

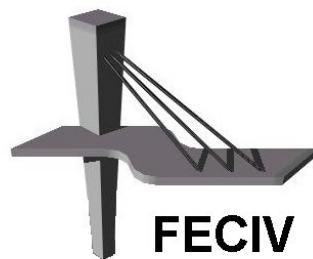


UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**ESTUDO DA DURABILIDADE DE COMPÓSITOS
CIMENTÍCIOS COM POLPA DE EUCALIPTO
MODIFICADOS COM MICROSSÍLICA E LÁTEX**

PAULO JÚNIOR CARVALHO MACHADO



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



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

FACULDADE DE ENGENHARIA CIVIL

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL



Paulo Júnior Carvalho Machado

**ESTUDO DA DURABILIDADE DE COMPÓSITOS
CIMENTÍCIOS COM POLPA DE EUCALIPTO
MODIFICADOS COM MICROSSÍLICA E LÁTEX**

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^a. Dr^a. Leila Aparecida de Castro Motta

Uberlândia, 24 de julho de 2019

Ficha Catalográfica Online do Sistema de Bibliotecas da UFU
com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).

M149 Machado, Paulo Júnior Carvalho, 1992-
2019 Estudo da durabilidade de compósitos cimentícios com polpa de eucalipto modificados com microssílica e látex [recurso eletrônico] / Paulo Júnior Carvalho Machado. - 2019.

Orientadora: Leila Aparecida de Castro Motta.
Coorientadora: Rondinele Alberto dos Reis Ferreira.
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia,
Pós-graduação em Engenharia Civil.
Modo de acesso: Internet.
Disponível em: <http://dx.doi.org/10.14393/ufu.di.2019.2284>
Inclui bibliografia.
Inclui ilustrações.

1. Engenharia civil. I. Motta, Leila Aparecida de Castro , 1970-, (Orient.). II. Ferreira, Rondinele Alberto dos Reis , 1984-, (Coorient.). III. Universidade Federal de Uberlândia. Pós-graduação em Engenharia Civil. IV. Título.

CDU: 624

Bibliotecários responsáveis pela estrutura de acordo com o AACR2:
Gizele Cristine Nunes do Couto - CRB6/2091
Nelson Marcos Ferreira - CRB6/3074



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

ATA DE DEFESA

Programa de Pós-Graduação em:	Engenharia Civil			
Defesa de:	Dissertação de Mestrado Acadêmico, 241, PPGEC			
Data:	24 de julho de 2019	Hora de início:	09 h	Hora de encerramento:
Matrícula do Discente:	11722ECV003			
Nome do Discente:	Paulo Júnior Carvalho Machado			
Título do Trabalho:	Estudo da durabilidade de compósitos cimentícios com polpa de eucalipto modificados com microssílica e látex			
Área de concentração:	Estruturas e Construção Civil			
Linha de pesquisa:	Construção Civil			
Projeto de Pesquisa de vinculação:	Inovação em materiais de construção civil			

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 Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, assim composta: Professores Doutores: Eliane Betânia Carvalhos Costa – FECIV/UFU, Cleber Marcos Ribeiro Dias – PPEC/UFBA e Leila Aparecida de Castro Motta - FECIV/UFU orientadora do candidato.

Iniciando os trabalhos a presidente da mesa, Dr.^a Leila Aparecida de Castro Motta, apresentou a Comissão Examinadora e o candidato, agradeceu a presença do público, e concedeu ao Discente a palavra para a exposição do seu trabalho. A duração da apresentação do Discente e o tempo de arguição e resposta foram conforme as normas do Programa.

A seguir o senhor(a) presidente concedeu a palavra, pela ordem sucessivamente, aos(as) examinadores(as), que passaram a arguir o(a) candidato(a). Ultimada a arguição, que se desenvolveu dentro dos termos regimentais, a Banca, em sessão secreta, atribuiu o resultado final, considerando o(a) candidato(a):

Aprovado

Esta defesa faz 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. Foi lavrada a presente ata que após lida e achada conforme foi assinada pela Banca Examinadora.



Documento assinado eletronicamente por **Leila Aparecida de Castro Motta, Professor(a) do Magistério Superior**, em 25/07/2019, às 11:39, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Eliane Betânia Carvalho Costa, Professor(a) do Magistério Superior**, em 25/07/2019, às 15:26, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Cleber Marcos Ribeiro Dias, Usuário Externo**, em 01/08/2019, às 09:49, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://www.sei.ufu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **1410418** e o código CRC **E6C715EA**.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus, por ter me dado proteção e me iluminado em mais uma etapa da minha vida.

Agradeço aos meus pais, Paulo Miguel Machado e Helenice de Jesus Carvalho Machado, e minha irmã, Isadora Cristina Carvalho Machado, pelo apoio, incentivo e compreensão ao longo de toda minha vida.

À Prof. Dra. Leila Aparecida de Castro Motta, orientadora deste trabalho, a quem fica minha admiração, agradeço pela atenção, paciência e conhecimentos valiosos repassados.

Ao Dr. Rondinele Alberto dos Reis Ferreira, co-orientador deste trabalho, agradeço por sempre estar disposto a me auxiliar nos experimentos, pelos ensinamentos, incentivos e amizade.

Aos meus amigos de república, Lucas, Marco Antônio e Lorrana, agradeço pelos momentos compartilhados e nossa grande amizade, que foi essencial para esta conquista.

Aos meus amigos de pós-graduação, em especial, Márcio e Vitor, pelo companheirismo e descontração nos momentos dentro e fora da universidade.

Aos funcionários da FECIV. Aos professores que tiveram participação importante para a conclusão deste trabalho, com sugestões e esclarecimentos, em especial, Prof. Dr. Daniel Pasquini. À Cristiane e Lorayne agradeço pela ajuda.

Ao Laboratório de Multiusuários do Instituto de Química da UFU pela realização do MEV, EDS e DRX. Ao Laboratório 06 da UFTM pela realização do ângulo de contato. Ao Laboratório de Fotoquímica e Ciência dos Materiais da UFU pela realização do FTIR-ATR.

Enfim, agradeço aqueles que contribuíram na realização deste trabalho.

MACHADO, P. J. C. *Estudo da durabilidade de compósitos cimentícios com polpa de eucalipto modificados com microssílica e látex*. 198 p. Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia Civil, Universidade Federal de Uberlândia, 2019.

RESUMO

Modificações em compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais são um avanço no caminho para a inovação de materiais. Nesta presente pesquisa, o estudo da durabilidade dos compósitos foi analisado por ensaios mecânicos e físicos, microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios-X (DRX), ângulo de contato, entre outros testes de caracterização, aos 28 dias e após o envelhecimento natural por 90 e 180 dias. Os materiais utilizados para as formulações dos compósitos incluem cimento Portland, adição mineral (microssílica), látex natural e reforço de fibra natural (polpa *kraft* de eucalipto). Os compósitos foram produzidos por um processo de sucção a vácuo da mistura e posterior prensagem, de acordo com os teores especificados no planejamento composto central. Micrografias mostraram uma adequada sinergia entre a fibra e o látex e, além disso, as fibras de celulose foram predominantemente arrancadas da matriz nas primeiras idades e após os envelhecimentos em decorrência de sua preservação. Os experimentos apresentaram queda na tenacidade e elevação do módulo de ruptura devido ao adensamento na matriz e na interface fibra-matriz, com a contínua hidratação e carbonatação da matriz. Os resultados indicaram que maiores quantidades de fibras nos compósitos permitiram o reforço da matriz frágil. A presença de microssílica e látex proporcionaram maior preservação das fibras ao envelhecimento natural. Difratogramas em idades iniciais mostraram a diminuição da portlandita em misturas com presença de microssílica e látex. O látex permitiu maior estabilidade volumétrica do compósito frente ao caráter hidrofílico das fibras. Modelos estatísticos foram validados, sendo possível obter um compósito ideal (experimento E3) com 2,9% de microssílica e 1,40% de látex, em massa, 13,5% de celulose, em volume, com propriedades mecânicas como o módulo de ruptura (12,38 MPa) e módulo de elasticidade (18,76 GPa).

Palavras-chave: fibrocimento; polpa *kraft*; adição mineral; durabilidade; planejamento composto central.

MACHADO, P. J. C. *Study of the durability of cementitious composites with eucalyptus pulp modified with silica fume and latex.* 198 pp. Msc. Dissertation, College of Civil Engineering, Federal University of Uberlandia, 2019.

ABSTRACT

Modifications in cementitious composites reinforced with plant fibers is an advance on the way to materials innovation. In this research, the study of composite durability was analyzed by mechanical and physical tests, scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), contact angle, among other characterization tests, at 28 days and after natural aging in 90 and 180 days. The materials used for formulations of the composites include Portland cement, mineral addition (silica fume), natural rubber latex and natural fiber reinforcement (eucalyptus kraft pulp). The composites were produced by a vacuum suction process of the mixture and subsequent pressing, according to the contents specified in the central composite design. Micrographs showed an adequate synergy between the fiber and the latex and, in addition, the cellulose fibers were predominantly stripped from the matrix at the earliest ages and after the aging due to its preservation. The experiments showed a decrease in the toughness and elevation of the modulus of rupture due to the densification in the matrix and fiber-matrix interface, with the continuous hydration and carbonation of the matrix. The results indicated that higher amounts of fibers in the composites allowed the reinforcement of the fragile matrix. The presence of silica fume and latex provided greater preservation of the fibers to natural aging. Diffractograms at initial ages showed the decrease of the portlandite in mixtures with the presence of silica fume and rubber latex. The latex allowed a greater volumetric stability of the composite against the hydrophilic character of the fibers. Statistical models were validated and an ideal composite (E3 experiment) could be obtained, with 2,9% silica fume and 1,4% latex, by mass, and 13.5% cellulose, by volume, with mechanical properties such as the modulus of rupture (12,38 MPa) and modulus of elasticity (18,76 MPa).

Keywords: fibrocement; kraft pulp; mineral addition; durability; central composite design.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Estrutura molecular da parede celular das fibras naturais.....	24
Figura 2: Exportações de produtos florestais no Brasil (em milhões de toneladas).....	26
Figura 3: Esquema do processo de <i>Hatschek</i>	28
Figura 4: A inter-relação tetraédrica dos principais constituintes do projeto compósito à base de cimento	29
Figura 5: Esquema de curvas de tensão <i>versus</i> deformação para elementos de concretos com e sem reforço de fibras de sisal.....	31
Figura 6: Esquema do processo de degradação alcalina da fibra natural em matrizes cimentícias	36
Figura 7: Micrografias de compósitos reforçados com: (a) polpa de eucalipto; (b) polpa de <i>pinus</i>	38
Figura 8: Classificação das misturas poliméricas.....	39
Figura 9: Ensaio de tração: (a) equipamento de ensaio; (b) amostras látex	56
Figura 10: Equipamento utilizado no ensaio para determinação do ângulo de contato	59
Figura 11: Esquema do planejamento composto central (PCC) para três fatores	61
Figura 12: Esquema ilustrativo da mistura e moldagem dos corpos de prova pelo processo <i>Hatschek</i>	64
Figura 13: Produção de compósitos.(a) argamassadeira industrial; (b) mistura látex e celulose; (c) dispositivo de moldagem e bomba a vácuo	65
Figura 14: Produção de compósitos: (a) placas antes da prensagem; (b) corte das placas.	66
Figura 15: Exposição das placas sob envelhecimento natural.....	67
Figura 16: Dados meteorológicos da estação de Uberlândia-MG durante o período de exposição dos corpos de prova: (a) média das temperaturas máximas e mínimas mensais; (c) média das umidades relativas máximas e mínimas horárias e (c) precipitação total mensal	68
Figura 17: Ensaio de Flexão	69
Figura 18: Resultado DRX da amostra de cimento CP V ARI	74
Figura 19: Difratograma de raios-X do látex natural	74
Figura 20: Gráfico tensão x deformação do látex natural submetido à tração direta	75

Figura 21: Difratograma de raios-X da polpa <i>kraft</i> de celulose branqueada pura (0% látex)	76
Figura 22: Micrografia da polpa <i>kraft</i> de eucalipto com: (a) 0% de látex, (b) 5% de látex e (c) 10% de látex	77
Figura 23: Ângulo de contato de cinco amostras de celulose com 0, 5 e 10% de látex natural	78
Figura 24: Espectros de ATR para as amostras analisadas: celulose com 0, 5 e 10% de látex e amostra de látex natural	79
Figura 25: Difratograma de raios-X da microssílica	80
Figura 26: Difratogramas dos experimentos aos 28 dias e seus respectivos produtos de hidratação. (P: portlandita; S: silicatos de cálcio hidratado; C: calcita)	86
Figura 27: Difratogramas dos compósitos após o envelhecimento por 90 dias e seus respectivos produtos de hidratação. (P: portlandita; S: silicato de cálcio hidratado; C: calcita)	88
Figura 28: Difratogramas dos compósito após o envelhecimento por 180 dias e seus respectivos produtos de hidratação. (P: portlandita; S: silicato de cálcio hidratado; C: calcita)	89
Figura 29: Presença de produtos de hidratação na superfície das fibras nos experimentos: (a) E15 aos 28 dias e (b) E3 após o envelhecimento por 90 dias.....	90
Figura 30: Configuração da seção de fratura do compósito: (a) fibra arrancada e região após arrancamento no compósito E7 aos 28 dias; (b) fibra arrancada no compósito E3 após o envelhecimento por 180 dias	91
Figura 31: Defeitos no compósitos cimentícios: (a) descolamento na interface fibra-matriz do compósito E11 aos 28 dias; (b) poros na matriz e fibra do compósito E10 após o envelhecimento por 180 dias	92
Figura 32: Presença de grãos de microssílica no experimento E12 (10,0% micr.; 14,94% cel.; 5,0% lát.)	93
Figura 33: Superfícies de resposta para a tenacidade (<i>T</i>) aos 28 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) microssílica no nível central ($X_1=0$); (c) celulose no nível central ($X_2=0$)	95
Figura 34: Micrografias da seção de ruptura aos 28 dias dos compósitos E11 e E12.....	97

Figura 35: Superfícies de resposta para o módulo de ruptura (<i>MOR</i>) aos 28 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$); (c) microssílica no nível central ($X_1=0$)	99
Figura 36: Superfícies de resposta para o módulo de elasticidade (<i>MOE</i>) aos 28 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$); (c) microssílica no nível central ($X_1=0$)	101
Figura 37: Micrografias da seção de ruptura aos 28 dias dos compósitos E6 e E11	102
Figura 38: Superfícies de resposta para absorção de água (<i>A</i>) aos 28 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$)	103
Figura 39: Superfície de resposta para absorção de água (<i>A</i>) aos 28 dias: microssílica no nível central ($X_1=0$)	104
Figura 40: Superfícies de resposta para o Ângulo de Contato aos 28 dias: (a) microssílica no nível central ($X_1=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$); (c) látex no nível central ($X_3=0$)	107
Figura 41: Superfícies de resposta para a tenacidade (<i>T</i>) após o envelhecimento por 90 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) microssílica no nível central ($X_1=0$); (c) celulose no nível central ($X_2=0$)	109
Figura 42: Superfícies de resposta para o módulo de ruptura (<i>MOR</i>) após o envelhecimento por 90 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$); (c) microssílica no nível central ($X_1=0$)	111
Figura 43: Micrografias da seção de ruptura após o envelhecimento por 90 dias	112
Figura 44: Superfícies de resposta para o módulo de elasticidade (<i>MOE</i>) após o envelhecimento por 90 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$); (c) microssílica no nível central ($X_1=0$)	114
Figura 45: Superfícies de resposta para absorção de água (<i>A</i>) após o envelhecimento por 90 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$); (c) microssílica no nível central ($X_1=0$)	116
Figura 46: Superfícies de resposta para a tenacidade (<i>T</i>) após o envelhecimento por 180 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) microssílica no nível central ($X_1=0$); (c) celulose no nível central ($X_2=0$)	118
Figura 47: Impressões da superfície da fibra individual na matriz cimentícia do compósito E7 após o envelhecimento por 180 dias	119

Figura 48: Tenacidade de compósitos aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias	120
Figura 49: Superfícies de resposta para o módulo de ruptura (<i>MOR</i>) após o envelhecimento por 180 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) microssílica no nível central ($X_1=0$); (c) celulose no nível central ($X_2=0$)	121
Figura 50: Superfície de resposta para o módulo de ruptura (<i>MOR</i>) após o envelhecimento por 180 dias: celulose no nível central ($X_2=0$)	122
Figura 51: Fraturas das fibras dos compósitos E5 após o envelhecimento por 180 dias ..	122
Figura 52: Módulo de ruptura (<i>MOR</i>) de compósitos aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias.....	123
Figura 53: Superfícies de resposta para o módulo de elasticidade (<i>MOE</i>) após o envelhecimento por 180 dias: (a) celulose no nível central ($X_2=0$); (b) microssílica no nível central ($X_1=0$); (c) látex no nível central ($X_3=0$).....	125
Figura 54: Módulo de elasticidade (<i>MOE</i>) de compósitos aos 28 dias e após envelhecimento por 90 e 180 dias.....	126
Figura 55: Superfícies de resposta para absorção de água (<i>A</i>) após o envelhecimento por 180 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$); (c) microssílica no nível central ($X_1=0$)	128
Figura 56: Vazios na matriz e interação entre fibra e matriz compósitos E1 e E15 após o envelhecimento por 180 dias	129
Figura 57: Absorção de água de compósitos aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias.....	130
Figura 58: Micrografias do experimento E6 aos: (a) 28 dias, (b) após o envelhecimento por 90 dias.....	132

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Propriedades químicas, físicas e mecânicas cimento CP V ARI.....	55
Tabela 2: Composição química quantitativa da microssílica	57
Tabela 3: Planejamento Composto Central (PCC) com três variáveis independentes e com quatro réplicas no ponto central (alfa de ortogonalidade)	62
Tabela 4: Matriz do Planejamento Composto Central (PCC)	63
Tabela 5: Equações das propriedades físicas dos compósitos	71
Tabela 6: Resultado das propriedades mecânicas tenacidade (T), módulo de ruptura (MOR) e módulo de elasticidade (MOE) em todas as idades	81
Tabela 7: Resultado das propriedades físicas Absorção de água (A) e Umidade em todas as idades	84
Tabela 8: Resultado das propriedades físicas Massa específica aparente (ρ_{ap}) e Índice de Vazios (IV) em todas as idades	85
Tabela 9: Resultados preditos, de acordo com as equações da regressão, das propriedades físicas e mecânicas dos compósitos otimizados para 30 combinações das variáveis independentes	105
Tabela 10: Resultados da resposta e do modelo de previsão para a validação V1 aos 28 dias	106
Tabela 11: Resultados da resposta e do modelo de previsão para a validação V1 após o envelhecimento por 180 dias	131

SÍMBOLOS, ABREVIATURAS E SIGLAS

ABREVIAÇÕES

<i>A</i>	Absorção de água
<i>Cel.</i>	Celulose
<i>Lát.</i>	Látex
<i>LOP</i>	Limite de proporcionalidade
<i>MEV</i>	Microscopia eletrônica de varredura
<i>Micr.</i>	Microssílica
<i>MOR</i>	Módulo de ruptura
<i>T</i>	Tenacidade

SÍMBOLOS

<i>a/c</i>	Relação água/cimento
Al_2O_3	Alumina
<i>b</i>	Largura do corpo de prova
C_3A	Aluminato tricálcico
C_2S	Silicato dicálcico (belita)
C_3S	Silicato tricálcico (alita)
C_4AF	Ferro-aluminato tetracálcico
$CaCO_3$	Carbonato de cálcio (calcita)
CaO	Óxido de cálcio
$CaSO_4$	Anidrita
$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	Gipsita
$Ca(OH)_2$	Hidróxido de cálcio ou Portlandita
CO_2	Dióxido de carbono
<i>C-S-H</i>	Silicato de cálcio hidratado
<i>e</i>	Espessura do corpo de prova
<i>E(0)</i>	Valor central escolhido nos seus limites de trabalho
<i>E(1)</i>	Penúltimo valor mais alto para o limite de trabalho
<i>E(-1)</i>	Penúltimo valor mais baixo para o limite de trabalho

E_i	Valor do fator na escala original
I	Momento de inércia da seção transversal
L	Distância do vão do ensaio
m	Massa úmida
m_s	Massa seca
m_{sss}	Massa saturada superfície seca
P	Força
$P_{máx}$	Força máxima durante o ensaio
R^2	Coeficiente de determinação
SiO_2	Óxido de silício (quartzo)
δ	Deslocamento do aparelho
α	Alfa de ortogonalidade (nível extremo)

SIGLAS

ABNT:	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM:	<i>American Society for Testing and Materials</i>
ACI	<i>American Concrete Institute</i>
ANOVA	Análise de Variância
CP V ARI	Cimento Portland V de alta resistência inicial
CEPED	Centro de Pesquisa e Desenvolvimento
DRX	Difração de Raios-X
EVA	Etileno-acetato de vinila (<i>Ethylene-Vinyl Acetate</i>)
FEQ	Faculdade de Engenharia Química
FTIR-ATR	Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier modo de reflexão total atenuada
ICSD	Banco de dados de estruturas de cristais inorgânicos (<i>Inorganic Crystal Structure Database</i>)
IQ	Instituto de Química
LCRH	Laboratório de Climatologia e Recursos Hídricos
PCC	Planejamento Composto Central
SBR	Borracha de estireno-butadieno (<i>styrene-butadiene rubber</i>)
UFTM	Universidade Federal do Triângulo Mineiro
UFU	Universidade Federal de Uberlândia

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	18
1.1.	Justificativas	20
1.2.	Objetivos.....	21
1.1.1.	Objetivos específicos	21
1.2.	Estrutura do trabalho	21
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
2.1	Fibras Naturais Vegetais.....	22
2.1.1	Estrutura e Composição.....	22
2.1.2	Polpas de eucalipto	24
2.2	Compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais.....	26
2.2.1	Características dos compósitos.....	28
2.2.2	Propriedades das fibras em compósitos.....	30
2.2.2.1	Absorção de umidade nas fibras em compósitos.....	32
2.2.3	Alcalinidade da matriz cimentícia	35
2.2.4	Utilização de polpas de eucalipto como reforço em compósitos.....	37
2.3	Utilização de látex polimérico em materiais cimentícios.....	39
2.4	Durabilidade de fibras lignocelulósicas em compósitos cimentícios	43
2.4.1	Modificação de fibras lignocelulósicas para uso em compósitos cimentícios	45
2.4.1.1	Utilização do látex para a modificação das fibras em compósitos.....	48
2.4.2	Modificação da matriz contendo fibras lignocelulósicas	49
2.4.2.1	Utilização de adições minerais.....	51
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	54
3.1	Caracterização dos materiais	55
3.1.1	Cimento	55
3.1.2	Látex	56
3.1.3	Polpa celulósica	57
3.1.4	Microssílica	57

3.1.5	Difração de raios-X (DRX)	58
3.1.6	Ensaio de ângulo de contato	58
3.1.7	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	59
3.1.8	Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier modo de reflexão total atenuada (FTIR-ATR)	59
3.2	Planejamento experimental.....	60
3.3	Preparação dos compósitos.....	64
3.3.1	Envelhecimento natural	67
3.4	Ensaios de caracterização dos compósitos	68
3.4.1	Determinação de propriedades mecânicas.....	68
3.4.2	Determinação de propriedades físicas	70
3.4.3	Análise estatística dos resultados	71
3.4.4	Difração de raios-X (DRX)	71
3.4.5	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	72
3.4.6	Ensaio de ângulo de contato	72
3.4.7	Determinação do teor de sólido do processo de sucção dos compósitos.....	72
4	RESULTADOS	73
4.1	Caracterização dos materiais	73
4.1.1	Cimento	73
4.1.1.1	Difração de raios-X (DRX)	73
4.1.2	Látex	74
4.1.2.1	Difração de raios-X (DRX)	74
4.1.2.2	Ensaio de tração direta	75
4.1.3	Polpa Celulósica	75
4.1.3.1	Difração de raios-X (DRX).....	75
4.1.3.2	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	76
4.1.3.3	Ângulo de contato	77
4.1.3.4	FTIR-ATR.....	78
4.1.4	Microssílica	79

4.1.4.1	Difração de raios-X (DRX)	79
4.2	Efeitos do tratamento dos compósitos aos 28 dias e após envelhecimento natural por 90 e 180 dias.....	80
4.2.1	Teor de sólido do processo de sucção dos compósitos.....	80
4.2.2	Propriedades mecânicas.....	80
4.2.3	Propriedades físicas	83
4.2.4	Difração de raios-X (DRX)	86
4.2.4.1	DRX aos 28 dias.....	86
4.2.4.2	DRX após o envelhecimento por 90 e 180 dias	87
4.2.5	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	89
4.2.6	Análise das superfícies de resposta	93
4.2.6.1	Análise das superfícies de resposta aos 28 dias	94
4.2.6.1.1	Tenacidade	94
4.2.6.1.2	Módulo de ruptura	97
4.2.6.1.3	Módulo de elasticidade	99
4.2.6.1.4	Absorção de água.....	102
4.2.6.1.5	Otimização das variáveis de resposta analisadas	104
4.2.6.1.6	Validação dos modelos	105
4.2.6.1.7	Ângulo de Contato	106
4.2.6.2	Análise das superfícies de resposta após o envelhecimento por 90 dias	
	108	
4.2.6.2.1	Tenacidade	108
4.2.6.2.2	Módulo de ruptura	110
4.2.6.2.3	Módulo de elasticidade	113
4.2.6.2.4	Absorção de água.....	115
4.2.6.3	Análise das superfícies de resposta após o envelhecimento por 180 dias..	
	117	
4.2.6.3.1	Tenacidade	117

4.2.6.3.2	Módulo de ruptura	120
4.2.6.3.3	Módulo de elasticidade	124
4.2.6.3.4	Absorção de água.....	126
4.2.6.3.5	Validação dos modelos	130
4.2.6.4	Análise das diferenças significativas entre as idades estudadas	131
4.2.6.4.1	Tenacidade	131
4.2.6.4.2	Módulo de ruptura	133
4.2.6.4.3	Módulo de elasticidade	134
4.2.6.4.4	Absorção de água.....	135
5	CONCLUSÃO.....	137
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	140
	APÊNDICES	151
	Apêndice A: Curvas tensão <i>versus</i> deflexão	151
	Apêndice B: Micrografias	155
	Apêndice C: Análises Estatísticas	165
	Apêndice D: Ensaio de ângulo de contato dos compósitos	197

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

A indústria da construção é uma atividade geradora de significativos resíduos no meio ambiente. Um modelo moderno de atuar no mercado é reduzir impactos, produzindo e descartando de forma sustentável seus materiais, além de poder reduzir custo e consumo de energia no processo durante a fabricação. O uso de fibras vegetais constitui uma alternativa muito interessante como matérias-primas para compósitos a base de cimento em termos de conservação ambiental, energética e de recursos, com baixo custo e obtidas a partir de fontes renováveis (ONUAGULUCHI; BANTHIA, 2016; ARDANUY *et al.*, 2011). O desenvolvimento destas fibras pode introduzir novas oportunidades mundiais para negócios agrícolas inovadores, onde espécies de fibras celulósicas de boa qualidade estão disponíveis dependendo do tipo de característica da vegetação da região (MÁRMOL; SAVASTANO JR., 2017).

Quando se leva em conta a grande variedade e abundância de fibras vegetais disponíveis nos países em desenvolvimento como o Brasil, existem desafios em viabilizar o emprego deste material na construção civil, podendo ser encontrados em resíduos industriais, como têxtil e cordas; indústrias baseadas em produtos agroflorestais, como resíduos de casca, palha de arroz, palha de trigo, bagaço de cana, fios de dendêzeiros (palmeira), avelãs e pó de serra; e também outros resíduos de madeira disponíveis a partir da demolição de estruturas antigas, tais como edifícios, ferrovias, postes de telefone e pontes (ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015; KARADE, 2010; ISAIA, 2007).

No Brasil, a polpa da madeira de eucalipto é um material de reforço que está prontamente disponível a um custo relativamente menor quando comparado a outras fibras comercialmente disponíveis, como as sintéticas (ONUAGULUCHI; BANTHIA, 2016, MOHR; NANKO; KURTIS, 2005a). Em janeiro de 2018, as exportações de celulose tiveram um aumento de 19,8% em relação ao mesmo período de 2017, sendo a China a principal compradora da celulose brasileira (INDÚSTRIA BRASILEIRA DE ÁRVORES, 2018). Em 2017, a área total de árvores plantadas no Brasil totalizou 7,84 milhões de hectares, sendo 5,7 milhões de hectares de plantações de eucalipto localizados, principalmente, nos estados

de Minas Gerais, São Paulo e Mato Grosso (INDÚSTRIA BRASILEIRA DE ÁRVORES, 2017).

O desenvolvimento de pesquisas e inovações são necessários para encontrar um material ideal que atenda às exigências reais do mercado, incluindo questões ambientais e de funcionalidade (URREA-CEFERINO *et al.*, 2017). A viabilização do emprego das fibras vegetais, especialmente na forma de polpa celulósica como reforço, passa por problemas de durabilidade. Uma solução encontrada é o seu emprego em conjunto com materiais poliméricos, como o látex natural. A melhoria das propriedades físico-mecânicas dos compósitos a médio e longo prazo depende de fatores como o conhecimento sobre as características dos materiais empregados, a dosagem, as condições de cura, o tipo do meio exposto e a relação água/cimento (STANCATO; BURKE; BERALDO, 2005). Esta avaliação pode ser considerada uma tarefa complexa, sendo necessário considerar, por exemplo, a interação entre as fibras, matriz, interface e método de processamento (CORREIA *et al.*, 2018).

A utilização do látex polimérico numa mistura em matrizes cimentícias pode melhorar as propriedades físico-mecânicas do compósito nos estados fresco e endurecido, como estabilidade química aos íons Ca^{2+} e Al^{3+} , trabalhabilidade, estabilidade mecânica ao cisalhamento das misturas, estabilidade térmica, deformabilidade, aderência aos produtos de hidratação, impermeabilidade, durabilidade e resistência à flexão e tração (LI; WANG; LU, 2018; OHAMA, 1998). O látex natural representa um material ecológico, renovável, sustentável, com baixo custo e disponibilidade crescente que o torna atraente para novas aplicações ainda pouco estudadas, como em compósitos cimentícios (VO; PLANK, 2018).

As partículas de microssílica agem como materiais de enchimento dentro da matriz cimentícia, reduzindo a porosidade do composto por meio do preenchimento dos vazios, além de formar mais silicato de cálcio hidratado e diminuir a alcalinidade da matriz cimentícia (ZHAO *et al.*, 2018; BHATTACHARYA; HARISH, 2018). Estes efeitos foram observados aos 28 dias por Khorami e Ganjian (2011), em compósitos com polpa de eucalipto e adição de microssílica (5%), cuja resistência à flexão aumentou cerca de 20% em comparação com o compósito sem pozolana. A microssílica é classificada como um material pozolânico altamente reativo com alta superfície específica, que a torna adequada como um material cimentício (CHENG *et al.*, 2018; KHORAMI; GANJIAN, 2013).

Enfim, a proposta deste projeto será apresentar um compósito cimentício ideal, constituído de polpa de eucalipto, microssílica e látex, seguindo um Planejamento Composto Central (PCC), após avaliar a durabilidade do fibrocimento aos 28 dias e após o envelhecimento natural (90 e 180 dias). A análise de otimização estatística utilizada visa compreender o comportamento e melhorar o desempenho do compósito. Como o comportamento a flexão do compósito após início de fissuração está relacionado principalmente à capacidade de reforço das fibras, busca-se reduzir o ataque da matriz a fibra com a utilização de microssílica e látex natural.

1.1. Justificativas

Entende-se que os compósitos reforçados com fibras vegetais naturais necessitam de estudos de tecnologias mais econômicas, com tratamentos que visem melhorar seu desempenho e sua durabilidade em matrizes alcalinas. A durabilidade pode ser avaliada por meio do envelhecimento natural, onde os efeitos da degradação no compósito serão conhecidos com uma metodologia desenvolvida que envolve a caracterização da composição química, da microestrutura e das propriedades físicas e mecânicas. Os compósitos poderão ser utilizados em, por exemplo, materiais não estruturais como revestimentos, telhas de fibrocimento, componentes pré-fabricados, painéis de vedação, dentre outros (ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015).

Além dos efeitos benéficos da substituição parcial do cimento por materiais pozolânicos em materiais cimentícios como a microssílica, a alternativa da utilização da emulsão de látex natural devido seu caráter hidrófugo, possivelmente, garantirão uma proteção física contra à degradação das fibras de reforço pela hidrólise alcalina e a mineralização. O uso de polpas *kraft* de celulose é recomendado pois grande parte da lignina e hemiceluloses, que são menos resistentes a álcalis do que a celulose, são removidas quase que por completo durante a polpação (ACI 544.1R, 1996).

Este trabalho permite a continuidade às pesquisas realizadas pelo grupo de Construção Civil da Faculdade de Engenharia Civil (Universidade Federal de Uberlândia - UFU) que estuda compósitos com reforço de fibras vegetais (SANTOS *et al.*, 2019; SILVA *et al.*, 2019; PIRES, 2017) e apresenta uma contribuição ao conhecimento pela aplicação do

planejamento estatístico e modificação de compósitos cimentícios com polpa de eucalipto com microssílica e látex.

1.2. Objetivos

O objetivo geral deste trabalho foi avaliar a durabilidade de compósitos com polpa celulósica de eucalipto combinada com microssílica e látex natural em matrizes cimentícias, visando sua aplicação na construção civil.

1.1.1. *Objetivos específicos*

- Utilizar um Planejamento Composto Central (PCC) para análise e otimização dos efeitos das variáveis independentes (microssílica, polpa celulósica e látex natural) sobre as variáveis de resposta (tenacidade, módulo de ruptura, módulo de elasticidade e absorção de água);
- Modificar a fibra e a matriz cimentícia pela utilização da emulsão de microssílica e látex natural;
- Avaliar o comportamento dos compósitos aos 28 dias de idade, além dos efeitos do envelhecimento natural por 90 e 180 dias, por meio de ensaios físicos, mecânicos, microestruturais e difração de raios-X.

1.2. Estrutura do trabalho

Este trabalho é constituído de cinco capítulos. O segundo capítulo apresenta a revisão bibliográfica do trabalho destacando os conceitos e as estruturas das fibras vegetais, e modificações responsáveis para o aumento da durabilidade dos compósitos, especialmente com reforço de polpas celulósicas. Os materiais, etapas experimentais e metodologia adotados na preparação dos compósitos são descritos no terceiro capítulo. O quarto capítulo expõe a apresentação, análise e discussão dos resultados encontrados por meio de ensaios realizados no decorrer da pesquisa. Por fim, são apresentadas as considerações finais acerca do estudo realizado.

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Fibras Naturais Vegetais

2.1.1 Estrutura e Composição

Os tecidos vegetais são compósitos naturais com estrutura celular, principalmente constituídos por diferentes proporções de celulose, hemiceluloses e lignina, além de outros componentes em menor proporção (ONUAGULUCHI; BANTHIA, 2016; WEI; MEYER, 2015; PACHECO-TORGAL e JALALI, 2011; JOHN *et al.*, 2005).

A celulose é um polímero linear e de longa cadeia com alto peso molecular contendo unidades de glicose ($C_6H_{12}O_6$) ligadas por ligações β -1,4, que são organizados em regiões cristalinas e amorfas, possuindo uma forte tendência de formar ligações de hidrogênio intra e intermolecular (COLODETTE; GOMES, 2015; FAHERTY; WILLIAMSON, 1999; DUCHESE; GEOFFREY, 1999; SJÖSTRÖM, 1993). A unidade que se repete é chamada unidade celobiose, e o número de unidades de glicose em uma molécula de celulose refere-se ao grau de polimerização, que varia em função da matéria-prima, método de isolamento e grau de purificação (MOTTA, 2006). Segundo Moon *et al.* (2011), este número pode variar entre 10.000 até 15.000 dependendo de sua localização dentro da parede celular.

As cadeias de celulose unidas por ligações de hidrogênio formam microfibrilas, que são mantidas unidas em paralelo por hemiceluloses e lignina, formando as fibras. As fibras são montadas em várias camadas para construir a estrutura da fibra de celulose (COLODETTE; GOMES, 2015; COUTTS, 1992). Devido à sua estrutura fibrosa (cristalina) e fortes ligações de hidrogênio, a celulose tem alta resistência à tração e é insolúvel na maioria dos solventes (MOON *et al.*, 2011; SJÖSTRÖM, 1993). A força e a rigidez das fibras vegetais dependem do teor de celulose e da orientação das microfibrilas na parede celular (LI; MAI; YE, 2000).

As hemiceluloses são moléculas constituídas de vários polissacarídeos, formando uma substância predominantemente amorfa devido à presença de muitos grupos ramificados,

que impedem a associação entre as moléculas necessárias para a cristalização (COLODETTE; GOMES, 2015; DUCHESE; GEOFFREY, 1999; BODIG; JAYNE, 1992). Por quase não possuir regiões cristalinas, as hemiceluloses são hidrolisadas facilmente por ácidos nos seus componentes, sendo sua cadeia constituída por: D-glucose, D-manose, D-galactose, D-xilose, L-arabinose e outros pequenos constituintes. Seu grau de polimerização é baixo, de apenas 200 (SJÖSTRÖM, 1993).

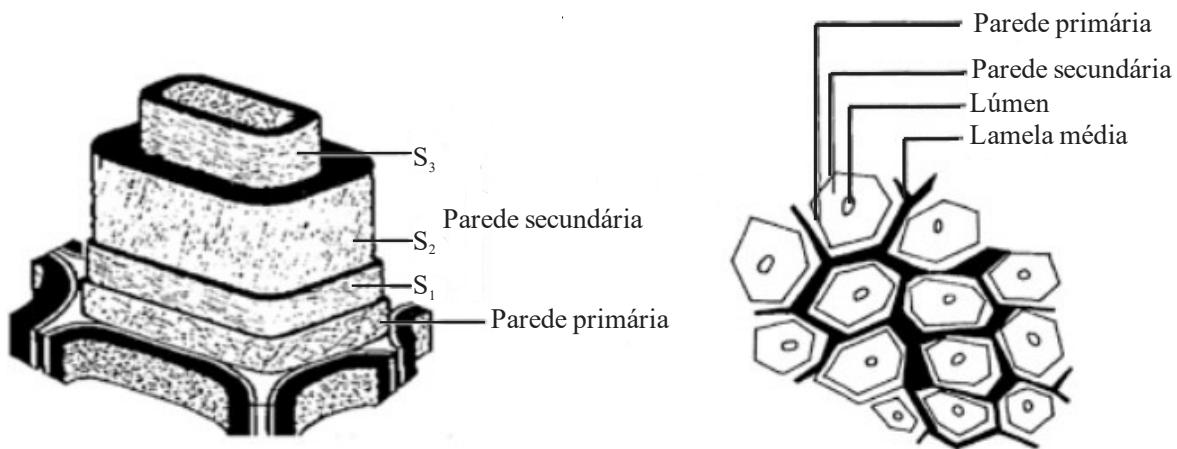
Quanto à lignina, são polímeros tridimensionais constituídos por uma mistura amorfa e heterogênea de polímeros aromáticos e monômeros de fenilpropano, de alto peso molecular e começa a amolecer em temperaturas de 120°C (COLODETTE; GOMES, 2015; MORSING, 2000; GRAM, 1983). Em função de sua cadeia reticulada, a lignina é bastante estável e hidrófoba em comparação às hemiceluloses e celulose, e tem função adesiva entre as fibras (MOHR; NANKO; KURTIS, 2005a; MORSING, 2000).

