre a matriz e a fibra com a utilização da pozolana, além é claro da preservação da fibra (LIMA e TOLÊDO FILHO, 2008).

A substituição de 10% foi insuficiente para os compósitos, pois os valores de tenacidade foram insatisfatórios. Os teores de 30% e 40% de RLV também não foram eficazes para serem aplicados nos compósitos, pois com o avanço da idade as propriedades não apresentaram melhora significativa. O fato que pode ter prejudicado os resultados foi a dificuldade de moldagem dos corpos de prova nos teores de 30% e 40% de RLV.

A Figura 60 apresenta as curvas típicas de cada teor estudado aos 90 dias. Observa-se que os compósitos de referência e os com substituição de 10% e 20%, apresentaram os melhores comportamentos pós-pico. Isso indica que após a fissuração da matriz, as fibras continuam distribuindo as tensões na matriz.

Figura 60 - Diagrama tensão x flecha típicos dos compósitos com RLV



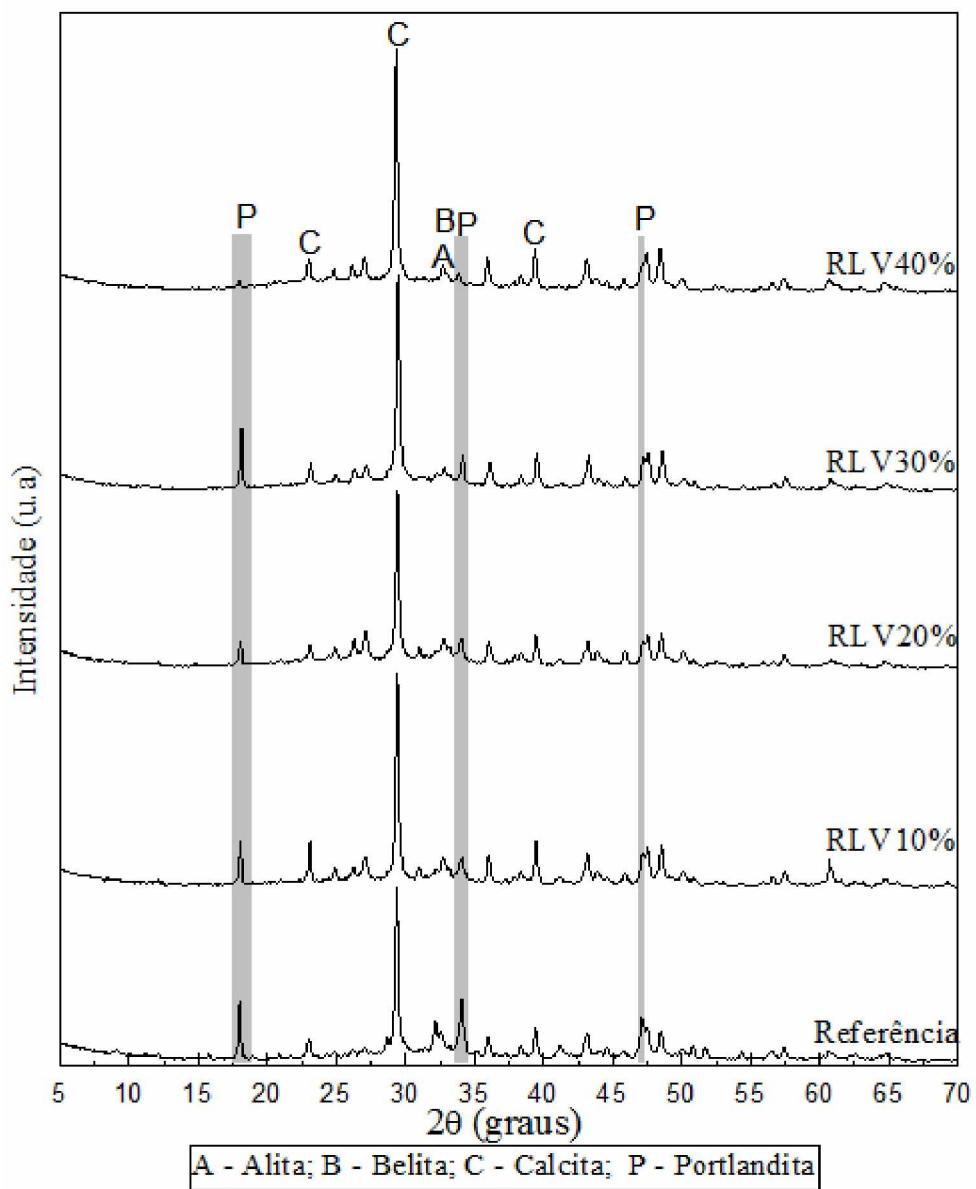
Fonte: Autora.

A análise do difratograma de Raio-X foi realizada para verificar o consumo de CH com o aumento do teor de RLV. Os difratogramas estão apresentados na Figura 61. Os valores foram convertidos em uma mesma escala para realizar a comparação. A principal fase cristalina entre os produtos de hidratação identificada foi o hidróxido de cálcio, as demais fases não puderam ser detectadas devido à pequena quantidade, baixa cristalinidade e/ou sobreposição dos picos.

No difratograma foram identificados os principais picos de Portlandita que é referente ao hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) e alita ( $\text{C}_2\text{S}$ ) e belita ( $\text{C}_3\text{S}$ ) que correspondem ao grão de cimento anidro. A calcita, carbonato de cálcio, foi formada a partir da carbonatação devido ao contato do CH com o  $\text{CO}_2$  da atmosfera.

Verifica-se que a intensidade do pico de hidróxido de cálcio diminui com a substituição do cimento por RLV, que reflete no consumo da CH pela reação pozolânica. A redução da intensidade dos picos de Portlandita em relação ao compósito de referência foi mais expressiva para o teor de substituição de 40%. Porém o mesmo não foi selecionado como teor ideal devido aos baixos resultados das propriedades mecânicas, que podem estar atribuídos à dificuldade de moldagem dos compósitos com o aumento do teor de RLV.

Figura 61 – Difratogramas de Raio-X dos compósitos com RLV

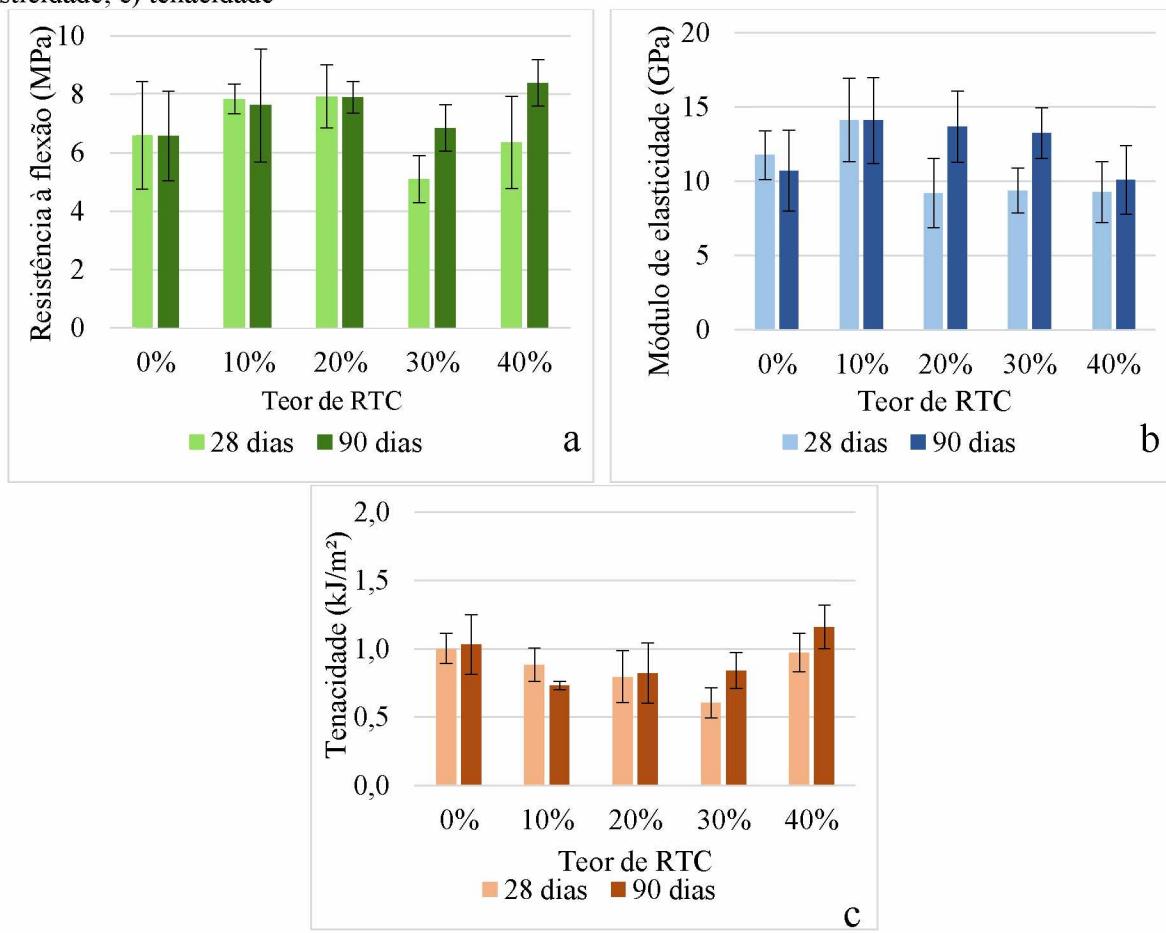


Fonte: Autora.

#### 4.2.1.2 Resíduo de telha cerâmica (RTC)

Com base nos resultados obtidos das propriedades mecânicas dos compósitos com reforço de fibra PN foram avaliados os teores de substituição de cimento por 10%, 20%, 30% e 40% de RTC, os valores encontrados estão apresentados nos gráficos da Figura 62.

Figura 62 - Gráficos das propriedades mecânicas compósitos: a) resistência à flexão; b) módulo de elasticidade; c) tenacidade



Fonte: Autora.

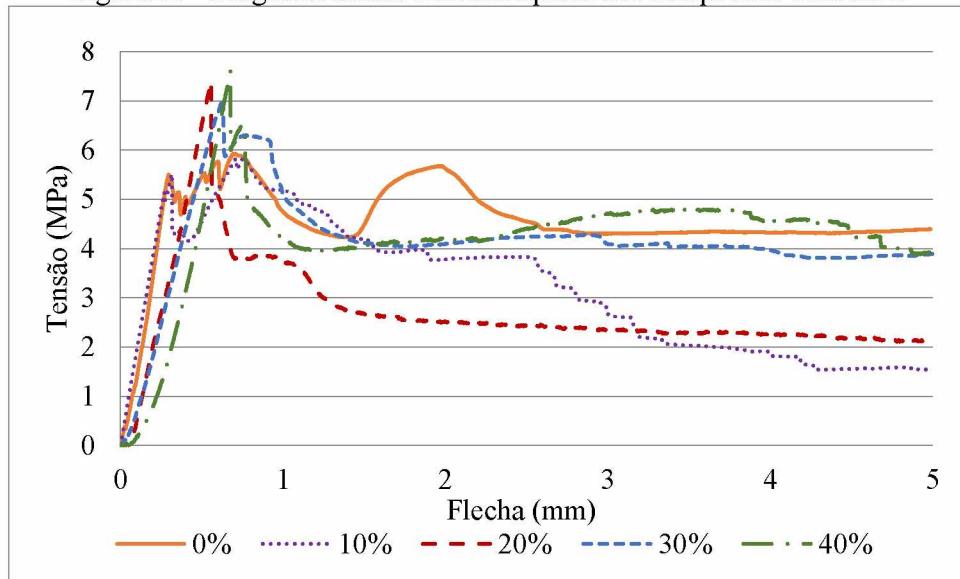
É possível observar que houve manutenção ou aumento da resistência à flexão e módulo de elasticidade com o avanço da idade para todos os teores estudados. O mesmo foi verificado em relação à tenacidade, o que pode implicar na melhoria da interface matriz e fibra e indica que a bucha vegetal não sofreu degradação. Nota-se que para os maiores teores de pozolana, a tenacidade melhorou com o avanço da idade. Destaca-se o compósito com 40% de RTC que apresenta o maior valor aos 90 dias.

De acordo com a ANOVA, ao nível probabilístico de significância de 5%, os teores estudados apresentaram diferenças significativas apenas na propriedade de tenacidade, aos 90 dias, entre os teores de 10% e 40%, as demais propriedades indicaram ser estatisticamente iguais.

Portanto, o compósito com 40% de RTC indica melhor percentual de substituição de cimento, pois apresenta melhor desempenho nas propriedades de resistência à flexão e tenacidade. Vale ressaltar

que quanto maior a substituição, menos alcalina será a matriz, ou seja, será menos agressiva às fibras e contribuem para a durabilidade do compósito. Ainda o compósito com menor quantidade de clínquer reduz o consumo de energia e a emissão de dióxido de carbono (LIMA; TOLÊDO FILHO, 2008). Além de produzir um material com aproveitamento de resíduo industrial. Nas curvas típicas dos teores de RTC (Figura 63) é possível observar que os compósitos com maiores substituições apresentaram melhores comportamentos pós-pico.