A lignina atua como uma cola na parede celular da fibra natural, conferindo sua estrutura e protegendo a fibra contra a degradação microbiana ou química dos polissacarídeos. As hemiceluloses não possuem esta função, mas ligam e fixam as microfibrilas de celulose para tornar a fibra mais estável. A lignina e as hemiceluloses possuem características em comum: são amorfas e menos resistentes a ácalis da matriz cimentícia do que a celulose, o que significa que são mais fáceis de sofrer a hidrólise alcalina (WEI; MEYER, 2015; ACI 544.1R, 1996).

Outros compostos, presentes em pequenas proporções e solúveis em água, como pectina e os extractivos, não possuem efeito direto nas propriedades estruturais da parede celular ou da lamela média (MOTTA, 2006).

As fibras vegetais geralmente têm uma morfologia similar, compostas por fibrilas que são formadas por parede celular primárias, com estrutura reticulada, e secundárias divididas em três camadas: camada externa S1 que possui estrutura reticulada; S2 e S3 microfibrilas em espiral. No interior da célula está o lúmen, com seção elíptica (SAVASTANO JR., 2000). Cada fibrila é unida pela lamela média, que consiste de lignina e hemiceluloses. As diferenças entre os vários tipos de fibras são o número de fibrilas, o tamanho das paredes celulares e a área de seção transversal da fibra. Por isso, cada fibra apresenta diferentes características e comportamento mecânico (FIDELIS *et al.*, 2013). Na Figura 1 é apresentada a estrutura das três camadas da fibra.

Figura 1: Estrutura molecular da parede celular das fibras naturais



Fonte: Yan, Kasal e Huang (2016), traduzida.

Segundo Ardanuy, Claramunt e Toledo Filho (2015), as fibras vegetais podem ser encontradas com diferentes diâmetros, relação de aspecto, comprimento e rugosidade da superfície, além de diferentes formas, como fios (fibras longas com comprimentos entre 20 e 100 cm), fibras descontínuas (fibras de comprimento curto que podem ser transformados em fios) ou em polpa (fibras muito curtas, de comprimento da ordem de 1 a 10 mm, devendo ser dispersas em água). As fibras podem variar em comprimento de menos de 1 mm para mais de 70 mm, e seu diâmetro pode ser de menos de 5 μm a mais de 50 μm (COUTTS, 1992).

2.1.2 Polpas de eucalipto

O eucalipto é uma matéria-prima lignocelulósica muito encontrada no território brasileiro, utilizado principalmente na produção de polpa celulósica (ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015). As espécies pertencentes ao gênero *Eucalyptus* são conhecidas como madeira folhosa ou tecnologicamente de fibra curta, classificadas como dicotiledôneas pertencentes à subdivisão das angiospermas, com sementes protegidas pelo fruto (COLODETTE; GOMES, 2015). Em países tropicais como o Brasil, o eucalipto é uma madeira de rápido crescimento, com fibras de boa qualidade (TONOLI *et al.*, 2009a).

As polpas celulósicas são matérias-primas baratas, com fácil dispersão em água, amplamente empregada na indústria de papel, bem como em derivados de celulose e como componente básico para a preparação de materiais cimentícios (ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015). A polpação da madeira consiste em remover a

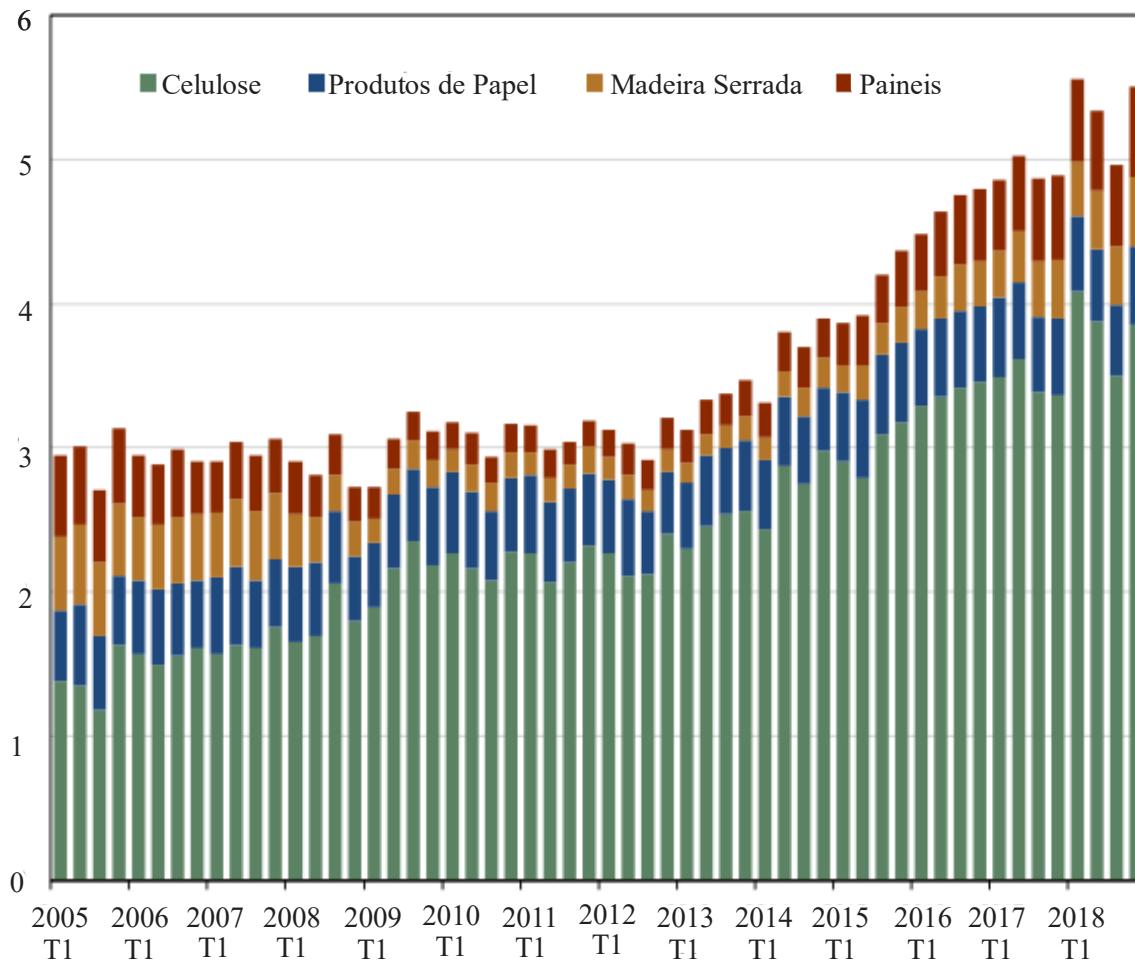
lignina da lamela média e também das paredes primárias e secundárias, possibilitando a separação e a individualização das fibras. A remoção da lignina envolve a ruptura de ligações químicas com consequente diminuição da massa molecular, sendo que os reagentes utilizados atacam tanto a lignina quanto os polissacarídeos presentes (PIMENTA, 2005).

As fibras de madeira são divididas em madeira macia e madeira dura. A principal diferença entre estes dois grupos é que, enquanto as fibras de madeira macia são geralmente mais longas do que as fibras de madeira dura, o número de fibras em um determinado grama de celulose é significativamente maior para a celulose de fibra curta, como por exemplo, as fibras de eucalipto (ONUAGULUCHI; BANTHIA, 2016). Quando comparadas às fibras de *pinus*, o comprimento e a largura médios das fibras de eucalipto são consideravelmente inferiores.

Diversas variáveis podem afetar a qualidade da fibra vegetal e seu comportamento durante a polpação química, como a idade da madeira, a composição química e estrutural da matéria-prima (MORAIS *et al.*, 2017; SILVA; CABALLEIRA LOPEZ; OLIVEIRA, 2004; SJÖSTRÖM, 1993).

Segundo informações de *Hancock Journal Florestal* (2019), com dados de exportações apresentados na Figura 2, a celulose foi o produto florestal exportado dominante no Brasil no último trimestre de 2018, com aumento de 10% em relação ao semestre anterior, e aumento de 15% em relação ao mesmo período do ano anterior. A celulose apresentou um mercado promissor devido à desvalorização do real e força do mercado global de celulose. A China é o principal destino dos carregamentos de polpa de celulose provenientes do Brasil.

Figura 2: Exportações de produtos florestais no Brasil (em milhões de toneladas)



Fonte: *Hancock Journal Florestal* (2019).

2.2 Compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais

Segundo Isaia (2007), material compósito é aquele formado pela combinação adequada entre dois ou mais materiais, com características e propriedades diversas, que continuam a ser identificáveis após a combinação. São materiais heterogêneos resultantes de uma combinação racional de pelo menos dois componentes: um descontínuo como as fibras, primariamente responsável pela resistência aos esforços mecânicos (componente estrutural ou de reforço) e outro contínuo, que forma o meio de transferência dos esforços, como a matriz cimentícia.

Conforme a *American Concrete Institute - ACI 544.1R* (1996), as fibras vegetais têm sido usadas como reforço na produção comercial para a fabricação de produtos de cimento desde meados da década de 1960, inicialmente como um complemento ao amianto e desde

o início da década de 80 como uma única fibra de reforço. Ardanuy; Claramunt; Toledo Filho (2015), Isaia (2007) e Coutts (1992) destacam que o conceito de reforço de fibras vegetais em materiais à base de cimento foi desenvolvido na década de 1970 na Inglaterra, também quando estas fibras foram avaliadas como possíveis substitutas das fibras de amianto.

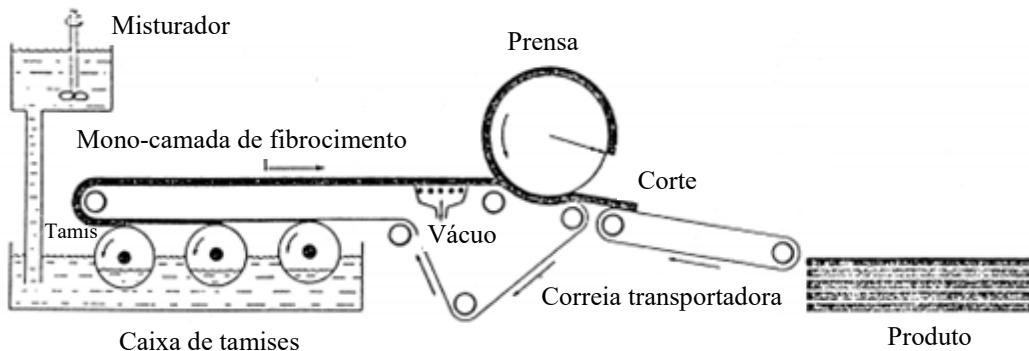
O primeiro experimento com o uso de polpa de madeira como substituto do amianto surgiu na Primeira Guerra Mundial, onde a indústria de fibrocimento norueguesa foi forçada a fabricar chapas de cimento reforçadas com polpa de madeira para uso comercial durante este período, porque não foram capazes de obter seus suprimentos habituais de amianto devido à guerra (ACI 544.1R, 1996). No Brasil, as primeiras pesquisas foram iniciadas pelo Centro de Pesquisa e Desenvolvimento (CEPED), Camaçari/BA, em 1980, utilizando fibras de coco e sisal (SAVASTANO JR., 2000).

Buscando alternativas para reduzir os impactos ambientais e energia de produção, as atenções dos cientistas foram atraídas para o uso de fibras vegetais em compósitos, além de serem materiais obtidos a partir de fontes renováveis e consideradas de menor custo, comparadas às fibras sintéticas. A abundância em diversas regiões do mundo e suas propriedades mecânicas fazem as fibras vegetais uma opção interessante para reforço de matrizes inorgânicas (CORREIA *et al.*, 2018). Produtos cimentícios são notáveis por sua baixa resistência à tração e baixa tenacidade, originando fissuras precoces sob cargas de impacto ou choque térmico, a menos que sejam reforçadas (WEI; MEYER, 2015). Reforços com fibras podem, possivelmente, ser utilizados para diminuir a fragilidade dos materiais cimentícios. Esta combinação confere ao material melhores resistências à compressão e à tração, bem como alta deformabilidade após fissuração da matriz (PACHECO-TORGAL e JALALI, 2011).

O processo *Hatschek*, inventado por Ludwig Hatschek e patenteado em 1900, é utilizado na maioria dos métodos de fabricação de compósitos cimentícios com reforço lignocelulósico na forma de polpa (Figura 3). Trata-se de um processo semi-contínuo, composto por três etapas: formação de folhas, formação de placa e cura (ARDANUY, CLARAMUNT e TOLEDO FILHO, 2015). Savastano Jr. *et al.* (1999) citam que alguns procedimentos específicos são realizados neste processo, como o refinamento preliminar de fibras, compósitos sob alta pressão e vácuo. Tal processo consiste na fibrilação do filamento para conferir-lhe maior ductilidade, tornando mais maleável e com melhor aderência à matriz (ISAIA, 2007). Para fabricação do fibrocimento neste processo o comportamento das fibras

de celulose depende de suas propriedades morfológicas, e mudanças nas fontes da fibra podem acarretar alterações no processo industrial (TONOLI *et al.*, 2009a).

Figura 3: Esquema do processo de *Hatschek*



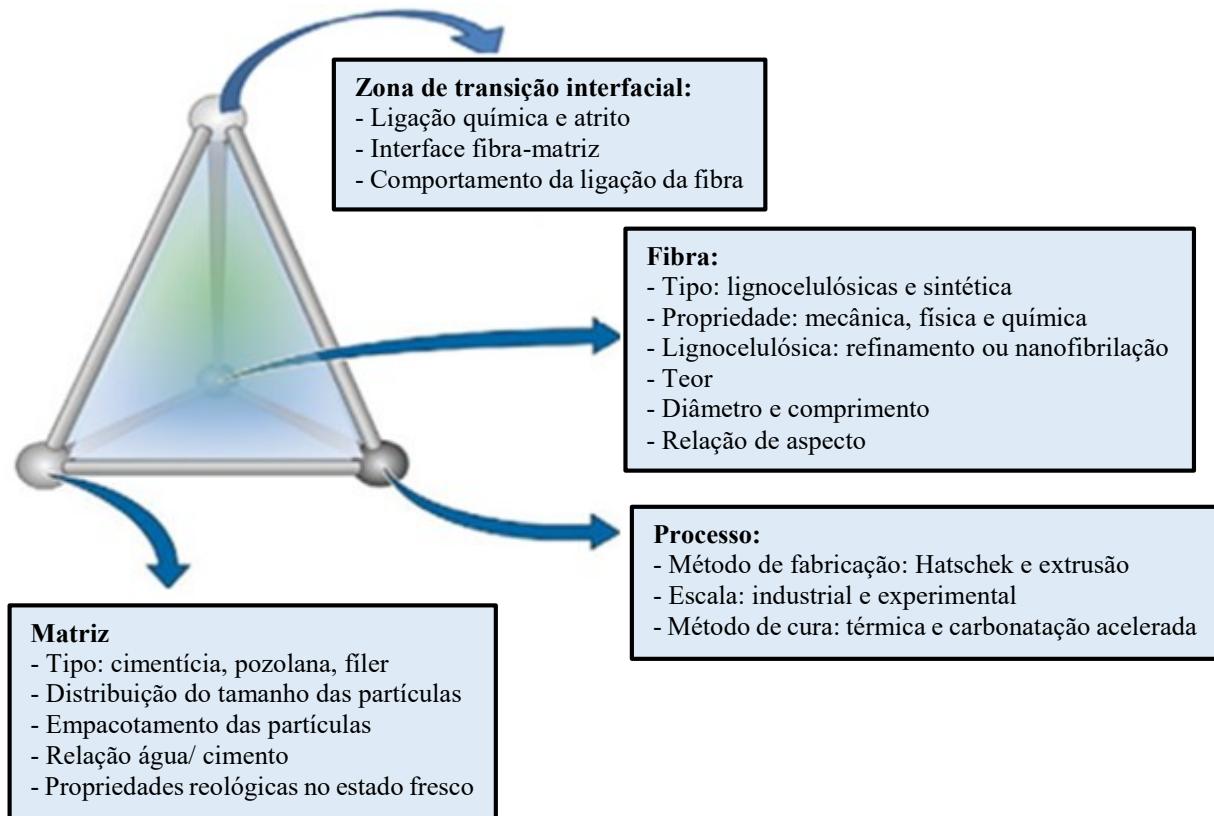
Fonte: Coutts (1992) (traduzido).

2.2.1 Características dos compósitos

Os compósitos reforçados com fibras vegetais possuem baixa densidade, alta deformabilidade, baixa abrasividade aos moldes e equipamentos de mistura, além disso, devido ao reforço, seu baixo custo torna a produção um negócio muito atraente (ISAIA, 2007). Nestes materiais, existe normalmente uma ligação limitada entre as fibras hidrofílicas e matrizes que são normalmente higroscópicas, proporcionando uma fraca interação interfacial e desempenho mecânico, bem como a baixa resistência à umidade que afeta a durabilidade do material ao longo da sua vida útil (PICKERING; EFENDY; LE, 2016).

Atualmente, os fibrocimentos são utilizados principalmente como materiais não estruturais, como por exemplo, revestimentos, telhas de fibrocimento, componentes pré-fabricados, painéis de vedação, dentre outros (ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015). Projetar compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais pode ser considerado uma tarefa complexa, sendo necessário considerar a inter-relação entre a fibra, matriz, interface e método de processamento (Figura 4) (CORREIA *et al.*, 2018).

Figura 4: A inter-relação tetraédrica dos principais constituintes do projeto compósito à base de cimento



Fonte: Correia *et al.* (2018), traduzida.

O desempenho mecânico de um compósito, além das características da matriz e das fibras, depende das propriedades da ligação na interface que permita a descolagem e a retirada da fibra, bem como a transferência de tensão da matriz para as fibras, propiciando ao material um comportamento com alta tenacidade (ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015). Uma redução da porosidade e da concentração de hidróxido de cálcio ou portlandita ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) nas proximidades da fibra são fatores essenciais para uma boa aderência entre fibra e matrizes na zona de transição, sendo que para matrizes frágeis reforçados com fibras de baixo módulo de elasticidade, o efeito de arrancamento prevalece sobre a ruptura da fibra, sendo assim, a aderência tem grande influência sobre a tenacidade no compósito (SAVASTANO JR., 2000). As fibras naturais apresentam alta resistência à tração e possuem baixo módulo de elasticidade (PACHECO-TORGAL e JALALI, 2011).

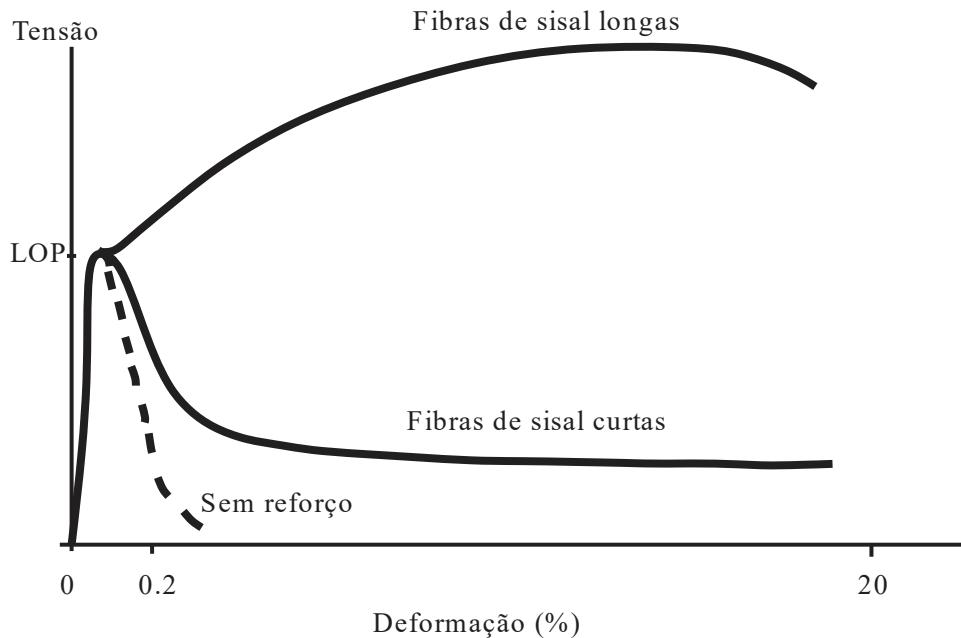
Dentre os materiais cerâmicos existem os cimentos. As principais propriedades encontradas neste material são: bom isolamento térmico e elétrico; resistência à altas temperaturas e ambientes corrosivos; dureza e fragilidade (CALLISTER, 2008).

O clínquer do cimento Portland é uma mistura de compostos, principalmente de silicatos tricálcico (alita) e dicálcico (belita); aluminato tricálcico e ferroaluminato tetracálcico (ferrita). Quando misturados à água tornam-se produtos de hidratação por um processo exotérmico e sua quantidade de calor liberado depende da sua composição (MEHTA; MONTEIRO, 1994). O cimento é considerado o principal material de ligação do concreto e sua produção foi estimada no Brasil em 2018 em aproximadamente dezessete milhões de toneladas (SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DE CIMENTO, 2018). A fabricação de cimento para construção consome grandes quantidades de matérias-primas (calcário e argila) e representa cerca de 5,0 a 7,0% de todo o CO₂ emitido para a atmosfera (FRÍAS-ROJAS *et al.*, 2017).

2.2.2 *Propriedades das fibras em compósitos*

A principal vantagem do reforço de fibra vegetal, conforme Ardanuy, Claramunt e Toledo Filho (2015), é o comportamento do compósito após o início da fissuração. À medida que as fibras ajudam a unir a fissura e transferir a carga por meio da fissura, são obtidos compósitos cimentícios reforçados com celulose de alta tenacidade. Como tal, o reforço com fibra limitará que a fissura não abra completamente para aliviar a tensão na amostra. Em compósitos reforçados com fibras esta transferência de esforços pode ser observada em curvas do gráfico tensão *versus* deformação, onde a matriz contribui inicialmente na região elástica até as primeiras fissuras e, posteriormente, o reforço permite um comportamento mais dúctil no compósito (BALLESTEROS *et al.*, 2015). Um exemplo de curvas típicas (Figura 5), apresentado por Gram (1984), foram atribuídas a concretos com e sem reforço de fibras de sisal, sendo relacionado também ao comprimento destas fibras. Os concretos sem o reforço apresentaram menor transferência de carga por meio das fissuras, pois quanto menor a área dentro das curvas, menor é o valor da tenacidade dos compósitos. Verificou-se que os compósitos com fibras longas e curtas apresentaram, respectivamente, curvas com *strain hardening* e *strain softening* após o início da fissuração da matriz (LOP - Limite de proporcionalidade).

Figura 5: Esquema de curvas de tensão *versus* deformação para elementos de concretos com e sem reforço de fibras de sisal



Em que: LOP é o limite de proporcionalidade.

Fonte: Gram (1983) (adaptado, traduzido).

A tenacidade (energia específica) é uma propriedade que mostra a vantagem das fibras no estágio pós-fissurado (TOLEDO FILHO *et al.*, 2000). Ela corresponde à energia total absorvida dividida pela área transversal da fratura. Savastano Jr. *et al.* (1999) apresentaram compósitos cimentícios a base de escória de alto forno reforçados com polpa celulósica de eucalipto, sendo adquirido uma tenacidade de 141 J/m², valor bem superior a amostra de controle sem fibras que foi de 56-75 J/m². Além disso, com o aumento da ligação fibra-matriz, a resistência à tração elástica aumentou.

A interação dos três constituintes poliméricos principais - celulose, hemiceluloses e lignina - define as propriedades das fibras vegetais a nível molecular (MOTTA, 2006). Um dos problemas enfrentados pelas fibras naturais é sua degradação em ambientes alcalinos, na qual dissolve as fases amorfas (lignina e hemiceluloses) e celulose, e reduz o grau de polimerização na matriz, enfraquecendo assim a estrutura da fibra (WEI; MEYER, 2015; BALLESTEROS *et al.*, 2015; GRAM, 1983). Em Toledo Filho *et al.* (2000), argamassas reforçadas com fibras de sisal e coco imersas em uma solução de hidróxido de cálcio perderam a resistência e ductilidade, descolando-se facilmente da matriz após 300 dias.

Algumas pesquisas avaliam o efeito das fibras vegetais no comportamento da hidratação do cimento. Conforme Pacheco-Torgal e Jalali (2011), a pectina pode se fixar no cálcio evitando a formação de estruturas de silicato de cálcio hidratado.

Ardanuy *et al.* (2011) avaliaram a influência das fibras vegetais sobre o calor de hidratação do cimento nas primeiras 48 horas, e constataram que este varia dependendo da natureza e pureza das fibras misturadas. Em comparação a compósitos sem reforço, utilizando fibras de bambu com altos níveis de impurezas de compostos orgânicos como amidos, ceras, entre outros, houve uma redução no calor de hidratação dos aluminatos (aluminato tricálcico) em 32% e silicatos (alita e belita) em 21%, na matriz cimentícia. No entanto, quando são utilizadas polpas *kraft* de *pinus* e fibras de algodão, com maior teor de celulose e menos impurezas, ocorreu um aumento no calor de hidratação nos aluminatos (8%) e silicatos (12%).

Em Jongvisuttisun, Negrello e Kurtis (2013), a adição de polpas de eucalipto em pasta de cimento não afetou muito a velocidade de hidratação do cimento, uma vez que a umidade absorvida pelas fibras foi levada em consideração. Embora os derivados de lignina, como o lignosulfonato, possam retardar a reação de hidratação das fases de silicato de cálcio, o uso de fibras contendo alta quantidade de lignina não prolongou o tempo de endurecimento.

Outro desafio da utilização do reforço com fibras vegetais em matrizes cimentícias está relacionado a variações dimensionais por sua higroscopidade, que causam a falta de aderência entre a matriz e as fibras.

2.2.2.1 Absorção de umidade nas fibras em compósitos cimentícios

A composição química da polpa - celulose, hemiceluloses e lignina - afetam a capacidade da fibra de atrair e ligar as moléculas polares a água (JONGVISUTTISUN; NEGRELLO; KURTIS, 2013). A absorção de umidade das fibras naturais deve ser controlada, pois a natureza polar e hidrofílica das fibras vegetais aumenta a absorção de água que, além de facilitar o ataque alcalino pela água contida nos poros da matriz cimentícia, também causa sua instabilidade dimensional. Outra influência é a relação água/cimento (a/c) na mistura do compósito, que em valores mais altos aumenta a porosidade na zona de transição e/ou acumulação de cristais de portlandita, que dissolvem as hemiceluloses e lignina (AGOPYAN *et al.*, 2005; SAVASTANO JR.; AGOPYAN, 1999). Uma zona de

transição entre a pasta e a fibra vegetal compreende uma região com espessura de 10 a 100 μm (SAVASTANO JR. *et al.*, 2009).

Em Savastano Jr., Warden e Coutts (2005), utilizando fibras de sisal, verificou-se defeitos (poros) na interface fibra-matriz foram provocados por tensões durante as mudanças volumétricas em compósitos expostos ao intemperismo. Nas variações de umidade, tanto as matrizes como as fibras apresentam variações dimensionais diferentes, com consequente aumento na degradação do compósito (CALDAS e SILVA; SAVASTANO JR.; JOHN, 2009). As fibras se expandem com o aumento do teor de umidade e encolhem após sua perda em ambiente mais seco, abaixo do seu ponto de saturação (MOHR; NANKO; KURTIS, 2005a; MOTTA, 2006). A retração das fibras causa o descolamento e reduz sua aderência nas pastas de cimento, contribuindo para uma baixa tenacidade e menor ductilidade (BALLESTEROS *et al.*, 2015, SAVASTANO JR.; AGOPYAN, 1999).

Diminuições na trabalhabilidade dos compósitos reforçados com fibras vegetais são observados devido à hidrofilicidade das fibras, visto que os principais fatores que influenciam neste grau de perda são a proporção de fibras e a fração de volume em misturas. A fim de reduzir alguns componentes químicos hidrofílicos das fibras utiliza-se alguns pré-tratamentos nas fibras e até mesmo a molhagem das fibras antes da mistura (ONUAGULUCHI; BANTHIA, 2016). Em relação à matriz, geralmente, na busca para garantir maior trabalhabilidade na moldagem é colocada maior quantidade de água do que a necessária, causando aumento de porosidade da matriz.

Nas polpas, a água pode ser retida no lúmen ou na parede celular da fibra. A quantidade máxima de água livre que pode ser retida no lúmen pode estar relacionada ao tamanho do lúmen e a sua estrutura, que por sua vez é relacionada com o tipo de madeira e o processamento da fibra, tal como formação da pasta, tipo de secagem e refino (JONGVISUTTISUN; NEGRELLO; KURTIS, 2013). A junção dos fatores como o diâmetro do lúmen, poros da parede celular e presença do grupo hidroxila torna as fibras vegetais suscetíveis à instabilidade dimensional induzida pela absorção de umidade (ONUAGULUCHI; BANTHIA, 2016). Segundo Lepage (1986), a absorção de água pela celulose depende, aproximadamente, do número de hidroxilos nela existente. A presença da água nas fibras quebra as interações secundárias entre as macromoléculas de celulose e é adsorvida na fibra por ligações de hidrogênio, causando assim um inchaço das fibras (WAN; WANG; XIAO, 2010).

Jongvisuttisun, Negrello e Kurtis (2013) descrevem que a água é retida (absorvida) por capilaridade no interior do lúmen, e quanto mais fina é a parede celular, maior é a retenção de água da fibra. Além disso, o aumento do teor de água difícil de remover durante a secagem está relacionado com a maior espessura das paredes celular, menor diâmetro do lúmen (maior tensão capilar) e maior quantidade de lignina (parede celular mais densa, menos poros).

Conforme Tonoli *et al.* (2009b), o intemperismo a qual o compósito é exposto induz à absorção e a liberação de água do compósito, possibilitando uma instabilidade volumétrica da matriz cimentícia e da parede celular das fibras de celulose hidrofílica. A questão da permeabilidade também influi na degradação do compósito, sendo que ela diminui dependendo da capacidade da absorção de água da fibra. Segundo Neville (1997) e Tonoli *et al.* (2011), a permeabilidade pode ser associada à resistência à penetração de agentes agressivos e também às propriedades da microestrutura, como por exemplo, do empacotamento das partículas e interconectividade dos poros permeáveis.

Uma fibra de madeira, seja molhada ou seca, apresenta aproximadamente a mesma resistência à tração, mas sua rigidez é cerca de dez vezes maior quando seca, segundo Coutts e Kightly (1984). Fibras secas são mantidas unidas por um grande número de ligações de hidrogênio e quando submetidas à deformação, a tensão é transferida da matriz para as fibras através das ligações interfaciais, ao contrário de fibras saturadas, onde se permite que as fibras se movam em relação à matriz. No entanto, nas fibras saturadas devido à pressão de inchamento e à alta aglomeração de fibras deformadas, consideráveis forças de atrito são desenvolvidas até a sua ruptura à tração (COUTTS; KIGHTLY, 1984).

Os polímeros amorfos das fibras são substâncias termoplásticas higroscópicas, então, são afetados pela umidade e temperatura, que consequentemente afeta as propriedades mecânicas das fibras (COUTTS, 1992). Embora as hemiceluloses sejam os constituintes mais hidrofílicos das fibras de madeira, as variações em seu teor podem resultar em efeitos divergentes. Por um lado, devido à sua estrutura aberta que contém muitos grupos hidroxila e acetila, as hemiceluloses podem ligar quantidades relativamente grandes de água, sendo esperada elevada absorção em fibras com alto teor de hemiceluloses. Por outro lado, a remoção das hemiceluloses resulta em maior porosidade da parede celular das fibras, aumentando a quantidade de mesoporos e macroporos, e contribuindo com o aumento da absorção de água (JONGVISUTTISUN; NEGRELLO; KURTIS, 2013).

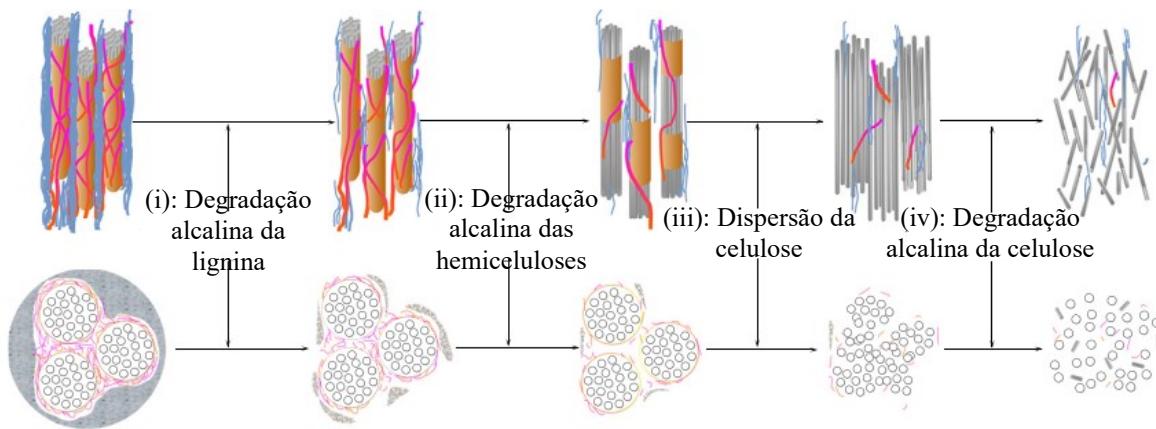
Em Wan, Wang e Xiao (2010) foi analisado polpas *kraft* de eucalipto com diferentes teores de hemiceluloses. Quando o teor de hemiceluloses diminuíram de 27,62% para 19,80%, o diâmetro médio dos poros diminuiu em 12,53%, devido à maior compactação das estruturas fibrilares. No entanto, quando o conteúdo de hemiceluloses diminuiu de 19,80% para 9,09%, o diâmetro médio dos poros aumentou 13,55%, porque mais poros foram produzidos depois que os poros menores foram conectados, e o grau de fechamento dos poros superou o aumento dos poros quando o conteúdo de hemiceluloses diminuiu.

2.2.3 *Alcalinidade da matriz cimentícia*

O processo de degradação nos compósitos de fibrocimento é provocado pela decomposição alcalina ($\text{pH} > 12$) e mineralização do reforço, principalmente quando exposto à ambientes úmidos, resultando em perdas de resistência do compósito e uma redução da adesão fibra-matriz após início da fissuração (MÁRMOL; SAVASTANO JR., 2017; TOLEDO FILHO *et al.*, 2000). O pH elevado na matriz cimentícia deve-se à água nos poros que são ricos em álcalis e quebram ligações químicas (CALDAS e SILVA; SAVASTANO JR.; JOHN, 2009). Segundo Toledo Filho *et al.* (2000), quando as fibras são inseridas em soluções alcalinas, a presença de um ambiente rico em cálcio (Ca^{2+}) durante as fases de hidratação causa a degradação das fibras.

Em Wei e Meyer (2015) foram propostas quatro etapas para a degradação de fibras naturais em uma matriz cimentícia, proporcionada pela alta alcalinidade da fase sólida do cimento e da solução de poros: (i) degradação de lignina e parte das hemiceluloses levando à exposição de holocelulose (celulose e hemiceluloses); (ii) degradação das hemiceluloses causando a diminuição da integridade e estabilidade da parede celular; (iii) após degradação da lignina, hemiceluloses e da ligação de hidrogênio intramolecular, não existe ligação entre as microfibrilas, assim as fibras de celulose se dispersam nos poros da matriz, acelerando o processo de degradação da celulose; (iv) falha nas microfibrilas da celulose causada pela hidrólise alcalina das regiões amorfas, e como resultado, completa degradação da fibra celulósica. Estas etapas estão apresentadas na Figura 6. À medida que a degradação avança, os produtos de hidratação, especialmente a portlandita, gradualmente penetram na parede celular, levando a mineralização e fragilização da fibra natural.

Figura 6: Esquema do processo de degradação alcalina da fibra natural em matrizes cimentícias



Fonte: Wei e Meyer (2015).

A mineralização, segundo Toledo Filho *et al.* (2009), consiste da migração de produtos de hidratação do cimento Portland para as cavidades centrais (lúmens), paredes e vazios das fibras, causando assim o enfraquecimento da fibra. De acordo com Wei e Meyer (2015), além deste conceito denominado de mineralização de portlandita, que indica o teor deste na matriz e concentração de íons Ca^{2+} na solução dos poros, existe outro mecanismo da mineralização, conhecido como auto-mineralização. Esta demonstra a taxa de hidrólise dos componentes amorfos das fibras.

Tanto a mineralização quanto a hidrólise alcalina de materiais não celulósicos nas fibras causam o aumento da rigidez e da fragilidade. A saída das hemiceluloses e lignina na fibra natural e, consequentemente um aumento da cristalinidade, por um lado aumentam o espaço interfibrilar e dispersam as fibrilas, e por outro, protegem o principal componente estrutural das fibras do ataque alcalino, a celulose. Sem os materiais não celulósicos como revestimento protetor, as cadeias de celulose encontram diretamente na solução do poro com alta alcalinidade, sendo sujeito a deterioração (WEI; MEYER, 2015).

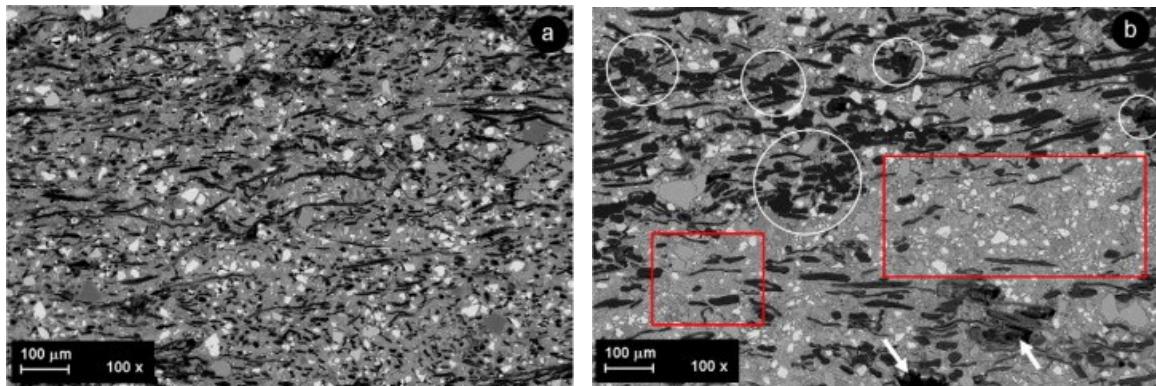
Desta forma, a decomposição das fibras vegetais em ambientes alcalinos podem ocorrer por: (a) mecanismo de *peeling-off* (descolamento) que ocorre nas extremidades da cadeia molecular; (b) hidrólise alcalina que provoca a quebra (fragmentação) da cadeia molecular, diminuindo o grau de polimerização e aumentando o número de extremidades disponíveis para reagir com a OH^- ; (c) células das fibras que se encheram com produtos de hidratação do cimento, o que leva à perda de ductilidade das fibras (TONOLI *et al.*, 2011; ISAIA, 2007; GRAM, 1983).