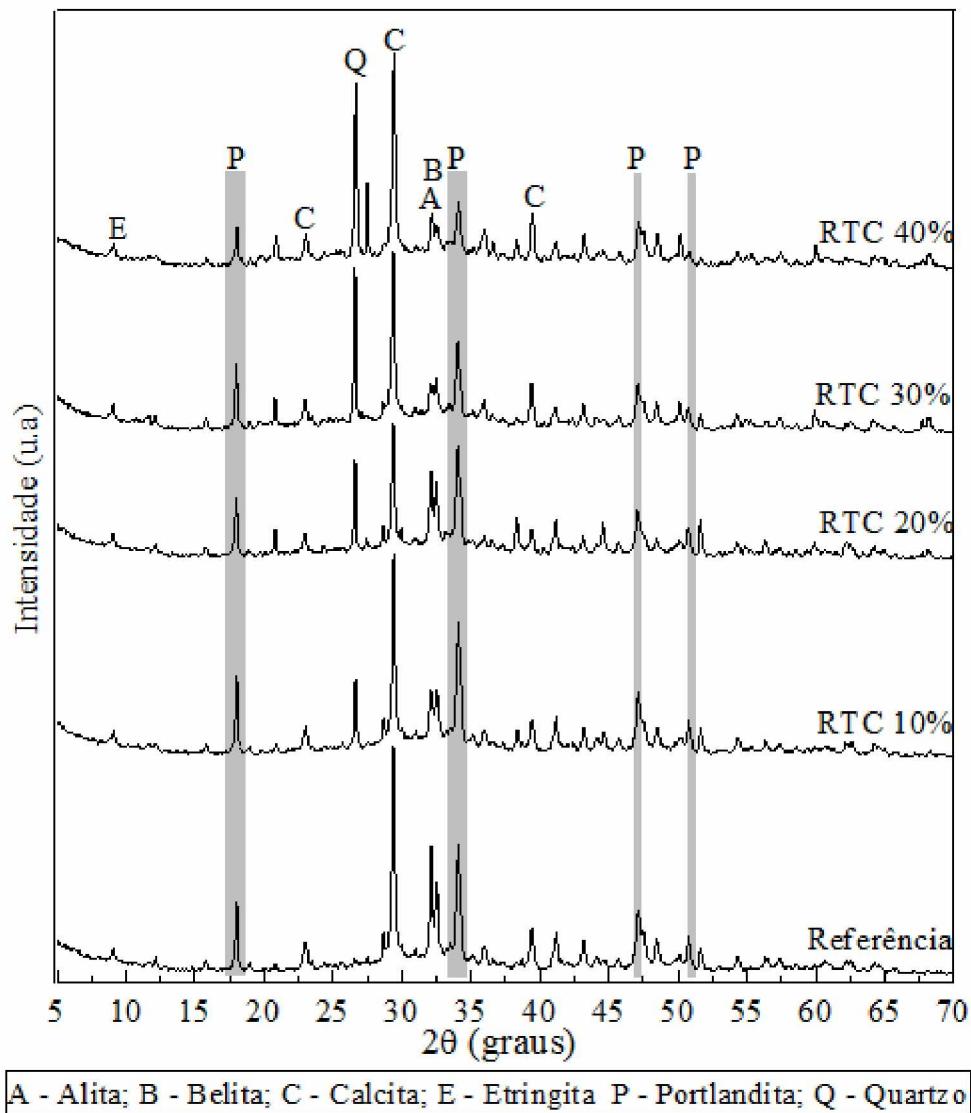
Figura 63 - Diagrama tensão x flecha típicos dos compósitos com RTC



Fonte: Autora.

Na análise de difração de Raio-X (Figura 64) foram identificados os produtos de hidratação da pasta de cimento, etringita ( $C_6AS_3H_{32}$ ) e portlandita ( $Ca(OH)_2$ ), calcita e os compostos referentes ao cimento não hidratado, alita e belita. Nos difratogramas apresentaram também os picos de quartzo que são referentes às estruturas cristalinas do RTC e que não participam da reação pozolânica. Ocorreu uma elevação da intensidade desses picos com o aumento do teor do material. Ao analisar os picos referentes ao CH verifica-se que não houve redução significativa com substituição de 10% a 30% de RTC em relação ao compósito de referência. No entanto, o teor de 40% apresentou menores picos de portlandita.

Figura 64 – Difratogramas de Raio-X dos compósitos com RTC



Fonte: Autora.

#### 4.2.2 Estudo das fibras tratadas aplicadas nos compósitos

Nesta seção foram verificados o desempenho e a durabilidade das fibras tratadas em meio alcalino como reforço em matriz cimentícia. Os compósitos cimentícios, ensaiados aos 90 dias, foram expostos ao envelhecimento natural aos 28 dias de idade e permaneceram 62 dias em condições ambientais, sujeitos a mudanças climáticas. Amostras também foram submetidas, aos 28 dias, ao envelhecimento acelerado, com 20 ciclos de molhagem e secagem.

O desempenho das fibras dentro dos compósitos foi avaliado por ensaio de flexão aos 28 dias, após envelhecimentos natural (90 dias) e acelerado. Micrografias obtidas por MEV e determinação das propriedades físicas também auxiliaram na análise do comportamento das fibras na matriz alcalina.

#### *4.2.2.1 Envelhecimento natural*

O envelhecimento natural ocorreu nos meses de maio e junho de 2017. Nesse período a temperatura média foi de 21,7°C, com máxima de 29,9°C e mínima de 11,9°C. A umidade relativa esteve entre 19% a 96% com média de 42% e o índice de precipitação total foi de 63,8 mm, com apenas 5 dias chuvosos. As informações de temperatura, umidade e precipitação da área onde os corpos de prova ficaram expostos foram obtidas na base de dados do Instituto Nacional de Meteorologia, INMET. A estação Uberlândia A507, está localizada na Universidade Federal de Uberlândia e está disposta no mesmo local em que o suporte das amostras ficou posicionado.

Nas amostras expostas ao ambiente natural não foram notadas alterações, o intervalo de tempo não foi agressivo para a fibra. O período em estudo foi curto e prejudicou a análise da durabilidade dos compósitos. O ideal era que os compósitos permanecessem por mais tempo em exposição, desta maneira estariam submetidos às variações climáticas das 4 estações do ano, mas isso não foi possível devido à limitação do tempo para finalização do estudo. Algumas amostras continuarão expostas para serem ensaiadas com idade de um ano.

#### *4.2.2.1 Envelhecimento acelerado*

Após os 20 ciclos em envelhecimento acelerado, em 3 amostras dos compósitos de referência, com matriz de cimento reforçada com fibra PN, foi observado a presença de fissuras, como ilustra a Figura 65. Os ciclos foram agressivos e podem ter gerado tensões térmicas suficientes para fissuração da matriz. As outras matrizes estudadas permaneceram sem visíveis alterações.

Figura 65 – Compósitos após envelhecimento acelerado



Fonte: Autora.

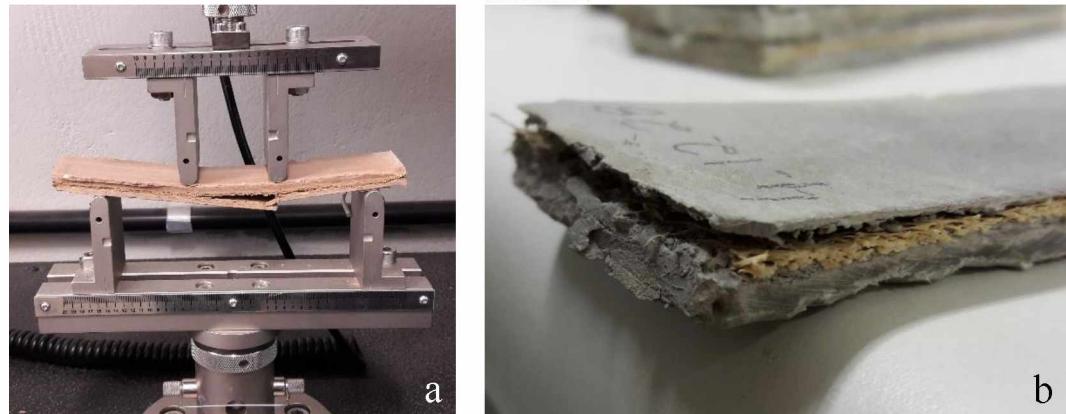
#### 4.2.2.2 Propriedades mecânicas dos compósitos

Para avaliar o desempenho e durabilidade das fibras de bucha vegetal submetidas ao tratamento termomecânico como reforço em compósitos cimentícios, utilizou-se a fibra com a melhor condição de tratamento, foram considerados os resultados de propriedades mecânicas, obtidos no ensaio de tração das fibras e os resultados de absorção de umidade. Portanto, inicialmente as fibras de bucha vegetal PQS120 e PQS160 foram selecionadas para serem aplicadas nos compósitos. Elas apresentaram melhores propriedades em relação às fibras prensadas a seco (PQ120, PQ160 e PQ200) e ausência de efeito memória.

Os corpos de prova foram produzidos e ao ensaiá-los, aos 28 dias, notou-se que todos eles delaminaram, com o reforço das fibras PQS120 e PQS160, e com todas as matrizes testadas. Algumas amostras apresentaram esse comportamento durante o corte e outros, durante o ensaio de flexão, conforme é apresentado na Figura 66.

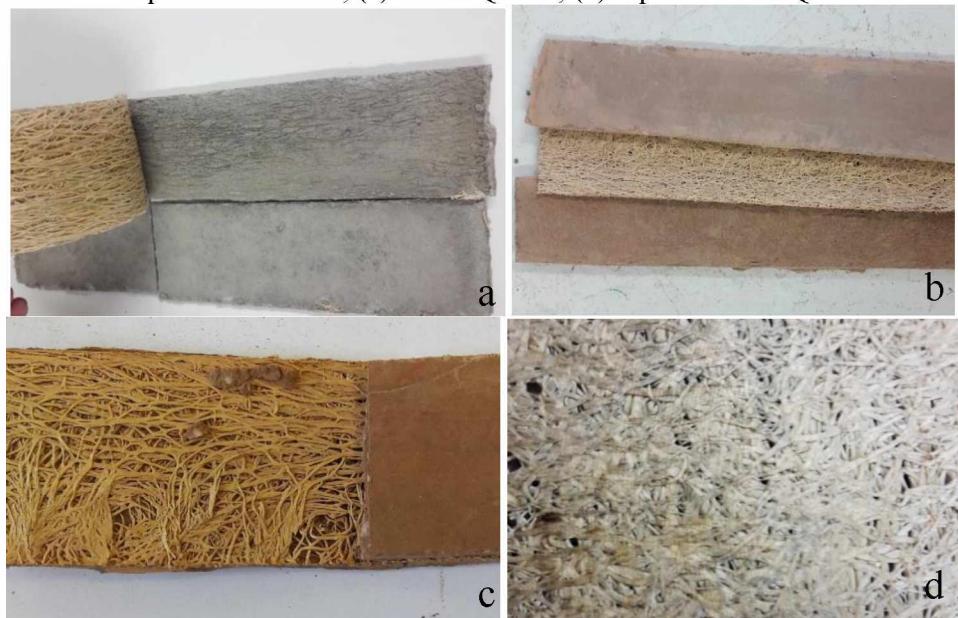
Verificou-se que não ocorreu adesão entre a fibra e a matriz. É possível observar na Figura 67, a ausência de pasta adherida na superfície e no interior da manta de bucha vegetal. As fibras prensadas a quente na condição saturada, tornaram-se muito compactas (Figura 67d) e dificultou a passagem da pasta de cimento por entre a manta. A superfície, com aspecto muito liso e a baixa absorção, impediram a aderência com a matriz, desta maneira, prejudicou o desempenho dos compósitos. Foram testadas outras formas de moldagem, redução do volume de celulose e compósitos sem pozolana, porém o problema persistiu.

Figura 66 – Compósitos com fibras PQS160: a) compósito com RTC em ensaio de flexão; b) compósito com RLV



Fonte: Autora

Figura 67 – Falta de adesão fibra/matriz nos compósitos com fibras PQS160: (a) compósito com RLV; (b) compósito com RTC; (c) fibra PQS160; (d) aspecto fibra PQS120



Fonte: Autora

Optou-se então por utilizar as fibras PQ160, que apresentaram melhores resultados entre as fibras prensadas a seco. A fibra PQ200 não foi selecionada, pois apesar do elevado módulo de elasticidade, ela sofreu degradação, com grande queda na resistência à tração. Foram fabricados compósitos de referência, sem adição de pozolana e com bucha PN (C-PN), compósitos com substituição de 20% de massa de cimento por RLV com reforço de fibras PN (RLV-PN) e PQ160 (RLV-160) e amostras com substituição de 40% de massa de cimento por RTC e reforço com as fibras PN (RTC-PN) e PQ160 (RTC-160).

As amostras foram retiradas da câmara úmida (28 dias), do envelhecimento natural (90 dias) e acelerado 24 h antes do ensaio de flexão e armazenadas em sala de ensaio. O ensaio foi realizado em temperatura de 22 °C e umidade 54%. Os corpos de prova apresentaram umidade aos 28 dias de 11,65%, aos 90 dias de 6,40% e após envelhecimento acelerado de 9,26%.

A Tabela 11 e a Figura 68 apresentam as propriedades mecânicas obtidas por meio do ensaio de flexão dos compósitos nas idades estudadas.