2.2.4 Utilização de polpas de eucalipto como reforço em compósitos

Comparando com as macrofibras, o uso da polpa como reforço apresenta vantagem de possuir maior rugosidade superficial, o que aumenta a capacidade de adesão entre a fibra e a matriz (CORREIA *et al.*, 2018). Seguindo a comparação, o uso de polpas celulósicas em painéis facilita sua distribuição bidimensional e homogeneização na matriz, melhorando a ligação fibra-matriz e, consequentemente, a eficiência do reforço (MÁRMOL; SAVASTANO JR., 2017; KARADE, 2010). Entretanto, Roma Jr., Martello e Savastano Jr. (2008) destacam que fibras muito curtas como de eucalipto elevam o teor de umidade na matriz.

O comprimento da fibra é um fator importante que influencia nas propriedades mecânicas dos compósitos, sendo que a carga elástica é transferida para uma fibra a partir da matriz através do cisalhamento na interface fibra-matriz (PICKERING; EFENDY; LE, 2016). Caso exista grande região matricial sem reforço de fibras ou alta aglomeração de fibras, normalmente o início de uma fissura requer menos energia e avança, sendo mais pronunciada, como por exemplo, na fragilização progressiva da matriz cimentícia ao longo de seu envelhecimento (TONOLI *et al.*, 2010a).

Em Tonoli *et al.* (2010a) um melhor desempenho mecânico das polpas de eucalipto após 200 ciclos de envelhecimento foi observado em comparação às polpas de *pinus*. A explicação aponta para uma melhor distribuição das partículas vegetais na matriz cimentícia e um maior número de fibra a ser retirada da matriz, contribuindo para maior energia de atrito e maior tenacidade. Na Figura 7 está apresentada a distribuição das polpas a partir da micrografia (MEV - microscopia eletrônica de varredura) dos compósitos reforçados com eucalipto e *pinus*. Nesta imagem, os círculos são aglomerados de fibras ou concentração local de fibras, o quadrado/retângulo são áreas livres de fibras e as setas indicam pontos de aprisionamento de ar ocasionados pelas fibras. Savastano Jr., Warden e Coutts (2005) destacaram a vantagem das polpas de eucalipto em gerar uma melhor distribuição na matriz em comparação com as polpas *kraft* de sisal.

Figura 7: Micrografias de compósitos reforçados com: (a) polpa de eucalipto; (b) polpa de *pinus*

Em que: círculos representam uma aglomeração ou concentração local de fibras; setas indicam poros formados pelo aprisionamento de ar; quadrado/retângulo representa áreas sem fibras.

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

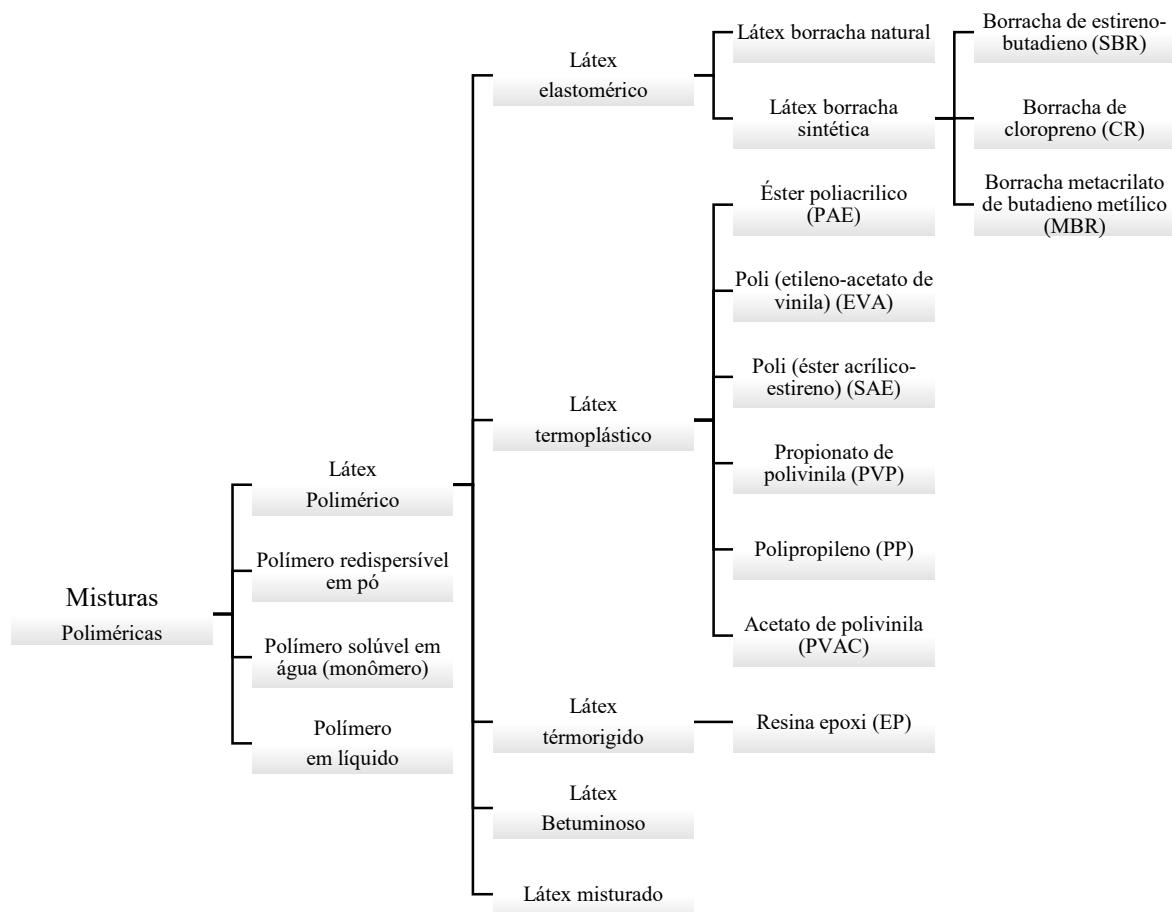
Propriedades mecânicas não foram influenciadas para diferentes teores de reforço de polpa em compósitos cimentícios de acordo com Khorami e Ganjian (2011). Embora a polpa da fibra de eucalipto tenha maior tensão de flexão comparado com a amostra sem reforço, a variação de sua quantidade na mistura em 2 ou 4% de fibras não tiveram efeito importante e foi baixa em comparação aos outros tipos de fibras (trigo, bagaço de cana). O motivo pode ser atribuído à baixa razão de aspecto (relação entre comprimento e diâmetro) de 2,3 dessas fibras, ou seja, a pequena quantidade de área superficial lateral do eucalipto afetou a ligação dentro do cimento e das fibras. Em relação ao seu comportamento, a polpa teve um descolamento que ocorreu de forma rápida e repentina, contribuindo para que essas amostras apresentassem baixa ductilidade e tenacidade.

Entretanto em Savastano Jr., Warden e Coutts (2000), o módulo de elasticidade dos compósitos caíram continuamente proporcionado pela presença de fibras (12%), com valores na faixa de 7,0 a 8,2 GPa aos 28 dias. Os compósitos foram reforçados com polpas *kraft* de sisal, banana, eucalipto ou *pinus*. Na pasta de cimento não reforçada, verificou-se o maior módulo de elasticidade aos 28 dias (24 GPa) e aumento da resistência à compressão, associado à redução da porosidade do material. O tempo de cura de 28 ou 42 dias nas amostras de sisal e *pinus* tiveram alterações pouco significativas nos valores da tenacidade e módulo de elasticidade, visto que este último variou de 0,19 a 1,5 MPa. A proporção que o conteúdo destas polpas aumentava até 12%, a densidade diminuía e a absorção aumentava.

2.3 Utilização de látex polimérico em materiais cimentícios

O látex polimérico consiste em partículas muito pequenas, de 0,05 a 5,0 μm de diâmetro, produzidos normalmente por polimerização em emulsão, exceto o látex de borracha natural e o látex epoxídico. O látex de borracha natural é extraído de troncos de seringueiras (*Hevea brasiliensis*), e depois concentrado para obter os sólidos totais adequados. Na Figura 8 está apresentada a classificação dos principais tipos de látex poliméricos. Segundo Nakanishi *et al.* (2018), o látex de borracha natural é utilizado em diversos materiais após seu processamento industrial, como luvas de saúde, filmes e membranas de látex, argamassas e concreto para uso em engenharia civil. O látex de borracha natural consiste principalmente em dois componentes, o polímero *cis-poliispreno* e água. (VO; PLANK, 2018).

Figura 8: Classificação das misturas poliméricas



Fonte: Ohama (1998) (traduzido e adaptado).

A utilização de látex polimérico numa mistura em matrizes cimentícias pode melhorar as propriedades fisico-mecânicas do compósito nos estados fresco e endurecido, como estabilidade química aos íons Ca^{2+} e Al^{3+} , trabalhabilidade, estabilidade mecânica ao cisalhamento, resistência à flexão e à tração das misturas, estabilidade térmica, deformabilidade, aderência aos produtos de hidratação, impermeabilidade, retenção de água e durabilidade (LI; WANG; LU, 2018; OHAMA, 1998); causar diminuição de algumas propriedades, como absorção de água, profundidade de carbonatação, penetração de íons cloreto e deformação por fluência (BRANDT, 2009). Dentre outras características, os polímeros têm a propriedade de dispersar suas partículas sobre outras menores, preenchendo os espaços vazios da estrutura do material (STANCATO; BURKE; BERALDO, 2005).

De acordo com OHAMA (1998), a formação da argamassa ou concreto modificados com látex polimérico depende tanto da hidratação do cimento quanto da formação do filme polimérico na sua fase aglutinante. Alguns fatores acontecem:

- O cimento hidratado é envolvido por filmes ou membrana polimérica;
- As microfissuras em argamassa e concretos modificados com látex são costuradas pelos filmes de polímero ou membranas formadas, que impedem a propagação da fissura e desenvolvimento de uma forte ligação hidrato-agregado;
- O excesso de polímeros causa descontinuidade da estrutura da rede monolítica formada, cuja força é então reduzida.

Sakai e Sugita (1995) apresentaram um modelo de concreto modificado com látex. Quando uma emulsão ou pó de polímero é misturado ao cimento, uma camada densa esférica de polímeros é observada entre as partículas do cimento e dos produtos hidratados. Na interface com os agregados, uma camada interfacial do compósito polímero-hidrato também foi observada.

Em estudos anteriores de Kong *et al.* (2015), foi proposto dois mecanismos de retardamento causado pelo látex polimérico de estireno e acrilato na hidratação do cimento. (a) retardamento químico, relacionado ao grupo $\text{R}-\text{COO}^-$ com os íons cálcio, pelo qual a concentração de íons cálcio livres em fase aquosa da pasta de cimento hidratada é reduzida, e assim, o período de indução é prolongado; 2) retardo físico, que está principalmente relacionada com a camada de cobertura na superfície do cimento hidratada devido à adsorção de partículas de polímero. A adsorção das partículas de polímero aniónico na superfície do cimento é impulsionada pela interação eletrostática entre as partículas e a superfície do cimento. A taxa e a quantidade de adsorção são altamente dependentes das cargas das

partículas de polímero. Polímero mais carregado apresenta mais rápida e maior adsorção do que o polímero menos carregado.

Kong *et al.* (2016) avaliaram em pastas de cimento, dois tipos de látex de copolímeros de estireno e acrilato, com carga superficial variada de partículas de polímero para investigar seus impactos na evolução de cada fase mineral durante a hidratação num período inicial de 50 horas. Ambas as partículas dos polímeros são negativamente carregadas atribuídas ao emulsionante aniónico e ao iniciador de persulfato usado na síntese. Comparado a pasta pura, as pastas contendo látex tiveram pico de hidratação retardado e reduzido. Houve redução da dissolução da alita (silicato tricálcico) e da formação de silicato de cálcio hidratado, e também retardamento da dissolução do aluminato tricálcico, anidrita e gipsita, e consequentemente, a redução da formação da etringita. Os polímeros mais carregados mostram um maior retardo, principalmente na reação dos aluminatos devido à afinidade eletrostática. A quantificação da fase de portlandita nas pastas de cimento hidratada não foi possível devido à orientação dos cristais de portlandita na faixa superficial das amostras da pasta de cimento.

Uma boa sinergia foi encontrada por meio da análise em concreto do efeito do látex de borracha de estireno-butadieno (SBR - *styrene-butadiene rubber*) e de microssílica, em Rossignolo (2009). Os resultados apresentaram que a microssílica ou o látex provocaram uma redução significativa na espessura da zona de transição interfacial, além de diminuir a proporção de portlandita naquela região, em comparação com o concreto de referência. Nos concretos modificados com polímeros a redução na quantidade de portlandita pode ser associada às reações do grupo carboxílico das partículas de copolímero com íons Ca^{2+} liberados durante o processo de hidratação do cimento, reduzindo assim a disponibilidade de Ca^{2+} na formação de portlandita. A microssílica contribuiu com efeito pozolânico e diminuição da permeabilidade no concreto. Silva, Roman e Gleize (2002) definiram que o látex EVA diminuiu a quantidade de portlandita em uma pasta de cimento hidratada devido ao consumo de íons Ca^{2+} pelo polímero.

Conforme Afrid *et al.* (1989), em contato com a matriz cimentícia modificada com látex SBR ou EVA (etileno-acetato de vinila - *ethylene-vinyl acetate*), a formação de portlandita foi reduzida devido sua absorção nos filmes poliméricos, sendo que está relacionado com a relação polímero/cimento, do tipo de polímero, ou ambos.

Vo e Plank (2018) concluíram que, em ensaios mecânicos de 3, 7 e 14 dias, a resistência à compressão da argamassa sem látex foi maior que a dos corpos de prova

modificados com teor de 2% de látex natural ou EVA. De outro modo, a resistência à tração da argamassa de referência foi menor que a resistência das argamassas modificadas com látex. Este efeito na tração deve-se aos filmes poliméricos dentro da matriz cimentícia, que interconectam com os hidratos de cimento e preenchem o espaço dos poros.

A presença de emulsão acrílica e emulsão epóxi, em Aggarwal, Thapliyal e Karade (2007), aumentou a trabalhabilidade, sendo reduzido a porosidade, a carbonatação e a penetração de íons de cloreto, além de proporcionar um aumento na resistência à compressão e flexão. A emulsão epóxi apresentou propriedades mecânicas e físicas ligeiramente superiores à emulsão acrílica. Semelhante ao látex natural, a emulsão epóxi não desestabiliza sob ambiente úmido e alcalino, mas a argamassa à base de acrílico pode. As argamassas modificadas possuem maiores resistências ao impacto comparadas às convencionais, sendo que, com látex elastomérico tende a ser superior às com látex plastomérico (OHAMA, 1998).

Rao *et al.* (2013) apresentaram um concreto de alto desempenho reforçado com fibra de aço, látex de borracha natural e adição de metacaulim. Foi verificado a durabilidade do material por meio do teste de permeabilidade de íon de cloreto. Observou-se uma redução da permeabilidade com o aumento da percentagem de látex até 0,5%, com progressivo aumento até um teor de 0,75%. Salienta-se que o aumento da permeabilidade diminui o desempenho a durabilidade devido ao transporte de substâncias agressivas do meio ambiente seguido de ações físicas e químicas em sua estrutura interna.

Diab, Elmoaty e Eldin (2017) utilizaram látex sintético a base de SBR num concreto de alto desempenho, em teores de 5 e 10% em relação à massa de cimento. Os resultados mostraram que o uso de látex neste concreto aumentou a resistência de cisalhamento, com pouco aumento na amostra com 5% de látex, enquanto a adição de 10% de látex teve efeito perceptível. O efeito do látex foi mais evidenciado aos 28 dias em relação aos 7 dias. Conforme Sudin e Swamy (2006) e Aggarwal, Thapliyal e Karade (2007), a presença do látex diminui a taxa de hidratação do cimento. Além disso, nestas misturas existem maior retenção de água devido à formação do filme polimérico (OHAMA, 1998).

Stancato, Burke e Beraldo (2005) apresentaram a adição de SBR à pasta cimentícia que melhorou as propriedades físico-mecânicas do compósito nos estados fresco e endurecido à base de resíduos vegetais quimicamente tratadas da madeira de *pinus*. Este, em comparação com às propriedades do material sem látex, foi eficiente a partir da adição de 3%, enquanto o melhor desempenho correspondeu à adição em massa de 5% de SBR, apresentando a maior trabalhabilidade e resistência à compressão, redução na

permeabilidade e porosidade. Em todos os compósitos a utilização de SBR produziu um acréscimo na resistência à tração devido à ponte entre as microfissuras e o filme polimérico, impedindo a propagação das fissuras.

2.4 Durabilidade de fibras lignocelulósicas em compósitos cimentícios

Nos compósitos, a degradação pode acontecer tanto na matriz quanto no reforço, ou nos dois ao mesmo tempo. Muitas variáveis são responsáveis para determinação deste efeito em matrizes cimentícias, como a capacidade de resistir a ambientes externos (temperatura, radiação solar, poluição, presença de microrganismos, cargas, ataque de sulfato ou cloreto) e danos internos (compatibilidade entre fibras e a matriz cimentícia, mudanças volumétricas, etc.), entre outros (PACHECO-TORGAL; JALALI, 2011). As fibras vegetais podem sofrer degradação, pois possuem baixa resistência à soluções alcalinas e ao intemperismo, limitando sua utilização bem-sucedida como reforço em compósitos à base de cimento (ONUAGULUCHI; BANTHIA, 2016). Em meio à radiação ultravioleta, inicialmente a degradação ocorre na lignina, responsável pela mudança de cor da fibra (RODRIGUES, 2007).

A velocidade da degradação depende da temperatura ambiente, da intensidade de migração da água alcalina do poro até as fibras e dos produtos de decomposição. O movimento da água pode ser provocado não só pelo ciclo de molhagem e secagem do compósito, como também pelas variações de temperatura ou da umidade relativa do ambiente (ISAIA, 2007).

A durabilidade pode ser avaliada por meio de ensaios de envelhecimento natural e acelerado. Nos ensaios de envelhecimento natural, o compósito é exposto em condições próximo a condição real do material, contudo não existe o controle da intensidade dos fatores, uma vez que o clima é bastante variável (CALDAS e SILVA; SAVASTANO JR.; JOHN, 2009). O envelhecimento acelerado busca, por meio de ciclos de umedecimento e secagem, simular o comportamento do material ao longo da sua vida útil (RODRIGUES, 2007; MÁRMOL; SAVASTANO JR., 2017). Durante o envelhecimento, a deposição ou precipitação secundária dos produtos de hidratação do cimento leva à diminuição da ductilidade dos compósitos (MOHR; NANKO; KURTIS, 2005a).

A extensão do ataque e, consequentemente, da perda de durabilidade dependem principalmente do tipo de fibra, composição da matriz cimentícia, porosidade da matriz e do

ambiente de envelhecimento (TOLEDO FILHO *et al.*, 2000). Segundo Agopyan *et al.* (2005), o módulo de ruptura e a tenacidade são ferramentas excelentes para medir a degradação da matriz, sendo obtidos por meio do ensaio de flexão após o envelhecimento.

A durabilidade é influenciada pela redução da portlandita e da estabilidade do conteúdo alcalino. Segundo Mohr, Biernacki e Kurtis (2007), reduzindo a disponibilidade de íons Ca^{2+} e lixiviação alcalina, a tendência à precipitação secundária da etringita e portlandita é minimizada ou evitada, em favor da formação de produtos como silicato de cálcio hidratado suplementar e o aluminato de cálcio hidratado.

Agora, se tratando da água na mistura do compósito, sabendo que a relação estequiométrica água/cimento seja de cerca de 0,23, torna-se necessário adicionar mais água para adquirir trabalhabilidade na mistura dos componentes e, se não bem dosado, este excesso leva a um aumento da porosidade na matriz e, consequentemente, uma perda de durabilidade. Redes de poros conectados permitem elevar a permeabilidade, contribuindo para o acesso de água que pode conter diferentes substâncias dissolvidas nocivas (saís de cloreto ou sulfato, e ácidos) ou gases do exterior para o interior do material de cimento (ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015).

Conforme Roma Jr., Martello e Savastano Jr. (2008), a exposição de telhas cimentícias reforçadas com polpas *kraft* de celulose de sisal (3%) e eucalipto (5%) em clima tropical causou uma redução severa nas propriedades mecânicas dos compósitos. Utilizou-se o cimento Portland composto do tipo CPII Z-32, escória de alto forno moída e microssílica. Depois de aproximadamente quatro meses sob intemperismo externo, a tenacidade do fibrocimento envelhecido caiu entre 53 e 68% da tenacidade inicial comparado com os não envelhecidos. Este comportamento pode ser atribuído ao aumento de alguns fatores: porosidade, absorção de água, mineralização das fibras e microfissuras progressivas da matriz cimentícia. Por fim, a degradação foi mais intensa no compósito de sisal, mas mesmo assim, com tenacidade superior às outras amostras. Em relação ao desempenho térmico, observou-se que as telhas reforçadas com fibra vegetal são aceitáveis como substitutos de telhas de amianto.

Assim, Mohr, Biernacki e Kurtis (2007) descrevem dois caminhos que podem ser explorados para a mitigação da degradação do composto de fibrocimento: (1) modificações nas fibras e (2) modificações na matriz.

2.4.1 Modificação de fibras lignocelulósicas para uso em compósitos cimentícios

O tratamento ou a modificação das fibras é uma estratégia que deve ser realizada para aumentar a durabilidade antes do contato com a matriz. Consiste na modificação física ou química das fibras com objetivo de otimizar a adesão entre matriz e fibras, tornando menos sensíveis à composição da matriz e da umidade do ambiente (ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015).

Experimentos com modificação de fibras são normalmente realizados para minimizar a descolagem das fibras, e/ou a migração de água em torno e por meio das fibras durante ciclos de envelhecimento (MOHR; BIERNACKI; KURTIS, 2007). São inclusos testes como impregnação, tratamentos termomecânicos e refinamento das fibras.

A lignina possui alta solubilidade em meio alcalino e sua remoção é uma parte essencial do processo de polpação (AGOPYAN *et al.*, 2005). Segundo Onuaguluchi e Banthia (2016), o processo de branqueamento de polpas celulósica remove além da lignina residual, os extractivos da parede celular da fibra, melhorando assim o brilho das polpas de fibras. Como desvantagem, o branqueamento torna o compósito de cimento menos dúctil e são susceptíveis a mineralização acelerada devido ao aumento da migração da portlandita por meio da parede celular. De acordo com Mohr, Nanko e Kurtis (2005a), a perda de resistência e tenacidade com o aumento do número de ciclos foi mais lenta (não evitada) para compósitos de fibrocimento *pinus* não-branqueados em comparação com compósitos de fibra branqueada.

Para compósitos reforçados com *pinus* não branqueados em Mármol e Savastano Jr. (2017) após 200 ciclos de envelhecimento, a presença da lignina em sua estrutura dificultou a presença de produtos de hidratação, como a portlandita, em seu lúmen. Mesmo assim, houve uma redução do desempenho mecânico (MOR e tenacidade) causado por um fenômeno de adsorção que ocorre simultaneamente com a liberação de água das fibras com o tempo, que consequentemente provoca a dissolução e a precipitação da portlandita na superfície das fibras, reduzindo a aderência entre a fibra-matriz. Além disso, a degradação provocada pela portlandita na superfície externa da fibra de *pinus* foi menor que a mineralização das fibras de eucalipto em seu lúmen.

A lignina atua como uma barreira, sendo o primeiro componente da polpa a sofrer ataque alcalino e, consequentemente, diminui a deterioração da celulose e hemiceluloses. A ausência de lignina na composição química da polpa de eucalipto branqueada pode produzir

um aumento da permeabilidade das fibras e, consequentemente, um aumento da formação dos íons Ca^{2+} e OH^- que se instalaram com o tempo para produzir cristais de portlandita, que penetram nas regiões internas (lúmens) e permanecem em torno das paredes das fibras (MÁRMOL; SAVASTANO JR., 2017).

O processo de refinamento em polpas celulósicas consiste em um sistema que fibrila a superfície da fibra, ou seja, ocorre o aumento da área superficial da fibra e maior dissipação de energia durante a falha do compósito. Torna as fibras mais finas e menos rígidas (ONUAGULUCHI; BANTHIA, 2016). Este comportamento foi observado por Mohr, Nanko e Kurtis (2005a), onde compósitos com reforço de polpa de *pinus* refinada tiveram melhores ligações entre fibra-matriz a partir de envelhecimento acelerado. Após 25 ciclos, as camadas S1 e S2 são parcialmente removidas da fibra durante a falha do compósito, sendo que os compósitos de fibras refinadas exibem um aumento de 10,5% na resistência da primeira fissura e resistência máxima, e um aumento de 12,9% na tenacidade em comparação aos compósitos com fibra não refinadas.

O processo de refinamento foi utilizado por Tonoli *et al.* (2009a) para alterar as propriedades morfológicas das polpas de eucalipto e *pinus*. Um comportamento positivo foi observado na microestrutura do compósito com polpas refinadas devido melhor empacotamento das partículas, que consequentemente, favorece uma estrutura menos porosa, com redução da permeabilidade e a desidratação. Altos níveis de refino foram necessários para que a polpa de *pinus* obtivesse valores semelhantes de retenção de partículas de cimento aos obtidos pela polpa não refinada de eucalipto, que possui maior número de fibras por massa (quatro vezes maior) em relação à polpa de *pinus*.

O tratamento térmico de fibras mostrou ser uma importante ferramenta para aumentar a durabilidade e a resistência mecânica da fibra de celulose em compósitos cimentícios devido à facilidade de cristalização da celulose quando submetida à baixas temperaturas. Em Mohr, Nanko e Kurtis (2005b), o tratamento em polpas de *pinus* termomecânicas apresentou menores perdas comparadas às polpas *kraft* branqueadas e não branqueadas sem tratamento, onde, após 25 ciclos de envelhecimento acelerado, estes compósitos exibiram maior resistência à primeira fissura e resistência máxima, e também maior tenacidade. A taxa de degradação de um compósito é mais lenta quanto maior a cristalinidade da celulose (ONUAGULUCHI; BANTHIA, 2016).

No intuito de evitar a absorção de água e álcalis livres, conforme Pacheco-Torgal e Jalali (2011), são utilizados agentes repelentes de água nas fibras, como silicato de sódio,

sulfito de sódio ou sulfato de magnésio. Uma forma de reduzir a degradação do compósito é revestindo ou impregnando as superfícies das fibras com agentes hidrófugos. O uso de polímeros como modificador em matrizes cimentícias é uma estratégia viável para melhorar a microestrutura e aumentar a durabilidade dos materiais, como em concreto e argamassas (RAO *et al.*, 2013).

Em Tonoli *et al.* (2009b) foi avaliado o efeito da modificação superficial de fibras de polpa celulósica de eucalipto na mecânica e microestrutura de compósitos de fibrocimento, por meio de tratamento químico da superfície com silanos, numa tentativa de melhorar a durabilidade dos compósitos. Comparado a amostra sem modificação, no envelhecimento acelerado, o módulo de elasticidade aumentou em consequência da densificação e da contínua hidratação da fase cimentícia do compósito causada pelos ciclos de molhagem e secagem. Devido à densificação após o envelhecimento acelerado, houve uma diminuição da tenacidade e na deformação, que consequentemente, levou à ruptura da fibra em vez de seu arrancamento. Notou-se que os ciclos de envelhecimento acelerado diminuíram o módulo de ruptura e a tenacidade dos compósitos independentemente do tratamento inicialmente aplicado à polpa de celulose.

Com relação ao tratamento por hornificação, é um efeito irreversível que surge como um pré-tratamento nas fibras celulósicas quando são submetidas a ciclos de secagem e umidificação. Fundamental para o processo de produção do papel, a hornificação pode ser alcançada pela remoção parcial da água nas fibras celulósicas por meio de prensagem, secagem em temperatura ambiente ou temperatura elevada em estufa (KATO; CAMERON, 1999). A expectativa em se utilizar fibras hornificadas é que estas possuem maior estabilidade dimensional, assim, proporcionam menor retenção de água, maior adesão fibra-matriz e redução na formação de portlandita na superfície e lúmen das fibras, buscando assim, ocorrer uma redução na degradação da celulose na matriz cimentícia (CLARAMUNT *et al.*, 2011).

Em ensaios de caracterização, Ballesteros *et al.* (2015) indicaram que o tratamento por hornificação em polpas de eucalipto não branqueado e *pinus* branqueado diminuíram a capacidade de retenção de água, contudo observou-se uma redução insignificante nas propriedades de viscosidade e no índice de cristalinidade, que são variáveis influentes nas propriedades mecânicas. Em Claramunt *et al.* (2011), uma argamassa de cimento reforçadas com fibras hornificadas (polpa de *pinus* não branqueadas ou fibra de algodão) apresentaram valores superiores de resistência à flexão, módulo de elasticidade e tenacidade em relação às

fibras não tratadas. Após envelhecimento acelerado, a maior perda de durabilidade foi observada nas polpas sem tratamento, pois foram saturadas de produtos de hidratação do cimento, principalmente nas zonas próximas ao lúmen.

2.4.1.1 Utilização do látex para a modificação das fibras em compósitos

Segundo Silva *et al.* (2017), a utilização do látex é outra forma de reduzir o ataque alcalino da matriz em compósitos cimentícios, visto que os filmes poliméricos e a dispersão de suas partículas causam a diminuição no transporte de íons no meio aquoso que enchem os poros da pasta de cimento. Filmes poliméricos causam uma redução do espaço vazio na estrutura do material provocando uma diminuição do transporte de íons no meio aquoso (SAKAI; SUGITA, 1995).

Silva *et al.* (2017) buscaram um novo tratamento para fibras de coco combinando o uso de látex natural ou água deionizada com concentração de 1% em 1 minuto, e materiais pozolânicos (microssílica e metacaulim), a fim de melhorar a durabilidade das fibras naturais em compósitos de cimento Portland. Algumas informações são salientadas:

- No estudo de degradação das fibras, comparando com as fibras de coco não tratadas, foi observado um aumento na durabilidade (menor perda de massa) das fibras tratadas expostas à matrizes cimentícias em ambientes alcalinos (concentração de hidróxido de sódio - 1,7%) por 60 dias.
- Em relação à resistência à flexão aos 28 dias, o uso de látex natural como solução aderente mostrou resultados ainda melhores do que o tratamento com água deionizada. Além disso, notou-se melhores resultados em compósitos com microssílica ao invés de metacaulim, devido sua maior reatividade e menor finura.
- Pozolana aderida com látex natural à superfície da fibra provocou um efeito pozolânico local. O uso do látex natural em soluções com fibras de coco gerou melhores resultados de módulo de elasticidade, estabilidade térmica e degradação da lignina na superfície da fibra em amostras que utilizaram materiais pozolânicos (microssílica e metacaulim) em relação às outras amostras tratadas com água deionizada ou não tratadas. O tratamento aplicado provocou reações pozolânicas locais que modificaram tanto a matriz cimentícia ao redor da fibra quanto a superfície da fibra, impedindo o ataque alcalino e a mineralização das fibras.

Conforme Sudin e Swamy (2006), em painéis com compósitos de fibrocimento reforçados com folhas de palmeira, o látex natural foi utilizado como material substituto do cimento a 10, 20, 30 e 40% em massa de cimento. A substituição do cimento pelo látex foi baseada no teor de sólidos do látex. Em termos gerais, o calor total de hidratação diminuiu, e o tempo para atingir esta propriedade aumentou com o aumento do nível de substituição do cimento. Aos 28 dias, as propriedades dos compósitos (massa específica, módulo de ruptura e módulo de elasticidade) diminuiu à medida que a proporção de substituição de cimento foi aumentada. A redução destas propriedades foi resultado do retardamento em idades iniciais no grau de hidratação do cimento e também da ligação incompleta das fibras com a matriz cimentícia. Comparando a incorporação de cinza de casca de arroz, cinza volante e referência, a utilização de 10 e 20% de látex natural em compósito reforçados com folhas de palmeira apresentou melhores resultados em relação à estabilidade dimensional, já que foi observado a redução da absorção de água.

O revestimento da fibra com a adição de látex sintético (1/3 do teor de água) numa matriz cimentícia foi investigado em Sawsen *et al.* (2014), sendo observado o comportamento reológico e o desempenho mecânico dos compósitos cimentícios reforçados com fibras de linho. Além da melhoria da trabalhabilidade, a resistência à flexão deste compósito aos 28 dias foi melhorada em 35% em comparação ao compósito controle sem modificação devido à melhor adesão fibra-matriz. Após 90 dias, os compósitos tratados continuaram com um comportamento mecânico superior aos de referência.

2.4.2 *Modificação da matriz contendo fibras lignocelulósicas*

Com relação à modificação da matriz, a presença da portlandita e a alcalinidade das matrizes corroboram com a degradação das fibras vegetais e, assim, com a perda de durabilidade dos compósitos de fibrocimentos. Algumas medidas podem ser tomadas para aumentar a durabilidade destes materiais na tentativa de diminuir a alcalinidade, como modificar a matriz com a adição de materiais pozolânicos e escória em substituição ao cimento Portland; a carbonatação acelerada e a utilização de matrizes de baixa alcalinidade.

O processo de cura por carbonatação acelerada induz à menor alcalinidade, melhora o comportamento mecânico e a estabilização volumétrica de compósitos de fibrocimentos. Existe a formação da calcita ou carbonato de cálcio (CaCO_3) da reação da portlandita com CO_2 , que resulta numa matriz com menos vazios, redução da absorção de água, aumento da

densidade, rigidez e resistência do material. A formação da calcita é benéfica, pois é mais densa que a portlandita, e é um composto insolúvel em água (URREA-CEFERINO *et al.*, 2017; ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015; ALMEIDA *et al.*, 2010; TONOLI *et al.*, 2010b).

Compósitos carbonatados com polpa celulósica de eucalipto não branqueada foram analisados por Almeida *et al.* (2013) aos 28 dias, após envelhecimento acelerado (200 e 400 ciclos) ou natural após um ano. As propriedades mecânicas (módulo de ruptura, módulo de elasticidade, limite de proporcionalidade e tenacidade) dos compósitos carbonatados foram melhores após envelhecimento que os não submetidos ao tratamento, indicando sua melhor durabilidade, devido principalmente à diminuição da alcalinidade da matriz cimentícia, menor porosidade e menor diâmetro médio dos poros, associados à densificação da matriz ocasionados pela precipitação da calcita.

Polpas celulósicas com 12% de massa total de sólidos foi utilizada em Caldas e Silva, Savastano Jr. e John (2009), onde a matriz não carbonatada reforçada com escória de alto forno apresentou resultados superiores de resistência mecânica nas primeiras idades. Entretanto, a matriz não carbonatada prejudicou as propriedades mecânicas durante o envelhecimento. Foi necessário reduzir o ataque alcalino da matriz por meio da carbonatação do compósito durante o envelhecimento natural e acelerado, sendo possível estabilizar o módulo de ruptura e obter menor perda de tenacidade. Essa redução da queda da tenacidade em compósitos carbonatados indica que a integridade da fibra é decisiva em meio a redução da alcalinidade.

O grau de cristalinidade também influência as propriedades físicas e mecânicas do material. Em Urrea-Ceferino *et al.* (2017) os compósitos, ambos carbonatados, com polpa de eucalipto branqueada apresentaram melhores resultados que polpas não branqueadas. À medida que as regiões amorfas (principalmente lignina) sofrem com a redução do pH do compósito, as áreas amorfas não funcionam tão bem quanto as de uma fibra que possui maior cristalinidade.

O uso de matrizes de baixa alcalinidade é outra medida que visa reduzir a portlandita em materiais cimentícios. Em Mármore e Savastano Jr. (2017) o uso do cimento magnésio-sílica ($MgO-SiO_2$) comparado com o CPV-ARI (cimento Portland de alta resistência inicial), apresentou uma excelente solução para a produção de reforços de fibrocimento exclusivamente com polpas celulósicas (eucalipto e *pinus*), com crescimento do módulo de ruptura e módulo de elasticidade, e ajudou a preservar a integridade das fibras celulósicas

após o envelhecimento acelerado (100 ciclos). Os melhores resultados foram observados aos 28 dias de cura. Desta forma, a melhoria das amostras foi proporcionada pela modificação da matriz e pela densificação da zona de transição.

2.4.2.1 Utilização de adições minerais

Para viabilizar o emprego de fibras vegetais em compósitos cimentícios é recomendável a utilização de adições minerais, como as pozolanas em geral, e outras adições como a escória de alto forno. As pozolanas são materiais que possuem baixo impacto ambiental comparado à produção do clínquer, sendo assim desejáveis do ponto de vista ambiental (ISAIA, 2007). Materiais pozolânicos não servem apenas como enchimento, mas são úteis para melhorar o compósito com a redução da porosidade, aumento da durabilidade e resistência (KARADE, 2010). Sua utilização é desejável, pois a adição mineral leva a uma reação pozolânica, proporcionando um ambiente menos agressivo para as fibras devido à redução do teor de portlandita na pasta (MÁRMOL; SAVASTANO JR., 2017). Na atividade pozolânica forma-se o gel de silicato de cálcio hidratado que ajuda a proporcionar maior resistência da amostra. Um tipo de pozolana é a microssílica, um subproduto da indústria de silício metálico e ligas ferro-silício (ZHANG; LI, 2013).

Em estudo realizado por Bhattacharya e Harish (2018), em argamassas com adição de microssílica, porém sem reforço com fibras, a porosidade e o grau da reação pozolânica diminuiu com o aumento do nível de substituição de microssílica (0%, 4%, 8% e 12%). Da quantidade total de microssílica adicionada, a quantidade que reagiu completamente foi de cerca de 3,92% a 5,4%, e o restante preenche os poros do sistema. Neste estudo, argamassas contendo 4% de substituição de microssílica apresentou maior resistência à compressão que as argamassas com 8% de substituição e controle, pois a substituição por 4% possui maior quantidade de silicato de cálcio hidratado primário (maior teor de cimento) ou secundário semelhantes ou ligeiramente menor comparado ao teor de 8% de substituição.

Nas amostras de Khorami e Ganjian (2011), para fibras com teor de 4% na massa de cimento (polpas de eucalipto, trigo e bagaço de cana) e adição de microssílica contendo 5% por massa de cimento, a resistência à flexão aumentou cerca de 20% em comparação ao compósito sem pozolana. As partículas de microssílica agem como materiais de enchimento dentro da matriz cimentícia, reduz a porosidade do composto por meio do preenchimento

dos vazios, forma-se mais silicato de cálcio hidratado e diminui o ambiente alcalino da matriz cimentícia (CHENG *et al.*, 2018; KHORAMI; GANJIAN, 2013).

Mohr, Biernacki e Kurtis (2007) avaliaram o desempenho de compósitos de fibras de celulose *kraft* de *pinus* contendo uma variedade de adições de materiais cimentícios, entre elas: microssílica, metacaulim, entre outras. Os compósitos que foram mais eficazes na prevenção da degradação que podem ser citados foram:

- Após 25 ciclos úmido/seco, os compósitos com 30 e 50% de microssílica apresentaram maiores resistências comparados ao controle com, respectivamente: resistência à primeira fissura de 60,9 e 86,2%; resistência máxima de 200,4 e 159,4%. A substituição por 30% ou mais de microssílica eliminou a degradação dos compostos de fibrocimento da celulose submetidos ao ciclo úmido/seco. Melhores resultados foram observados devido à redução de portlandita e estabilização do conteúdo alcalino. Embora esses teores apresentaram bons resultados, eles não se aplicam na prática devido à baixa trabalhabilidade e terão um custo significativamente maior. A substituição por 10% de microssílica comparados ao controle, após 25 ciclos a resistência à primeira fissura diminuiu, e a resistência máxima e tenacidade foram similares.
- O módulo de finura não influenciou a degradação nos compósitos utilizando metacaulim. Após 25 ciclos úmido/seco, o composto com 30% de metacaulim (superfície específica de 25,4 m²/g) exibiu uma redução de 43,5% na resistência máxima, sendo que o compósito de metacaulim (11,1 m²/g), no mesmo teor, não exibiu qualquer redução na resistência máxima.
- A mistura entre 10% de microssílica e 10% de metacaulim não causou a mitigação da degradação após os ciclos de envelhecimento. Entretanto, quando estes foram misturados com 50 e 70% de escória de alto forno granulada, a degradação foi evitada, observando melhores resistência e tenacidade.

De acordo com Savastano Jr. *et al.* (1999), em compósitos cimentícios à base de escória de alto forno reforçados com polpa de eucalipto (2%) ou fibras de coco (2%), e com uma mistura de fibra de sisal (1%) e polpa de eucalipto (1%), ocorreu um desempenho adequado, com resistência à compressão superior a 20 MPa e módulo de ruptura superior a 3 MPa. Dentre os compósitos, o reforço com a polpa de eucalipto apresentou a maior resistência à compressão de 31,1 MPa, porém maior absorção de água, 12,2%.

A alcalinidade de argamassas reforçadas com polpas de sisal com adição de metacaulim foi investigada por Wei e Meyer (2015). As concentrações iniciais de OH⁻ foram reduzidas devido ao efeito de diluição por meio da substituição do cimento por metacaulim e seu alto teor de Al₂O₃, que contribui para a primeira reação de aluminato. O pH reduziu após o período de desaceleração e estabilização da hidratação. Além disso, devido ao efeito de atividade pozolânica, os produtos portlandita e etringita são efetivamente consumidos, e as concentrações de OH⁻ e de Ca²⁺ são reduzidas. A menor precipitação secundária destes dois produtos de hidratação ocorreu no lúmen das fibras naturais.

Além do tratamento superficial utilizando látex natural, Santos *et al.* (2019) reforçou um compósito de polpa celulósica de eucalipto com adição de metacaulim. O descolamento foi o tipo de mecanismo de ruptura observado, onde foi possível estabelecer um módulo de ruptura de 14,42 MPa e tenacidade de 1,68 kJ/m² para o experimento ideal contendo 8,5% de celulose, 0,21% de látex e 34% de metacaulim. Variáveis de respostas como módulo de elasticidade, absorção de água, tenacidade tiveram influências pouco significativas com a variação de látex (0% a 0,25%) e metacaulim (0% a 40%). Quanto maior o teor de látex, maior foi o módulo de ruptura, devido à aderência provocada pelo efeito pozolânico local na interface fibra-matriz com presença de pozolana, semelhante a Silva *et al.* (2017).

Conforme Mármol *et al.* (2013), sacos *kraft* de embalagem de cimento Portland derivados da polpa celulósica de *pinus* foi adicionada em compósitos cimentícios contendo materiais minerais, como gesso e pozolanas (cinza volante ou resíduo de catalisador fluido de craqueamento catalítico). Comparada à amostra controle sem adição pozolânica, um bom desempenho mecânico aos 28 dias de idade foi observado no módulo de ruptura e tenacidade. Contudo, esses parâmetros tiveram menor redução após 100 ciclos de envelhecimento acelerado, onde ajudaram decisivamente a preservar o comportamento mecânico da amostra. Destaca-se que em ambos os períodos do teste os compósitos com adições tiveram maiores valores de porosidade, influenciado pelo excesso de água e menor compactação da matriz. Os compósitos com e sem adição tinham uma relação a/c de, respectivamente, 0,29 e 0,25.

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo tem como proposta apresentar os materiais empregados neste estudo, além das caracterizações das fibras e compósitos, métodos de moldagem dos corpos de prova e os ensaios aplicados. Compósitos foram produzidos com cimento de alta resistência inicial CP V ARI; substituição de 0 a 20% em massa de cimento Portland por microssílica; porcentagem de celulose de eucalipto na mistura de 5 a 15% em volume da placa; látex natural variando de 0 a 10% em relação à massa de cimento e microssílica.

Com estes teores, utilizou-se a técnica do Planejamento Composto Central (PCC) para estudar a influência das variáveis independentes (microssílica, celulose, látex natural) sobre as dependentes (tenacidade - T, módulo de ruptura - MOR, módulo de elasticidade - MOE e absorção de água - A), por meio da regressão múltipla de dados. Amostras foram submetidas a ensaios aos 28 dias e após envelhecimento natural por 90 e 180 dias em Uberlândia, Minas Gerais. As propriedades mecânicas (MOR, MOE e T) e física (A) foram utilizadas como indicadores do comportamento dos compósitos em cada idade. Ainda, analisou-se a morfologia dos materiais e dos compósitos por meio de investigações por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de raios-X (DRX), Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier modo de reflexão total atenuada (FTIR-ATR) e Ângulo de Contato. Os refinamentos dos dados foram realizados utilizando o software *OriginPro8.5*.

Os ensaios mecânicos foram realizados no Laboratório de Materiais da Faculdade de Engenharia Civil (FECIV); MEV e DRX no Laboratório de Multiusuários do Instituto de Química da UFU (IQ/UFU); ângulo de contato no Laboratório 06 da Universidade Federal do Triângulo Mineiro (UFTM); FTIR-ATR no Laboratório de Fotoquímica e Ciência dos Materiais da Universidade Federal de Uberlândia (LAFOT-CM/UFU).

3.1 Caracterização dos materiais

3.1.1 Cimento

O Cimento Portland utilizado foi o CP V ARI, da marca Lafarge Holcim. A escolha deste cimento, além de apresentar um ganho de produtividade uma vez que atinge altas resistências em poucas horas, evita que um determinado cimento composto dificultasse a análise dos resultados, uma vez que se deseja verificar a influência de vários teores da microssílica nos compósitos.

De acordo com dados do fabricante, os principais constituintes do cimento CP V ARI e as propriedades químicas, físicas e mecânicas estão apresentadas nas Tabela 1, sendo atendidas as exigências da ABNT NBR 5733 (1991) e outras normas especificadas. A massa específica do cimento é de 3,0 g/cm³, segundo o fabricante.

Tabela 1: Propriedades químicas, físicas e mecânicas cimento CP V ARI

Propriedades	Critérios	Quantidade
<i>Óxidos e compostos</i>		<i>Teor (%)</i>
SiO ₂	ABNT NBR 14656 (2001)	19,07
Al ₂ O ₃	ABNT NBR 14656 (2001)	4,76
Fe ₂ O ₃	ABNT NBR 14656 (2001)	2,95
CaO	ABNT NBR 14656 (2001)	64,61
MgO	ABNT NBR 14656 (2001)	0,69
SO ₃	ABNT NBR 14656 (2001)	2,98
K ₂ O	ABNT NBR 14656 (2001)	0,7
CO ₂	ABNT NBR NM 20 (2004)	2,99
C ₃ A (teórico)	Equação Bogue	7,45
R.I.	ABNT NBR NM 15 (2012)	0,8
P.F. 1000 °C	IT HOLCIM	0,44
P.F. 1000 °C	ABNT NBR NM 18 (2012)	4,10
<i>Propried. físicas e mecânicas</i>		<i>Valores</i>
Finura #400 (%)	IT HOLCIM	2
Finura Blaine (cm ² /g)	ABNT NBR 16372 (2015)	4816
Início Pega (min)	ABNT NBR NM 65 (2003)	133
Res. à compressão 1 dia (MPa)	ABNT NBR 7215 (1996)	29,5
Res. à compressão 3 dias (MPa)	ABNT NBR 7215 (1996)	42,4
Res. à compressão 7 dias (MPa)	ABNT NBR 7215 (1996)	47
Res. à compressão 28 dias (MPa)	ABNT NBR 7215 (1996)	55

Em que: R.I.: porcentagem de resíduo insolúvel; P.F.: perda ao fogo.

Fonte: Lafarge Holcim (2018).

3.1.2 Látex

O látex natural, extraído de uma seringueira (*Hevea brasiliensis*), foi doado pela Fazenda Varginha, localizada em Araguari, Minas Gerais. Determinou-se um teor de sólido de 48%, conforme a ASTM D 1076-02. A massa específica estabelecida foi de 0,97 kg/cm³, conforme Silva *et al.* (2017). Para evitar sua coagulação e ataques de bactérias (NAKANISHI *et al.*, 2018), estabilizou-se o látex com uma solução de hidróxido de amônio (NH₃OH) na seguinte proporção: 50 mL de solução de NH₃OH a cada 5 litros de látex.

O comportamento do látex à tração direta foi analisado em temperatura ambiente utilizando a máquina de ensaios da marca *Instron*, modelo 5982 (Figura 9a), com célula de carga de 5 kN e velocidade de deslocamento de 0,1 mm/s, seguindo metodologia utilizada por Neto *et al.* (2016). Para preparação das amostras secou-se a emulsão de látex natural em estufa por 24h a 45 \pm 1 °C, sendo formado um filme polimérico. As amostras foram preparadas cortando tiras de filme de 10 mm de largura e 50 mm de comprimento útil (Figura 9b). As propriedades (resistência à tração, deformação e módulo de elasticidade) foram determinadas sobre oito amostras.

Figura 9: Ensaio de tração: (a) equipamento de ensaio; (b) amostras látex



Fonte: Autor.

3.1.3 Polpa celulósica

As fibras utilizadas nesta pesquisa foram de eucalipto (*Eucalyptus urograndis*), produzidas pelo processo de polpação *kraft* e posteriormente branqueadas, sendo fornecidas pela empresa Suzano (Limeira-SP). A polpa apresenta, de acordo com Dias, Savastano Jr. e John (2010), uma massa específica de 1,56 g/cm³.

As folhas de papel *kraft* branqueadas foram dispersas em água por agitação mecânica durante 5 min. O excesso de água foi removido por filtração na peneira com abertura de 0,59 mm (nº 30). Realizou-se a análise da umidade de acordo com a norma ASTM E871-82. Logo, foi obtido um teor de sólidos da polpa *kraft* de aproximadamente 32% em massa. A polpa produzida foi mantida sob refrigeração em sacos plásticos selados a fim de evitar a perda de umidade para o ambiente e uma possível proliferação de microrganismos.

3.1.4 Microssílica

A pozolana utilizada nos compósitos cimentícios foi a microssílica, da empresa Tecnosil Indústria e Comércio. Segundo certificado de análise enviado pela empresa, a microssílica apresenta uma superfície específica, massa específica e massa unitária de, respectivamente, 20.000 m²/kg, 2,22 g/cm³ e 0,56 g/cm³. Demais caracterizações estão apresentadas na Tabela 2, sendo atendidas as exigências da ABNT NBR 13956 (2012).

Tabela 2: Composição química quantitativa da microssílica

Característica	Teor (%)	Critérios	
		Mínimo (%)	Máximo (%)
SiO ₂	94,75	85,00	
P.F. 1000°C	1,82		6,00
Umidade	0,48		3,00
Retido na peneira de 45 µm	2,13		10,00

Em que: P.F.: perda ao fogo.

Fonte: Tecnosil (2018).

3.1.5 Difração de raios-X (DRX)

Todos os materiais foram submetidos à análise de DRX: cimento, látex natural, celulose e microssílica. Este estudo foi realizado no Laboratório Multiusuário do Instituto de Química da UFU (IQ/UFU), no equipamento difratômetro Shimadzu, modelo XRD-6000, operando a uma voltagem de 40 kV e corrente 30 mA com fonte de radiação CuK α (1,5406 Å), faixa de varredura de $2\theta = 5$ a 70° , velocidade $2^\circ/\text{min}$ e passo de $0,02^\circ$. A análise qualitativa dos difratogramas foi realizada por meio de comparações realizadas de picos retirados do banco de dados cristalográfico ICSD - *Inorganic Crystal Structure Database*.

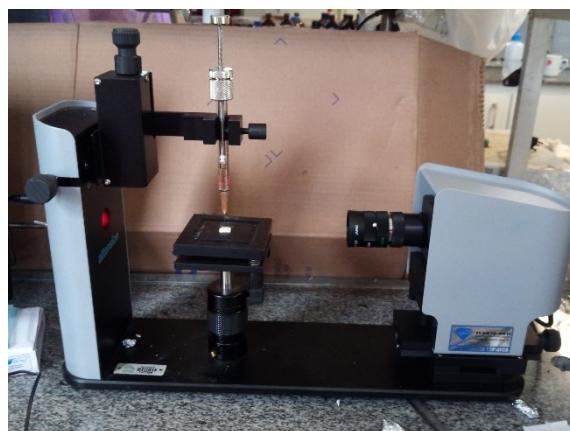
3.1.6 Ensaio de ângulo de contato

As medidas do ângulo de contato foram realizadas depositando-se gotículas de água desionizada em contato com amostras de celulose branqueada pura ou com látex, que passaram pela mistura manual, além do adensamento por succção e manual (método de *Hatschek*), e posteriormente foram secas em estufa a $50 \pm 1^\circ\text{C}$. Por fim, com a intenção de aplinar e diminuir a rugosidade das amostras, prepararam-se pastilhas de 13,5 mm de diâmetro em uma prensa hidráulica, modelo SSP-10A, da marca Shimadzu, com capacidade de 100 kN.

Três diferentes teores foram ensaiados (cinco amostras cada teor) contendo 0, 5 ou 10% de látex, todos com 10% de celulose. Os equipamentos e o quantitativo em massa de látex e celulose foram os mesmos utilizados nos compósitos, E13 (0%), E14 (10%) e E15 (5%) (descrição detalhada dos compósitos será apresentada no item 3.2), que representam os limites mínimo, médio e máximo de látex utilizados no planejamento composto central.

O ensaio de ângulo de contato (θ) foi executado a fim de verificar a existência da hidrofugação superficial da fibra ($\theta > 90^\circ$) proporcionada pela adição da emulsão de látex natural (Figura 10). Foi utilizado para determinação do ângulo de contato das amostras o equipamento denominado tensiômetro ótico Theta Lite TL100, com CCD (dispositivo de carga acoplado) de 60 frames por segundo, instalado no Laboratório 06 da Universidade Federal do Triângulo Mineiro (UFTM), campus Univerdecidade II. Imagens foram adquiridas durante os três primeiros segundos do teste. Esta metodologia foi observada nos trabalhos de Santos *et al.* (2019) e Tonoli *et al.* (2009b).

Figura 10: Equipamento utilizado no ensaio para determinação do ângulo de contato



Fonte: Autor.

Outra amostra de cada uma destas três misturas foi avaliada em outros testes, como na análise das micrografias de MEV e técnica de FTIR-ATR, apresentados nos subitens 3.1.7 e 3.1.8.

3.1.7 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A análise da interação entre fibra e látex foi estudada em amostras preparadas em três diferentes teores, conforme apresentado no ensaio de ângulo de contato, sendo escolhida uma amostra por mistura, e por fim revestida com ouro a uma voltagem de 5 kV para metalizar a amostra, garantindo sua condutividade elétrica e térmica. O equipamento utilizado na análise dos experimentos foi o modelo Vega3 da marca Tescan, localizado no Laboratório de Multusuários do Instituto de Química da UFU (IQ/UFU).

3.1.8 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier modo de reflexão total atenuada (FTIR-ATR)

O aparelho utilizado consiste no espectrômetro FT-IR Frontier Single Range - MIR, da Perkin Elmer, pertencente ao Grupo de Materiais Inorgânicos do Triângulo (GMIT) localizado no Laboratório de Fotoquímica e Ciência dos Materiais (LAFOT-CM) do Instituto de Química da UFU. Os ensaios foram realizados com 16 acumulações e velocidade de varredura de $0,2\text{ cm}^{-1}$. A média da intensidade em cada banda em cinco pontos foi

determinada em três amostras diferentes, sendo teores de 0, 5 ou 10% de látex, todas com 10% de celulose.

A técnica consiste na análise da estrutura das fibras, sendo investigado a aderência ou não do látex na celulose. É emitida uma radiação infravermelha que provoca vibrações da ligação entre átomos, e quando este fenômeno acontece, os compostos absorvem energia em regiões particulares do espectro (SANTOS, 2014).

A análise qualitativa dos diagramas de espectroscopia foi realizada por meio de comparações realizadas com espectros da celulose e do látex disponível na literatura.

3.2 Planejamento experimental

O planejamento experimental visou otimizar as variáveis de resposta utilizando quantitativos (variáveis independentes) adequados de microssílica, polpa celulósica e látex natural na produção de compósitos cimentícios. Os limites, determinados segundo estudos do laboratório da FECIV (UFU), foram: porcentagem de microssílica de 0 a 20% em massa de cimento; porcentagem de celulose na mistura de 5 a 15% em volume da placa; e porcentagem de látex de 0 a 10% em massa de cimento e microssílica.

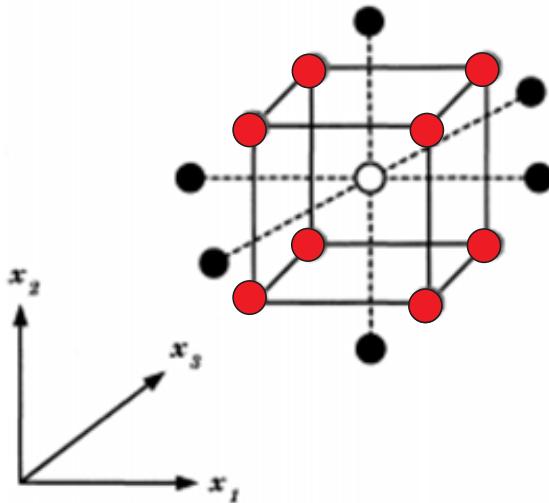
Os experimentos foram realizados de acordo com o Planejamento Composto Central (PCC) com quatro pontos centrais e com alfa de ortogonalidade igual a 1.41421. A análise da influência das variáveis independentes sobre a resposta foi realizada com o auxílio do *software Statistica7*.

Segundo Neto, Scarminio e Bruns (2001), um PCC para k fatores devidamente codificados como (x'_1, \dots, x'_k) é formado de três partes:

1. Uma parte chamada de fatorial (ou cúbica), contendo um total de n_{fatorial} pontos de coordenadas $x_i = -1$ ou $x_i = +1$, para todos os $i = 1, \dots, k$;
2. Uma parte axial (ou estrela), formada por $n_{\text{axial}} = 2k$ pontos com todas as coordenadas nulas exceto uma, que é igual a um certo valor α (ou $-\alpha$). Por exemplo, em um sistema com três variáveis têm-se: $[(\pm\alpha, 0, 0), (0, \pm\alpha, 0), (0, 0, \pm\alpha)]$;
3. Um total de n_{centro} ensaios realizados no ponto central, onde, $x_1 = \dots = x_k = 0$.

Na Figura 11 está apresentada o esquema destas três partes: as bolas vermelhas são a parte cúbica, as bolas pretas representam a parte em estrela, e a bola branca ponto central.

Figura 11: Esquema do planejamento composto central (PCC) para três fatores



Fonte: Neto, Scarminio e Bruns (2001).

As variáveis de resposta analisadas - tenacidade, módulo de ruptura, módulo de elasticidade e absorção de água - foram tratadas estatisticamente aos 28 dias de cura úmida e após envelhecimento natural por 90 e 180 dias. O envelhecimento natural por 90 e 180 dias ocorreu após os 28 dias de cura em laboratório. Na análise de regressão, as variáveis codificadas transformadas na forma adimensional podem ser obtidas conforme equação (3.1). Os níveis usados para codificar estas variáveis estão apresentados na Tabela 3, onde cada fator é codificado pelos símbolos de $-\alpha$ e $+\alpha$, e pelos códigos -1, 0 e +1.

$$X_i = \left(\frac{\frac{E_i - E(0)}{E(1) - E(-1)}}{2} \right) \quad (3.1)$$

Em que:

E_i é o valor do fator na escala original;

$E(0)$ é o valor central escolhido nos seus limites de trabalho (média entre $E(1)$ e $E(-1)$);

$E(1)$ é o penúltimo valor mais alto para o limite de trabalho;

$E(-1)$ é o penúltimo valor mais baixo para o limite de trabalho.

Tabela 3: Planejamento Composto Central (PCC) com três variáveis independentes e com quatro réplicas no ponto central (alfa de ortogonalidade)

Codificação	Microssílica (%)	Celulose (%)	Látex (%)
-1	2,9	6,5	1,4
0	10	10	5
+1	17,1	13,5	8,6
$-\alpha$	0	5,05	0
$+\alpha$	20,0	14,94	10,09

Fonte: Autor.

Por meio dos dados listados na Tabela 3 e da equação (3.1) foi possível definir as equações de codificação das variáveis independentes, conforme apresentado pelas equações (3.2), (3.3) e (3.4). A partir destas equações determinou-se a matriz do planejamento experimental utilizando o *software Statistica7* (Tabela 4). Os experimentos foram realizados com quatro pontos centrais levando a um conjunto de 18 experimentos, a fim de verificar a influência das variáveis independentes nas quatro variáveis de resposta obtidas.

$$X_1 = \left(\frac{E_i - 10}{7,1} \right) \quad (3.2)$$

$$X_2 = \left(\frac{E_i - 10}{3,5} \right) \quad (3.3)$$

$$X_3 = \left(\frac{E_i - 5}{3,6} \right) \quad (3.4)$$

Em que X_1, X_2 e X_3 são variáveis codificadas relacionadas à concentração de microssílica, celulose e látex, respectivamente.

Tabela 4: Matriz do Planejamento Composto Central (PCC)

E	CODIFICAÇÃO			DESCODIFICAÇÃO		
	X_1	X_2	X_3	Microssílica (%)	Celulose (%)	Látex (%)
1	-1	-1	-1	2,9	6,5	1,4
2	-1	-1	1	2,9	6,5	8,6
3	-1	1	-1	2,9	13,5	1,4
4	-1	1	1	2,9	13,5	8,6
5	1	-1	-1	17,1	6,5	1,4
6	1	-1	1	17,1	6,5	8,6
7	1	1	-1	17,1	13,5	1,4
8	1	1	1	17,1	13,5	8,6
9	-1,41421	0	0	-0,04 (0)	10	5
10	1,41421	0	0	20,04	10	5
11	0	-1,41421	0	10	5,05	5
12	0	1,41421	0	10	14,94	5
13	0	0	-1,41421	10	10	-0,09 (0)
14	0	0	1,41421	10	10	10,09
15 (C)	0	0	0	10	10	5
16 (C)	0	0	0	10	10	5
17 (C)	0	0	0	10	10	5
18 (C)	0	0	0	10	10	5

Fonte: Autor.

A equação empírica ajustada para cada resposta é dada pela equação 3.5 (SANTOS *et al.*, 2019; SILVA *et al.*, 2019; SANTANA *et al.*, 2008).

$$\hat{y} = b_o + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{i=1}^k b_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^k b_{ij} x_i x_j \quad (3.5)$$

Em que:

\hat{y} é a resposta prevista;

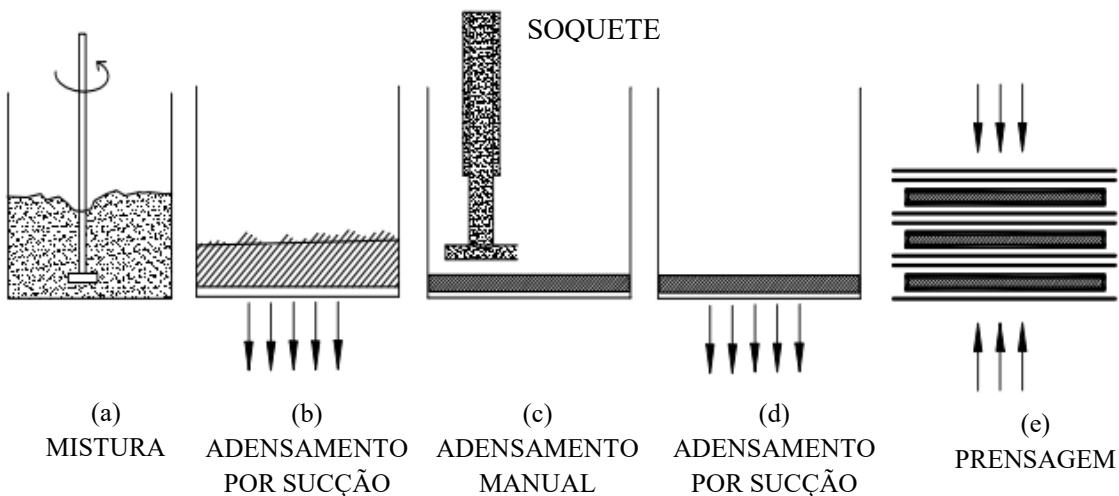
x_i são as variáveis independentes;

b_i são os termos de regressão de primeira ordem;

3.3 Preparação dos compósitos

O procedimento da mistura e preparação dos corpos de prova foi uma simulação do processo *Hatschek*, que consiste num processo de succção a vácuo seguido de técnica de prensagem em camadas das placas de cimento (Figura 12) (CALDAS e SILVA; SAVASTANO JR.; JOHN, 2009). Para cada formulação foram produzidas duas placas quadradas de dimensões 200 mm largura e espessura média de 4 mm, resultando, após corte, em oito corpos de prova de 40 mm de largura por 200 mm de comprimento para cada experimento. Cada placa foi moldada seguindo as quantidades de reagentes determinadas pelo PCC, conforme Tabela 4 apresentada anteriormente.

Figura 12: Esquema ilustrativo da mistura e moldagem dos corpos de prova pelo processo *Hatschek*



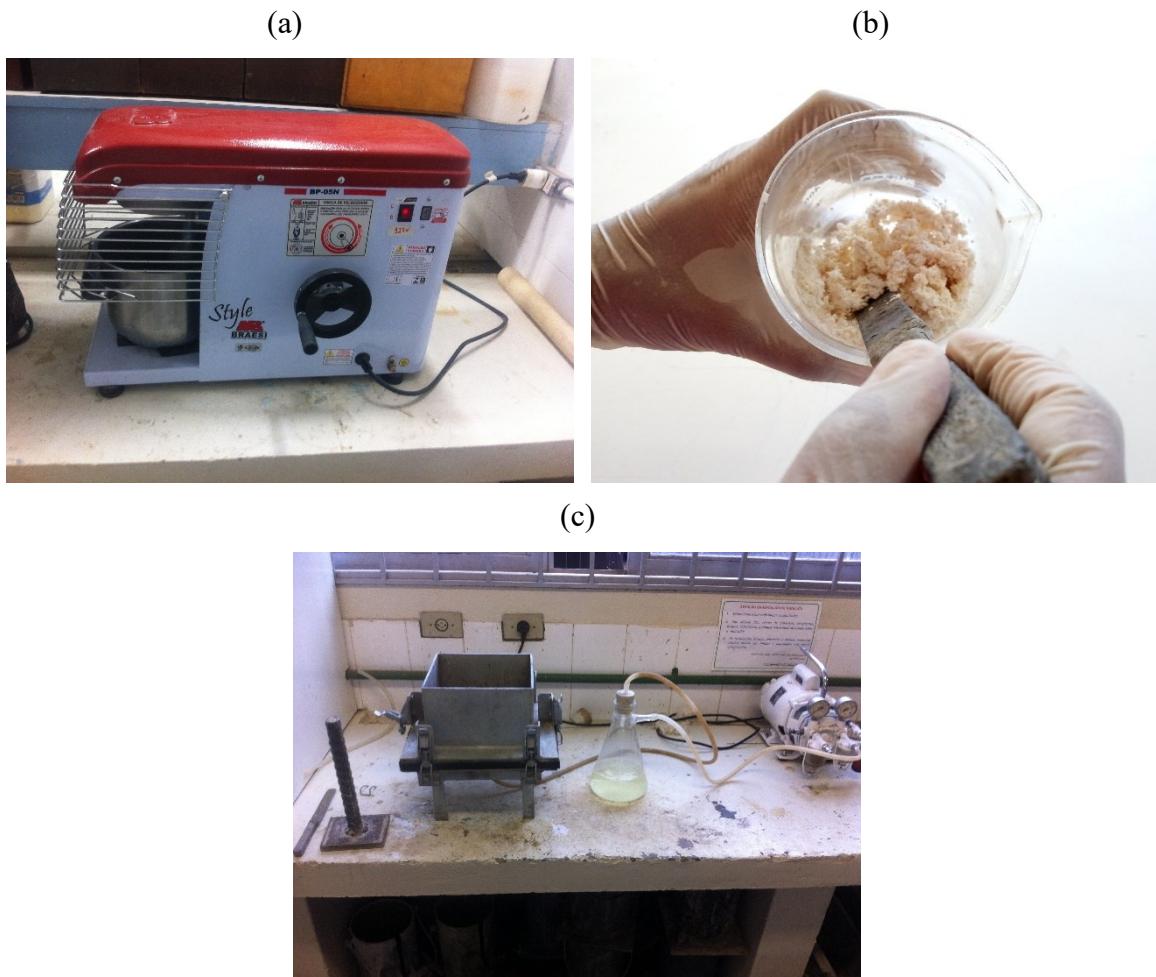
Fonte: Caldas e Silva, Savastano Jr. e John (2009).

A moldagem foi realizada de acordo com as seguintes etapas:

1. Cimento e microssílica foram adicionados em água, formando uma mistura homogênea por meio de uma argamassadeira industrial, da marca Braesi, modelo BP-05 Style, durante 5 minutos (Figura 13a). O teor de água foi estabelecido a uma relação fixa de água e cimento (a/c) igual a 3,0.
2. Uma solução de látex e celulose foi misturada manualmente com utilização de uma espátula durante 2 minutos (Figura 13b). Posteriormente, a mistura ficou em repouso por 3 minutos.

3. Passadas as etapas anteriores, todos os materiais foram dispersos por mais 2 minutos na argamassadeira;
4. A mistura foi separada igualmente em dois bêqueres, e cada uma levada para a etapa de adensamento por sucção seguido pelo adensamento manual (Figura 13c). O excesso de água foi removido por uma bomba de sucção a vácuo e, por fim, realizou-se a compactação por prensagem utilizando um soquete metálico. Assim, formou-se duas placas cimentícias. O volume de água succionado foi utilizado para quantificar possíveis teores de sólidos de látex.

Figura 13: Produção de compósitos.(a) argamassadeira industrial; (b) mistura látex e celulose; (c) dispositivo de moldagem e bomba a vácuo



Fonte: Autor.

5. Duas placas foram moldadas por experimento, uma por vez, no dispositivo de moldagem.

6. Um grupo de placas foram levados para o processo de prensagem (Figura 14a). Foi aplicada uma pressão de 3,2 MPa durante 12 horas em um grupo com oito placas de compósitos, separadas por placas metálicas quadradas com dimensões de 200 mm x 200 mm. A retirada do excesso de água presente na placa visa aumentar a sua compacidade e diminuir o volume de poros.
7. Os corpos de prova foram colocados em ambiente úmido controlado por 28 dias, com umidade relativa de aproximadamente $88,0 \pm 2,0\%$ e temperatura de $20,0 \pm 2$ °C.
8. Após o processo de cura úmida cada placa produzida, com dimensões de 200 mm x 200 mm, foi cortada utilizando serra de disco, totalizando quatro amostras para cada placa com dimensões de 40 mm x 200 mm, oito destas no total de duas placas (Figura 14b).
9. Três conjuntos de experimentos foram moldados. Após a etapa 8, foram realizados os ensaios mecânicos do primeiro conjunto de experimentos (experimentos aos 28 dias de idade). Ademais, após a etapa 8, os compósitos dos outros dois conjuntos foram levados a estação para avaliar os efeitos do envelhecimento natural durante 90 e 180 dias.

Figura 14: Produção de compósitos: (a) placas antes da prensagem; (b) corte das placas



Fonte: Autor.

3.3.1 *Envelhecimento natural*

Os compósitos foram submetidos ao envelhecimento natural com exposição ao meio externo durante um período de 90 e 180 dias, na estação da UFU - *campus* Santa Mônica, Uberlândia, Minas Gerais (latitude 18°55'01"S, longitude 48°15'18"W e altitude média de cerca de 869 m), sob coordenação do Laboratório de Climatologia e Recursos Hídricos (LCRH). Os corpos de prova ficaram direcionados para o norte verdadeiro e inclinados em um ângulo de aproximadamente 45° com a superfície do terreno (Figura 15).

Figura 15: Exposição das placas sob envelhecimento natural

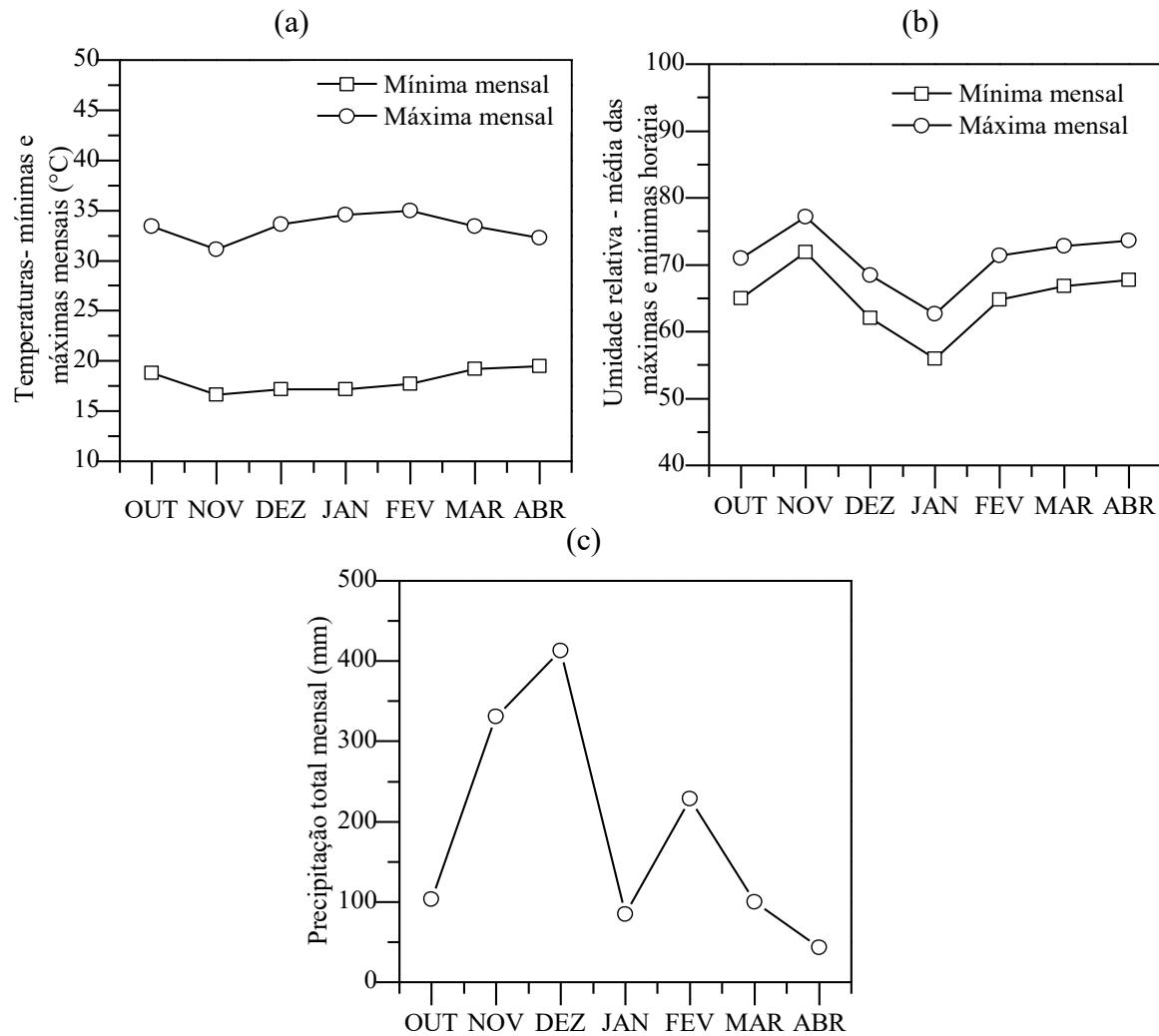


Fonte: Autor.

Durante a exposição, as condições climáticas na estação foram monitoradas por meio de alguns parâmetros, como temperatura, umidade e precipitação. Os dados meteorológicos da estação de envelhecimento natural relativos aos seis meses (entre setembro/2018 e abril/2019) de exposição dos corpos de provas estão apresentados na Figura 16. Com os dados apresentados pode-se observar que os meses que apresentaram maior umidade, precipitação e temperatura, foram respectivamente, novembro/2018, dezembro/2018 e fevereiro/2019.

Os corpos de prova submetidos ao envelhecimento natural foram oito para cada um dos 18 experimentos e compósito de validação, em cada idade. Ao atingirem a idade de 90 e 180 dias, conforme descrito no item 3.4, os compósitos foram submetidos aos ensaios mecânicos e físicos, e investigações por MEV e DRX.

Figura 16: Dados meteorológicos da estação de Uberlândia-MG durante o período de exposição dos corpos de prova: (a) média das temperaturas máximas e mínimas mensais; (c) média das umidades relativas máximas e mínimas horárias e (c) precipitação total mensal



Fonte: Autor.

3.4 Ensaios de caracterização dos compósitos

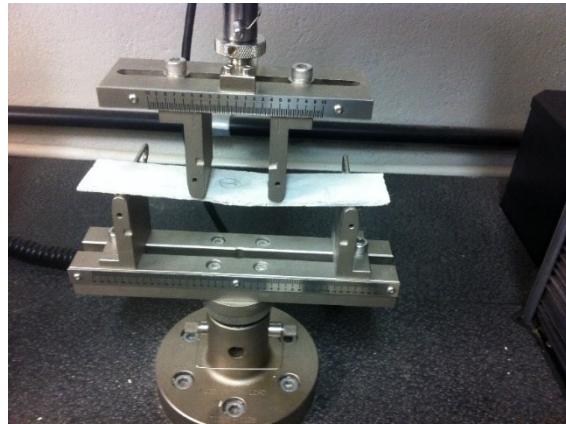
3.4.1 Determinação de propriedades mecânicas

Testes mecânicos foram realizados utilizando a máquina de ensaios Instron, modelo 5982, equipado com célula de carga de 5 kN. Os corpos de prova de fibrocimento (experimentos aos 28 de idade e após o envelhecimento por 90 e 180 dias) foram submetidos a ensaios de flexão em quatro pontos, adotando recomendações e parâmetros contidos no RILEM (1989). Como os compósitos cimentícios reforçados com celulose são fabricados na

forma de placas de pequena espessura, o método mais apropriado de teste mecânico é a configuração de flexão de quatro pontos (ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015).

Em cada idade foram ensaiados oito corpos de prova secos. Os parâmetros do equipamento foram: distância entre os apoios inferiores de 150 mm; velocidade da aplicação da carga de 2,0 mm/min (Figura 17). A configuração de flexão foi utilizada para determinar algumas propriedades como o módulo de ruptura (MOR) e módulo de elasticidade (MOE), conforme equações (3.6) e (3.7), respectivamente.

Figura 17: Ensaio de Flexão



Fonte: Autor.

$$MOR = \frac{P_{max} \cdot L}{b \cdot e^2} \quad (3.6)$$

$$MOE = \frac{23 \cdot L^3}{1296 \cdot I} \left(\frac{P}{\delta} \right) \quad (3.7)$$

Em que:

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

L = vão do ensaio (mm);

b = largura do corpo de prova (mm);

e = espessura do corpo de prova (mm);

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

P/δ = coeficiente angular da reta obtida da curva $P \times \delta$ (força \times deflexão ou deslocamento no meio do vão) no trecho elástico (N/mm).