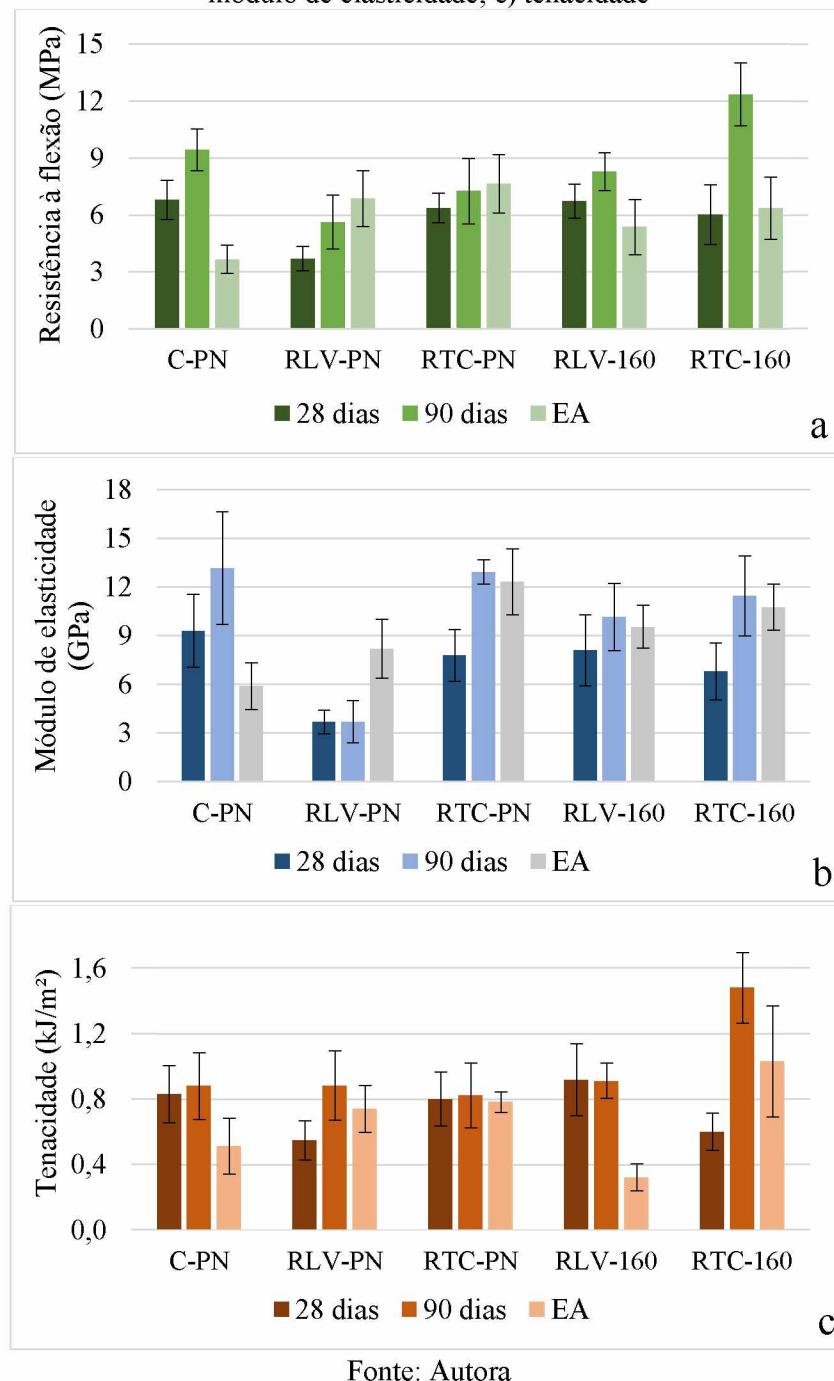
Com os resultados apresentados das propriedades mecânicas, em todas as tipologias estudadas observa-se o aumento ou manutenção da resistência à flexão, módulo de elasticidade e tenacidade no avanço da idade de 28 para 90 dias. Esse comportamento pode estar relacionado com o avanço da hidratação da matriz, preenchimento dos vazios e melhor aderência com a fibra. De acordo com ANOVA, os compósitos, C-PN e RTC-160, apresentaram diferença significativa ( $p<0,05$ ) entre os resultados de na resistência à flexão entre 28 e 90 dias. Em relação à tenacidade, apenas as amostras RTC-160 mostraram ser estatisticamente diferente com o avanço da idade.

Tabela 11 – Propriedades mecânicas dos compósitos nas diferentes idades - média e desvio padrão entre parênteses

Compósitos	Resistência à flexão (MPa)			Módulo de elasticidade (GPa)			Tenacidade kJ/m <sup>2</sup> )		
	28 dias	90 dias	EA	28 dias	90 dias	EA	28 dias	90 dias	EA
C-PN	6,80 (1,03)	9,44 (1,09)	3,66 (0,75)	9,30 (2,24)	13,17 (3,46)	5,90 (1,44)	0,83 (0,17)	0,96 (0,25)	0,51 (0,17)
RLV-PN	3,69 (0,64)	5,62 (1,41)	7,01 (1,47)	3,67 (0,72)	3,70 (1,30)	8,02 (1,80)	0,55 (0,11)	0,88 (0,21)	0,78 (0,14)
RTC-PN	6,36 (0,77)	7,26 (1,73)	7,65 (1,55)	7,80 (1,60)	12,94 (0,75)	12,33 (2,03)	0,80 (0,16)	0,82 (0,19)	0,78 (0,06)
RLV-160	6,73 (0,89)	8,28 (0,99)	5,37 (1,46)	8,10 (2,20)	10,15 (2,06)	9,55 (1,33)	0,92 (0,21)	0,91 (0,11)	0,32 (0,08)
RTC-160	6,01 (1,57)	12,36 (1,67)	6,78 (1,64)	6,80 (1,75)	11,47 (1,75)	11,78 (2,82)	0,60 (0,11)	1,48 (0,21)	0,72 (0,40)

Fonte: Autora.

Figura 68 – Propriedades mecânicas dos compósitos nas diferentes idades: a) resistência à flexão; b) módulo de elasticidade; c) tenacidade

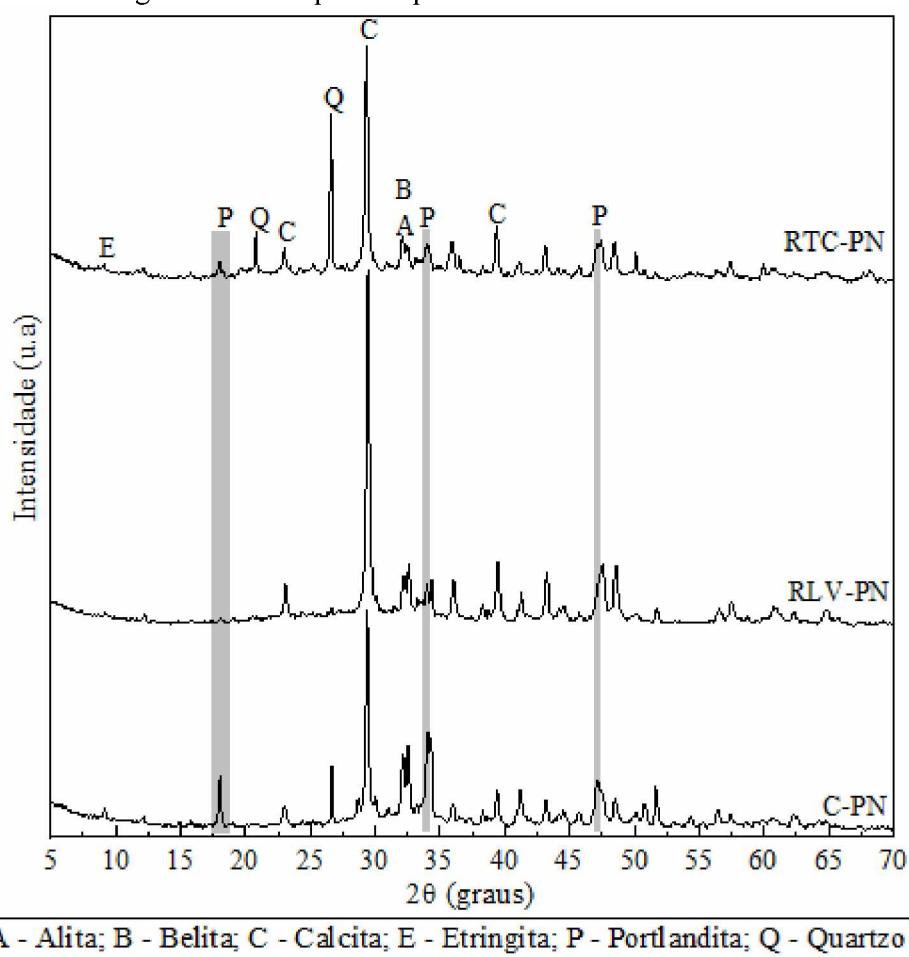


Fonte: Autora

Realizou-se o ensaio de DRX, aos 100 dias de idade, nesses compósitos que foram expostos ao envelhecimento natural, a fim de verificar a presença dos picos de portlandita (CH) e carbonato de cálcio (C), produto da carbonatação. Como apresentado na Figura 69, o principal pico relacionado com o hidróxido de cálcio ( $2\theta=18^\circ$ ), é singelo para o corpo de prova RLV-PN, enquanto o principal pico de carbonato de cálcio ( $2\theta=29^\circ$ ), apresentou maior intensidade que as demais matrizes.

Portanto, as amostras RLV-PN e RLV-160 que foram submetidos ao envelhecimento natural, sofreram mais carbonatação.

Figura 69 – Difratograma dos compósitos que foram submetidos ao envelhecimento natural



Fonte: Autora.

No difratograma observa-se que o compósito RTC-PN apresentou picos menos intensos de CH em relação ao de referência. Portanto, a substituição de cimento por pozolana foi eficaz para reduzir a alcalinidade da matriz, com o intuito de melhorar o desempenho das fibras. Os picos relacionados com o grão de cimento anidro, alita e belita, reduziram-se quanto maior foi a substituição, RLV de 20% e RTC de 40%.

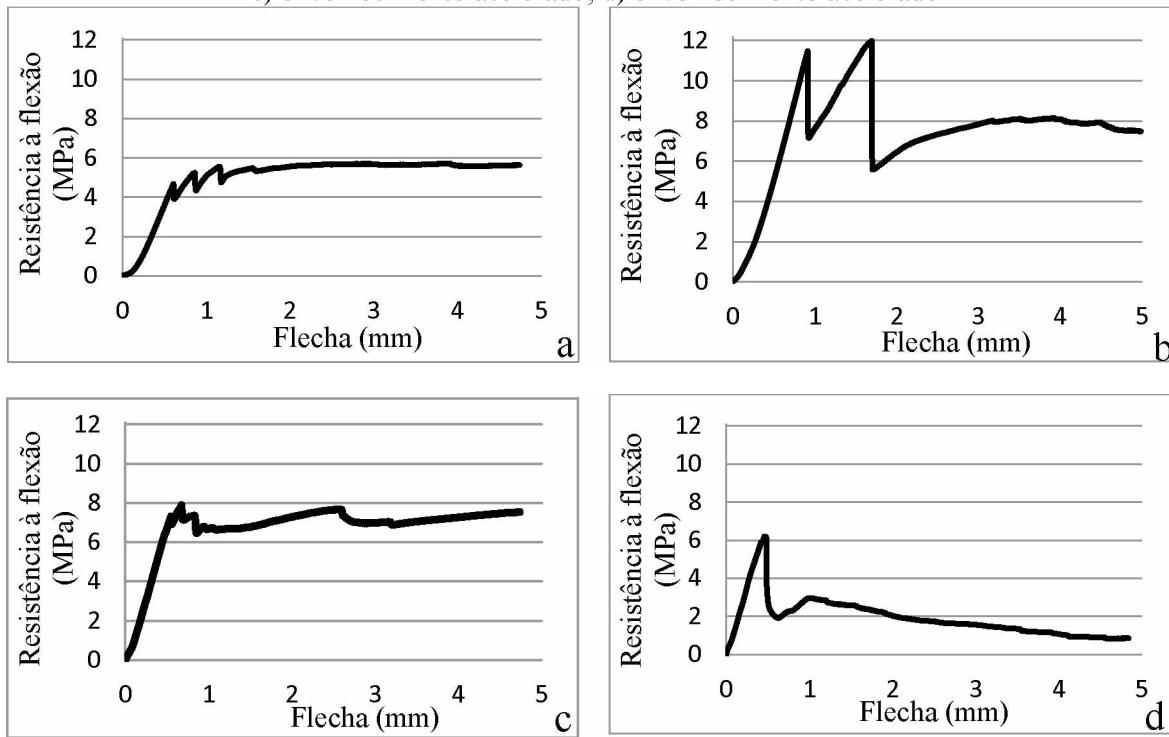
A maior resistência à flexão e tenacidade aos 90 dias das amostras RLV-160 e RTC-160 em relação aos compósitos de referência podem estar relacionados com a distribuição mais homogênea das fibras PQ160 ao longo da matriz. Enquanto a fibra PN permaneceu distribuída apenas em uma porção da amostra, como pode ser observado nas micrografias adiante. No momento da moldagem

dos corpos de prova, a fibra PQ160, na presença da água da pasta de cimento, apresentou maior tendência de retorno do seu volume inicial do que as fibras PN. Esse comportamento está relacionado com o efeito memória e como consequência, as fibras PQ160 ficaram mais dispersas na matriz. Outro fator que pode ter auxiliado na melhoria dessas propriedades foi o acréscimo do módulo de elasticidade da fibra após o tratamento termomecânico.

O compósito RTC-160 apresentou o melhor desempenho aos 90 dias, devido à elevada resistência à flexão e alta tenacidade. Essas propriedades são estatisticamente diferentes ( $p<0,05$ ) das outras tipologias estudadas. Portanto, o tratamento da fibra foi eficaz para melhoria das propriedades dos compósitos reforçados com fibra de bucha vegetal.