A tenacidade ou energia específica (J/m^2) do compósito foi obtida por meio da integração da área sob a curva $P \times \delta$ resultante do ensaio de flexão, até o ponto de deflexão máxima (final do ensaio), dividida pela área da seção transversal dos corpos de prova. É definida como total de energia absorvida pela superfície de fratura (SAVASTANO JR.; AGOPYAN, 1999). A deflexão no meio do vão foi determinada pelo movimento da garra de carregamento da máquina de ensaio. Utilizando um LVDT *Instron* verificou-se inicialmente que o deslocamento da garra e o real deslocamento não apresentavam diferença significativa. Os resultados obtidos apresentaram boa correlação com erro desprezível. Todas as medidas para evitar eventuais escorregamentos e acomodações durante o ensaio foram sempre tomadas.

As medidas da largura e espessura dos corpos de prova foram tomadas com uso de um paquímetro digital, marca Mitutoyo, com precisão de 0,01 mm, sendo empregada a média de três medidas.

3.4.2 Determinação de propriedades físicas

Utilizando uma balança hidrostática e digital, além de uma estufa, algumas propriedades físicas foram estabelecidas: massa específica aparente, absorção de água, índice de vazios e umidade. Analisou-se oito corpos de prova para cada experimento de compósitos previamente ensaiados, nas respectivas idades definidas (28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias). As propriedades físicas possuem uma relação mútua e seus valores foram decorrentes da microestrutura e dos compostos produzidos na hidratação da matriz cimentícia (ALMEIDA *et al.*, 2013).

Em cada corpo de prova, inicialmente, foi determinada a massa úmida natural (m). Logo a seguir, foram secos em estufa com temperatura entre 100 e 110 °C, durante 48 horas ou até estabilidade da massa. Retiraram-se os corpos de prova da estufa que foram resfriados em um dessecador até que atingisse a temperatura ambiente. Pesaram-se os corpos de prova à temperatura ambiente para determinação da massa seca (m_s). Posteriormente, foram imersos em água durante 24 horas ou até estabilidade de suas massas. Após este período, foi realizada a determinação da massa imersa (m_i). Retirou-se toda umidade superficial das amostras com um pano e determinou-se os valores das massas saturadas com superfície seca (m_{sss}). A partir destas massas determinadas foi possível calcular os parâmetros físicos, utilizando as equações apresentadas na Tabela 5.

Tabela 5: Equações das propriedades físicas dos compósitos

Propriedades	Unidade	Equações
Massa específica aparente	kg/dm ³	$\frac{m_s}{m_{sss} - m_i}$
Absorção	%	$\frac{m_{sss} - m_s}{m_s} \times 100$
Índice de vazios	%	$\frac{m_{sss} - m_s}{m_{sss} - m_i} \times 100$
Umidade	%	$\frac{m - m_s}{m_s} \times 100$

Em que: m : massa úmida; m_i : massa imersa; m_{sss} : massa superfície seca; m_s : massa seca.

Fonte: Autor.

3.4.3 Análise estatística dos resultados

A análise estatística dos dados foi realizada por meio de análise de variância (ANOVA) e teste t-Student ($p < 0,05$), com 95% de significância. A ANOVA foi utilizada para verificar as diferenças estatisticamente significativas entre os valores médios encontrados das propriedades mecânicas (tenacidade, módulo de ruptura e módulo de elasticidade) e propriedade física (absorção de água) dos compósitos. O teste t foi aplicado assumindo diferentes médias, com o objetivo de analisar, especificamente, se houve ou não diferenças significativas entre os grupos em diferentes idades (28 dias e após envelhecimento por 90 e 180 dias). O software *Statistica7* foi utilizado para análise de dados.

3.4.4 Difração de raios-X (DRX)

Aos 28 dias, os 18 experimentos foram submetidos à difratometria de raios-X, sendo previamente pulverizadas com uso de almofariz e pistilo e, posteriormente, peneirados na peneira com abertura de 75 μm (n° 200). As fases dos compósitos foram identificadas pelo mesmo equipamento e parâmetros utilizados nos materiais apresentados anteriormente no item 3.1.5.

3.4.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Após o ensaio de flexão dos compósitos foram analisadas micrografias da região de fratura de todos os experimentos aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias, avaliando-se uma possível interação entre a fibra e a matriz. As amostras foram inicialmente fragmentadas em dimensão de 1 cm x 1 cm, colocadas em estufa à temperatura de 50 ± 1 °C por 24 h, e por fim, revestidas com ouro a uma voltagem de 5 kV. O equipamento utilizado na análise dos experimentos foi o modelo Vega3 da marca Tescan, localizado no Laboratório de Multiusuários do Instituto de Química da UFU (IQ/UFU).

3.4.6 Ensaio de ângulo de contato

Aos 28 dias, medidas do ângulo de contato (θ) foram determinadas depositando-se gotículas com água deionizada em contato com todos os compósitos (seis medidas por experimento), utilizando o mesmo equipamento citado no tópico 3.1.6. Este ensaio é útil para avaliar uma possível eficiência da modificação na superfície dos compósitos.

3.4.7 Determinação do teor de sólido do processo de sucção dos compósitos

Em todas as idades (28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias) foram analisadas a presença de sólidos na água succionada dos compósitos durante a moldagem. Analisaram-se três amostras de água succionada para cada experimento de compósitos moldado, sendo colocadas individualmente em béqueres.

Em cada análise, inicialmente, foi determinada a massa de água de succionada (m). Logo a seguir, foram secos em estufa com temperatura entre 100 e 110 °C, durante 24 horas. Retiraram-se as amostras da estufa e foram resfriados em um dessecador até que atingisse a temperatura ambiente. Pesaram-se amostras à temperatura ambiente para determinação da massa seca (m_s) contida no béquer. O teor de sólidos foi encontrado pela razão m_s/m .

CAPÍTULO 4

RESULTADOS

O objetivo deste capítulo é apresentar os resultados da caracterização dos materiais, além de comparar as propriedades físicas e mecânicas dos compósitos cimentícios em todas as idades, aos 28 dias e após envelhecimento natural por 90 e 180 dias. De forma a facilitar a organização do trabalho, os resultados das análises das superfícies de resposta em cada idade dos compósitos foram divididos em subitens separadamente.

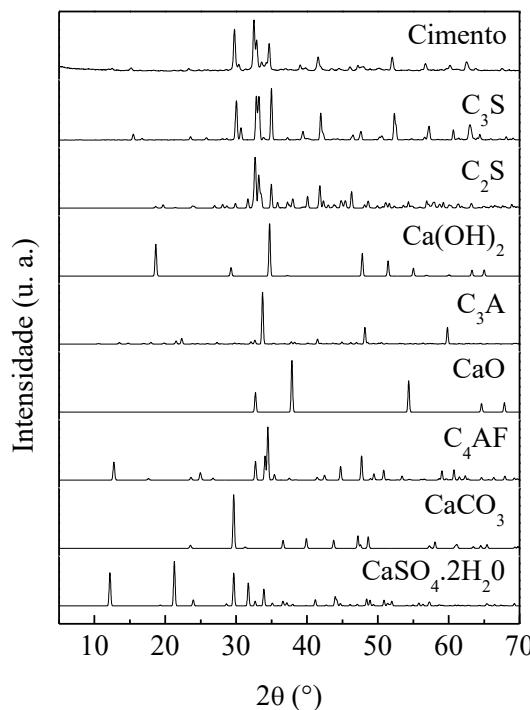
4.1 Caracterização dos materiais

4.1.1 Cimento

4.1.1.1 Difração de raios-X (DRX)

O padrão cristalino das principais fases anidras do cimento CP V ARI estão apresentados na Figura 18. Notou-se a presença da alita (C_3S - silicato tricálcico) ($2\theta = 29,77^\circ, 33,61^\circ, 34,68^\circ, 38,71^\circ, 41,68^\circ, 52,01^\circ, 56,52^\circ$ e $62,41^\circ$ (ICSD 64759), belita (C_2S - silicato dicálcio) ($2\theta = 33,00^\circ, 34,41^\circ, 41,77^\circ$ - ICSD 963), hidróxido de cálcio ($Ca(OH)_2$) ($2\theta = 34,69^\circ$ - ICSD 15471), óxido de cálcio (CaO) ($2\theta = 32,17^\circ$ - ICSD 51409), ferro-aluminato tetracálcico (C_4AF) ($2\theta = 33,53^\circ, 34,85^\circ$ - ICSD 51265), carbonato de cálcio ($CaCO_3$) ($2\theta = 29,11^\circ$ - ICSD 169932), gipsita ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) ($2\theta = 29,11^\circ$ - ICSD 2058) e aluminato tricálcico (C_3A) ($2\theta = 34,74^\circ$ - ICSD 1841).

Figura 18: Resultado DRX da amostra de cimento CP V ARI



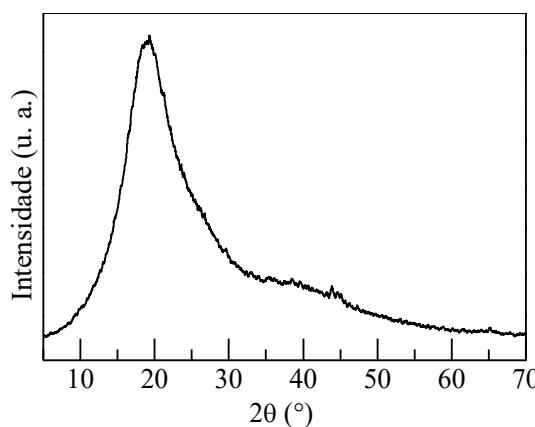
Fonte: Autor.

4.1.2 Látex

4.1.2.1 Difração de raios-X (DRX)

No difratograma da amostra de látex natural, num intervalo de 5 a 70° (2θ), apresentado na Figura 19, um halo foi observado num trecho próximo de 2θ igual a 19° , atribuído à regiões amorfas da amostra.

Figura 19: Difratograma de raios-X do látex natural

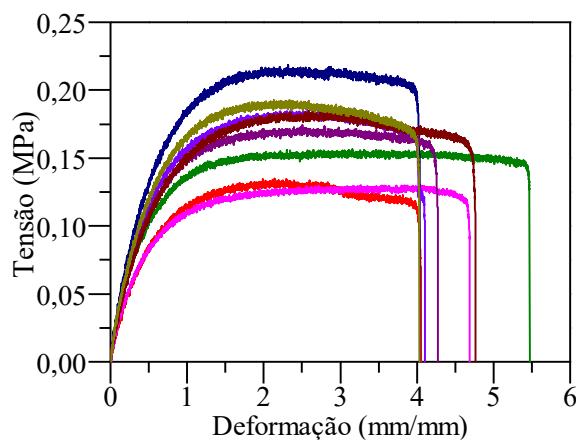


Fonte: Autor.

4.1.2.2 Ensaio de tração direta

Os resultados do ensaio de tração direta de oito amostras, apresentados na Figura 20, indicaram um comportamento típico de um material elastomérico, em que o látex possui baixo desempenho no módulo de elasticidade e ruptura, com valores médios de, respectivamente, igual a 0,5 e 0,16 MPa. Este baixo módulo de elasticidade permite que o látex atinja grandes deformações mesmo com baixas tensões. Sua deformação média foi de 4,48 mm/mm.

Figura 20: Gráfico tensão x deformação do látex natural submetido à tração direta



Fonte: Autor.

4.1.3 Polpa Celulósica

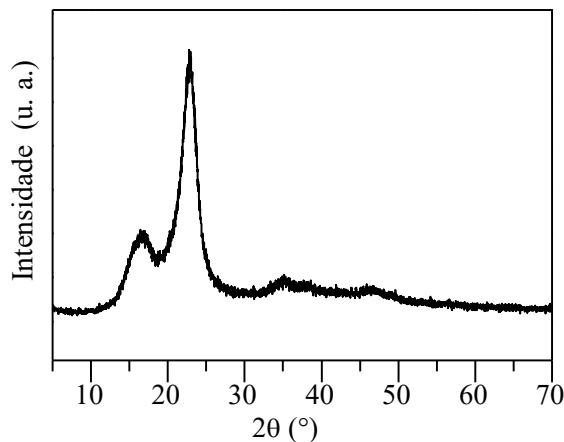
A caracterização das polpas de celulose *kraft* pura (0% de látex) e com látex foram estabelecidas por meio da micrografia de MEV e ensaio de ângulo de contato, além de difração de raios-X (DRX) em amostras de celulose pura. As fibras individuais de *Eucalyptus urograndis* apresentaram um diâmetro médio de 12,1 μm .

4.1.3.1 Difração de raios-X (DRX)

Foi apresentado na Figura 21 os padrões de DRX da celulose pura. Notou-se que a polpa *kraft* pura (0% de látex) possui predominância de domínios cristalinos típicos da celulose nativa, com picos característicos da celulose tipo I, primeiro em 2θ entre 18° e 19°, enquanto o segundo correspondeu a 2θ entre 22° e 23° (NETO *et al.*, 2016; LENGOWSKI *et al.*, 2013). Celulose tipo I possui ligações de hidrogênio orientadas de forma paralela, sendo que pode sofrer um rearranjo irreversível após transformação para celulose do tipo II

com ligações de hidrogênio mais fortes, obtidas por merceirização (tratamento com solução alcalina) ou regeneração química da celulose nativa. Ao contrário da celulose I, as cadeias de celulose II são cristalizadas de uma maneira antiparalela (MOON *et al.*, 2011). Picos característicos da celulose tipo II são situados entre os ângulos $13^\circ \leq 2\theta \leq 15^\circ$ e $18^\circ \leq 2\theta \leq 22^\circ$ (LENGOWSKI *et al.*, 2013).

Figura 21: Difratograma de raios-X da polpa *kraft* de celulose branqueada pura (0% látex)

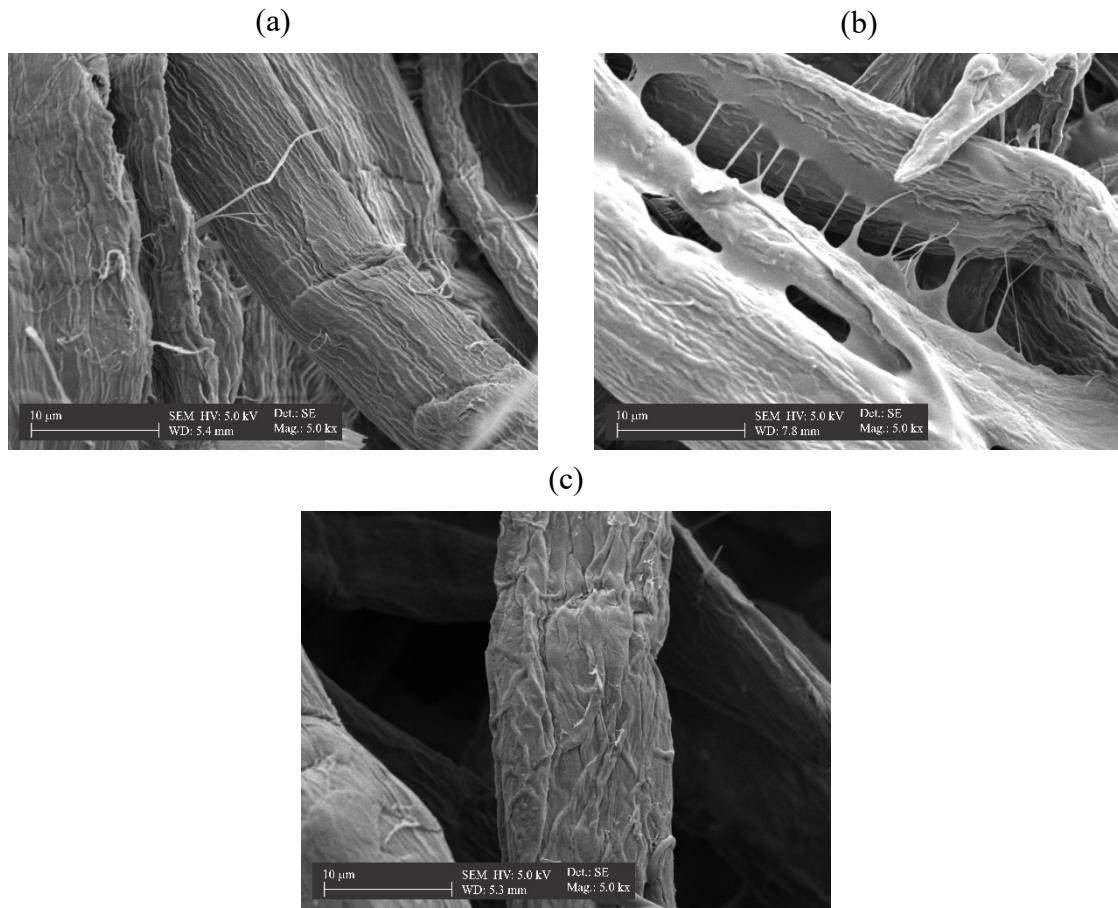


Fonte: Autor.

4.1.3.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As superfícies das fibras celulósicas puras ou com adições de 5% e 10% de látex natural estão apresentadas na Figura 22. Comparando as imagens das Figuras 22a e 22c, percebeu-se a diferença de textura nas paredes das fibras, onde possivelmente nesta região houve uma impregnação do látex devido à adequada compatibilidade entre fibra e látex, sendo formado um corpo sólido. Uma sinergia provocada pela adesão dos materiais ficou mais perceptível na Figura 22b, onde filmes do látex foram notados tanto nas superfícies quanto na interligação entre as fibras. Para produzir um melhor desempenho mecânico da interface do fibrocimento, a modificação da superfície da fibra é um requisito essencial para melhorar a compatibilidade entre a fibra e a matriz (melhorar a adesão).

Figura 22: Micrografia da polpa *kraft* de eucalipto com: (a) 0% de látex, (b) 5% de látex e (c) 10% de látex



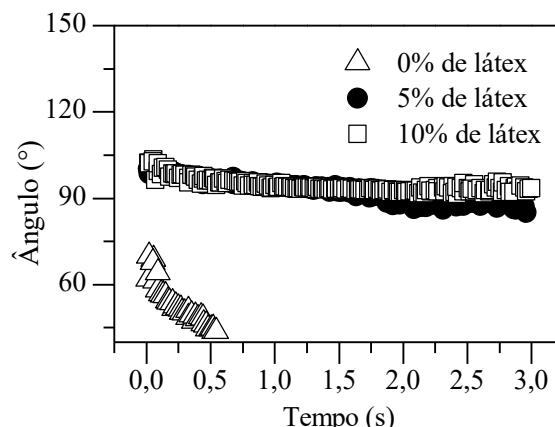
Fonte: Autor.

4.1.3.3 Ângulo de contato

Na Figura 23 está representada a média do ângulo de contato durante os três primeiros segundos do teste, em superfícies de cinco amostras de celulose pura (0% de látex) ou com látex em teores de 5 e 10%. Observou-se que as amostras misturadas com látex apresentaram um ângulo de contato superior à celulose pura, indicando que o látex hidrofugou a amostra. Além disso, observou-se que a celulose modificada com 10% de látex permaneceu com ângulo superior a 90°, porém este comportamento não foi apresentado na amostra com 5% de látex após 1,5 segundos. Assim, recomenda-se utilizar uma celulose modificada com teor de 10% de látex dentre os teores utilizados, uma vez que esta porcentagem de látex utilizada confere à superfície da celulose um tempo maior de estabilidade dimensional. A celulose pura mostrou ser uma amostra com uma superfície

extremamente hidrofilica, com tendência a completa absorção de água antes do primeiro segundo de contato com a gota da água.

Figura 23: Ângulo de contato de cinco amostras de celulose com 0, 5 e 10% de látex natural



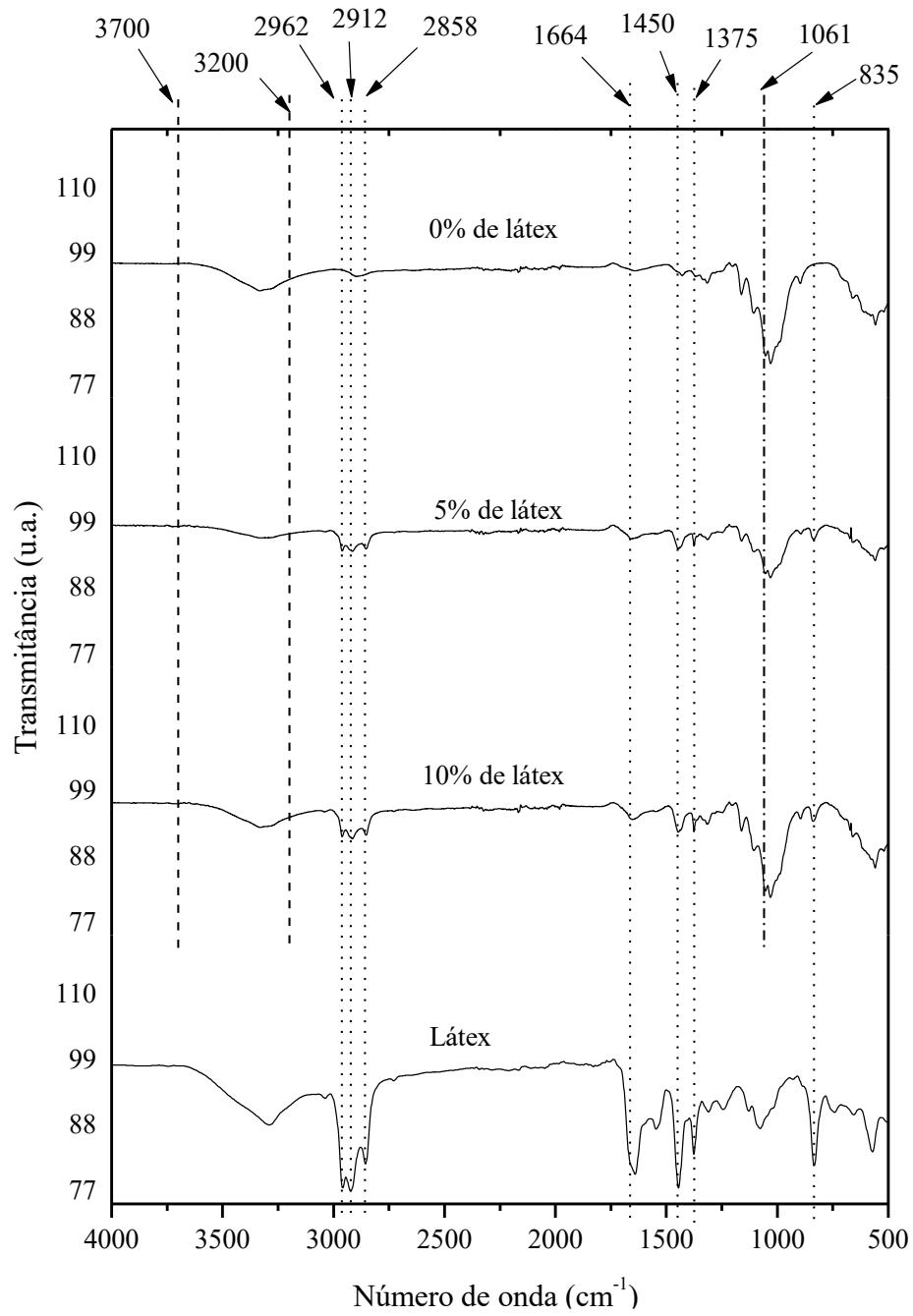
Fonte: Autor.

4.1.3.4 FTIR-ATR

A Figura 24 apresenta os espectros das amostras analisadas: celulose com 0, 5 e 10% de látex; e amostra de látex natural. Foi possível observar a presença das bandas características da celulose em todas as amostras, pura ou com látex. Destas bandas, cita-se: a) 1061 cm^{-1} é atribuída ao alongamento da ligação C-O e a vibração da deformação angular no plano C-H da celulose (ALEMDAR; SAIN, 2008); b) faixa próxima a 2900 cm^{-1} é atribuída à vibração de alongamento assimétrica do grupo CH, que são típicos de materiais orgânicos; c) região entre 3200 e 3700 cm^{-1} foi atribuída à vibração de alongamento do grupo hidroxila (OH) (CLARO *et al.*, 2018).

Comparando os espectros das amostras de celulose pura com amostras com presença de 5 ou 10% de látex foi identificada a presença do látex aderido à celulose. Esta análise foi feita por sete diferentes bandas características do látex, cada uma representa uma atribuição: a) 2962 cm^{-1} representa a deformação axial assimétrica da ligação C-H no CH_3 ; b) 2912 cm^{-1} a deformação axial assimétrica da ligação C-H no CH_2 ; c) 2855 cm^{-1} atribui a deformação axial simétrica da ligação C-H no CH_2 e CH_3 ; d) 1664 cm^{-1} indica deformação axial simétrica na ligação $\text{C}=\text{C}$; e) 1450 cm^{-1} a deformação angular CH_2 ; f) 1375 cm^{-1} indica uma deformação angular simétrica do CH_3 ; g) 835 cm^{-1} representa a deformação angular $\text{C}=\text{C}-\text{H}$ (NAKANISHI *et al.*, 2018; RIPPEL *et al.*, 2003).

Figura 24: Espectros de ATR para as amostras analisadas: celulose com 0, 5 e 10% de látex e amostra de látex natural



Fonte: Autor.

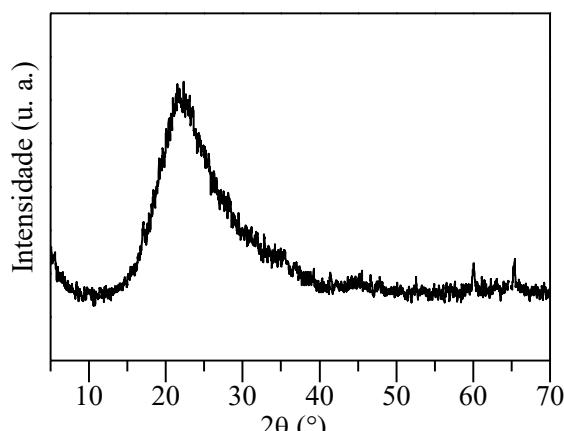
4.1.4 Microssílica

4.1.4.1 Difração de raios-X (DRX)

Como apresentado na Figura 25, observou-se que o difratograma da microssílica apresentou um halo amorfó com valores entre $2\theta = 15-30^\circ$, que representa uma região

característica de materiais pozolânicos de base silicosa. (WANG; ZHAO, 2018; MEDEIROS; RAISDORFER; HOPPE FILHO, 2017).

Figura 25: Difratograma de raios-X da microssílica



Fonte: Autor.

4.2 Efeitos do tratamento dos compósitos aos 28 dias e após envelhecimento natural por 90 e 180 dias

4.2.1 Teor de sólido do processo de sucção dos compósitos

Em todas as amostras analisadas, aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias, o teor de sólido da água succionada do compósito durante a moldagem foi inferior a 2%, indicando que houve baixa perda de sólidos, especialmente o látex, na produção dos compósitos. A mistura e o repouso num total de 5 minutos possivelmente geraram um bom efeito adesivo entre o látex natural e a polpa celulósica, como apresentado anteriormente no item 4.1.3, correspondentes aos resultados dos testes de MEV, FTIR-ATR e ângulo de contato em amostras de fibras celulósicas puras ou com adições de 5% ou 10% de látex.

4.2.2 Propriedades mecânicas

Os resultados das propriedades mecânicas (tenacidade - T, módulo de ruptura – MOR e módulo de elasticidade - MOE) dos experimentos, aos 28 dias e após envelhecimento por 90 e 180 dias, estão apresentados na Tabela 6. O valor de cada parâmetro refere-se a média de oito corpos de prova correspondentes a cada experimento. Valores entre parênteses representam o desvio padrão do experimento na idade referenciada.

Tabela 6: Resultado das propriedades mecânicas tenacidade (T), módulo de ruptura (MOR) e módulo de elasticidade (MOE) em todas as idades

E	VAR. DESCODIFICADAS			PROPRIEDADES MECÂNICAS									
	Micr. (%)	Cel. (%)	Lát. (%)	T (J/m ²)			MOR (MPa)			MOE (GPa)			
	28d	90d	180d	28d	90d	180d	28d	90d	180d	28d	90d	180d	
1	2,9	6,5	1,4	155,93 (27,29)	105,91 (21,59)	69,02 (11,93)	8,54 (1,16)	11,35 (1,53)	9,57 (0,97)	16,29 (3,05)	19,71 (2,39)	21,76 (1,85)	
2	2,9	6,5	8,6	217,65 (38,23)	147,18 (24,80)	112,57 (10,69)	8,71 (1,53)	8,88 (1,05)	8,56 (0,85)	10,88 (2,12)	10,41 (0,94)	12,48 (1,29)	
3	2,9	13,5	1,4	296,23 (65,78)	148,60 (24,94)	120,52 (24,56)	10,51 (1,91)	12,70 (1,98)	12,38 (2,07)	12,83 (2,93)	15,55 (1,59)	18,76 (2,22)	
4	2,9	13,5	8,6	345,74 (80,80)	267,12 (50,98)	136,64 (26,35)	7,03 (1,15)	9,17 (1,32)	8,23 (1,27)	6,78 (1,29)	8,73 (1,99)	10,15 (1,95)	
5	17,1	6,5	1,4	82,49 (18,37)	87,53 (16,37)	83,45 (17,54)	4,74 (0,88)	9,32 (1,59)	9,67 (1,45)	13,18 (2,20)	16,20 (1,41)	19,22 (1,21)	
6	17,1	6,5	8,6	82,58 (17,49)	90,12 (21,84)	88,18 (15,47)	2,86 (0,73)	5,70 (1,01)	6,47 (1,00)	6,40 (1,19)	9,49 (1,69)	10,50 (0,98)	
7	17,1	13,5	1,4	344,24 (81,19)	207,72 (34,54)	146,35 (34,32)	11,44 (1,61)	12,54 (1,85)	11,35 (2,54)	13,40 (2,02)	12,82 (2,06)	16,48 (2,31)	
8	17,1	13,5	8,6	398,43 (66,31)	243,92 (45,11)	106,42 (25,52)	7,22 (0,96)	7,00 (0,74)	4,35 (0,86)	5,94 (1,27)	6,48 (1,10)	5,20 (0,86)	
9	0	10	5	292,85 (37,81)	136,21 (22,61)	74,33 (16,18)	9,75 (0,80)	11,55 (1,31)	8,03 (1,22)	14,03 (1,67)	16,75 (1,91)	15,21 (2,23)	
10	20,04	10	5	229,46 (38,67)	87,38 (16,76)	110,12 (26,65)	7,63 (0,53)	6,67 (1,24)	8,01 (1,72)	10,25 (0,83)	11,36 (2,26)	11,98 (2,54)	
11	10	5,05	5	110,83 (19,35)	84,11 (15,92)	54,75 (12,49)	6,60 (0,87)	7,03 (1,37)	6,22 (1,31)	13,34 (3,15)	14,85 (1,38)	12,78 (2,38)	
12	10	14,94	5	834,75 (124,94)	242,13 (37,11)	134,26 (32,14)	10,71 (1,10)	12,21 (2,05)	9,35 (1,47)	9,19 (1,92)	12,19 (1,94)	11,43 (2,17)	
13	10	10	0	465,43 (92,36)	72,91 (13,82)	154,42 (26,77)	12,16 (2,67)	8,31 (1,64)	12,48 (2,15)	18,15 (3,21)	17,64 (1,75)	17,64 (2,74)	
14	10	10	10,09	272,84 (45,36)	112,17 (19,74)	60,82 (16,91)	4,36 (0,95)	5,06 (0,50)	3,75 (0,85)	7,92 (1,64)	7,01 (1,09)	7,34 (0,90)	
15 (C)	10	10	5	260,78 (89,03)	148,63 (47,19)	94,58 (20,28)	7,12 (0,92)	10,49 (2,02)	8,26 (1,12)	12,03 (2,02)	15,79 (2,76)	12,49 (2,06)	
16 (C)	10	10	5	262,69 (91,88)	152,15 (22,95)	95,02 (25,73)	7,21 (1,65)	10,64 (1,86)	8,23 (1,40)	13,39 (1,61)	16,23 (3,84)	12,58 (2,18)	
17 (C)	10	10	5	267,86 (94,14)	155,08 (40,45)	95,14 (22,95)	7,35 (1,68)	10,83 (1,99)	8,75 (1,65)	13,49 (1,74)	16,29 (2,59)	12,19 (0,38)	
18 (C)	10	10	5	270,63 (55,52)	157,30 (17,86)	103,02 (6,92)	7,10 (0,94)	10,81 (1,22)	8,82 (2,32)	12,24 (4,17)	15,77 (1,47)	13,39 (3,90)	
MÁX.				834,75	267,12	154,42	12,16	12,70	12,48	18,15	19,71	21,76	
MÍN.				82,49	72,91	54,75	2,86	5,06	3,75	5,94	6,48	5,20	

Em que: E: experimento; Micr.: microssílica; Cel.: celulose; Lát.: látex. Entre parênteses: desvio padrão.

Fonte: Autor.

Para melhor apresentação dos resultados mecânicos, no Apêndice A (A1, A2 e A3), foram apresentadas curvas típicas de tensão *versus* deflexão dos compósitos, em diferentes idades (28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias). Cada curva apresenta valores de propriedades mecânicas próximo a média das oito placas.

Aos 28 dias, ressalta-se o papel da matriz cimentícia na região elástica até o ponto de ruptura e, posteriormente, o papel de reforço da fibra, caracterizado pela transferência de forças da matriz para as fibras e comportamento dúctil no compósito, ao invés da ruptura abrupta típica das matrizes frágeis. Verificou-se que os compósitos aos 28 dias apresentaram geralmente curvas com comportamento *strain softening* após o início da fissuração da matriz. Após a exposição dos compósitos ao envelhecimento natural por 90 e 180 dias, observou-se por meio dos resultados dos ensaios de flexão a perda da capacidade de reforço das fibras, sendo apresentada uma queda da curva tensão *versus* deflexão imediatamente após alcançar a tensão máxima e consequente redução de sua ductilidade. Embora tenha ocorrido, na maioria, uma redução da tenacidade dos compósitos, observou-se um aumento da resistência à primeira fissura com o envelhecimento. Isto indica uma possível melhora da matriz com o tempo.

Verificou-se que, possivelmente, a continuidade da hidratação e carbonatação após o envelhecimento densificou a interface fibra-matriz podendo ter melhorado a aderência, e contribuído para o aumento do módulo de elasticidade (MOE) e módulo de ruptura (MOR) dos compósitos. A exposição do compósito ao envelhecimento natural, possivelmente, reintroduziu água no sistema após o período de cura (28 dias), além de reativar a dissolução dos íons (principalmente Ca^{2+}) de grãos anidros e fases menos estáveis como a portlandita. Estes íons são transportados e re-precipitados geralmente em regiões que existem poros na matriz cimentícia, como na interface entre fibra e matriz, e em regiões das fibras como nas paredes celulares e cavidades internas das fibras (LUMENS *et al.*, 2010b).

Outra observação foi que após o envelhecimento o aumento da inclinação na região elástica das curvas de tensão *versus* deflexão pode indicar uma provável mineralização e hidrólise alcalina da fibra natural, que deu origem a maior rigidez e fragilidade dos compósitos (WEI; MEYER, 2015). Ademais, a curva descendente do teste de flexão com o envelhecimento natural significa que a fibra permaneceu funcional no ambiente da matriz durante todo o período, mas a capacidade de reforço da fibra reduziu-se (ZUKOWSKI *et al.*, 2018).

4.2.3 Propriedades físicas

Os valores médios das propriedades físicas umidade, índice de vazios (Iv), massa específica aparente (ρ_{ap}) e absorção de água (A) estão dispostos nas Tabelas 7 e 8. Valores entre parênteses representam o desvio padrão do experimento na idade referenciada.

Notou-se que nos experimentos com alta quantidade de látex, por exemplo em E14 com teor máximo de látex (10%), apresentou baixa umidade aos 28 dias (12,17%) devido ao efeito hidrofugante do polímero. As mudanças no teor de umidade podem gerar danos generalizados na interface fibra-matriz, contribuindo assim para uma provável queda do comportamento mecânico ao longo prazo. Após os envelhecimentos, o compósito E14 (10% de látex) continuou a apresentar baixa umidade comparada aos outros experimentos. Verificou-se que a ruim dispersão da microssílica afetou o desempenho dos compósitos. A ausência da microssílica no experimento E9 produziu compósitos, após o envelhecimento por 180 dias, com a menor absorção (12,41%) e porosidade (Iv = 22,28%), além de compósitos mais densos ($\rho_{ap} = 1,80 \text{ kg/dm}^3$).

A maior porosidade aos 28 dias foi observada no experimento E7 (37,93%). Nas idades iniciais do processo de hidratação os volumes de vazios foram maiores, contribuindo para uma menor massa específica e fazendo com que os produtos de hidratação migrassem para o interior das fibras. Após o envelhecimento por 90 e 180 dias a matriz tornou-se mais densa. Poros interconectados e compósitos com alto índice de vazios (porosidade) é uma das causas da diminuição da durabilidade, na qual permite acesso de águas e substâncias dissolvidas ao interior, atingindo assim o reforço (TONOLI *et al.*, 2011; NEVILLE, 1997).

Ressalta-se que, os valores de absorção de água para as diferentes formulações estão abaixo de 37%, sendo este percentual o limite estabelecido pela ABNT NBR 5640 (1995). Um alto valor desta propriedade física pode estar associado a alguns fatores como a maior quantidade de fibras e a porosidade do compósito. A presença de maiores teores de fibras induz o aumento da porosidade do compósito pela redução do empacotamento das partículas cimentícias, pela presença de poros internos da fibra (lúmens) e por mudanças nas propriedades reológicas do compósito no estado fresco que dificultam sua moldagem (CORREIA *et al.*, 2018; ARDANUY; CLARAMUNT; TOLEDO FILHO, 2015; DIAS; JOHN; SAVASTANO JR., 2006).