Verificou-se que a submissão das amostras ao envelhecimento natural, entre as idades de 28 a 90 dias, não foi eficiente para avaliação da durabilidade da fibra na matriz cimentícia. Nesse período foram poucos dias chuvosos e as temperaturas amenas. Portanto, com essas condições e devido ao curto prazo, não foi constatada a degradação das fibras e sim melhora das propriedades mecânicas da matriz.

Figura 70 – Curva típica tensão x flecha dos compósitos RLV-160 aos: a) 28 dias; b) 90 dias; c) envelhecimento acelerado; d) envelhecimento acelerado



Fonte: Autora.

Os compósitos submetidos aos ciclos de molhagem e secagem não demonstraram resultados conclusivos. Os quais apresentaram grande dispersão de comportamento para a mesma fibra testada, principalmente as amostras com fibras PQ160. Nos resultados, observam-se altos desvios padrão relacionados com a tenacidade. Na Figura 70 é mostrada a curva típica tensão x flecha para cada idade de ensaio dos compósitos RTC-160.

Nos dois diagramas típicos que ilustram o envelhecimento acelerado (Figura 70c e d), verifica-se a diferença entre o desempenho das amostras. Alguns corpos de prova apresentaram comportamento pós-pico, as fibras foram capazes de resistir à tensão de ruptura transferida pela matriz e a manteve até a finalização do ensaio, garantindo a alta tenacidade. Enquanto outras amostras tiveram comportamento frágil, com queda acentuada da tensão após ruptura da matriz e redução da resistência pós-pico.

Para conclusão sobre a eficiência do tratamento termomecânico nas fibras quanto à durabilidade em compósitos cimentícios é necessário complementar o estudo com as amostras submetidas ao envelhecimento natural por maiores períodos. Estas serão avaliadas após 1 ano de exposição. Os ciclos de molhagem e secagem podem gerar tensões térmicas que causam microfissuração da matriz e não representam o envelhecimento natural (MOTTA, 2006). Segundo Dias (2005), os ciclos naturais de molhagem e secagem são necessários e mais conclusivos.

Ao analisar a influência da substituição de cimento por RLV e RTC, notou-se que após os ciclos de molhagem e secagem, as amostras C-PN ficaram mais danificadas, com presença de fissuras. A significativa queda da tenacidade pode estar relacionada com a mineralização da fibra, por ser uma matriz com maior teor de CH e com a fissuração devido aos ciclos.

Comprovou-se que a substituição do cimento por RLV e RTC é vantajosa para os compósitos com matriz cimentícia reforçados com fibras vegetais. Mesmo sem apresentar grande diferenciação nos resultados das propriedades físicas e mecânicas em relação aos compósitos de referência, a substituição reduziu a alcalinidade na matriz, tornando-se menos prejudicial às fibras. Além, dos benefícios ambientais causados pela utilização de resíduos industriais, os quais deixarão de ser descartados e a redução dos poluentes oriundos da fabricação do cimento. Ressalta-se que matriz com substituição do cimento por RLV necessita de tempo de cura maior do que 28 dias antes da exposição ao ambiente natural.

#### 4.2.2.3 Propriedades físicas dos compósitos

A Tabela 12 apresenta os valores médios e desvio padrão dos resultados das propriedades físicas dos compósitos, absorção de água, massa específica e porosidade, os ensaios foram realizados aos 28 dias, 90 dias e após envelhecimento acelerado (EA).

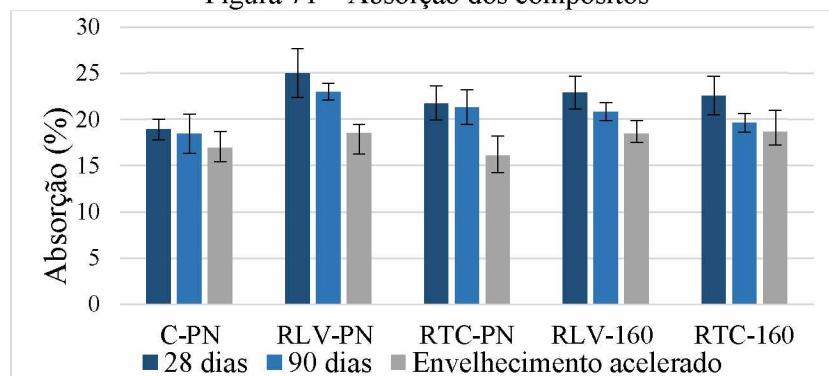
Tabela 12 – Propriedades físicas dos compósitos - média e desvio padrão entre parênteses

Propriedades físicas dos compósitos cimentícios com bucha vegetal									
	Absorção (%)			Massa específica aparente (Kg/dm <sup>3</sup> )			Porosidade (%)		
	28 dias	90 dias	EA	28 dias	90 dias	EA	28 dias	90 dias	EA
C-PN	18,88 (1,10)	17,67 (2,11)	16,19 (1,77)	1,77 (0,03)	1,76 (0,05)	1,77 (0,07)	33,41 (1,48)	31,12 (3,05)	28,70 (1,92)
RLV-PN	24,96 (2,61)	22,17 (0,91)	17,78 (0,93)	1,55 (0,08)	1,60 (0,03)	1,70 (0,04)	38,44 (2,27)	35,67 (0,83)	30,35 (0,91)
RTC-PN	21,71 (1,83)	20,54 (1,89)	15,33 (2,11)	1,66 (0,06)	1,65 (0,07)	1,78 (0,10)	36,02 (1,85)	33,89 (1,72)	27,33 (2,85)
RLV-160	22,83 (1,77)	20,06 (0,98)	17,66 (1,42)	1,60 (0,06)	1,65 (0,04)	1,68 (0,05)	36,51 (1,43)	33,24 (1,02)	29,85 (1,69)
RTC-160	22,53 (2,07)	18,87 (1,02)	17,91 (2,27)	1,65 (0,07)	1,69 (0,02)	1,71 (0,08)	37,06 (1,94)	32,79 (2,40)	30,73 (2,62)

Fonte: Autora.

Observa-se que em relação aos resultados de absorção dos compósitos ensaiados aos 28 dias (Figura 71), as amostras C-PN e RTC-PN apresentaram menores valores e são estatisticamente semelhantes ( $p>0,05$ ). Isso pode estar relacionado com uma matriz mais compacta e com menos presença de defeitos (D’ALMEIDA *et al.*, 2010). Aos 28 dias os compósitos com substituição por RTC apresentaram propriedades mecânicas parecidas com as amostras C-PN.

Figura 71 – Absorção dos compósitos

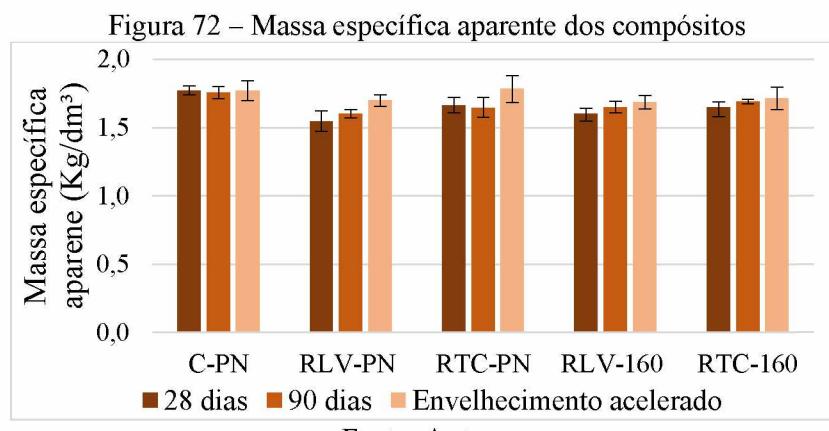


Fonte: Autora.

Por outro lado, os corpos de prova com maior absorção foram RLV-PN. Os quais também apresentaram baixos resultados nas propriedades mecânicas aos 28 dias, que está relacionado com lenta hidratação devido reação pozolânica. Nessa idade a matriz estava pouco resistente e com mais presença de vazios.

Com o avanço da idade e após envelhecimento acelerado, notou-se redução da absorção e da porosidade dos compósitos, exceto as amostras C-PN. Esse comportamento pode ser justificado com o aumento dos produtos de hidratação com o tempo, devido à reação pozolânica. Segundo Correia (2011), a redução da absorção e porosidade após envelhecimento acelerado é devido ao preenchimento dos vazios da matriz cimentícia com produtos de hidratação. Aos 28, 90 dias e após os ciclos de molhagem e secagem os resultados de C-PN não apresentaram diferenças significativas ( $p>0,05$ ). Sem adição de pozolana, a matriz aos 28 dias encontra-se mais consolidada, portanto, não foi notada queda na absorção com a idade.

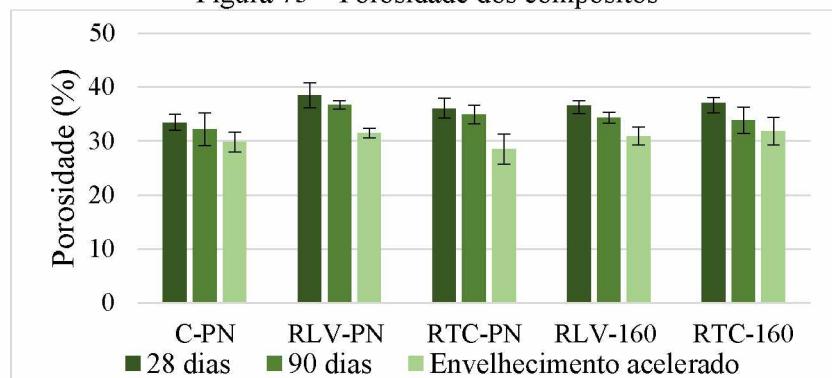
Ao comparar as massas específicas aparentes apresentadas na Figura 72, nota-se que ocorre um singelo aumento com a idade para todos os compósitos, devido às reações de hidratação ao longo do tempo. Exceto para as amostras C-PN, que os valores apresentaram-se semelhantes. As menores massas específicas foram as dos corpos de prova RLV-PN, aos 28 e 90 dias, e RTC-PN aos 28 dias. As outras amostras não apresentaram diferença significativa entre os resultados.



Em relação à porosidade (Figura 73), não houve diferença significativa entre os compósitos estudados, exceto RLV-PN, o qual apresentou maior porosidade aos 28 dias. Esse resultado explica a baixa resistência da matriz aos 28 dias. Com o avanço da idade e o envelhecimento acelerado as

amostras seguiram a mesma tendência da absorção, com redução dos valores. Todos os compósitos apresentaram porosidade estatisticamente semelhante ( $p>0,05$ ) após envelhecimento acelerado.

Figura 73 – Porosidade dos compósitos



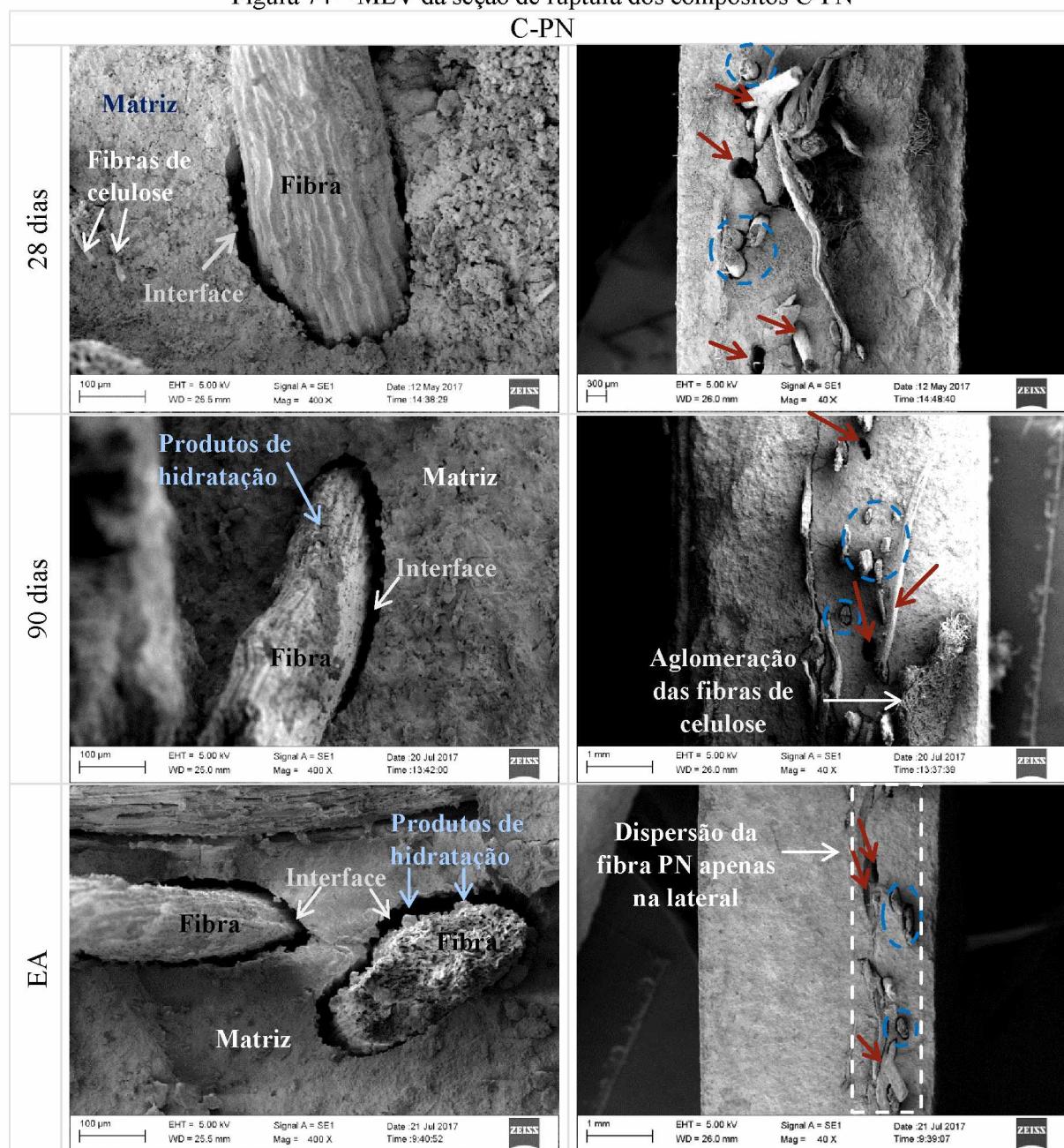
Fonte: Autora.