Tabela 7: Resultado das propriedades físicas Absorção de água (A) e Umidade em todas as idades

E	VAR. DESCODIFICADAS			PROPRIEDADES FÍSICAS							
	Micr. (%)	Cel. (%)	Lát. (%)	Absorção (A) (%)				Umidade (%)			
				28d	90d	180d	28d	90d	180d	28d	90d
1	2,9	6,5	1,4	17,89 (0,98)	14,83 (1,27)	16,68 (0,93)	14,13 (0,42)	9,80 (0,62)	7,68 (0,57)		
2	2,9	6,5	8,6	14,94 (1,29)	12,12 (1,01)	14,62 (1,34)	11,27 (0,60)	7,41 (0,29)	6,18 (0,58)		
3	2,9	13,5	1,4	20,37 (1,61)	15,11 (0,50)	17,90 (0,93)	14,92 (0,64)	9,38 (0,21)	8,58 (0,61)		
4	2,9	13,5	8,6	23,29 (4,61)	15,12 (1,26)	16,80 (0,87)	13,21 (1,26)	7,85 (0,47)	6,71 (0,34)		
5	17,1	6,5	1,4	21,16 (1,06)	18,76 (0,36)	21,28 (2,14)	17,77 (0,60)	11,89 (0,27)	10,43 (0,72)		
6	17,1	6,5	8,6	19,37 (1,04)	16,56 (0,79)	19,43 (1,32)	14,11 (0,44)	8,52 (0,48)	7,83 (0,51)		
7	17,1	13,5	1,4	26,27 (1,83)	18,84 (0,71)	16,77 (1,83)	18,65 (0,44)	11,74 (0,36)	6,19 (0,85)		
8	17,1	13,5	8,6	22,60 (1,86)	17,82 (0,99)	15,89 (1,42)	13,63 (0,49)	8,54 (0,23)	3,32 (0,44)		
9	0	10	5	17,49 (1,52)	12,81 (1,11)	12,41 (0,78)	15,13 (0,93)	8,60 (0,57)	3,55 (0,19)		
10	20,04	10	5	24,05 (2,09)	18,10 (0,59)	19,04 (1,66)	18,19 (1,05)	10,18 (0,35)	6,80 (1,12)		
11	10	5,05	5	18,45 (1,33)	14,65 (0,54)	16,92 (1,56)	16,55 (0,84)	9,85 (0,35)	6,67 (1,01)		
12	10	14,94	5	23,21 (2,29)	16,89 (1,08)	17,16 (1,39)	15,80 (0,88)	9,83 (0,39)	5,82 (0,67)		
13	10	10	0	21,33 (2,42)	19,58 (1,30)	17,03 (0,76)	17,05 (0,87)	14,73 (0,81)	7,08 (0,30)		
14	10	10	10,09	18,56 (2,37)	13,70 (1,77)	15,00 (0,70)	12,17 (1,15)	8,55 (0,93)	3,55 (0,32)		
15 (C)	10	10	5	19,64 (1,92)	12,61 (2,41)	15,61 (0,32)	15,12 (1,10)	9,29 (0,76)	4,76 (0,21)		
16 (C)	10	10	5	20,07 (2,33)	12,07 (2,21)	15,83 (0,74)	15,21 (1,29)	8,74 (1,15)	4,78 (0,20)		
17 (C)	10	10	5	18,31 (2,35)	12,03 (2,69)	14,74 (0,53)	14,32 (1,21)	8,83 (1,55)	4,59 (0,25)		
18 (C)	10	10	5	19,81 (2,37)	11,99 (1,55)	15,43 (0,60)	15,38 (0,79)	8,72 (0,66)	4,56 (0,36)		
MÁXIMO				26,27	19,58	21,28	18,65	14,73	10,43		
MÍNIMO				14,94	11,99	12,41	11,27	7,41	3,32		

Em que: E: experimento; Micr.: microssílica; Cel.: celulose; Lát.: látex. Entre parênteses: desvio padrão.

Fonte: Autor.

Tabela 8: Resultado das propriedades físicas Massa específica aparente (ρ_{ap}) e Índice de Vazios (Iv) em todas as idades

E	VAR. DESCODIFICADAS			PROPRIEDADES FÍSICAS								
	Micr (%)	Cel (%)	Lát. (%)	ρ_{ap} (kg/dm ³)			Iv (%)					
				28d	90d	180d	28d	90d	180d			
1	2,9	6,5	1,4	1,69 (0,06)	1,77 (0,05)	1,77 (0,03)	30,24 (1,00)	26,24 (1,53)	29,42 (1,27)			
2	2,9	6,5	8,6	1,69 (0,05)	1,80 (0,05)	1,78 (0,03)	25,21 (1,42)	21,72 (1,33)	26,01 (2,18)			
3	2,9	13,5	1,4	1,62 (0,06)	1,76 (0,02)	1,72 (0,04)	32,84 (1,67)	26,54 (0,57)	30,77 (1,04)			
4	2,9	13,5	8,6	1,47 (0,10)	1,68 (0,05)	1,69 (0,03)	36,31 (2,32)	25,31 (1,34)	28,40 (1,07)			
5	17,1	6,5	1,4	1,58 (0,03)	1,62 (0,01)	1,62 (0,04)	33,40 (1,12)	30,48 (0,40)	34,51 (2,90)			
6	17,1	6,5	8,6	1,59 (0,03)	1,65 (0,02)	1,65 (0,04)	30,69 (1,12)	27,30 (0,95)	32,08 (1,54)			
7	17,1	13,5	1,4	1,45 (0,04)	1,61 (0,02)	1,65 (0,04)	37,93 (1,49)	30,27 (0,78)	27,61 (2,28)			
8	17,1	13,5	8,6	1,48 (0,05)	1,58 (0,04)	1,66 (0,05)	33,47 (1,74)	28,19 (0,89)	26,28 (1,49)			
9	0	10	5	1,66 (0,05)	1,81 (0,04)	1,80 (0,03)	28,94 (1,69)	23,14 (1,43)	22,28 (1,11)			
10	20,04	10	5	1,47 (0,06)	1,63 (0,02)	1,61 (0,04)	35,18 (1,76)	29,41 (0,67)	30,52 (1,86)			
11	10	5,05	5	1,63 (0,06)	1,74 (0,05)	1,69 (0,05)	30,05 (1,42)	25,52 (0,61)	28,50 (1,89)			
12	10	14,94	5	1,48 (0,06)	1,64 (0,04)	1,63 (0,04)	34,25 (1,96)	27,72 (1,10)	28,01 (1,66)			
13	10	10	0	1,64 (0,06)	1,63 (0,04)	1,73 (0,04)	34,94 (2,57)	31,89 (1,30)	29,42 (0,92)			
14	10	10	10,09	1,60 (0,07)	1,69 (0,05)	1,67 (0,02)	29,52 (2,45)	23,07 (2,38)	25,07 (1,07)			
15 (C)	10	10	5	1,61 (0,06)	1,73 (0,06)	1,69 (0,01)	31,47 (1,90)	22,40 (1,72)	26,42 (0,47)			
16 (C)	10	10	5	1,59 (0,07)	1,76 (0,08)	1,70 (0,02)	31,76 (2,28)	21,07 (2,82)	26,87 (0,98)			
17 (C)	10	10	5	1,64 (0,07)	1,77 (0,07)	1,73 (0,02)	29,93 (2,57)	22,24 (3,49)	25,44 (0,71)			
18 (C)	10	10	5	1,56 (0,03)	1,80 (0,06)	1,71 (0,02)	33,01 (0,95)	21,47 (2,13)	26,45 (0,75)			
MÁXIMO				1,69	1,81	1,80	37,93	31,89	34,51			
MÍNIMO				1,45	1,58	1,61	25,21	21,07	22,28			

Em que: E: experimento; Micr.: microssílica; Cel.: celulose; Lát.: látex. Entre parênteses: desvio padrão.

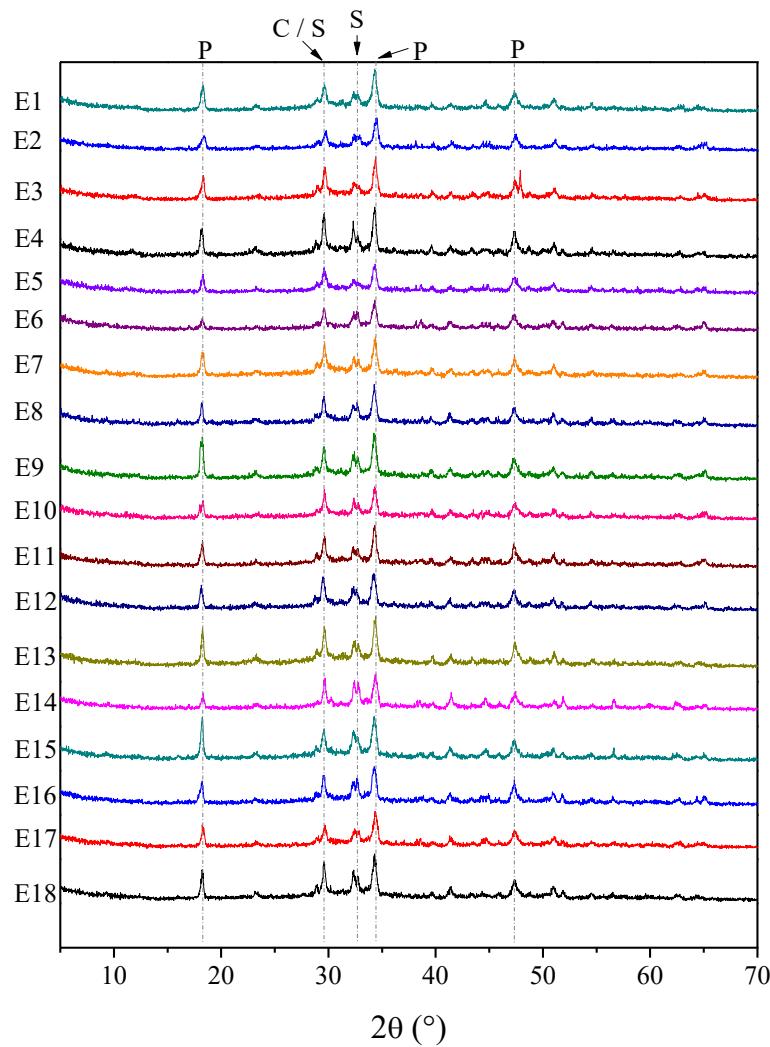
Fonte: Autor.

4.2.4 Difração de raios-X (DRX)

4.2.4.1 DRX aos 28 dias

Os difratogramas dos 18 compósitos aos 28 dias de cura com intensidades de picos normalizadas estão apresentados na Figura 26, sendo possível determinar as principais fases cristalinas. Notou-se a presença de portlandita (P) ($2\theta = 18,11^\circ, 34,69^\circ$ e $47,25^\circ$) (ICSD 15471), calcita (C) ($2\theta = 29,11^\circ$) (ICSD 169932) e silicato de cálcio hidratado (S) ($2\theta = 30,49^\circ$ e $32,17^\circ$) (ICSD 80127). Picos de etringita (ICSD 155395) não foram identificados.

Figura 26: Difratogramas dos experimentos aos 28 dias e seus respectivos produtos de hidratação. (P: portlandita; S: silicatos de cálcio hidratado; C: calcita)



Fonte: Autor.

Foi verificada a diminuição da intensidade do pico de portlandita com a substituição do cimento por microssílica, com mínimos nos experimentos com concentração de microssílica superior a 17,1%, como E5, E6 e E10, e máximos no experimento E9 (microssílica = 0%), apresentados na Figura 26. A microssílica alterou a microestrutura dos compósitos por meio da reação pozolânica que tende a reduzir o conteúdo de portlandita e produzir maior quantidade de silicato de cálcio hidratado (hidrato de baixa cristalinidade). Além disso, a microssílica pode proporcionar um ambiente menos agressivo para as fibras e um aumento na durabilidade dos compósitos (MÁRMOL; SAVASTANO JR., 2017). Esse bom desempenho pozolânico pode ser atribuído ao amorfismo, a baixa densidade e a grande superfície específica da microssílica (FRÍAS-ROJAS *et al.*, 2017).

Em contrapartida, nos experimentos E7 e E8 (microssílica = 17,1%) (Figura 26), mesmo com o alto teor de adição mineral, observa-se maior intensidade dos picos de portlandita. Acredita-se que, o elevado teor de fibras (13,5%) pode ter colaborado para uma inadequada distribuição das pozolanas, promovendo regiões de acúmulo de grãos não reagidos de microssílica, e consequentemente, o não consumo de portlandita no compósito.

Destaca-se que, a presença do látex natural à superfície da fibra ou na matriz provavelmente preservou o compósito, sendo que no compósito E13 (0% de látex) apresentou um alto pico de portlandita dentre todos os materiais. Possivelmente, com a utilização do látex natural houve uma redução no transporte dos íons Ca^{2+} durante a hidratação do cimento, ou uma adsorção das partículas do polímero com os grãos de cimento. A redução da disponibilidade de Ca^{2+} na formação de portlandita na matriz foi observada por Rossignolo (2009) e Silva, Roman e Gleize (2002) utilizando, respectivamente, látex SBR e EVA. Além disso, houve uma redução na disponibilidade de Ca^{2+} na formação de silicatos em Kong *et al.* (2016) utilizando látex de copolímeros de estireno e acrilato.

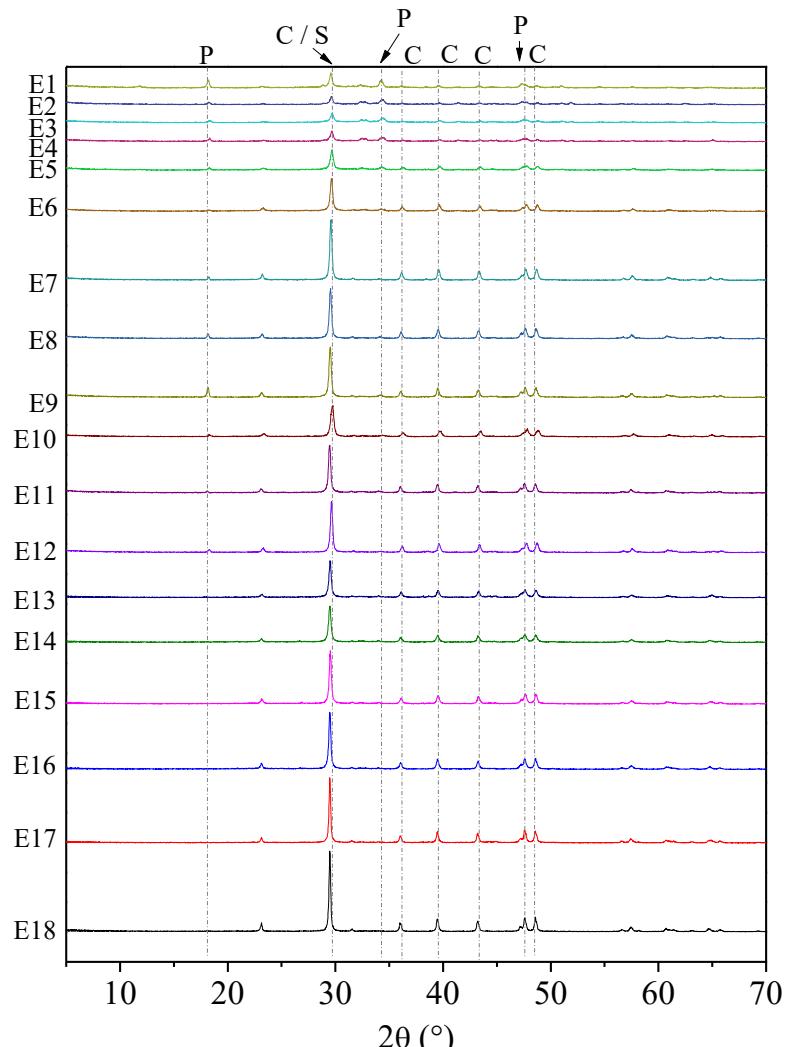
4.2.4.2 DRX após envelhecimento por 90 e 180 dias

Nos resultados dos difratogramas de compósitos após o envelhecimento por 90 e 180 dias, apresentados nas Figuras 27 e 28, respectivamente, verificou-se que a calcita (C) ($2\theta = 29,105^\circ$, $36,07^\circ$, $39,36^\circ$, $43,22^\circ$ e $48,09^\circ$) (ICSD 169932) é a principal fase mineralógica observada, diferente dos resultados aos 28 dias. Este aumento deve-se ao processo de reação primária de CO_2 que se dissolve na matriz e reage com produtos de hidratação, como a portlandita e o silicato de cálcio hidratado, levando a formação da calcita

ou carbonato de cálcio (URREA-CEFERINO *et al.*, 2017). Potencializada pela alta porosidade dos compósitos, a calcita é um composto insolúvel em água e mais denso que a portlandita, tornando a matriz com menos vazios, mais densa, resistente e rígida, além de diminuir a alcalinidade das matrizes cimentícias (CALDAS e SILVA; SAVASTANO JR.; JOHN, 2009).

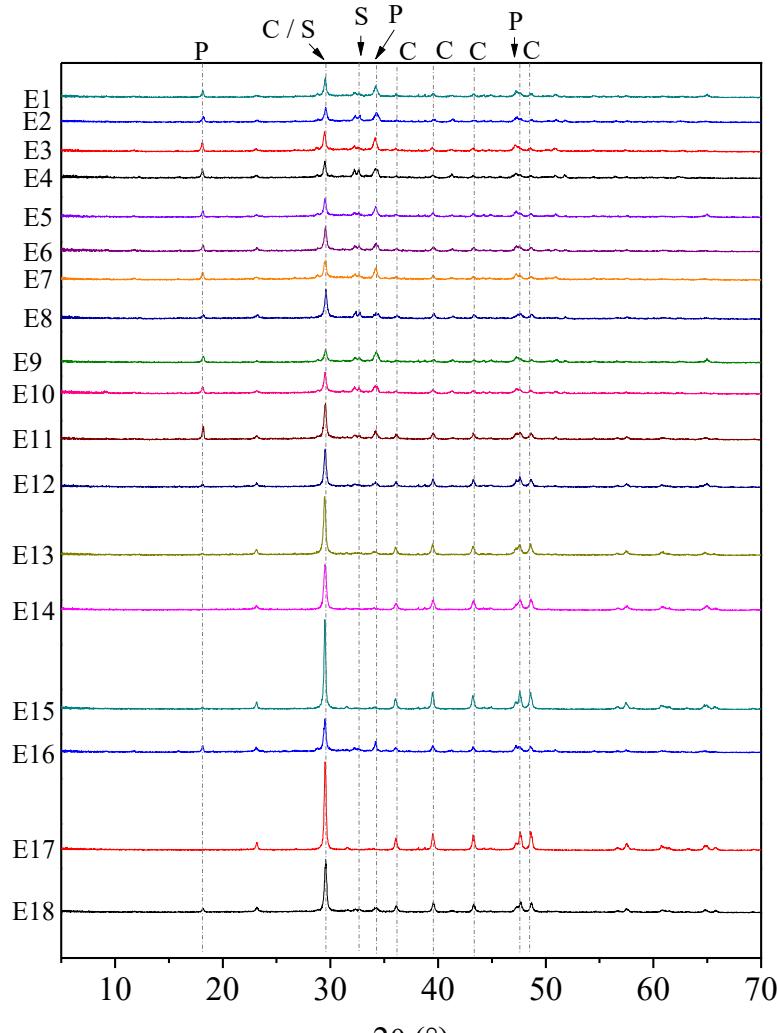
O pico do silicato de cálcio hidratado ($2\theta = 30,49^\circ$) (ICSD 80127) coincide com o pico de calcita. O avanço da hidratação da matriz foi preponderante para a formação deste produto. Além disso, notou-se a presença de portlandita (P) com baixa intensidade de pico ($2\theta = 18,11^\circ$, $34,69^\circ$ e $47,25^\circ$) (ICSD 15471).

Figura 27: Difratogramas dos compósitos após o envelhecimento por 90 dias e seus respectivos produtos de hidratação. (P: portlandita; S: silicato de cálcio hidratado; C: calcita)



Fonte: Autor.

Figura 28: Difratogramas dos compósitos após o envelhecimento por 180 dias e seus respectivos produtos de hidratação. (P: portlandita; S: silicato de cálcio hidratado; C: calcita)



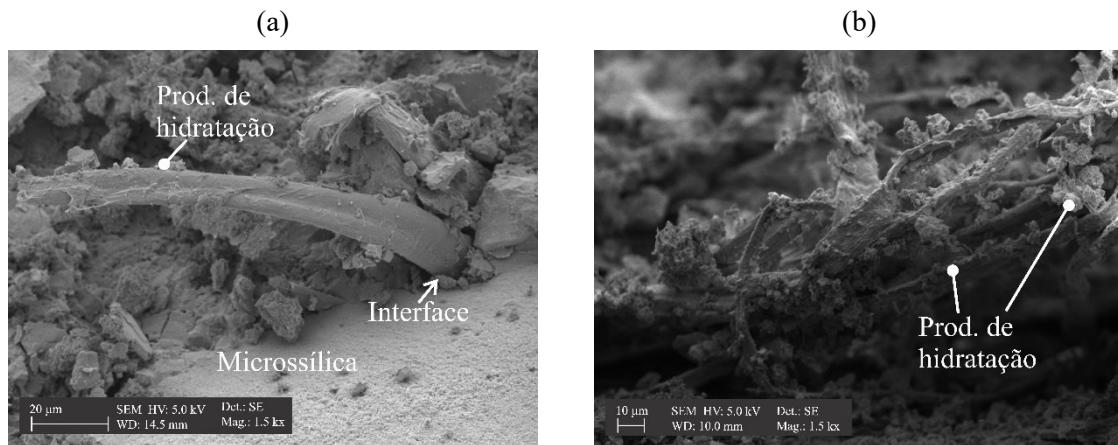
Fonte: Autor.

4.2.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A partir da microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram geradas micrografias da superfície de fratura dos compósitos. Geralmente, nas micrografias dos compósitos notou-se a presença de produtos de hidratação na superfície das fibras que tendem a enfraquecer o compósito quando existe principalmente a presença de portlandita, porém permite mostrar que houve uma ligação entre a fibra e a matriz cimentícia. Segundo Savastano Jr., Warden e Coutts (2005), a superfície de fibra recoberta por incrustações da matriz comprova uma aderência entre as fases promovendo maior dissipação de energia por atrito. Como apresentado nas Figuras 29a e 29b, produtos de hidratação estão presentes nas superfícies

das fibras nos experimentos em diferentes idades, aos 28 dias (E15) e após o envelhecimento por 90 dias (E3), respectivamente.

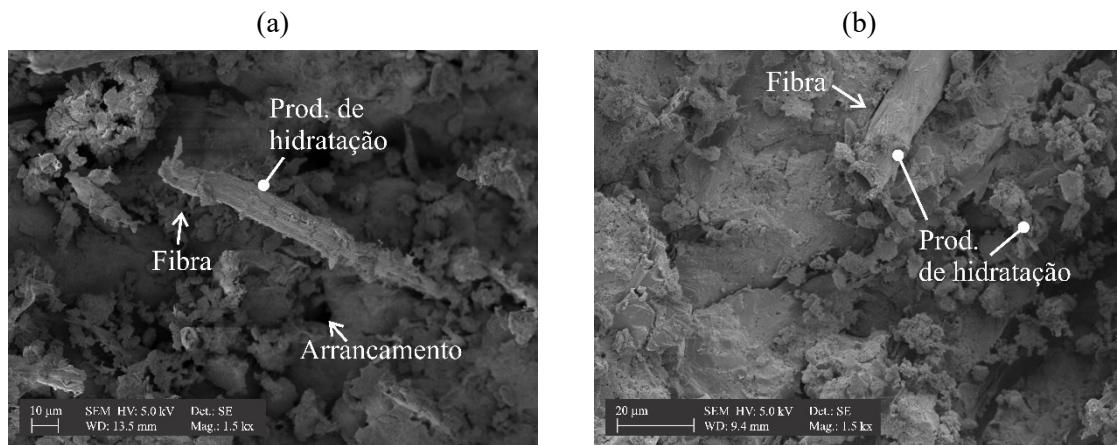
Figura 29: Presença de produtos de hidratação na superfície das fibras nos experimentos: (a) E15 aos 28 dias e (b) E3 após o envelhecimento por 90 dias



Fonte: Autor.

As micrografias mostraram que geralmente nos compósitos não envelhecidos (28 dias) as fibras de celulose foram normalmente arrancadas da matriz durante a fratura devido, possivelmente, tanto pela resistência das fibras que estão pouco degradadas, quanto pela aderência incompleta entre a fibra e a matriz, esta que possui baixo grau de hidratação. Exemplo de fibra arrancada e região após arrancamento está apresentado nas Figuras 30a e 30b. Após o envelhecimento natural houve uma densificação da zona de interface, porém não foi observado uma predominância de rupturas das fibras, e sim micrografias com fibras bem preservadas e com grandes comprimentos arrancados. Possivelmente, a resistência ao arrancamento não superou a resistência da fibra e estas não sofreram ruptura.

Figura 30: Configuração da seção de fratura do compósito: (a) fibra arrancada e região após arrancamento no compósito E7 aos 28 dias; (b) fibra arrancada no compósito E3 após o envelhecimento por 180 dias

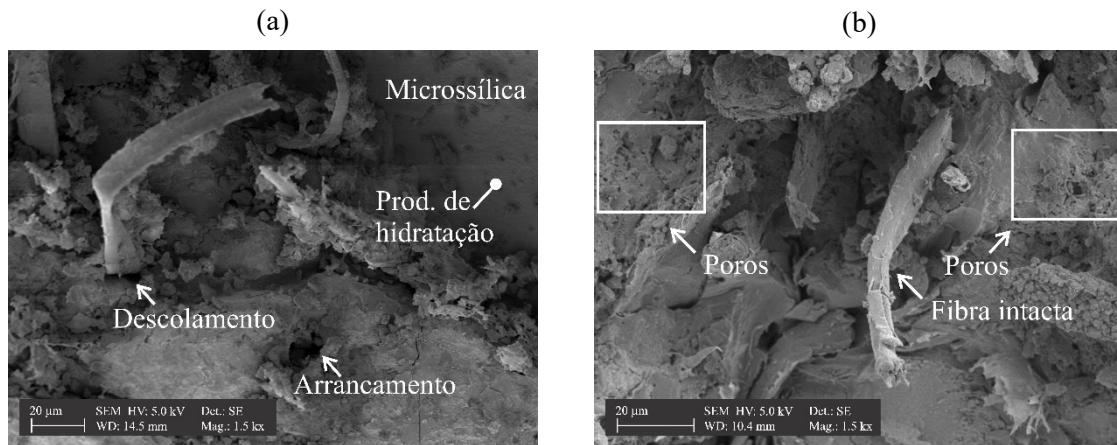


Fonte: Autor.

Defeitos na matriz e interface foram encontrados nas micrografias. Quanto à zona de transição, micrografias mostraram a existência de descolamento das fibras na matriz cimentícia causado, possivelmente, pela variação higroscópica da fibra e retração da matriz. Observando as características microestruturais da interface dos compósitos, geralmente se observou que as amostras não envelhecidas foram relativamente mais porosas do que as envelhecidas, possibilitando maior facilidade de perda de adesão e descolamento neste local. Isto ocorreu no experimento E11, que apresentou baixa tenacidade aos 28 dias (Figura 31a). O descolamento deixa espaços vazios e uma pobre aderência na interface fibra-matriz, sendo reduzida a tenacidade do compósito (BALLESTEROS *et al.*, 2015, SAVASTANO JR.; AGOPYAN, 1999).

Em relação aos defeitos na matriz, após o envelhecimento por 180 dias se verificou uma maior presença de poros distribuídos na matriz cimentícia decorrentes, possivelmente, da exposição à chuva, temperaturas altas e variação de umidade. Mesmo assim, as fibras permaneceram intactas nesta idade, como no experimento E10 (Figura 31b). Neste compósito, a provável proteção proporcionada pelo tratamento com o látex natural (5%) e a microssílica (20,04%) aumentou a resistência da fibra e evitou a presença de produtos de hidratação na superfície da fibra, especialmente a portlandita, devido ao efeito pozolânico local (SANTOS *et al.*, 2019; SILVA *et al.*, 2017).

Figura 31: Defeitos no compósitos cimentícios: (a) descolamento na interface fibra-matriz do compósito E11 aos 28 dias; (b) poros na matriz e fibra do compósito E10 apóos o envelhecimento por 180 dias

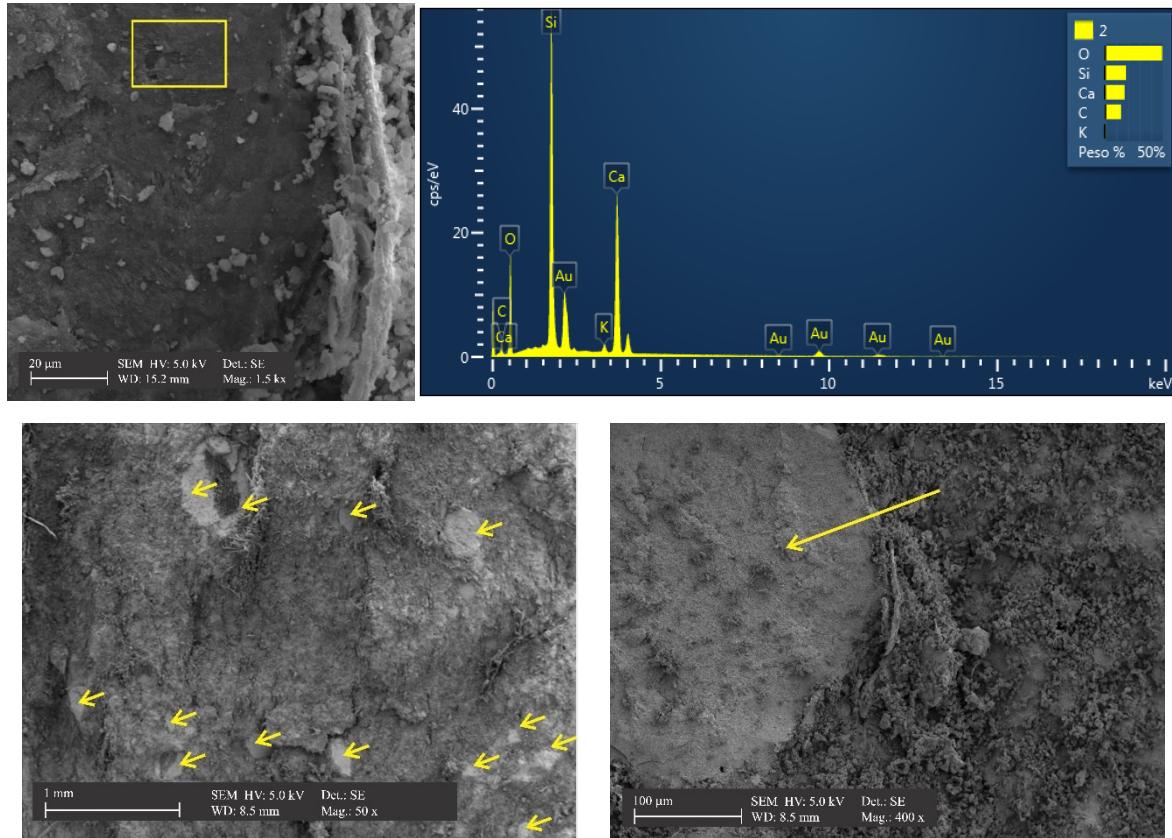


Fonte: Autor.

Demais micrografias apresentando o comportamento da matriz, fibra e da interface fibra-matriz dos 18 experimentos investigados em todas as idades estão apresentados no Apêndice B (B1 até B9). Não foi encontrada a presença de látex natural tanto na superfície das fibras ou na matriz cimentícia dos compósitos.

Análises de EDS foram realizadas nas partículas de cores mais escuras no experimento E12 após o envelhecimento por 180 dias, e o resultado revelou que as mesmas são partículas não reagidas de SiO_2 (Figura 32, representado pelo retângulo), possivelmente devido à presença de grãos de microssílica não reagidos (Figura 32, representado por setas). De maneira geral, notou-se nas micrografias que os compósitos em todas as idades apresentaram grande presença de microssílica não reagida distribuída na matriz. Isto pode ter influenciado nas propriedades mecânicas e físicas dos experimentos, visto que as microssílicas não reagidas tendem a ser menos resistentes que a matriz cimentícia hidratada. Isso ocorreu, possivelmente, pela dispersão deficiente durante a mistura dos compósitos.

Figura 32: Presença de grãos de microssílica no experimento E12 (10,0% micr.; 14,94% cel.; 5,0% lát.)



Em que: *micr.*: microssílica; *cel.*: celulose; *lát.*: látex.

Fonte: Autor

4.2.6 Análise das superfícies de resposta

Em todas as idades (28 dias e após envelhecimento natural por 90 e 180 dias), a análise global das variáveis de resposta foi avaliada por meio da regressão múltipla polinomial para obtenção de parâmetros relativos às variáveis independentes codificadas (X_1 : microssílica; X_2 : celulose e X_3 : látex) isoladas, interações ou termos quadráticos. O tratamento foi realizado a um nível de significância de 95%, onde as variáveis influentes nas respostas apresentaram um p inferior a 0,05. Termos em negrito nas equações representam as variáveis que influenciaram significativamente na resposta. O coeficiente de determinação (R^2) indica o quanto o modelo consegue explicar os valores observados.

4.2.6.1 Análise das superfícies de resposta aos 28 dias

4.2.6.1.1 Tenacidade

A determinação da variável dependente tenacidade foi obtida por meio de regressão múltipla, apresentada na equação quadrática (4.1). O coeficiente de determinação (R^2) desta equação foi de 0,72.

$$\begin{aligned}
 T = & \mathbf{305,1323} - 16,4568(X_1) + \mathbf{155,8132}(X_2) - 8,9041(X_3) \\
 & - 61,6304(X_1^2) + 44,1889(X_2^2) - 7,6403(X_3^2) + 38,6515(X_1)(X_2) \\
 & - 7,1175(X_1)(X_3) + 5,2359(X_2)(X_3)
 \end{aligned} \tag{4.1}$$

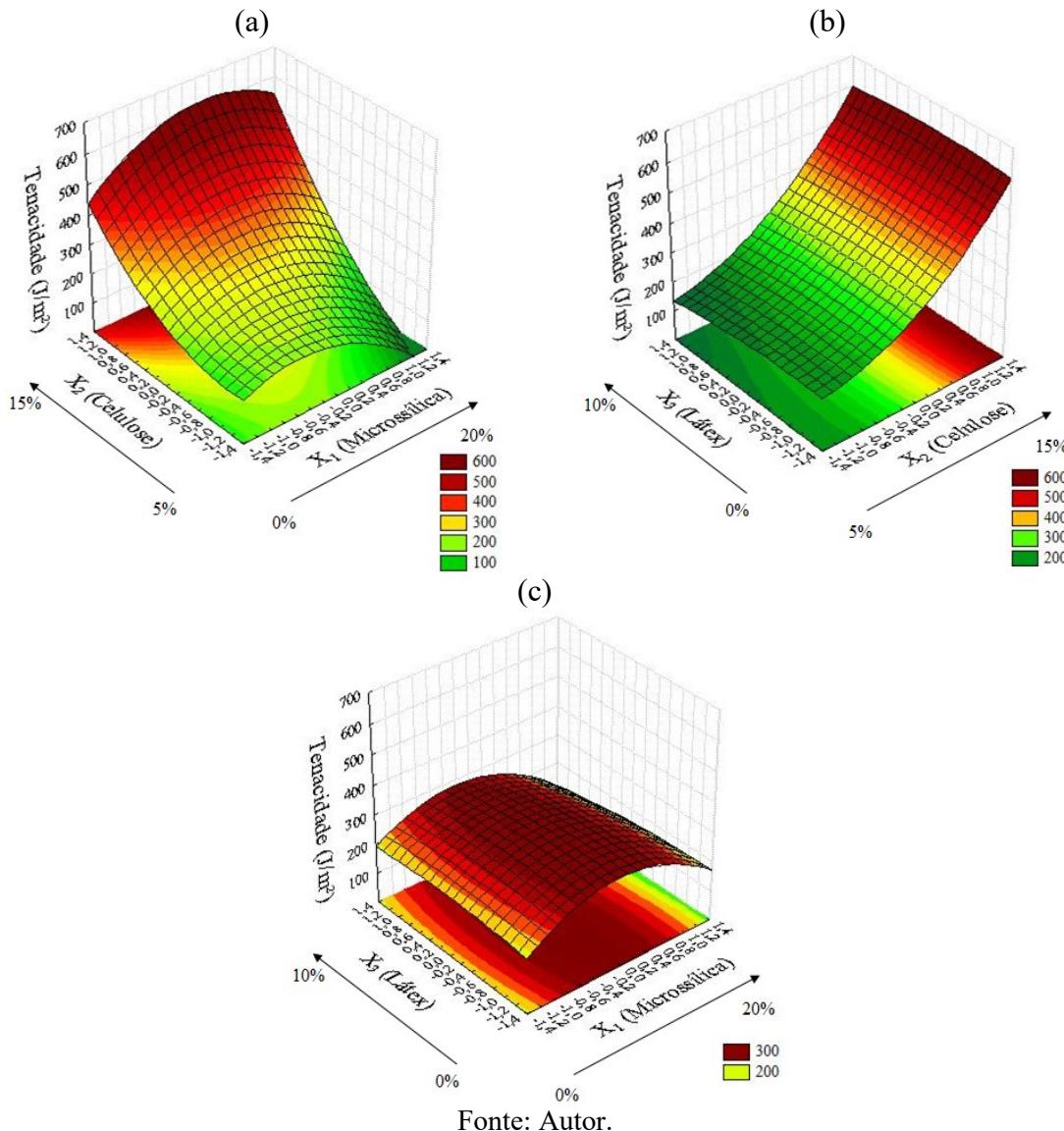
Onde T é a tenacidade expressa em J/m^2 .

Logo, foi possível observar que somente a variável linear X_2 (celulose) influenciou na resposta tenacidade ($p = 0,003432$), tendendo a aumentar esta propriedade. A Análise de Variância (ANOVA) para o modelo quadrático de superfície resposta para a tenacidade (T) está apresentada no Apêndice C1.

De acordo com as Figuras 33a e 33b, com valores látex e microssílica no ponto central ($X_3 = 0$; $X_1 = 0$) (5%; 10%), respectivamente, existe um aumento na tenacidade para maiores quantidades de X_2 (celulose). A medida que as fibras estão bem distribuídas no compósito, elas ajudam a controlar a propagação da fissura, absorvendo energia por atrito na pós-fissura e transferindo carga para outras partes do compósito, assim obtém-se compósitos com alta tenacidade (TONOLI *et al.*, 2010a). As fibras celulósicas em compósitos com látex e microssílica apresentaram resistência e capacidade de adesão adequadas às matrizes à base de cimento, sendo predominantemente arrancadas, como apresentado nas micrografias no Apêndice B.

Com base na Figura 33c, com valor de celulose no ponto central ($X_2 = 0$) (10%), foi observado o valor máximo para a tenacidade quando a quantidade de microssílica está estabelecida próximo ao valor codificado central ($X_1 = 0$) (10%), independente da variação de X_3 (látex) na mistura. Neste teor, possivelmente, o menor grau de hidratação da matriz e uma adequada aderência entre fibra-matriz potencializou o arrancamento das fibras dos compósitos com o esforço aplicado (CALDAS e SILVA; SAVASTANO JR.; JOHN, 2009).

Figura 33: Superfícies de resposta para a tenacidade (T) aos 28 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) microssílica no nível central ($X_1=0$); (c) celulose no nível central ($X_2=0$)



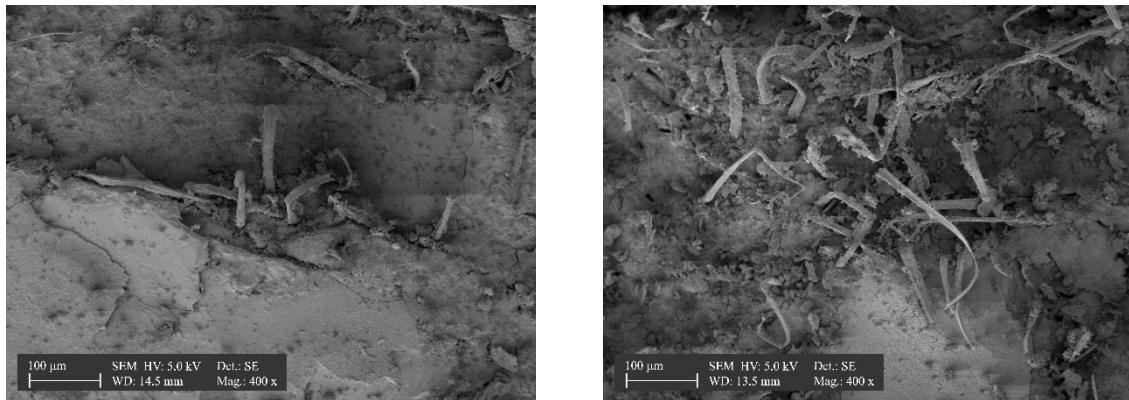
Fonte: Autor.