Esperava-se que as amostras com substituição de cimento por RLV e RTC apresentassem resultados expressivamente menores de absorção e porosidade do que os de referência, aos 90 dias e após os ciclos de molhagem e secagem. Porém eles não apresentaram diferença significativa nessas idades.

#### 4.2.2.4 Microscopia Eletrônica de Varredura dos compósitos

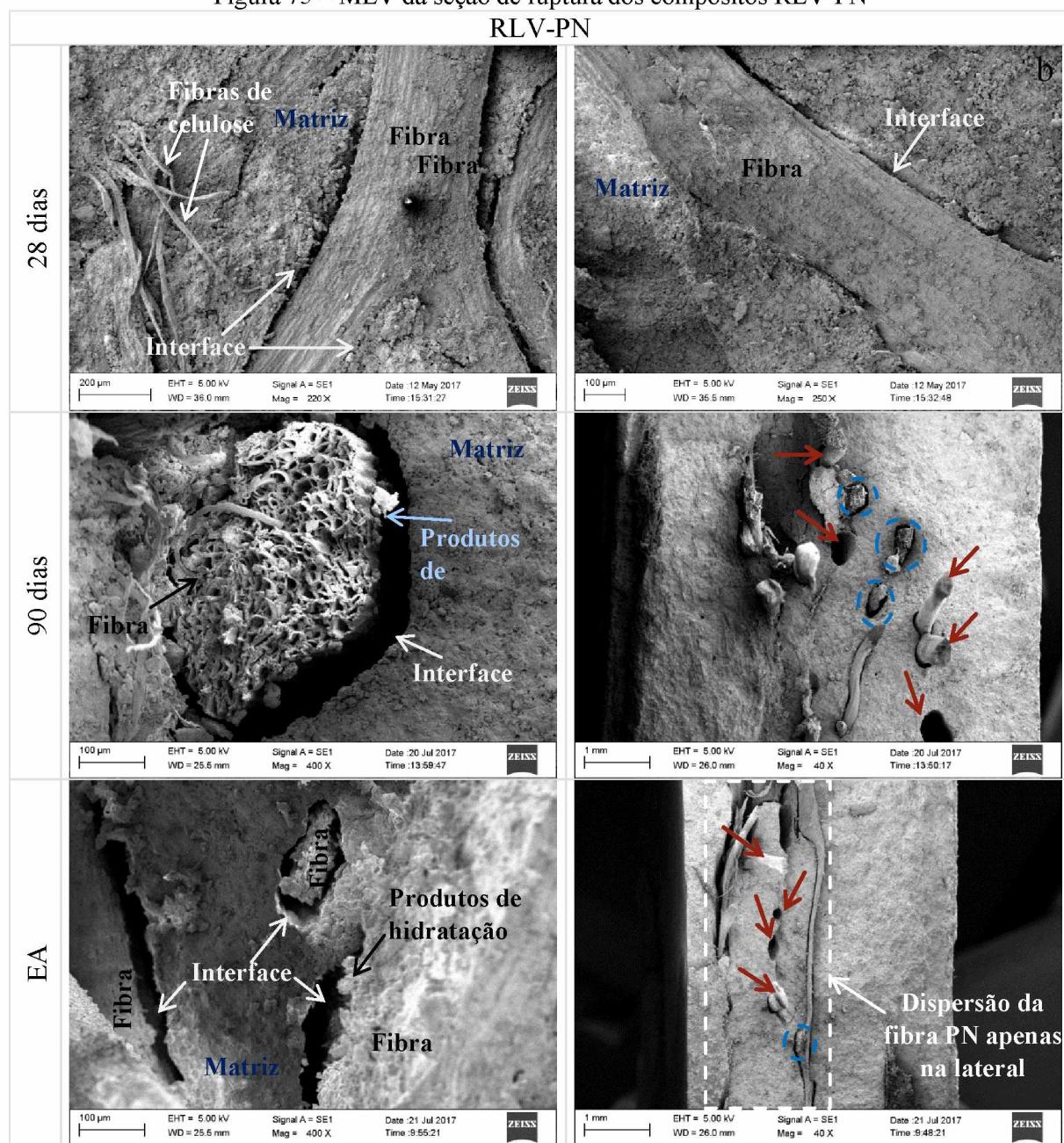
As micrografias das seções de ruptura dos compósitos ensaiados aos 28 dias, 90 dias e após 20 ciclos de molhagem e secagem estão ilustradas na Figura 74 à Figura 78. As setas vermelhas indicam o arrancamento das fibras e os círculos em azul mostram à ruptura da fibra próxima a superfície do compósito. Algumas trincas observadas nas imagens são decorrentes do processo de corte das amostras para serem analisadas no MEV.

Figura 74 – MEV da seção de ruptura dos compósitos C-PN



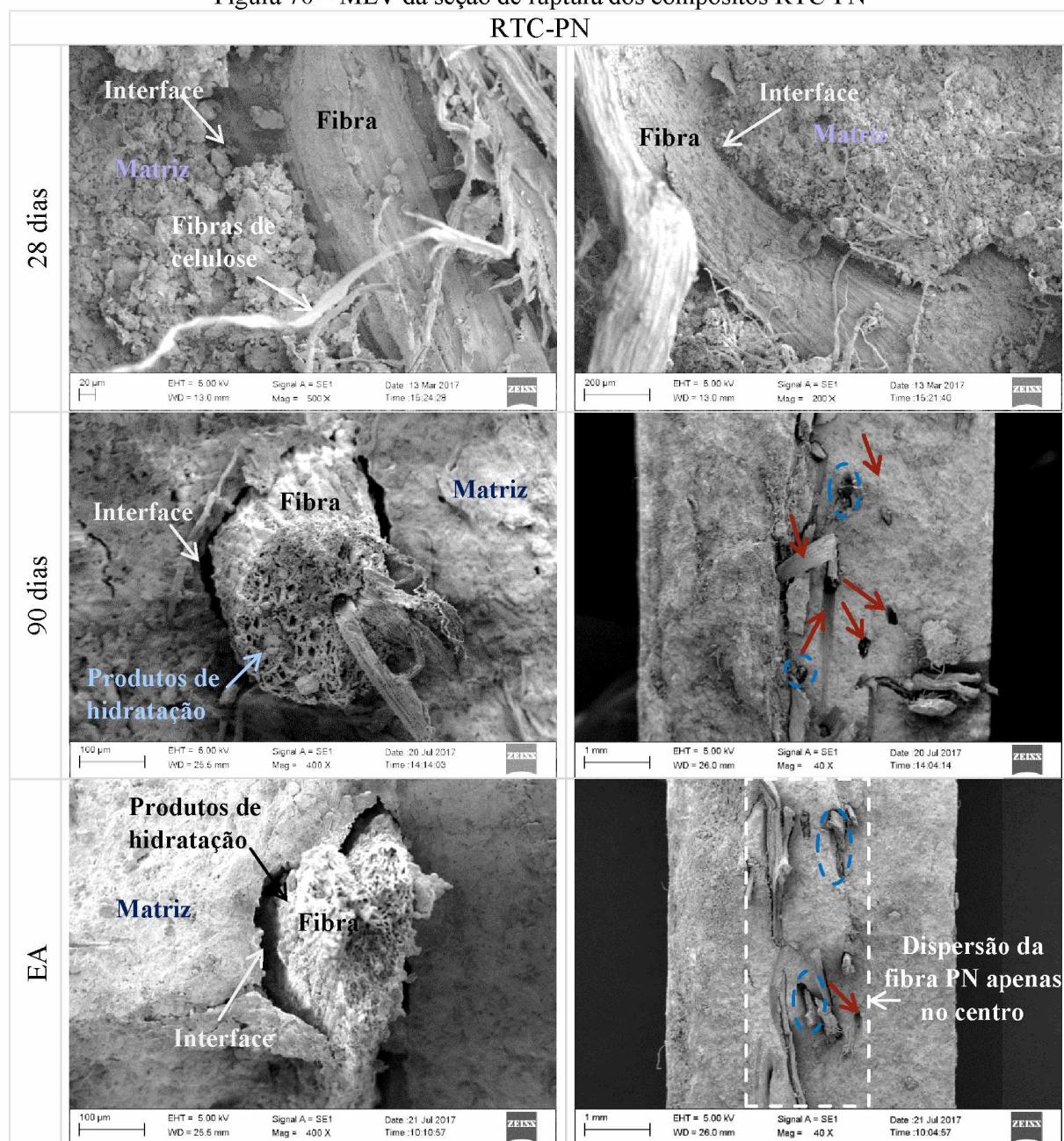
Fonte: Autora.

Figura 75 – MEV da seção de ruptura dos compósitos RLV-PN  
RLV-PN



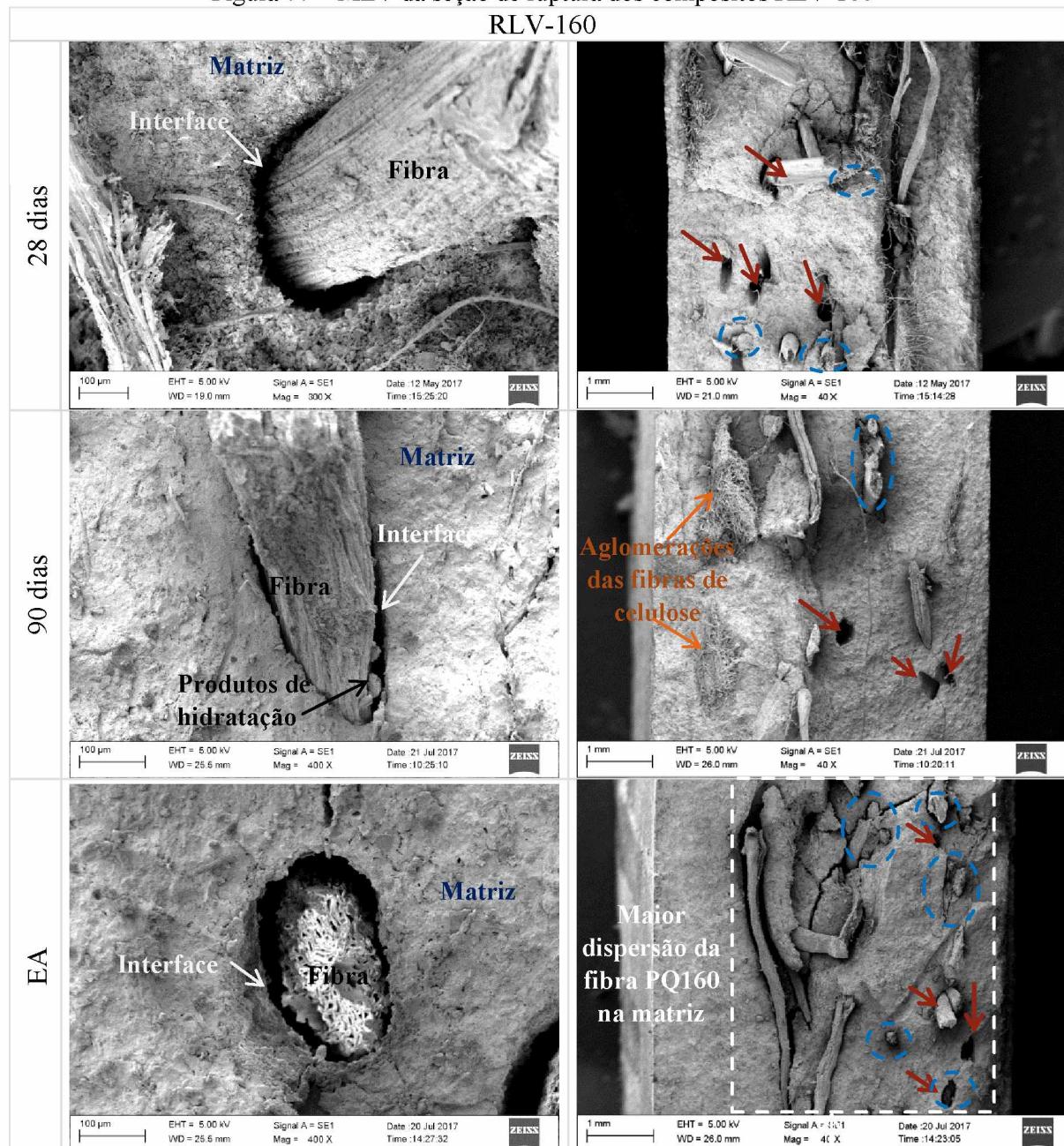
Fonte: Autora.

Figura 76 – MEV da seção de ruptura dos compósitos RTC-PN  
RTC-PN



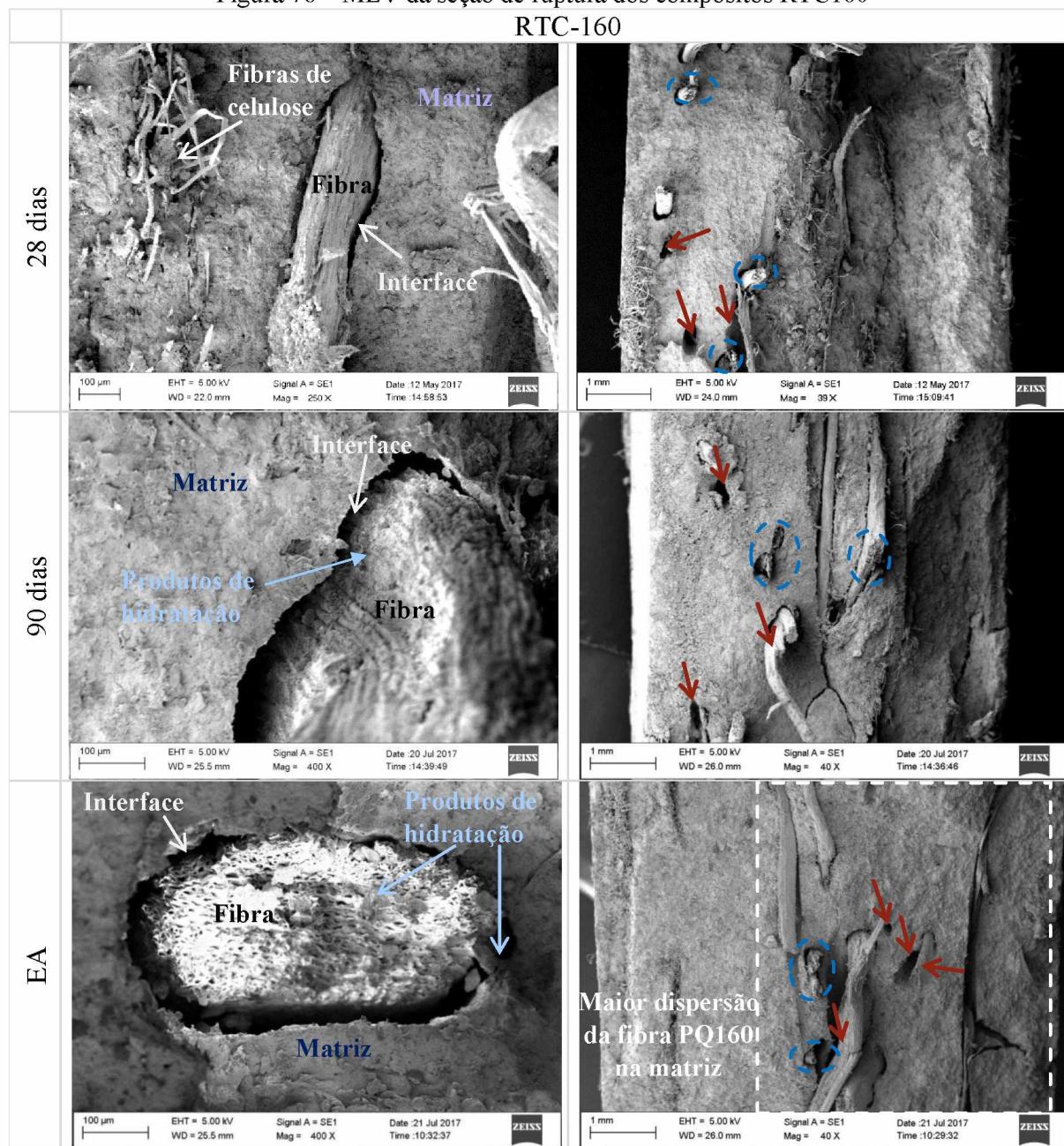
Fonte: Autora.

Figura 77 – MEV da seção de ruptura dos compósitos RLV-160  
RLV-160



Fonte: Autora.

Figura 78 – MEV da seção de ruptura dos compósitos RTC160



Fonte: Autora.

De modo geral, observa-se descolamento entre a matriz e a fibra em todas as idades. Esses descolamentos formam vazios na interface, causados possivelmente pelas variações higroscópicas das fibras (BALLESTEROS, 2014). Após o envelhecimento acelerado esses espaços entre a matriz e a fibra tornaram-se maiores, portanto, reduziu a adesão com a matriz. Isso ocorre devido à variação dimensional da fibra ao ser imersa em água e posteriormente seca. Esses grandes vazios criados não são benéficos para o conjunto, pois prejudicam a resistência e também a durabilidade.

Os espaços podem servir de depósitos de produtos prejudiciais e umidade e podem conduzir a uma degradação precoce da fibra (DOS SANTOS MARQUES, 2015).

Foi observada, em todos os compósitos, a presença de fibras arrancadas e rompidas, conforme ilustrados nas micrografias. A melhor aderência entre a matriz e a fibra causa ruptura da fibra e consequentemente aumento da resistência do compósito. Enquanto o arrancamento contribui para aumento da tenacidade (SAVASTANO JR *et al.*, 2005). A ruptura e queda da tenacidade também podem estar associadas à degradação da fibra (MOTTA, 2006).

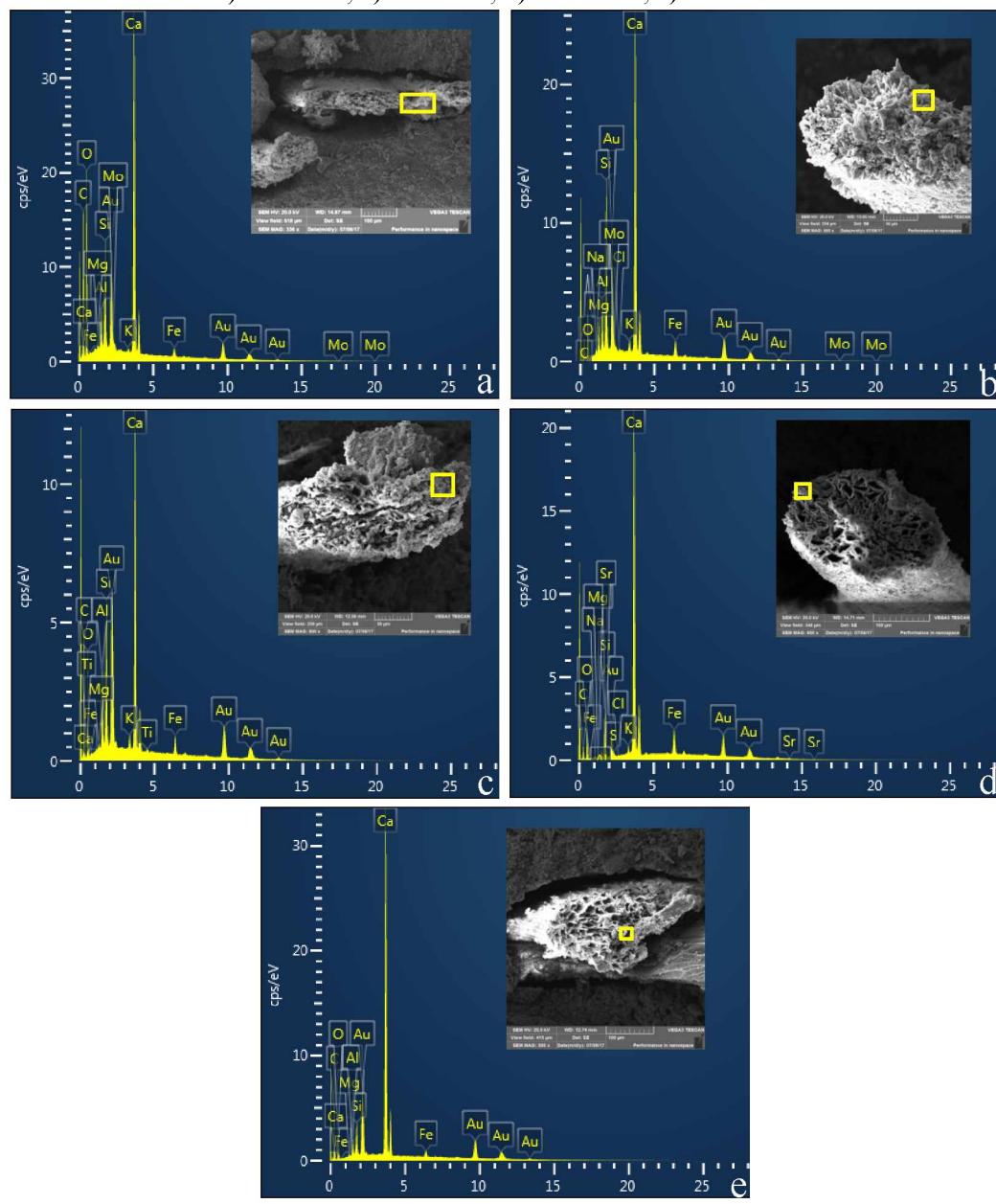
Em algumas amostras notou-se que a dispersão da polpa celulósica na matriz não foi satisfatória, em alguns locais ela ficou acumulada, formaram-se aglomerações que podem prejudicar o desempenho da matriz. Quanto à dispersão da fibra de bucha vegetal, ocorreu de forma diferente entre PN e PQ160. A fibra PQ160 apresentou-se mais distribuída no compósito, enquanto as fibras PN ficaram localizadas em uma porção menor da matriz. Na moldagem dos corpos de prova, as fibras PQ160 apresentaram maior tendência de retornar ao volume normal, elas incharam na presença de água, desta forma ficaram mais espessas e por consequência mais distribuída ao longo da matriz.

Por outro lado as fibras PN apresentaram menor tendência a esse comportamento e permaneceram mais estáveis em presença de água. Isso pode ser explicado com o aumento do efeito de memória causado pelas fibras que foram submetidas ao tratamento termomecânico do que as prensadas naturais (sem aquecimento). A melhor estabilidade dimensional das fibras PN pode estar relacionada com a prensagem ter sido realizada de forma saturada e posteriormente as fibras foram secas em estufa com restrição do movimento de retorno até a secagem. Segundo Navi e Sandberg (2007), o amolecimento da hemicelulose e da celulose não cristalina das fibras em presença de umidade ocorre em temperatura ambiente. Elas tornam-se facilmente deformadas e auxiliam no alívio das tensões internas. Essas condições evitam o efeito memória. Devido a esse comportamento e a redução da dimensão dos lúmens em relação à fibra natural, como foi verificado nas micrografias, pode-se considerar que as fibras PN também foram tratadas.

A presença de produtos de hidratação nas superfícies das fibras são mais visíveis a partir dos 90 dias. Para verificar a deposição deles no interior das fibras, foram realizadas análises com EDS acoplado no microscópio eletrônico de varredura e estão apresentadas na Figura 79. O elemento C

(carbono) está relacionado com a composição da fibra, Au (ouro) com a metalização do material para realização da análise e Ca (cálcio), Si (silício) e Al (alumínio) com os produtos de hidratação da matriz, C-S-H, CH e CASH. A presença desses elementos foi detectada de forma mais intensa após os ciclos de molhagem e secagem. Em todos os compósitos, após o envelhecimento acelerado, foram identificados a presença dos produtos de hidratação.

Figura 79 – EDS do interior das fibras inseridas nos compósitos após envelhecimento acelerado: a) C-PN; b) RLV-PN; c) RTC-PN; d) RLV-160; e) RTC-160



Fonte: Autora.

# CAPÍTULO 5

## Conclusão

### 5.1 Conclusões

O tratamento termomecânico e higro-termomecânico das fibras de bucha vegetal melhoraram suas propriedades mecânicas e físicas. O tratamento aumentou o módulo de elasticidade, sem grande redução na resistência à flexão, exceto a fibra prensada a 200°C. Em todas as propriedades avaliadas, destacaram-se as fibras que foram submetidas ao tratamento higro-termomecânico. Elas não apresentaram redução da resistência à tração e o módulo de elasticidade teve aumento expressivo, atingiram valores 100% maiores que fibra natural.

A seção transversal foi reduzida com o aumento da temperatura, principalmente as que foram prensadas na condição saturada. As micrografias confirmaram a redução da seção transversal com a elevação da temperatura de prensagem. Observou-se também que enquanto as fibras prensadas a seco permaneceram com o aspecto rugoso, as fibras prensadas saturadas mostraram-se lisas. O tratamento reduziu sensivelmente a absorção de umidade das fibras. A redução foi mais expressiva nas fibras submetidas às temperaturas mais elevadas.

As fibras com melhores propriedades após o tratamento e reduzido efeito memória, foram as prensadas saturadas nas temperaturas de 120°C e 160°C. Porém as mesmas não aderiram na matriz e os compósitos delaminaram-se. O caráter liso da superfície e a baixa absorção de umidade não garantiu a adesão com a matriz e prejudicou o desempenho dos compósitos. Portanto para análise dos compósitos utilizou-se a fibra prensada a seco a 160°C.

As fibras PQ160 apresentaram boa compatibilidade com a matriz, confirmado com os resultados das propriedades mecânicas aos 28 e 90 dias. Entre as tipologias de compósitos estudados, o RTC-160 apresentou o melhor desempenho. Devido ao comportamento das fibras PN, como menor tendência ao efeito memória do que as fibras prensadas a seco e redução da dimensão dos lúmens

em relação às fibras naturais, considera-se que ela também foi submetida a tratamento. Os resultados das propriedades após envelhecimento acelerado não foram conclusivos para análise da durabilidade das fibras na matriz de cimento, pois os comportamentos das amostras foram muito discrepantes.