Verificou-se que em compósitos com o mesmo teor de fibras de celulose e microssílica, quanto maior a presença látex (entre 1,4 e 8,6%), maiores foram os valores de tenacidade (ver Tabela 6 do item 4.2.2). O tratamento com látex melhorou a durabilidade das fibras, comportamento semelhante aos resultados de Santos *et al.* (2019), que investigaram o comportamento mecânico aos 28 dias de compósitos cimentícios com fibras celulósicas modificadas com metacaulim e baixos teores de látex natural (até 0,25%). A capacidade de reforço das fibras no compósito deve-se a alguns fatores, como a estrutura da matriz, a distribuição das fibras e a interface da matriz de fibras (BENTUR; MINDESS, 2007).

A presença do látex proporcionou possivelmente menor instabilidade volumétrica dos compósitos e, consequentemente, um menor descolamento na interface fibra-matriz (SANTOS *et al.*, 2019) e uma melhor interação fibra-matriz. Isso contribuiu para o aumento da tenacidade dos compósitos. Esta interação foi possivelmente fornecida pela redução do caráter hidrofílico dos compósitos pela presença de látex. Verificou-se a partir dos resultados dos testes físicos, conforme a Tabela 8 do item 4.2.3, que houve a redução da porosidade (índice de vazios) dos compósitos com a presença de maiores teores de látex. A emulsão polimérica é um fator determinante na redução da porosidade e permeabilidade em compósitos devido ao seu caráter hidrófugo (STANCATO; BURKE; BERALDO, 2005; RAO *et al.*, 2013). Avalia-se que a impregnação do látex na celulose antes do contato com o meio aquoso torna-se interessante em materiais que são preparados por sucção a vácuo.

Na Figura 34 está apresentada a distribuição das fibras nos compósitos E11 e E12 aos 28 dias. No experimento E12, sendo um compósito com alto teor de celulose (14,94%), foi obtida a maior tenacidade dentre os compósitos, apresentando um resultado de 834,75 J/m². No experimento E11 observou-se que o baixo teor de fibras (mistura com 5,05% de celulose) contribuiu para uma baixa tenacidade, com valor de 110,83 J/m². Um maior teor de fibra no compósito permitiu maior capacidade de arrancamento das fibras tornando mais eficiente o efeito de ponte nas microfissuras do compósito (TONOLI *et al.*, 2010a). A força de arrancamento da fibra na matriz produz atrito na interface de modo que a energia necessária para colapsar um compósito reforçado é diretamente proporcional aos teores do reforço, garantindo assim maior capacidade de transferência de tensão por atrito (PICKERING; EFENDY; LE, 2016; BALLESTEROS *et al.*, 2015). No entanto, observou-se que maiores quantidades de fibras nos compósitos tornaram mais difíceis o procedimento de mistura e moldagem.

Figura 34: Micrografias da seção de ruptura aos 28 dias dos compósitos E11 e E12

E11: 10,0% *micr.* - 5,05% *cel.* - 5,0% *lát.* E12: 10,0% *micr.* - 14,94% *cel.* - 5,0% *lát.*Em que: *micr.*: microssílica; *cel.*: celulose; *lát.*: látex.

Fonte: Autor.

4.2.6.1.2 Módulo de ruptura

A determinação da variável dependente módulo de ruptura foi obtida por meio de regressão múltipla, apresentada na equação quadrática (4.2). O coeficiente de determinação (R^2) desta equação foi de 0,89.

$$\begin{aligned}
 MOR = & 7,54506 - 0,95986(X_1) + 1,43008(X_2) - 1,70237(X_3) \\
 & + 0,22325(X_1^2) + 0,20514(X_2^2) + 0,00785(X_3^2) + 1,34470(X_1)(X_2) \\
 & - 0,34824(X_1)(X_3) - 0,74847(X_2)(X_3)
 \end{aligned} \tag{4.2}$$

Onde MOR é o módulo de ruptura expresso em MPa.

Logo, foi possível observar que todas as variáveis lineares X_1 ($p = 0,024547$), X_2 ($p = 0,003358$) e X_3 ($p = 0,001192$) influenciaram na resposta módulo de ruptura, além da interação entre X_1X_2 ($p = 0,013377$). A variável X_3 (látex) foi a mais influente, com tendência a reduzir os valores de MOR após apresentar um valor de coeficiente linear de -1,70237, seguido por X_1 (microssílica: -0,95986). A presença da celulose aumentou o valor do MOR. A Análise de Variância (ANOVA) para o modelo quadrático de superfície resposta para o módulo de ruptura (MOR) está apresentada no Apêndice C2.

De acordo com a Figura 35a, com valor de látex no nível central ($X_3 = 0$) (5%), foram encontrados altos valores de módulo de ruptura para maiores concentrações de celulose (X_2) e baixos teores de microssílica (X_1). O adequado desempenho da matriz, a aderência na zona

de transição entre fibra-matriz e a adequada distribuição das fibras desenvolveram compósitos com elevado valor de MOR. A zona de transição fibra-matriz é caracterizada por uma região de alta porosidade. A presença do látex contribuiu para a diminuição da hidrofilicidade da fibra, isso pode ter resultado numa menor variação dimensional das fibras e preservação da interface.

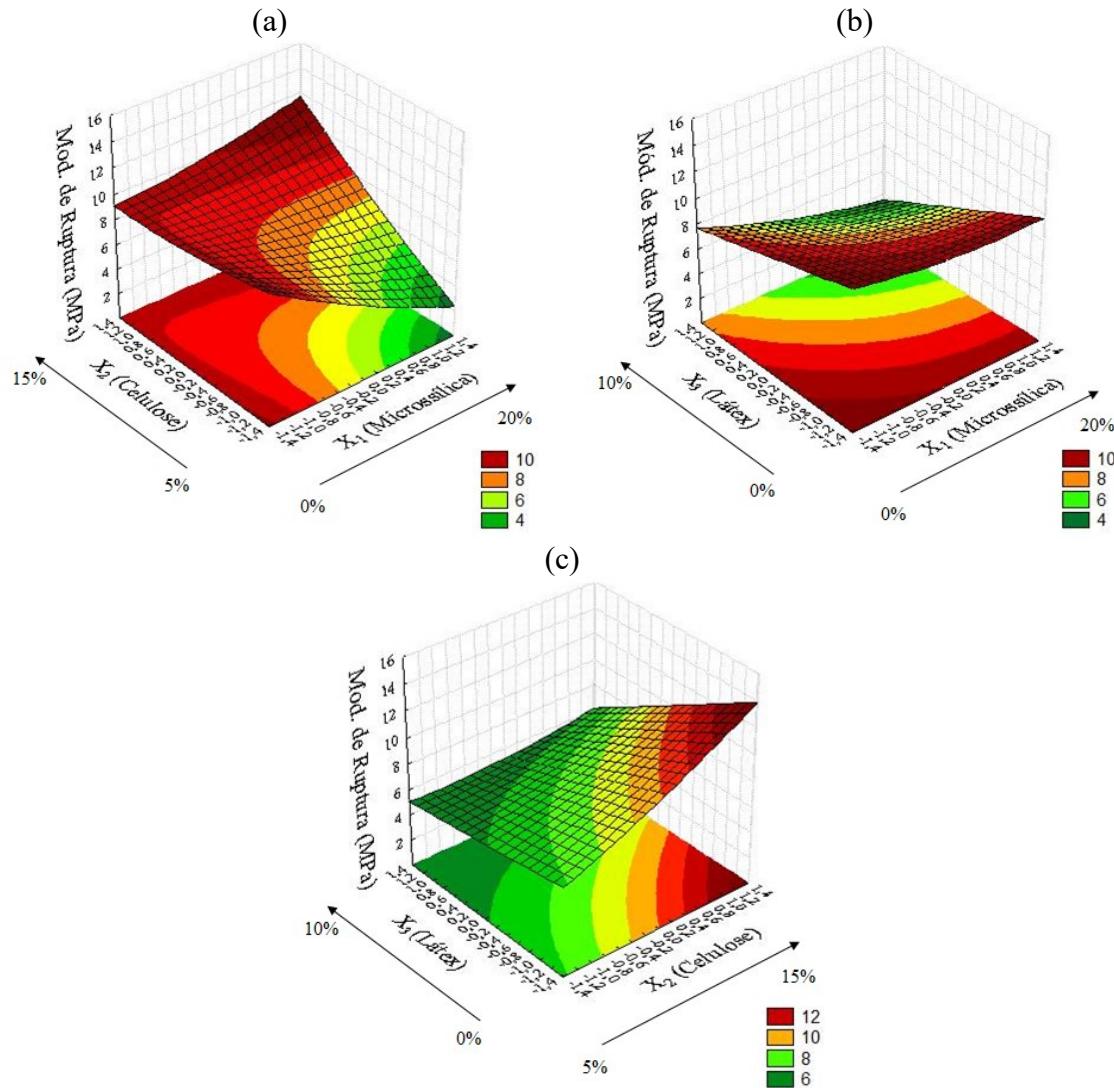
Sakai e Sugita (1995) destacaram que o efeito de reforço de 10% de látex EVA distribuídos nas partículas de cimento causou o aumento da resistência à flexão em argamassas. Houve uma adesão entre a matriz cimentícia e o agregado, além da tentativa de impedir a propagação das fissuras. No entanto, o excesso de látex causa descontinuidade da estrutura da rede monolítica formada, cuja resistência é então reduzida (OHAMA, 1998).

Para o valor de celulose no nível central ($X_2 = 0$) (10%), apresentado na Figura 35b, verificou-se que para um baixo valor codificado de látex ($X_3 < -0,6$) (< 2,8%) e baixo teor de microssílica ($X_1 < -0,2$) (< 8,6%), foi possível obter um maior módulo de ruptura. Conforme Silva *et al.* (2017), o efeito pozolânico local na interface fibra-matriz causado pela adequada sinergia entre látex e pozolana na superfície da fibra reduz a presença de portlandita e aumenta a resistência do compósito. A diminuição da portlandita aos 28 dias, devido à presença de látex e microssílica, foi apresentada no ensaio de DRX no subitem 4.2.4.

Com base na Figura 35c, com valor de microssílica no nível central ($X_1 = 0$) (10%), verificou-se que maiores valores de módulo de ruptura foram alcançados para teores acima de 13,5% de celulose ($X_2 > 1$) e concentrações menores que 1,4% de látex ($X_3 < -1$) na mistura. Ocorreu possivelmente uma melhor orientação e distribuição das fibras no compósito que promoveu maior capacidade de resistência à ruptura quando os teores de látex foram baixos. Conforme Mármol e Savastano Jr. (2017), fibras dispersas de forma homogênea dentro da matriz evitam a presença de regiões não reforçadas e, portanto, a propagação de grandes fissuras.

Possivelmente, da quantidade de microssílica adicionada, uma parte contribuiu para as propriedades mecânicas, reagindo e preenchendo os poros do sistema, porém o excesso não reagido ficou disperso no compósito.

Figura 35: Superfícies de resposta para o módulo de ruptura (*MOR*) aos 28 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$); (c) microssílica no nível central ($X_1=0$)



Fonte: Autor.

4.2.6.1.3 Módulo de elasticidade

A determinação da variável dependente módulo de elasticidade foi obtida por meio de regressão múltipla, apresentada na equação quadrática (4.3). O coeficiente de determinação (R^2) desta equação foi de 0,93.

$$\begin{aligned}
 MOE = & 13,03601 - 1,10054(X_1) - 1,13963(X_2) - 3,34794(X_3) \\
 & - 0,69508(X_1^2) - 1,13338(X_2^2) - 0,24677(X_3^2) + 0,91612(X_1)(X_2) \\
 & - 0,34823(X_1)(X_3) - 0,16358(X_2)(X_3)
 \end{aligned} \tag{4.3}$$

Onde MOE é o módulo de elasticidade expresso em GPa.

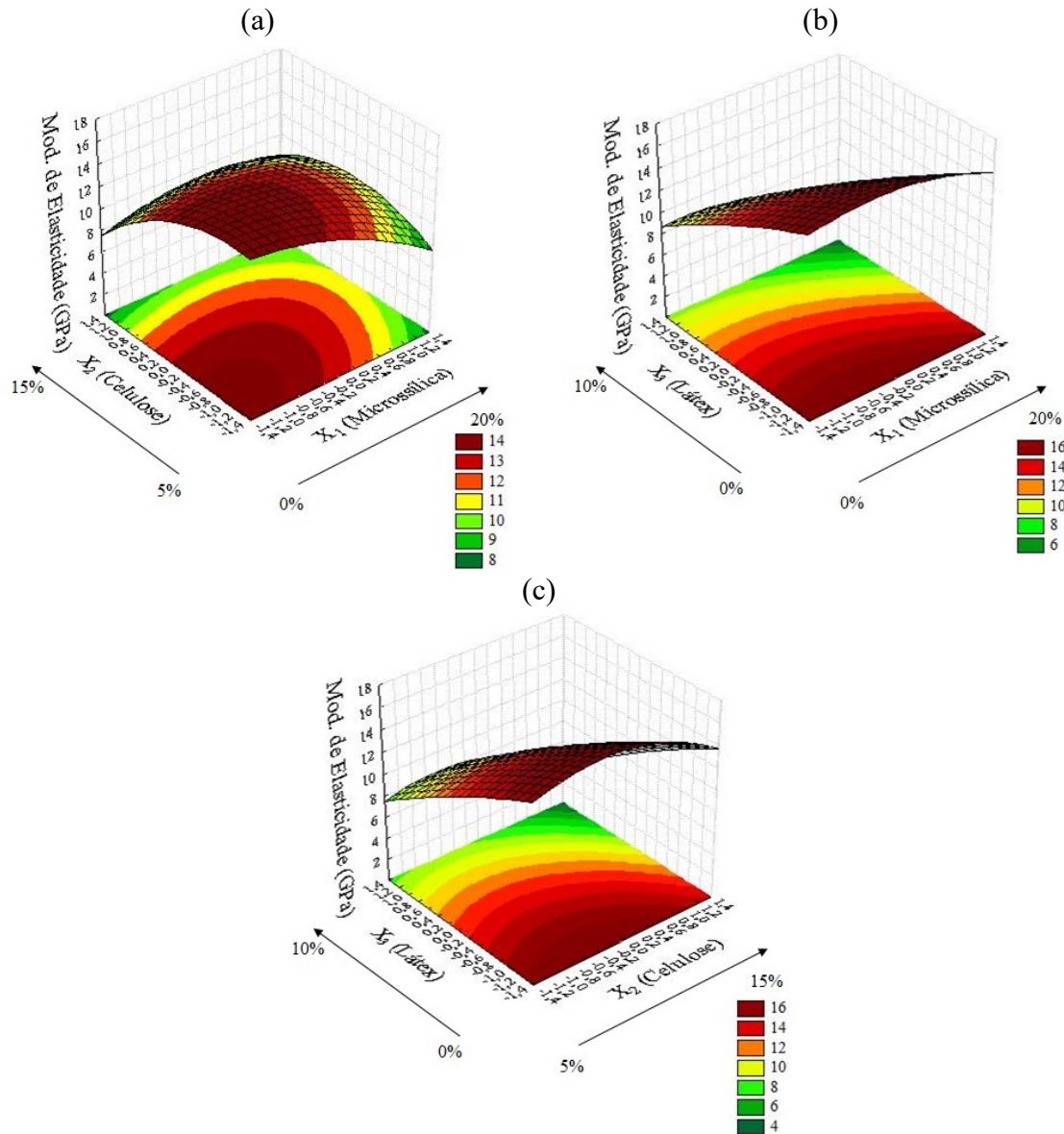
Logo, foi possível observar que todas as variáveis lineares X_1 ($p = 0,001624$), X_2 ($p = 0,001312$) e X_3 ($p = 0,000001$) influenciaram na resposta módulo de elasticidade, além das variáveis quadráticas X_1^2 ($p = 0,042973$) e X_2^2 ($p = 0,004429$), e a interação X_1X_2 ($p = 0,013250$). A variável X_3 (látex) foi a mais influente na redução do MOE, com um valor de coeficiente linear de -3,34794, seguido por X_2 (celulose: -1,13963) e X_1 (microssílica: -1,10054). A Análise de Variância (ANOVA) para o modelo quadrático de superfície resposta para o módulo de elasticidade (MOE) está apresentada no Apêndice C3.

Por meio da Figura 36a, com valor de látex no nível central ($X_3 = 0$) (5%), verificou-se que para teores inferiores a 10,0% de microssílica e celulose ($X_1 < 0$; $X_2 < 0$), respectivamente, maior foi o valor do módulo de elasticidade. A menor concentração de celulose proporciona menor porosidade na matriz, além de apresentar, como descrevem Ballesteros *et al.* (2015), maior estabilidade dimensional do compósito em relação às variações dimensionais das fibras por sua higroscopidade. Este comportamento também é justificado pelas fibras por apresentarem um módulo de elasticidade inferior a uma matriz sem reforço (CALDAS e SILVA; SAVASTANO JR.; JOHN, 2009). Destaca-se também que o excesso de microssílica disperso na matriz não está contribuindo para o aumento do MOE. A matriz quanto mais pura ou com suficiente quantidade de adições proporciona um melhor rendimento mecânico no compósito. Além disso, a maior substituição por microssílica pode ter reduzido a rigidez do compósito devido à menor quantidade de silicato de cálcio hidratado primário produzido na idade inicial de 28 dias (menor teor de cimento) (BHATTACHARYA; HARISH, 2018).

Para valores de celulose e microssílica no nível central ($X_2 = 0$; $X_1 = 0$) (10%; 10%), apresentados nas Figuras 36b e 36c, respectivamente, a redução do látex proporcionou maiores valores de rigidez no compósito. O látex apresenta um comportamento elástico com baixo módulo, portanto este polímero não contribui para a melhoria da rigidez do compósito.

Em Sudin e Swamy (2006), a redução do módulo de ruptura e elasticidade com aumento de látex de 10 a 40% foi resultado do retardo em idades iniciais no grau de hidratação do cimento e também da ligação incompleta das fibras com a matriz cimentícia.

Figura 36: Superfícies de resposta para o módulo de elasticidade (MOE) aos 28 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$); (c) microssílica no nível central ($X_1=0$)

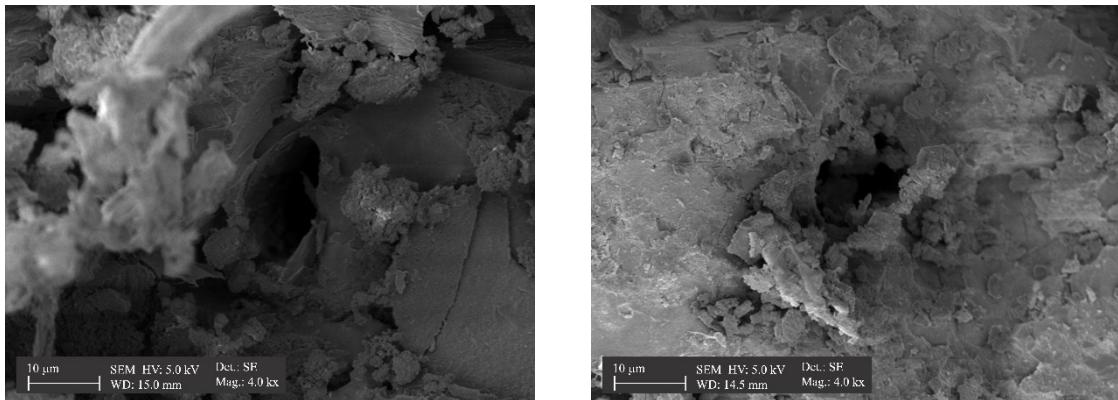


Fonte: Autor.

A presença de produtos de hidratação na região de arrancamento das fibras foi observada no experimento E11, compósito com alto módulo de elasticidade ($MOE = 13,34$ GPa), ao contrário do compósito E6 ($MOE = 6,40$ GPa), onde não foi observado incrustações cimentícias na região de arrancamento das fibras (Figura 37). A presença dos processos de hidratação das fases cimentícias dos compósitos pode fazer com que exista um incremento da aderência entre fibra-matriz e, consequentemente, um aumento da rigidez do compósito (WEI; MEYER, 2015).

Figura 37: Micrografias da seção de ruptura aos 28 dias dos compósitos E6 e E11

E6: 17,1% micr. - 6,5% cel. - 8,6% lát. *E11: 10,0% micr. - 5,05% cel. - 5,0% lát.*



Em que: *micr.*: microssílica; *cel.*: celulose; *lát.*: látex.

Fonte: Autor.

4.2.6.1.4 Absorção de água

A determinação da variável dependente absorção de água foi obtida por meio de regressão múltipla, apresentada na equação quadrática (4.4). O coeficiente de determinação (R^2) desta equação foi de 0,90.

$$\begin{aligned}
 A = & \mathbf{19,52488 + 1,84872(X_1) + 2,15804(X_2) - 0,78506(X_3)} \\
 & + 0,55462(X_1^2) + 0,58486(X_2^2) + 0,14161(X_3^2) - 0,31106(X_1)(X_2) \\
 & - 0,67887(X_1)(X_3) + 0,49826(X_2)(X_3)
 \end{aligned} \tag{4.4}$$

Onde A é a absorção de água expressa em porcentagem (%).

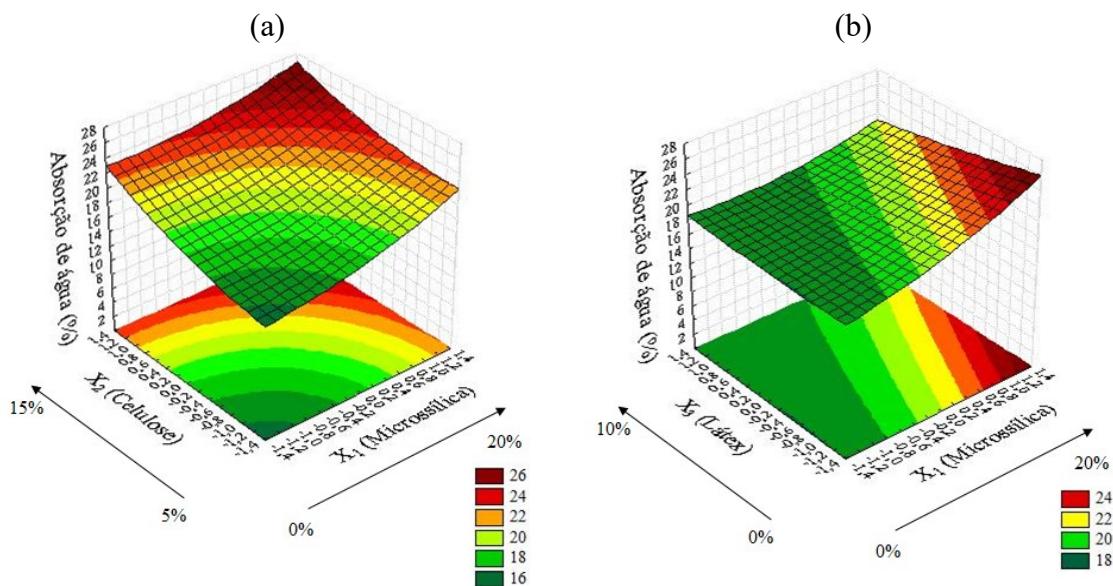
Logo, foi possível observar que as variáveis lineares X_1 ($p = 0,000899$) e X_2 ($p = 0,000329$) influenciaram na resposta absorção de água. A variável X_2 (celulose) foi a mais influente no aumento da absorção, com um valor de coeficiente linear de 2,15804, seguido por X_1 (microssílica: 1,84872). A Análise de Variância (ANOVA) para o modelo quadrático de superfície de resposta para a absorção de água (A) está apresentada no Apêndice C4.

Com base na Figura 38a, com valores de látex no nível central ($X_3 = 0$) (5%) verificou-se que para maiores teores de celulose (X_2) e microssílica (X_1), maior foi o valor da absorção de água. O excesso de microssílica está contribuindo, possivelmente, para o surgimento de microfissuras e aumento da porosidade do compósito. A natureza polar

e hidrofílica das fibras vegetais aumenta as propriedades de absorção de água do compósito (ONUAGULUCHI; BANTHIA, 2016; WAN; WANG; XIAO, 2010). Outras explicações causam este incremento: a) aglomeração de fibras ao longo da matriz cimentícia aumenta a porosidade no material devido espaços vazios gerados, e finalmente, favorece ao aumento da absorção de água do compósito (GHOFRANI *et al.*, 2014); b) na região da zona de transição fibra-matriz, a água presente ao redor das fibras proporciona o surgimento de uma área mais porosa quando o processo de hidratação termina (CORREIA *et al.*, 2014).

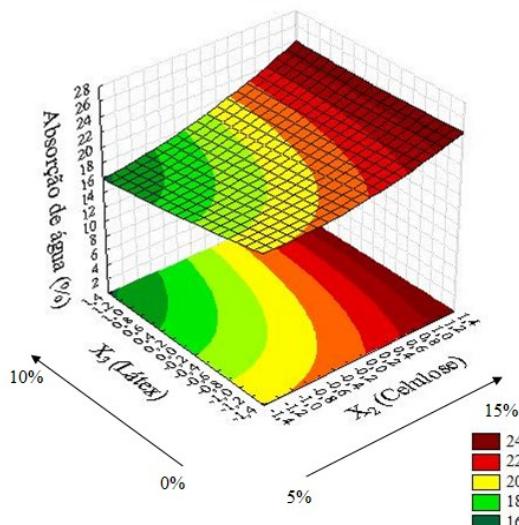
Com base na Figura 38b, com valor de celulose no nível central ($X_2 = 0$) (10%), verificou-se que para maiores teores de microssílica (X_1) e menor de látex (X_3), maior foi o valor da absorção de água. Por fim, com base na Figura 39, com valor de microssílica no nível central ($X_1 = 0$) (10%), verificou-se que os menores valores de absorção de água foram alcançados quando o teor de látex (X_3) na mistura aumentou, além da baixa presença de celulose (X_2). Os filmes poliméricos, possivelmente, se interconectaram com os hidratos de cimento dentro da matriz cimentícia preenchendo o espaço dos poros. Assim, com a diminuição do látex houve redução do preenchimento dos vazios do compósito (VO; PLANK, 2018). O látex hidrofuga a amostra com a formação de um filme polimérico, que protege parcialmente os vazios da fibra.

Figura 38: Superfícies de resposta para absorção de água (A) aos 28 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$)



Fonte: Autor.

Figura 39: Superfície de resposta para absorção de água (A) aos 28 dias: microssílica no nível central ($X_1=0$)



Fonte: Autor.

4.2.6.1.5 Otimização das variáveis de resposta analisadas

Com uso do programa *Statistica7* foram inseridos valores para cada variável independente codificada nas equações de regressão a fim de calcular outras combinações, além das apresentadas no PCC, dos valores previstos para as variáveis de resposta. Foram realizadas 30 combinações aleatórias entre os valores escolhidos para as variáveis independentes codificadas que otimizassem a resposta com os melhores resultados das propriedades física e mecânicas dos compósitos, apresentadas na Tabela 9.

Uma boa otimização foi observada no teste 7, que possui 13,55% de microssílica, máximo teor de celulose (14,94%), e látex com teor de 1,40%. Neste compósito observou-se altos valores de propriedades mecânicas de tenacidade (T) e módulo de ruptura (MOR), onde os teores dos materiais (microssílica, celulose e látex) estiveram dentro da região estudada. Entretanto, neste compósito não foi verificado o melhor módulo de elasticidade (MOE) ou baixa absorção de água (A).

Estes valores escolhidos para as variáveis independentes (X_1 , X_2 e X_3), que retornam altos valores para as respostas preditas conforme as equações de regressão, foram utilizados, posteriormente, para a moldagem dos corpos de prova e validação dos modelos.

Tabela 9: Resultados preditos, de acordo com as equações da regressão, das propriedades físicas e mecânicas dos compósitos otimizados para 30 combinações das variáveis independentes

Teste	Variáveis codificadas			Variáveis descodificadas			T	MOR	MOE	A
	X ₁	X ₂	X ₃	Micr. (%)	Cel. (%)	Lát. (%)				
1	0	1,41421	1	10	14,94	8,6	604,72	7,22	5,33	23,81
2	0	1,41421	0	10	14,94	5	613,86	9,98	9,16	23,75
3	0	1,41421	-0,59	10	14,94	2,88	612,09	11,61	11,18	23,84
4	0	1,41421	-1	10	14,94	1,4	607,72	12,74	12,49	23,97
5	0,5	1,41421	0	13,55	14,94	5	617,56	10,5	9,08	24,59
6	0,5	1,41421	-0,5	13,55	14,94	3,2	618,18	11,97	10,90	24,83
7	0,5	1,41421	-1	13,55	14,94	1,4	614,98	13,44	12,59	25,15
8	0,5	1	-1	13,55	13,5	1,4	500,41	12,06	13,94	23,94
9	-0,5	-1	-1	6,45	6,5	1,4	208,60	8,31	16,64	18,10
10	0	1	-1	10	13,5	1,4	501,16	11,64	14,03	22,70
11	0	1	0	10	13,5	5	505,13	9,18	10,76	22,27
12	0	1	-0,5	10	13,5	3,2	505,06	10,4	12,46	22,45
13	0	-1	0	10	6,5	5	193,51	6,32	13,04	17,95
14	0	1	0	10	13,5	5	505,13	9,18	10,76	22,27
15	0	-1	-1	10	6,5	1,4	200,01	7,28	15,98	19,38
16	0	1	-1	10	13,5	1,4	501,16	11,64	14,03	22,70
17	0	0	-1	10	10	1,4	306,40	9,26	16,14	20,45
18	0	0	1	10	10	8,6	288,59	5,85	9,44	18,88
19	-1	0	0	2,9	10	5	259,96	8,73	13,44	18,23
20	-1	-1	0	2,9	6,5	5	186,99	8,85	14,36	16,35
21	-1	1	0	2,9	13,5	5	421,31	9,02	10,25	21,28
22	-1	0	-1	2,9	10	1,4	254,11	10,09	16,19	18,48
23	1	0	0	17,1	10	5	227,05	6,81	11,24	21,93
24	1	0	-1	17,1	10	1,4	235,43	8,87	14,69	23,53
25	1	-1	0	17,1	6,5	5	76,77	4,24	10,33	20,67
26	-1	1,41421	-1	2,9	14,94	1,4	500,77	11,67	11,25	22,44
27	1	1,41421	-1	17,1	14,94	1,4	591,41	14,26	12,34	26,61
28	1	1,41421	0	17,1	14,94	5	590,44	11,14	8,66	25,71
29	1,41421	1,41421	1,41421	20,04	14,94	10,09	513,00	7,17	1,79	25,66
30	-1,41421	-1,41421	-1,41421	-0,04	5,05	-0,09	144,02	10,66	17,60	16,55

Em que: E: experimento; Micr.: microssílica; Cel.: celulose; Lát.: látex.

Fonte: Autor.

4.2.6.1.6 Validação dos modelos

Os modelos das variáveis dependentes estabelecidos anteriormente nesta pesquisa foram validados estatisticamente. O compósito otimizado 7, denominado compósito validado V1, foi comparado experimentalmente em relação ao valor predito do modelo, sendo obtido o erro experimental das variáveis dependentes T, MOR, MOE e A (Tabela 10).

Os resultados experimentais do compósito V1 validou o modelo estatístico do planejamento experimental aos 28 dias, onde foi notado um erro experimental inferior a 10%. Destaca-se que, o experimento V1, com teores de 13,55% de microssílica, 14,94%

celulose e 1,40% de látex, apresentou o melhor resultado de MOR dentre os compósitos ensaiados aos 28 dias, incluindo os ensaiados no Planejamento Composto Central (PCC).

Tabela 10: Resultados da resposta e do modelo de previsão para a validação V1 aos 28 dias

Resposta – V1	T (J/m ²)	MOR (MPa)	MOE (GPa)	A (%)
Predita	614,98	13,44	12,59	25,15
Experimental	666,75	13,34	12,87	22,91
Erro (%)	8,42	0,75	2,24	8,91

Fonte: Autor.

4.2.6.1.7 Ângulo de Contato

A análise do ângulo de contato proporcionou informações sobre o comportamento hidrofílico ou hidrofóbico das superfícies dos 18 compósitos estudados no PCC aos 28 dias. A determinação da variável dependente ângulo de contato foi obtida por meio de regressão múltipla, apresentada na equação quadrática (4.5). O coeficiente de determinação (R^2) desta equação foi de 0,68.

$$\begin{aligned}
 Ang = & 35,35154 - 6,45646(X_1) - 0,06185(X_2) + 12,00512(X_3) \\
 & + 3,61352(X_1^2) - 1,91736(X_2^2) + 9,54531(X_3^2) + 110,30736(X_1)(X_2) \\
 & - 3,95064(X_1)(X_3) + 8,16396(X_2)(X_3)
 \end{aligned} \quad (4.5)$$

Onde Ang é o ângulo de contato expresso em graus.

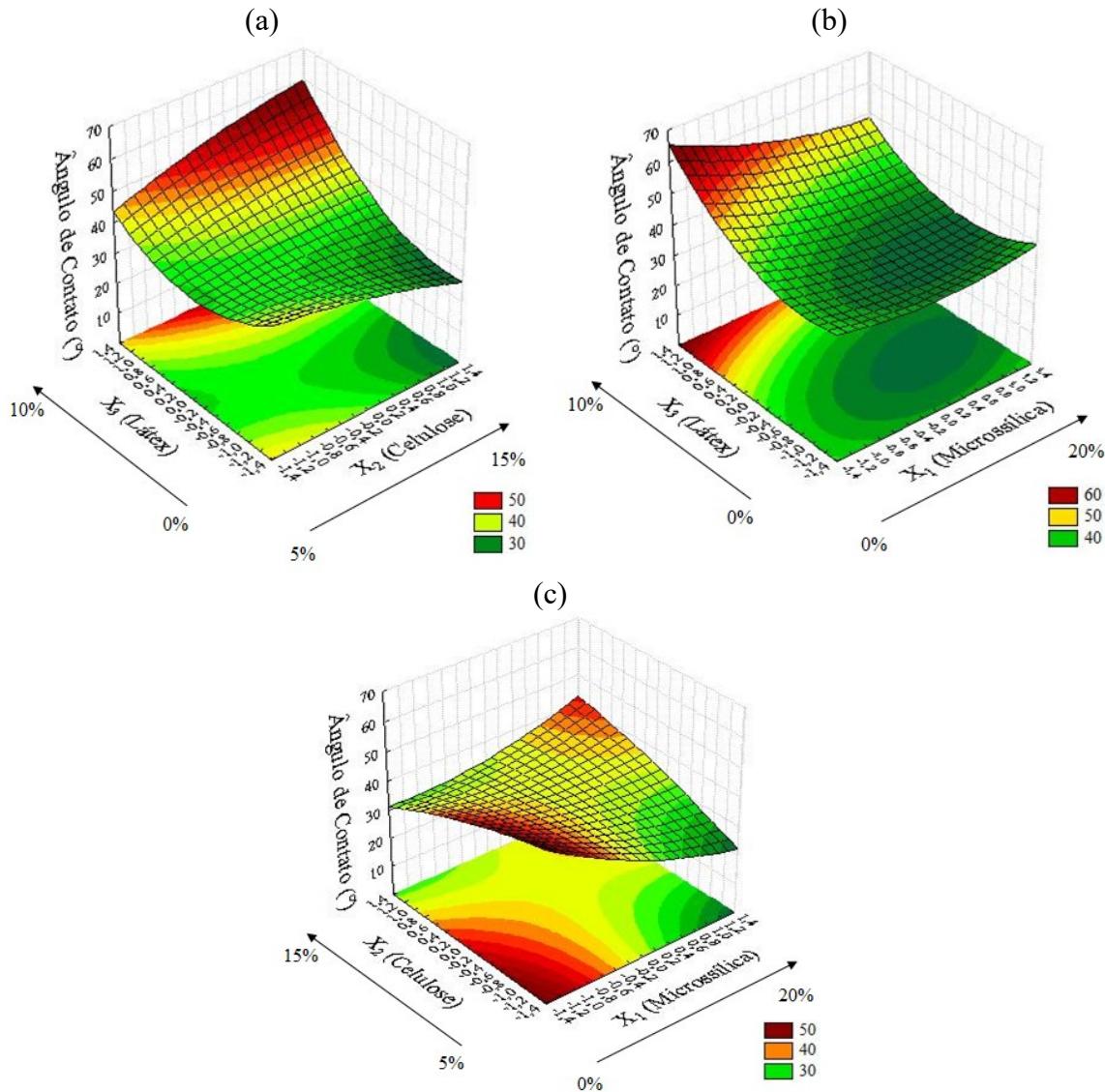
Logo, apenas a variável linear X_3 (látex) influenciou no aumento do ângulo de contato ($p = 0,036030$). A Análise de Variância (ANOVA) para o modelo quadrático de superfície resposta para o ângulo de contato está apresentada no Apêndice C5.

Com base nas Figuras 40a e 40b, com valores de microssílica e celulose no nível central ($X_1 = 0$; $X_2 = 0$) (10%; 10%), respectivamente, observou-se que quanto maior o teor de látex (X_3), menor foi o caráter hidrofílico dos compósitos, porém ressalta-se que todas as amostras foram caracterizadas como hidrofílicas pelo ensaio de ângulo de contato, pois todos tiveram valores inferiores a 90° devido, possivelmente, a presença das fibras e a porosidade da matriz.

Com valor de látex no nível central ($X_3 = 0$) (5%), conforme Figura 40c, foi verificado que maiores valores de ângulo de contato para teores mínimos de microssílica

(X_1) e celulose (X_2). O caráter hidrofílico das fibras e a dispersão ruim da microssílica na mistura, possivelmente, contribuíram para o aumento da porosidade dos compósitos e uma consequente redução dos valores de ângulo de contato nos compósitos.

Figura 40: Superfícies de resposta para o Ângulo de Contato aos 28 dias: (a) microssílica no nível central ($X_1=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$); (c) látex no nível central ($X_3=0$)



Fonte: Autor.

No Apêndice D estão apresentados todos os dados referentes ao ensaio de ângulo de contato dos compósitos aos 28 dias.

4.2.6.2 Análise das superfícies de resposta após o envelhecimento por 90 dias

4.2.6.2.1 Tenacidade

A determinação da variável dependente tenacidade foi obtida por meio de regressão múltipla, apresentada na equação quadrática (4.6). O coeficiente de determinação (R^2) desta equação foi de 0,89.