A substituição de cimento pelo resíduo de lapidação de vidro e pelo resíduo de telha cerâmica foi satisfatória para utilização em compósitos cimentícios. Por meio do DRX comprovou-se a redução da alcalinidade da matriz e isso pode acarretar em menor degradação das fibras.

## REFERÊNCIAS

ALBINANTE, S.R.; PACHECO, E.B.A.V.; VISCONTE, L.L.Y. Revisão dos tratamentos químicos da fibra natural para misturas com poliolefinas. **Química Nova**, v. 36, n.1, p. 114-122, 2013.

AGOPYAN, V. **Materiais reforçados com fibras para a construção civil nos países em desenvolvimento: o uso de fibras vegetais**. Tese (Livre-Docência) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1991.

AHMED, A. **A review of plasma treatment for application on textile substrate**, Degree of BSc., Faculty of Textile Science, Pakistan, 2007.

ALMEIDA, A.E.F.S.; TONOLI, G.H.D.; SANTOS, S.F.; SAVASTANO JR., H. Improved durability of vegetable fiber reinforced cement composite subject to accelerated carbonation at early age. **Cement & Concrete Composites**. v.42, p. 49-58, 2013.

ALY, M.; HASHMI, M.S.J.; OLABI, A.G.; MESSEIRY, M.; HUSSAIN, A.I.; ABANIR, E.F. Effect of nano-clay and waste glass powder on the properties of flax fibre reinforced mortar. **Journal of Engeneering and Applied Sciences**, v. 6, n. 10, p.19-28, 2011.

ANTÔNIO, A.P. **Potencialidades do aproveitamento do resíduo de estação de tratamento de efluentes do processo de lapidação do vidro sodo-cálcico na produção de concreto**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Espírito Santo, 2012.

ARDANUY, M.; CLARAMUNT, J.; GARCÍA-HORTAL, J.A.; BARRA, M. Fiber-matrix interactions in cement mortar composites reinforced with cellulosic fibers. **Cellulose**, v. 18, p. 281-289, 2011.

ARDANUY, M.; CLARAMUNT, J.; TOLÊDO FILHO, R.D. Cellulosic fiber reinforced cement-based composites: A review of recent research. **Construction and Building Materials**, v. 79, p. 115-128, 2015.

ARRUDA, L.M. **Modificação termomecânica de madeira amescla (*Trattinniak burserae* folia (Mart.) Willd.): efeito sobre as propriedades de lâminas e compensados**. Dissertação (Mestrado) – Universidade de Brasília, Brasília, 2012, 108 p.

ARSYAD, M.; PRATIKTO, I.N.G.W.; IRAWAN, Y.S. The morphology of coconut fiber surface under chemical treatment. **Revista Matéria**, p. 169-177, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – **NBR NM 23:2001**. Cimento portland e outros materiais em pó - Determinação da massa específica. Rio de Janeiro, 2000.

\_\_\_\_\_. **NBR 5733**: Cimento Portland de alta resistência inicial. Rio de Janeiro, 1991.

- \_\_\_\_\_. **NBR 7215:** Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro, 1997.
- \_\_\_\_\_. **NBR 16606:** Cimento Portland – Determinação da pasta de consistência normal. Rio de Janeiro, 2017.
- \_\_\_\_\_. **NBR 16607:** Cimento Portland – Determinação dos Tempos de Pega. Rio de Janeiro, 2017.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS – **C 948-81.** Dry and wet bulk density, water absorption and apparent porosity of thin sections of glass-fiber-reinforced concrete, 2009.
- BABU, K.G.; PRAKASH, P.V.S. Efficiency of silica fume in concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 25, n. 1273-1283, 1995.
- BAL, K. E.; BAL, Y. Gross Morphology and Absorption Capacity of Cell-Fibers from the Fibrous Vascular System of Loofah (Luffa cylindrical). **Textile Research Journal**, v. 74, p. 241-247, 2004.
- BARRA, N.B. **Funcionalização de fibras vegetais com plasma frio de metano para desenvolvimento de novos produtos em fibrocimento.** Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2014.
- BENTUR A.; MINDESS S. **Fibre reinforced cementitious composites.** 2<sup>a</sup> ed., Grã-Bretanha: Taylor & Francis, 2007.
- BOYNARD, C.A; MONTEIRO, S.N.; D'ALMEIDA, J.R.M. Aspects of alcali treatment of sponge gourd (Luffa Cylindrica) fibers on the flexural properties of polyester matrix composites, **Journal of Applied Polymer Science**, v.87, p. 197-1932, 2003.
- CALLISTER, W.D. **Ciência e engenharia dos materiais: uma introdução.** 5<sup>a</sup> edição, Rio de Janeiro: LTC, 2000.
- CAMPOMORI, J. B. **Modificação superficial de fibras de juta com descarga corona para melhora da aderência com matriz poliéster.** Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2016, 58 p.
- CARNEIRO, M.R.D. **Tratamento de fibras de coco por plasma para obtenção de nanofibras e produção de compósitos de matriz de PHB.** Projeto de Graduação, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2013.
- CARVALHO, J.D.V. Cultivo de bucha vegetal. **Dossiê técnico do Centro de Apoio ao Desenvolvimento Tecnológico da Universidade de Brasília**, 2007.
- CHEN, J.P.; LIN, T.C. Loofa sponge as a scaffold for culture of rat hepatocytes. **Biotechnology Progress**, v. 21, p. 315-319, 2005.
- CLARAMUN D, 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, p. 200-205, 2010.
- CLARAMUND, J.; ARDANUY, M.; GARCÍA-HORTAL, J.A.; TOLÊDO FILHO, R.D. The hornification of vegetable fibers to improve the durability of cement mortar composites. **Cement e Concrete Composites**, v. 33, p. 586-595, 2011.
- COLORADO, H.A.; COLORADO, S.A.; BUITRAGO-SIERRA, R. Portland cement with luffa fibers. **Developments in Strategic Ceramic Materials: A Collection of Papers Presented at the 39th International Conference on Advanced Ceramics and Composites**. cap. 9, p. 103-111, 2015.
- CORREIA, V.C. **Produção e caracterização de polpa organossolve de bambu para reforço de matrizes cimentícias**. Dissertação (Mestrado) – Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2011.
- CRASTO, R.C.M. Arquitetura e tecnologia em sistemas construtivos industrializados: *Light steel framing*. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2005.
- D'ALMEIDA, A.L.F.S.; CALADO, V.; BARRETO, D.W. Acetilação da Fibra de Bucha (*Luffa cylindrica*). **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.15, n. 1, p. 59-62, 2005.
- DAS, S.; SAHA, A.K.; CHOUDHURY, P.K.; ROWELL, R.M. Effect of Steam Pretreatment of Jute Fiber on Dimensional Stability of Jute Composite. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 76, p. 1652-1661, 2000.
- DIAS, J.F. **Avaliação de resíduos da fabricação de telhas cerâmicas para seu emprego em camadas de pavimento de baixo custo**. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2004, 251 p.
- DIAS, C.M.R.; SAVASTANO JUNIOR, H.; JOHN, V.M. Exploring the potential of functionally graded materials concept for development of fiber cement. **Construction and Buiding Materials**, v. 24, n.2, p. 140-146, 2010.
- DOS SANTOS MARQUES, M.G. **Estudo das propriedades físicas e mecânicas e da durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com fibra amazônica**, Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Carlos, 2015.
- FARIA, M.M. **O Supremo Tribunal Federal como agente tecnográfico no exercício da jurisdição constitucional na solução de casos complexos: análise das ações diretas de inconstitucionalidade nº 3937/SP e nº 3357/RS**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2016.
- FARIAS FILHO, J.; TOLÊDO FILHO, R.D.; LIMA, P.R. Efeito da argila calcinada sobre a durabilidade de argamassas reforçadas com fibras curtas de sisal. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**. v. 14, n. 10, p. 1109-1114, 2010.
- FARRAPO, C. L. **Durabilidade de fibrocimento reforçado om polpa de sisal após 10 anos de envelhecimento natural**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2015.

- FARINA, M.Z.; SOARES, T.E.; CHILOMER, S.K.; PEZZIN, A.P.T.; SILVA, D.A.K. Análise da aplicação de resíduos do corte de palmito pupunha (*Bactris gasipaes* H.B.K.) em compósitos de matriz poliéster com diferentes proporções. **Revista eletrônica de Materiais e Processos**, v. 7.2, p. 131-138, 2012.
- FARUK, A. K.; BLEDZKI, A.K.; SAIN,M. Biocomposites Reinforced with Natural Fibers: 2000–2010. **Progress in Polymer Science**, v. 37, p. 1552–1596, 2012.
- FERREIRA, I.C.P.V.; ARAUJO, A.V.; CAVALCANTI, T.F.; COSTA, C.A.; FERREIRA, M.A.J.F. Caracterização morfológica de frutos de 17 acessos de bucha vegetal cultivados no Norte de Minas Gerais. **Horticultura Brasileira**, v. 28, p. 2192-2198, 2010.
- FERREIRA, R.; LIMA, P.R.L.; SILVA, F.A.; TOLÊDO FILHO, R.D. Influência de ciclos molhagem-secagem em fibras de sisal sobre a aderência com matrizes de cimento Portland. **Revista Matéria**, v. 17, p. 1024-1034, 2012.
- FERREIRA, M.R.S. **Estudo de painéis sanduíches de poliéster reforçado com fibras vegetais para aplicação como forro**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2013.
- FIDELES, M.E.A. **Desenvolvimento e caracterização mecânica de compósitos cimentícios têxteis reforçados com fibras de juta**. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2014.
- FIGUEROA, M.J.M.; MORAES, P.D. Comportamento da madeira a elevadas temperaturas. **Ambiente construído**, v.9, n.4, p. 157-174, 2009.
- FIGUEROA, M.J.M. **Coeficientes de modificação das propriedades mecânicas da madeira devidos à temperatura**. Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2012.
- SILVA FILHO, L. S. P.; GARCEZ, M. R. **Compósitos de engenharia de matriz polimérica**. In. Isaia, G. C. (ed.). Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais. São Paulo: IBRACON, 2007.
- GARCIA, E.; CABRAL JUNIOR, M.; QUARCIANI, V.A.; CHOTOLI, F.F. Avaliação das atividades pozolânica do resíduo de cerâmica vermelha produzidos nos principais polos ceramistas do Estado de São Paulo, **Cerâmica**, v. 61, p. 251-258, 2015.
- GHALI, L.; MSAHLI, S.; ZIDI, M.; SAKLI, F. Effect of pre-treatment of Luffa fibres on the structural properties. **Material Letters**, v. 63, p. 61-63, 2009.
- GENOMICS: GTL ROADMAP, U.S. Department of Energy Office of Science, Agosto, 2005. Disponível em <<http://genomicscience.energy.gov/roadmap/>>. Acesso em 10 de agosto de 2016.
- GUIMARÃES, J.L.; FROLLINI, E.; DA SILVA, C.G.; SATYANARAYANA, K.G. Characterization of banana, sugarcane bagasse and sponge gourd fibers of Brazil. **Industrial Crops and Products**, v. 30, p. 407-415, 2009.

- HEGER, F.; GROUX, M.; WELZBACHER, C.; RAPP, A.O.; NAVI, P. Mechanical and durability performance of THM-Densified Wood. In **Workshop COST Action 22 'Environmental Optimisation of Wood Protection**. Lisboa, Portugal, p.1-10, 2004.
- HENINI, G.; LAIDANI, Y.; SOUAHI, F.; HANINI, S. Study os static adsorption system phenol/Luffa cylindrical fiber for industrial treatment of wastewater. **Energy Procedia**, v. 18, p. 395-403, 2012.
- HILLIS, W.E.; ROZSA, A.N. The softening temperature of Wood. **Holzforschung**, n.2, v.32, p. 68-73, 1978.
- INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA (IBGE). Disponível em: <http://www.ibge.gov.br/home/>. Acesso: 29/01/2017.
- IKAI, S; REICHERT, J.R.; RODRIGUES, A.V.; ZAMPIERI, V.A. Asbestos-free technology with new high toughness polypropylene (PP) fibers in air-cured Hatschek process. **Construction and Building Materials**, v. 24, p. 171-180, 2010.
- KHAN, M.A.; ASHRAF, S.M. Studies on thermal characterization of lignin. **Journal of Thermal Analysisus and Calorimetry**, v. 89, n.3, p. 993-1000, 2005.
- LI, X.; TABIL, L.G., PANIGRAHI, S. Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: a review. **Journal of polymers and the environment**, v. 15, p. 25-33, 2007.
- LIMA, P.R.L; TOLÊDO FILHO, R. Uso de metacaulinita para incremento da durabilidade de compósitos à base de cimento reforçados com fibras de sisal. **Ambiente construído**, v. 8, n.4, p. 7-19, 2008.
- LIU, Z.; PAN, Y.; SHI, K.; WANG, W.; PENG, C.; LI, W.; SHA, D. **Preparation of hydrophilic luffa sponges and their water absorption performance**. Carbohydrate Polymers, v. 147, p. 178-187, 2016.
- LOPES, F.M.F.; DE ARAÚJO, G.T.; DO NASCIMENTO, J.W.B.; VASCONCELOS, R.F.; DANTAS, J.M.E. Avaliação dos efeitos da acetilação nas propriedades das fibras de caroá. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 15, p. 84-89, 2011.
- MANGALAM, A. **Electroheating Novel Process for Modifying Wood**. Dissertação (Mestrado) - College of Graduate Studies, University of Idaho, 2005.
- MARTIN, A.R.; MARTINS, M.A.; SILVA, O.R.R.F; MATTOSO, L.H.C. Studies on the thermal properties of sisal fiber and its constituents. **Thermochimica Acta**. V. 506, p. 14-19, 2010.
- MEHTA, P.K.; MONTEIRO, P.J.M. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais**. São Paulo: IBRACON, 2008.
- MOHANTA, N.; ACHARUA, S.K. Fiber surface treatment: Its effect on structural, thermal, and mechanical properties of Luffa cylindrical fiber and its composite. **Journal of composite**

**materials**, v. 50, n.22, p. 3117-3131, 2016.

MORSING, N. **Densification of wood – The influence of hygrothermal treatment on compression of beech perpendicular to the grain**. Tese (Doutorado) – Technical University of Denmark, 2000.

MOTTA, L.A.C. **Melhoria do desempenho de fibras de coco e sisal para reforço de matrizes cimentícias através do tratamento termomecânico e impregnação de resinas**. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.

MOTTA, L.A.C.; AGOPYAN, V. Caracterização de fibras curtas empregadas na construção civil. **Boletim técnico da escola politécnica da USP**, São Paulo, 2007.

MOTTA, L.A.C.; JOHN, V.M.; AGOPYAN, V. Thermo-mechanical treatment to improve properties of sisal fibres for composites. **Materials Science Forum**, v. 636-637, p. 253-259, 2010.

NAVI, P.; SANDBERG, D. **Thermo-hidro-mechanical processing of wood**. EPL Press, Lausanne, Switzerland, 2012.

NITA, C. **Utilização de pozolanas em compósitos de cimento reforçados com fibras curtas de celulose e PVA**. Dissertação (Mestrado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006, f. 112.

OBOH, I.O.; ALUYOR, E.O. Application of luffa cylindrical in natural form as biosorbent to removal of divalent metals from aqueous solutions – kinetic and equilibrium study. **Waste Water – Treatment and Reutilization**, p. 195-210, 2011.

OLIVEIRA, M.P. **Propriedades mecânicas e térmicas dos compósitos poliméricos reforçados por fibras de bucha**. Dissertação (Mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2013.

OLIVEIRA, W.J.; VIEIRA, J.G.; PONCIANO, C.A.; MOTTA, L.A.C. Influence of hornification of luffa cylindrica fibres in the reinforcement of cementitious composites. **10th International Conference on Composite Science and Technology**, ICCST/10, 2015.

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

PAIVA, A.P. **Resíduo industrial de vidro moído em argamassa de cimento Portland**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2009.

PASSOS, P.R.A. **Destinação sustentável de cascas de coco (*Cocos nucifera*) verde: obtenção de telhas e chapas de partículas**. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005.

PENNA, F.C.F. **Análise da viabilidade econômica do sistema light steel framing na execução de habitações de interesse social: uma abordagem pragmática**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2009.

- PEREIRA, P.H.F., VOORWALD, H.C.J., CIOFFI, M.O.H., PEREIRA, M.L.C.P. da S. Preparação e caracterização de materiais híbridos celulose/NbOPO<sub>4</sub>.nH<sub>2</sub>O a partir de celulose branqueada de bagaço de cana-de-açúcar. **Polímeros**, v. 22, n.1, p.88-95. Epub January 27, 2012
- PERSSON, K. **Micromechanical Modelling of Wood and Fibre Properties**. 223p. Tese (Doutorado) – Lund, University of Lund, 2000.
- PICKERING, K.L.; ARUAN EFENDY, A.; LE, T.M. A review of recent development in natural fibre composites and their mechanical performance. **Composites: Part A**, v. 83, 9p.8-112, 2016.
- PIMENTA, M.T.B. **Utilização de fluidos nos estados sub/supercrítico na polpação de *Eucalyptus grandis* e *Pinus taeda***. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Carlos, 2005.
- PIMENTEL, M.G.; BORGES, J.P.C.; PICANÇO, M.S.; GHAVAM, K. Resposta à flexão e análise de tenacidade de argamassas reforçadas com fibras de Curauá. **Revista Matéria**, v.21, n.1, p.18-26, 2016.
- PINHEIRO, I.S. **Beneficiamento e caracterização de resíduos gerados na produção de blocos cerâmicos visando à aplicação como adição pozolânica**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2008.
- PIZZOL, V.D. **Carbonatação acelerada: nova tecnologia de cura para fibrocimento sem amianto**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2013.
- PONCSÁK, S.; KOCAEFE, D.; BOUAZARA, M.; PICHETTE, A. Effect of high temperature treatment on the mechanical properties of birch (*Betula papyrifera*). **Wood Science and Technology**, v.40, p.647–663, 2006.
- RIBEIRO, A.O. **Estudo de resíduo da lapidação de vidro para incorporação em argamassa de cimento Portland**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2015.
- ROWELL, R.M.; BANKES, W.B. **Water repellency and dimensional stability of wood. General Technical Report FPL-50**. Madison, WI: U.S. Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory, 1985.
- ROWELL, R.M.; PEGGY, K. **Treatments that enhance physical properties of wood**. Gen.Tech. Rep. FPL-GTR-55. Madison, WI: U.S. Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory, 1987.
- ROWELL, R. M. Chemical modification. In: BURLEY, J.; EVANS, J.; YOUNGQUIST, J.A. (Ed.). **Encyclopedia of Forest Sciences**. Amsterdam: Elsevier Academia Press, v.3, p.1269-1274, 2004.
- SALES, A.T.C.; ALFERES FILHO, R. dos S. Efeito do pó de resíduo cerâmico como adição para o concreto. **Ambiente Construído**, v. 14, n.1, p. 113-125, 2014.

- SANCHEZ, E.M.S.; CAVANI, C.S.; LEAL, C.V.; SANCHEZ, C.G. Compósito de resina de poliéster insaturado com bagaço de cana de açúcar: influência do tratamento das fibras nas propriedades. **Polímeros**, v. 20, n. 3, p. 194-200, 2010.
- SANDEBERG, D; NAVI, P. **Introduction to thermos-hydro-mechanical (THM) wood processing**. Report n. 30, School of Technology and Desing, Sweden, 2007.
- SANDEBERG, D.; HALLER, P.; NAVI, P. Thermo-hydro-mechanical wood processing: An opportunity for future environmentally friendly products. **Wood Material Science and Engeneering**, v. 8, n. 1, p. 64-88, 2013.
- SANTOS, R.P.O. **Compósitos baseados em PET reciclado fibras de sisal e plasticizantes oriundos de fontes renováveis: estudo do processamento e propriedades destes materiais**. Dissertação (Mestrado) – Universidade de São Paulo, São Carlos, 2012.
- SATYANARAYANA, K.G.; GUIMARÃES, J.L.; WYPYCH, F. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Source, production, morphology, properties and application. **Composites: Part A**, vol. 38, p. 1694-1709, 2007.
- SAVASTANO JR, H.; AGOPYAN, V. Transition zone studies of vegetable fibre-cement paste composites. **Cement and Concrete Composites**, vol. 21, p. 49-57, 1999.
- SAVASTANO JR., H. **Materiais à base de cimento reforçados com fibra vegetal: reciclagem de resíduos para a construção de baixo custo**. Tese (Livre-Docência) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo. 2000.
- SAVASTANO JR, H. **Sistemas de cobertura para construções de baixo custo: uso de fibras vegetais e de outros resíduos agroindustriais**. Utilização de resíduos na construção habitacionais, Coleção Habitare, Porto Alegre: ANTAC, v. 4, cap. 4, p. 94-123, 2003.
- SAVASTANO JR.; WARDON, P.G.; COUTTS, R.S.P. Microstructure and mechanical properties of waste fibre-cement composites. **Cement and Concrete Composites**, v.27, n.5, p. 583-592, 2005.
- SAVASTANO JR, H.; AGOPYAN, V.; JOHN, V. **Desenvolvimento de tecnologia para fabricação de telhas de fibrocimento**. Inovação tecnológica na construção habitacional, Coletânia Habitare, Porto Alegre: ANTAC, vol. 6, p. 14-39, 2006.
- SCHAFFER, E.L. Effect of pyrolytic temperatures on the longitudinal strenght of dry *Douglas fir*. **Journal of testing and evaluation**, v.1, n.4, p.319-329, 1973.
- SHAO, Y., LEFORT, T.; MORAS, S.; RODRIGUEZ, D. Studies on concrete containing ground waste glass. **Cement and Concrete Research**, v. 30, p. 91-100, 2000.
- SHEN, J.; XIE, Y.M.; HUANG, X.; ZHOU, S.; RUAN, D. Mechanical properties of luffa sponge. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**. v. 15, p. 141-152, 2012.
- SHEN,J.; XIE,Y.M.; HUANG,X.; ZHOU, S.;RUAN D, D. Behaviour of luffa sponge material

- under dynamic loading. **Internacional Journal of Impact Engeneering**, v. 57, p. 17-26, 2013.
- SHEN,J.; XIE,Y.M.; HUANG,X.; ZHOU, S.;RUAN, D. Water-responsive rapid recovery of natural cellular material. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Material**, v. 34, p. 283-293, 2014.
- SILVA, A.C. **Estudo da durabilidade de compósitos reforçados com fibras de celulose**. Dissertação (Mestrado). Universidade de São Paulo, São Paulo, 2002.
- SILVA, D.W. **Propriedades físico-mecânicas de fibrocimento reforçado com fibras de eucalipto tratadas termicamente**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2015.
- SIQUEIRA, E.J. **Compósitos de resina estervinílica reforçados com fibras da *Luffa cylindrica* modificadas superficialmente**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2008.
- SOUZA, J.T.; HENRIQUE, I.N., LOPES, W.S., LEITE, V.D. Nitrification in a submerged attached growth bioreactor using *Luffa cylindrica* as solid substrate. **African Journal of Biotechnology**, v. 7, p. 20702-2706, 2008.
- SOUZA, J.D.G.T.de; MOTTA,L.A. de C.; PASQUINI, D.; VIEIRA, J.G.; PIRES, C. Modificação química superficial de fibras de bucha vegetal visando à compatibilização e aplicação como reforço em matriz cimentícia. **Ambiente Construído**, v. 17, n. 2, p. 269-283, 2017.
- STOKKE, D.D.; WU, Q.; HAN, G. **Introduction to wood and natural fiber composites**. West Sussex: John Wiley e Sons, Chichester, 2014.
- TANAHASHI, M. Characterization and degradation mechanisms of wood components by steam explosion and utilization of exploded wood. **Wood Research**, v.77, p.49-117, 1990.
- TANOBE, V. O. DE A. **Caracterização de fibras de esponjas de *Luffa cylindrica* para utilização em compósitos com matriz polimérica**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2003.
- TANOBE, V. O. A., SYDENSTRICKER, T. H.D.; MUNARO, M.; AMICO, S. C. A comprehensive characterization of chemically treated Brazilian sponge-gourds (*Luffa cylindrica*). **Polymer Testing**, v.24, p. 474– 482, 2005.
- TERRA FILHO, M.; FREITAS, J.B.P.; NERY, L.E. Doenças asbestos-relacionadas. **Jornal Brasileiro de Pneumologia**, v. 32 p.48-53, 2006.
- TOLÊDO FILHO, R.D.; GHAVAMI, K.; ENGLAND, G.L.; SCRIVENER, K. Development of vegetable fibre-mortar composites of improved durability. **Cement & Concrete Composites**, v.25, p. 185–96, 2003.
- TOLÊDO FILHO, R.D.; SCRIVENER, K.; ENGLAND, G.L.; GHAVAMI, K. Durability of alcaline-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites. **Cement & Concrete**

**Composites**, v. 22, p. 127-143, 2000.

TONG, Y.; ZHAO, S.; MA, J.; WANG, L.; ZHANG, Y.; GAO, Y.; XIE, Y.M. Improving cracking and drying shrinkage properties of cement mortar by adding chemically treated luffa fibres. **Construction and Building Materials**, v. 71, p. 327-333, 2014.

TONOLI, G. H. D. **Fibras curtas de eucalipto para novas tecnologias em fibrocimento**. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Carlos, 2009.

TONOLI, G.H.D.; SANTOS, S.F.; JOAQUIM, A.P.; SAVASTANO JR., H. Effect of accelerated carbonation on cementitious roofing tiles reinforced with lignocellulosic fibre. **Construction and Building Materials**, v. 2 , p. 193-201, 2010.

TONOLI, G.H.D.; SANTOS, S.F.; SAVASTANO JR., H.; DELVASTO, S.; MEIJA DE GUTIÉRREZ, R.; MURPHY, M.M.L. Effects of natural weathering on microstructure and mineral composition of cementitious roofing tiles reinforced with fique fibre. **Cement & Concrete Composites**, v. 33, p. 225-232, 2011.

VASILE, C.; POPESCU, M.C.; STOLERIU, A.; GOSSELING, R. **Thermal characterization of Lignins**. In. New trends in natural and synthetic polymer science. Nova York: Nova Science Publishers, 2006.

VIEIRA, A.A.P. **Estudo do aproveitamento de resíduos de cerâmica vermelha como substituição pozolânica em argamassas e concreto**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2005.

WEI, J; MEYER, C. Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites. **Cement and Concrete Research**, v. 73, p. 1-16, 2015.

WEI, J; MEYER, C. Utilization of rice husk ash in green natural fiber-reinforced cement composites: Mitigating degradation of sisal fiber. **Cement and Concrete Research**, v. 81, p. 94-111, 2016.

YAN, L.; KASAL, B.; HUANG, L. A review of recent research on the use of cellulosic fibres, their fibre fabric reinforced cementitious, geo-polymer and polymer composites in civil engineering. **Composites Part B**, v. 92, p. 94-132, 2016.