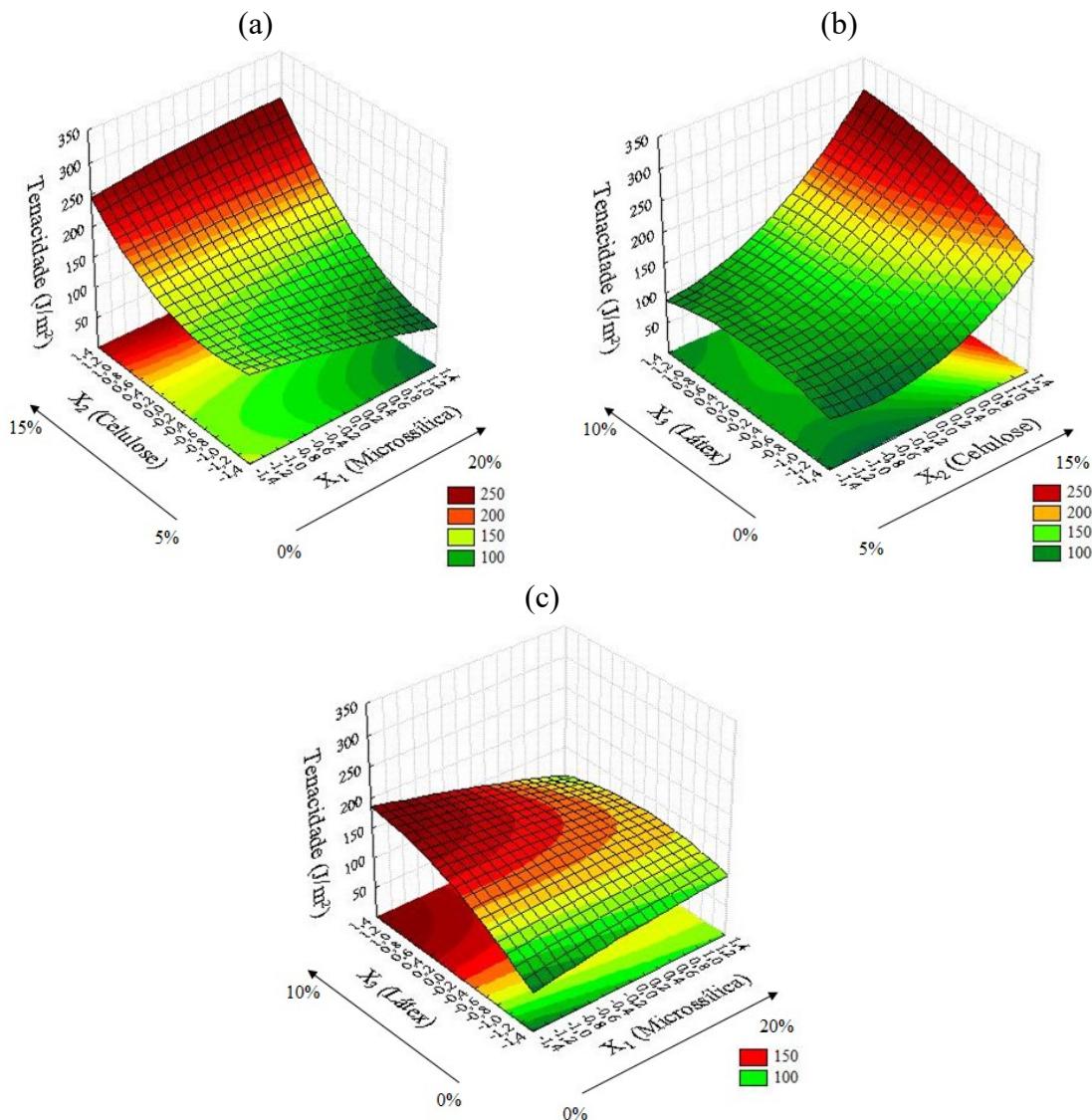
$$\begin{aligned}
 T = & \mathbf{141,0274} - 9,0496(X_1) + \mathbf{55,0072}(X_2) + \mathbf{21,1749}(X_3) - 2,3535(X_1^2) \\
 & + \mathbf{23,3089}(X_2^2) - 11,9830(X_3^2) + 13,9200(X_1)(X_2) - 15,1254(X_1)(X_3) \\
 & + 13,8578(X_2)(X_3)
 \end{aligned} \quad (4.6)$$

Onde T é a tenacidade expressa em J/m^2 .

Logo, foi possível observar que a variáveis lineares X_2 ($p = 0,000149$) e X_3 ($p = 0,032168$), e a variável quadrática X_2^2 ($p = 0,048399$) influenciaram na resposta tenacidade, tendendo a aumentar esta propriedade. A variável X_2 (celulose) foi a mais influente no aumento da tenacidade, com um valor de coeficiente de linear de 55,0072, seguido por X_3 (látex: 21,1749). A Análise de Variância (ANOVA) para o modelo quadrático de superfície resposta para a tenacidade (T) está apresentada no Apêndice C6.

De acordo com as Figuras 41a e 41b, com valores de látex e microssílica no ponto central ($X_3 = 0$; $X_1 = 0$) (5%; 10%), respectivamente, existe um aumento na tenacidade para maiores quantidades de X_2 (celulose). A Figura 41b também apresenta um aumento na tenacidade para maiores quantidades de X_3 (látex). Com base na Figura 41c, com valor de celulose no ponto central ($X_2 = 0$) (10%), foi observado maior tenacidade quando a quantidade de microssílica está abaixo valor codificado central (< 10,0%) e alto valor de X_3 (látex) na mistura ($X_3 > 0$) (> 5%).

Figura 41: Superfícies de resposta para a tenacidade (T) após o envelhecimento por 90 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) microssílica no nível central ($X_1=0$); (c) celulose no nível central ($X_2=0$)



Fonte: Autor.

A tenacidade após o envelhecimento por 90 dias comparada aos resultados de 28 dias continuou a ser beneficiada pela presença das fibras que ajudam a controlar a propagação da fissura. A diferença dos resultados nestas idades foi que após o envelhecimento por 90 dias, a presença de látex contribuiu positivamente para a tenacidade, atribuído possivelmente à capacidade de preservação da fibra vegetal em meio a matriz cimentícia, e consequente aumento da deformação dos compósitos. O experimento E13 (0% de látex) apresentou o menor valor de tenacidade dentre os compósitos com 72,91 J/m² (Tabela 6 apresentada no

item 4.2.2), tendo apresentado uma redução de 84% entre 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias.

O resultado médio da tenacidade após o envelhecimento por 90 dias diminuiu 53,74% em relação ao valor médio aos 28 dias (valores de tenacidade média aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias foram apresentados nas equações 4.1 e 4.6, respectivamente). A diminuição entre as tenacidades médias deve-se a aderência provocada pela densificação na interface fibra e matriz, que consequentemente provoca a redução do escorregamento das fibras e, portanto, da redução da absorção de energia (WEI; MEYER, 2015; CALDAS e SILVA; SAVASTANO JR.; JOHN, 2009; TONOLI *et al.*, 2009b). Roma Jr., Martello e Savastano Jr. (2008) destacam outros fatores que reduzem a tenacidade nos compósitos: porosidade, absorção de água, mineralização das fibras e microfissuras progressivas da matriz cimentícia. As análises de DRX após o envelhecimento por 90 dias, apresentadas anteriormente no item 4.2.4.2, mostraram grande presença da calcita, principal composto responsável pelo aumento da densificação da matriz.

4.2.6.2.2 *Módulo de ruptura*

A determinação da variável dependente módulo de ruptura foi obtida por meio de regressão múltipla, apresentada na equação quadrática (4.7). O coeficiente de determinação (R^2) desta equação foi de 0,84.

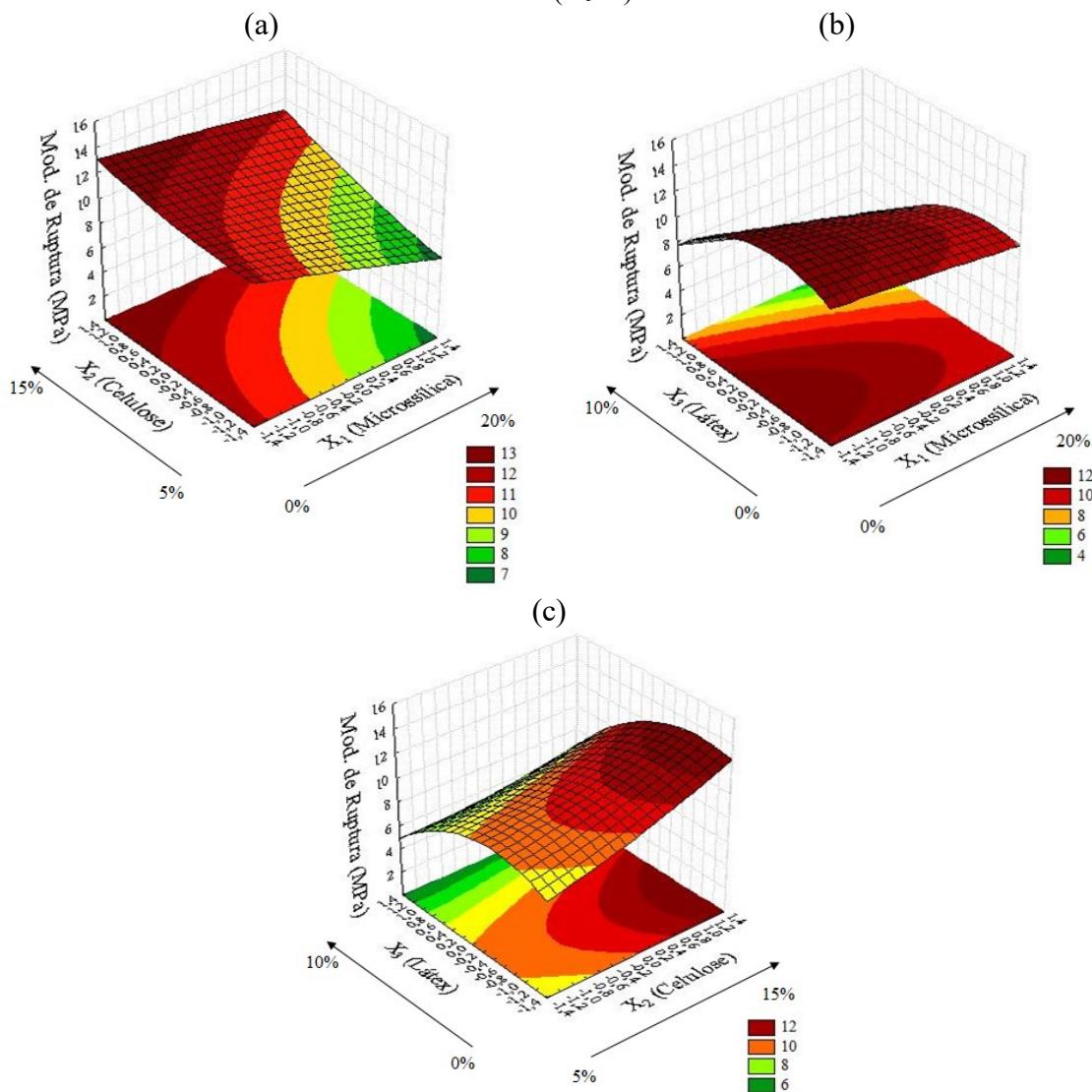
$$\begin{aligned}
 MOR = & \mathbf{10,19654} - \mathbf{1,20314}(X_1) + \mathbf{1,12461}(X_2) - \mathbf{1,64734}(X_3) \\
 & - 0,05116(X_1^2) + 0,20425(X_2^2) - \mathbf{1,26154}(X_3^2) + 0,36052(X_1)(X_2) \\
 & - 0,39543(X_1)(X_3) - 0,37254(X_2)(X_3)
 \end{aligned} \tag{4.7}$$

Onde MOR é o módulo de ruptura expresso em MPa.

Logo, foi possível observar que todas as variáveis lineares X_1 ($p = 0,016099$), X_2 ($p = 0,021805$) e X_3 ($p = 0,003164$) influenciaram na resposta MOR, além da variável quadrática X_3^2 ($p = 0,031550$). A variável X_3 (látex) foi a mais influente na redução do MOR, com um valor de coeficiente linear de -1,64734, seguido por X_1 (microssílica: -1,20314). A presença da celulose aumentou o valor do MOR. A Análise de Variância (ANOVA) para o modelo quadrático de superfície resposta para o módulo de ruptura (MOR) está apresentada no Apêndice C7.

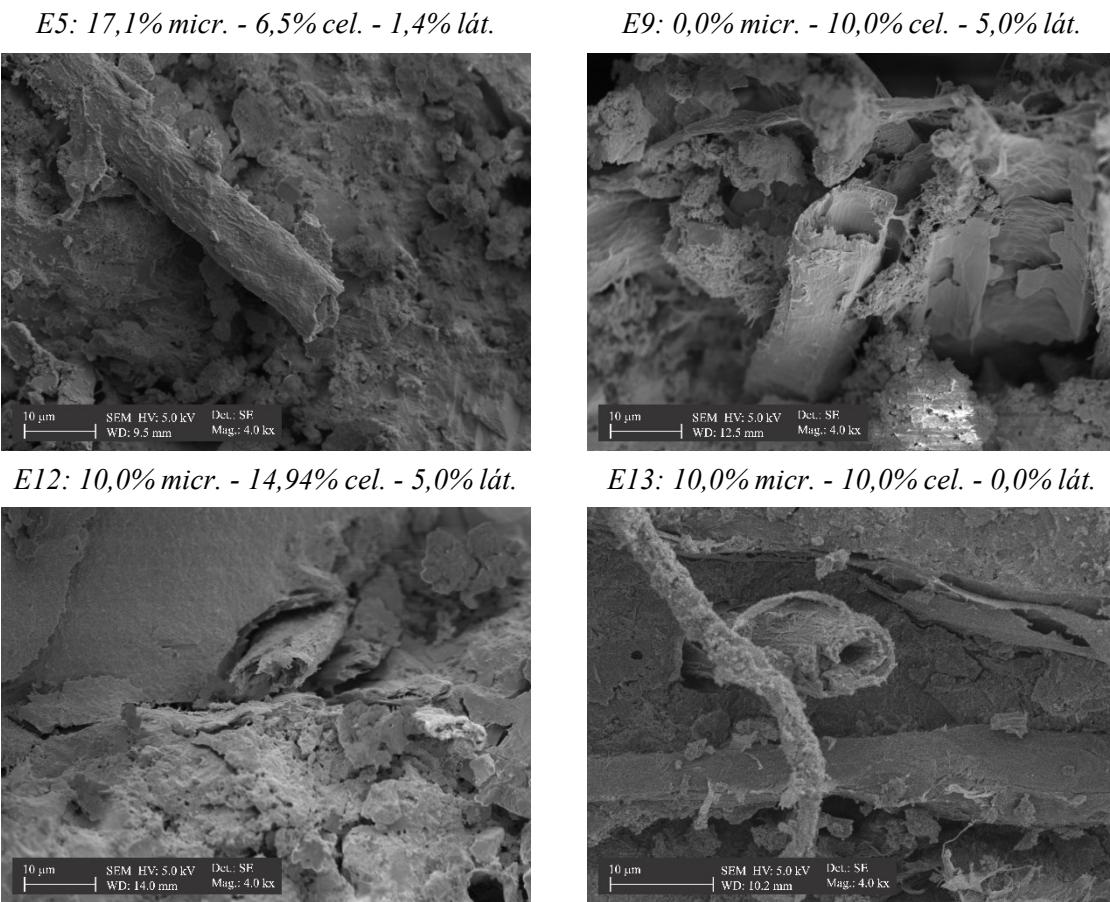
De acordo com a Figura 42a, com valor de látex no nível central ($X_3 = 0$) (5%), foi encontrada a tendência de altos valores de módulo de ruptura para maiores concentração de celulose (X_2) e baixas concentração de microssílica (X_1). Para o valor de celulose no nível central ($X_2 = 0$) (10%), apresentado na Figura 42b, foi possível obter um maior módulo de ruptura para um teor de látex de 3,2% ($X_3 = -0,5$) e menores concentrações de microssílica (X_1). Com valor de microssílica no nível central ($X_1 = 0$) (10%), conforme a Figura 42c, maiores valores de MOR foram verificados para teores acima de 10,0% de celulose ($X_2 > 0$) e um teor de látex de 4,1% ($X_3 = -0,25$) na mistura.

Figura 42: Superfícies de resposta para o módulo de ruptura (MOR) após o envelhecimento por 90 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$); (c) microssílica no nível central ($X_1=0$)



O módulo de ruptura após o envelhecimento por 90 dias comparado aos resultados de 28 dias continuou a ser beneficiado pela presença das fibras (efeito de reforço) e da redução do teor de microssílica e látex. Entretanto, a ausência de látex no experimento E13 contribuiu para intensificar a degradação do compósito, apresentando a maior redução de MOR entre 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias, com percentual de 32%. A Figura 43 apresenta micrografias de fibras fraturadas em compósitos após o envelhecimento por 90 dias. No experimento E13, isento de látex na mistura, foi observado maior presença de produtos de hidratação nas paredes internas das fibras quando comparada às fibras dos compósitos com látex (E5, E9 e E12).

Figura 43: Micrografias da seção de ruptura após o envelhecimento por 90 dias



Em que: *micr.*: microssílica; *cel.*: celulose; *lát.*: látex.

Fonte: Autor.

Em relação à pozolana, o excesso ou má dispersão da microssílica no compósito E10 (20,04% de microssílica) contribuiu, possivelmente, para redução em 13% do MOR com o envelhecimento entre 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias.

O resultado médio do módulo de ruptura após o envelhecimento por 90 dias aumentou 35,14% em relação ao valor médio de 28 dias (valores de MOR médio aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias foram apresentados nas equações 4.2 e 4.7, respectivamente). O aumento do MOR é proporcionado pelas alterações favoráveis ao desempenho da matriz, como a carbonatação e a hidratação, que provocam a densificação da matriz, a melhora da interface e a preservação das fibras (CORREIA *et al.*, 2014; CALDAS e SILVA; SAVASTANO JR.; JOHN, 2009).

4.2.6.2.3 Módulo de elasticidade

A determinação da variável dependente módulo de elasticidade foi obtida por meio de regressão múltipla, apresentada na equação quadrática (4.8). O coeficiente de determinação (R^2) desta equação foi de 0,99.

$$\begin{aligned}
 MOE = & 15,91119 - 1,41846(X_1) - 1,33414(X_2) - 3,68476(X_3) \\
 & - 0,82103(X_1^2) - 1,08817(X_2^2) - 1,68628(X_3^2) - 0,06937(X_1)(X_2) \\
 & + 0,38417(X_1)(X_3) + 0,35564(X_2)(X_3)
 \end{aligned} \quad (4.8)$$

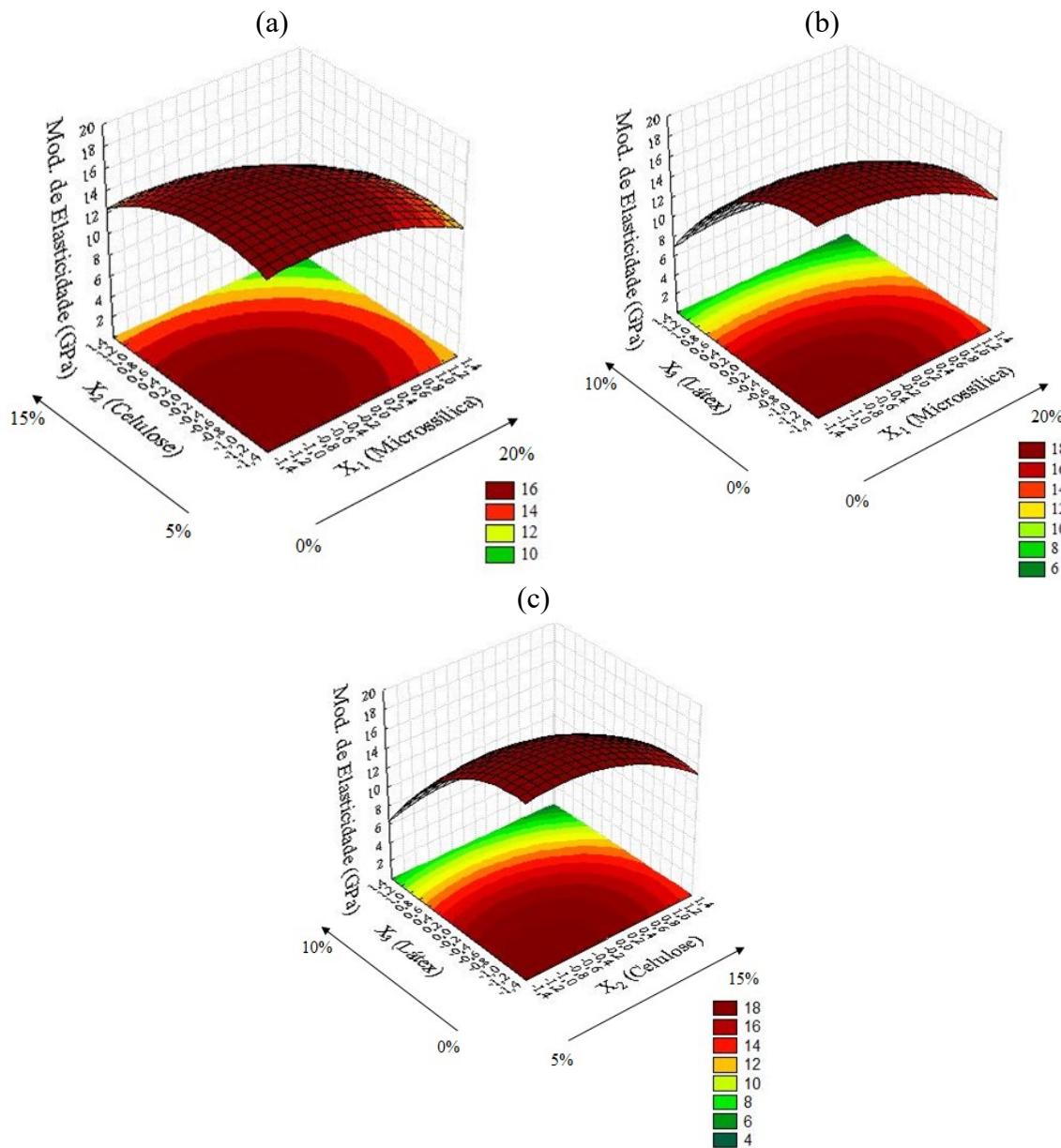
Onde MOE é o módulo de elasticidade expresso em GPa.

Logo, foi possível observar que todas as variáveis lineares X_1 ($p = 0,000080$), X_2 ($p = 0,000123$) e X_3 ($p = 5,9E-08$) e quadráticas X_1^2 ($p = 0,008414$), X_2^2 ($p = 0,001750$) e X_3^2 ($p = 0,000099$) influenciaram na resposta módulo de elasticidade. A variável X_3 (látex) foi a mais influente na redução do MOE, com um valor de coeficiente linear de -3,68476, seguido por X_1 (microssílica: -1,41846) e X_2 (celulose: -1,33414). A Análise de Variância (ANOVA) para o modelo quadrático de superfície resposta para o módulo de elasticidade (MOE) está apresentada no Apêndice C8.

Por meio das superfícies apresentadas na Figura 44, com valores de látex, celulose e microssílica no nível central ($X_3 = 0$; $X_2 = 0$; $X_1 = 0$) (5%; 10%; 10%), respectivamente, verificou-se que para teores inferiores ao nível central de microssílica, celulose e látex ($X_1 < 0$; $X_2 < 0$; $X_3 < 0$), maior foi o valor do módulo de elasticidade. O módulo de

elasticidade após o envelhecimento por 90 dias comparado aos resultados aos 28 dias continuou a ser reduzido pela presença da microssílica, celulose e látex.

Figura 44: Superfícies de resposta para o módulo de elasticidade (MOE) após o envelhecimento por 90 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$); (c) microssílica no nível central ($X_1=0$)



Fonte: Autor.

O resultado médio de módulo de elasticidade após o envelhecimento por 90 dias aumentou 22,05% em relação ao valor médio aos 28 dias (valores de MOE médio aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias foram apresentados nas equações 4.3 e 4.8, respectivamente). O aumento do MOE deve-se, possivelmente, ao incremento da aderência

fibra-matriz e continuidade dos processos de hidratação das fases cimentícias dos compósitos, com consequente redução da porosidade (MÁRMOL; SAVASTANO JR., 2017). Além disso, tanto a mineralização como a hidrólise alcalina de materiais não celulósicos nas fibras, caso tenham ocorrido, podem aumentar a rigidez do compósito (WEI e MEYER, 2015).

4.2.6.2.4 Absorção de água

A determinação da variável dependente absorção de água foi obtida por meio de regressão múltipla, apresentada na equação quadrática (4.9). O coeficiente de determinação (R^2) desta equação foi de 0,91.

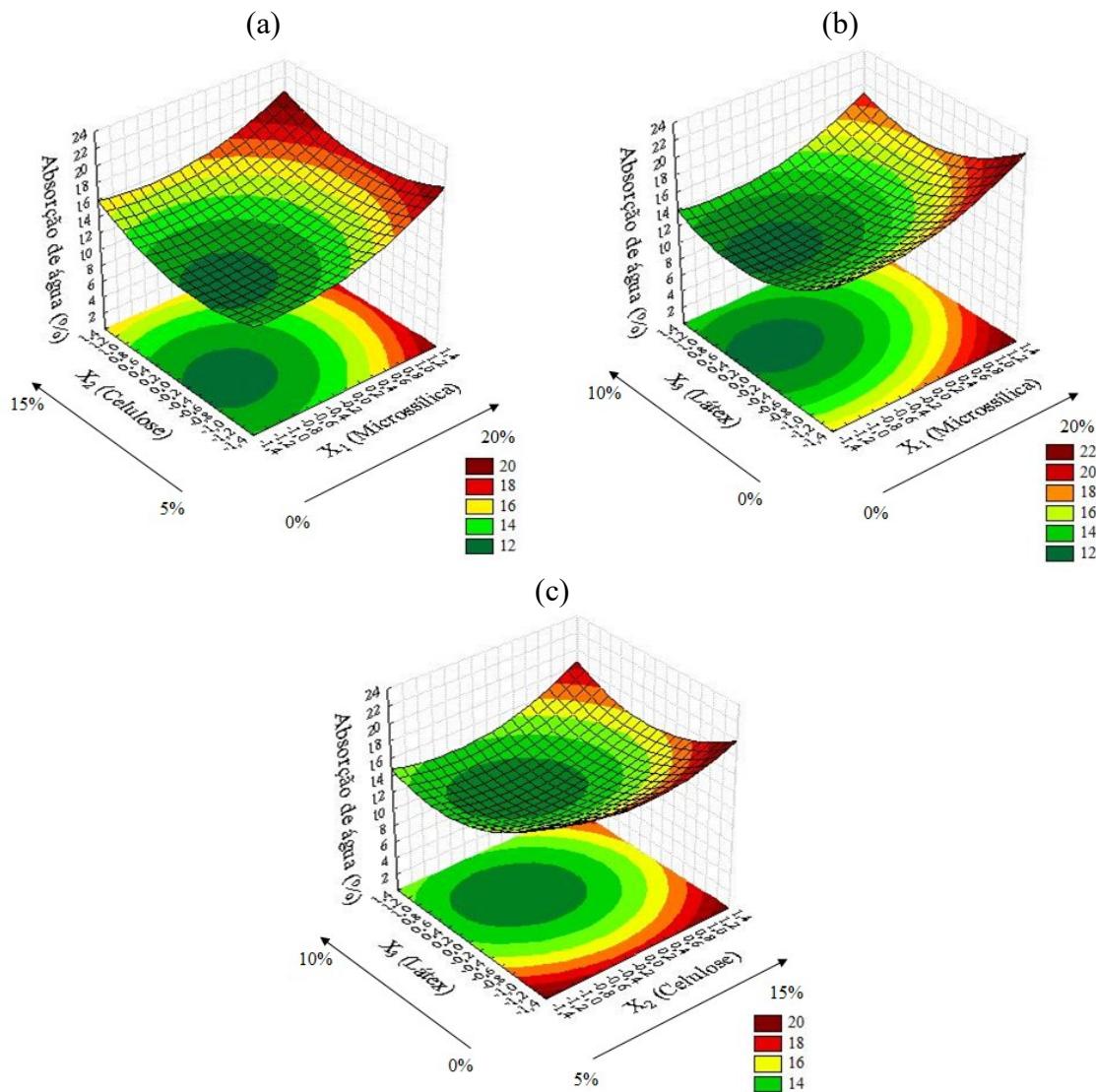
$$\begin{aligned}
 A = & \mathbf{12,55511} + \mathbf{1,85752}(X_1) + 0,64877(X_2) - \mathbf{1,18571}(X_3) \\
 & + \mathbf{1,07310}(X_1^2) + \mathbf{1,23113}(X_2^2) + \mathbf{1,66408}(X_3^2) - 0,24402(X_1)(X_2) \\
 & - 0,06587(X_1)(X_3) + 0,48891(X_2)(X_3)
 \end{aligned} \tag{4.9}$$

Onde A é a absorção de água expressa em porcentagem (%).

Logo, foi possível observar que as variáveis lineares X_1 ($p = 0,000518$) e X_3 ($p = 0,007337$), influenciaram na resposta absorção de água, além das variáveis quadráticas X_1^2 ($p = 0,029943$), X_2^2 ($p = 0,016482$) e X_3^2 ($p = 0,003504$). A variável X_1 (microssílica) influenciou no aumento da absorção, ao contrário da variável X_3 (látex). A Análise de Variância (ANOVA) para o modelo quadrático de superfície resposta para a absorção de água (A) está apresentada no Apêndice C9.

Com base na Figura 45a, com valor de látex no nível central ($X_3 = 0$) (5%), verificou-se um menor valor de absorção de água em teores de 6,5% de microssílica ($X_1 = -1$) e 8,6% de celulose ($X_2 = -0,4$). De acordo com as Figuras 45b e 45c, com valores de celulose e microssílica no nível central ($X_2 = 0$; $X_1 = 0$) (10%; 10%), respectivamente, verificou-se que os resultados mínimos de absorção de água foram alcançados quando a porcentagem de látex (X_3) estava próximo ao valor de 6,4% ($X_3 = 0,4$), com microssílica e celulose abaixo de 10% ($X_1 < 0$; $X_2 < 0$). Quando adicionado adequadamente, a microssílica pode atuar como um material de preenchimento dentro da matriz cimentícia, o que leva a uma redução na porosidade do compósito quando vazios contendo ar e umidade são preenchidos (CHENG *et al.*, 2018; KHORAMI; GANJIAN, 2013).

Figura 45: Superfícies de resposta para absorção de água (A) após o envelhecimento por 90 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$); (c) microssílica no nível central ($X_1=0$)



Fonte: Autor.

Os resultados de absorção após o envelhecimento por 90 dias comparado aos 28 dias continua a aumentar significativamente pela presença de microssílica (excesso) e celulose, além de reduzir com o látex na mistura (hidrofugação da amostra). Ao contrário do comportamento aos 28 dias, as fibras com o envelhecimento não foram significativas na absorção de água dos compósitos ($p < 0,05$). A continuidade da hidratação combinada com carbonatação natural provocou a diminuição da porosidade e absorção dos compósitos (ALMEIDA *et al.*, 2013). O resultado médio da absorção após o envelhecimento por 90 dias reduziu 35,70% em relação aos 28 dias (valores de absorção média aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias foram apresentados nas equações 4.4 e 4.9, respectivamente).

4.2.6.3 Análise das superfícies de resposta após o envelhecimento por 180 dias

4.2.6.3.1 Tenacidade

A determinação da variável dependente tenacidade foi obtida por meio de regressão múltipla, apresentada na equação quadrática (4.10). O coeficiente de determinação (R^2) desta equação foi de 0,68.

$$\begin{aligned}
 T = & \mathbf{94,8977} + 3,0220(X_1) + \mathbf{22,4282}(X_2) - 8,9908(X_3) + 0,7065(X_1^2) \\
 & + 1,8452(X_2^2) + 8,4034(X_3^2) + 0,6980(X_1)(X_2) - 11,8587(X_1)(X_3) \\
 & - 9,0092(X_2)(X_3)
 \end{aligned} \tag{4.10}$$

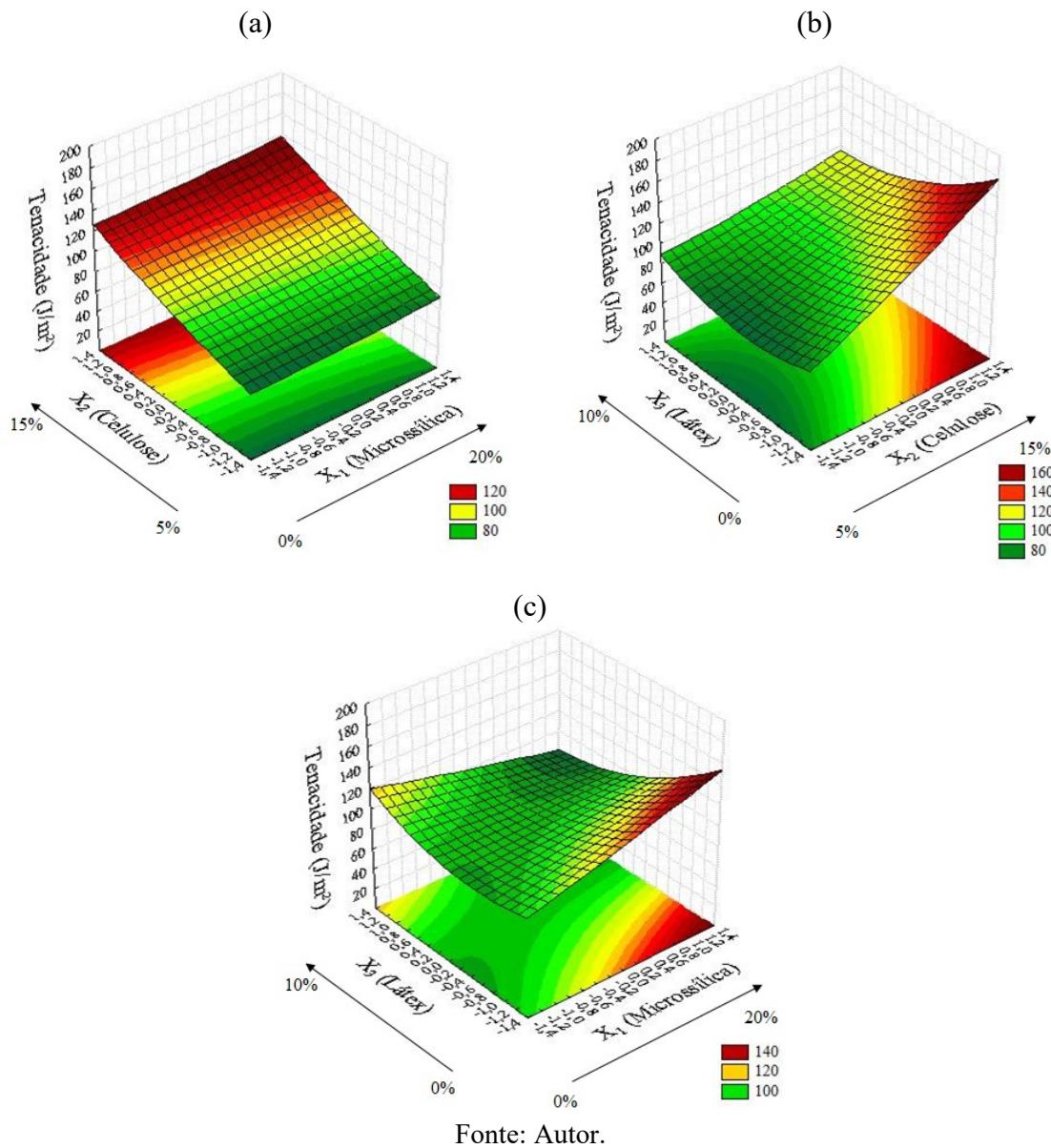
Onde T é a tenacidade expressa em J/m^2 .

Logo, foi possível observar que apenas a variável linear X_2 ($p = 0,011086$) influenciou na resposta tenacidade, tendendo a aumentá-la. A Análise de Variância (ANOVA) para o modelo quadrático de superfície resposta para a tenacidade (T) está apresentada no Apêndice C10.

Com base nas Figuras 46a e 46b, com valores de látex e microssílica no nível central ($X_3 = X_1 = 0$) (5%; 10%), respectivamente, os máximos valores de tenacidade foram obtidos para maiores valores de X_2 (celulose). Após o envelhecimento por 180 dias, a presença da fibra (X_2) continua a contribuir como material de reforço, sendo que fibras intactas podem ser observadas nas micrografias nesta idade (Apêndice B). A Figura 46b também apresenta maiores valores de tenacidade para menores valores de X_3 (látex).

Com valor de celulose no nível central ($X_2 = 0$) (10%), apresentado na Figura 46c, foram obtidas maiores tenacidades com teor de microssílica acima de 13,55% ($X_1 > 0,5$) e teor abaixo de 1,4% ($X_3 < -1$). Isso possivelmente deve-se ao aumento da porosidade dos compósitos ocasionados pelos ciclos de umedecimento e secagem após exposição.

Figura 46: Superfícies de resposta para a tenacidade (T) após o envelhecimento por 180 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) microssílica no nível central ($X_1=0$); (c) celulose no nível central ($X_2=0$)



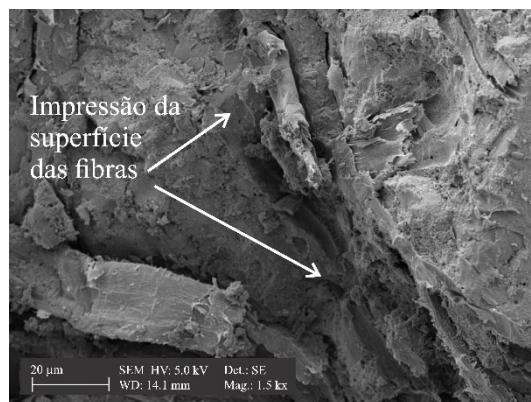
Fonte: Autor.

Conforme os resultados mecânicos, verificou-se que a contribuição do látex no aumento da tenacidade depende do conteúdo de microssílica e da celulose na mistura. Para baixos teores de microssílica e celulose ($X_1 = -1$; $X_2 = -1$) (2,9%; 6,5%), respectivamente, ocorridos nos experimentos E1 e E2, observou-se um aumento de 38,69% da tenacidade com o aumento de látex de 1,4 a 8,6%. A presença de altos teores de látex em misturas com baixas concentrações de microssílica foi benéfica à polpa celulósica devido, possivelmente, ao efeito pozolânico local que reduz a presença da portlandita e contribui para a preservação da fibra. Diferentemente de E1 e E2, nos experimentos E7 e E8 que contém altos teores de

microssílica e celulose ($X_1 = 1$; $X_2 = 1$) (17,1%; 13,5%), observou-se uma redução de 27,28% da tenacidade com o aumento de látex de 1,4 a 8,6%. Estes compósitos possivelmente apresentaram uma inadequada dispersão de microssílica e celulose na matriz cimentícia. Os valores de tenacidade dos experimentos após o envelhecimento por 180 dias foram apresentados anteriormente na Tabela 6 do item 4.2.2.

A Figura 47 apresenta impressões da fibra na superfície na matriz no compósito E7 após o envelhecimento por 180 dias, indicando que a fibra foi envolvida pela matriz condicionado por uma adequada aderência entre a fibra e a matriz. Conforme Zukowski *et al.* (2018), esta característica possivelmente ocorreu durante o período de cura com condições de umidade estáveis, motivo pelo qual, neste experimento, foi obtido a segunda maior tenacidade (146,35 J/m²) dentre os compósitos do PCC após o envelhecimento por 180 dias.

Figura 47: Impressões da superfície da fibra individual na matriz cimentícia do compósito E7 após o envelhecimento por 180 dias



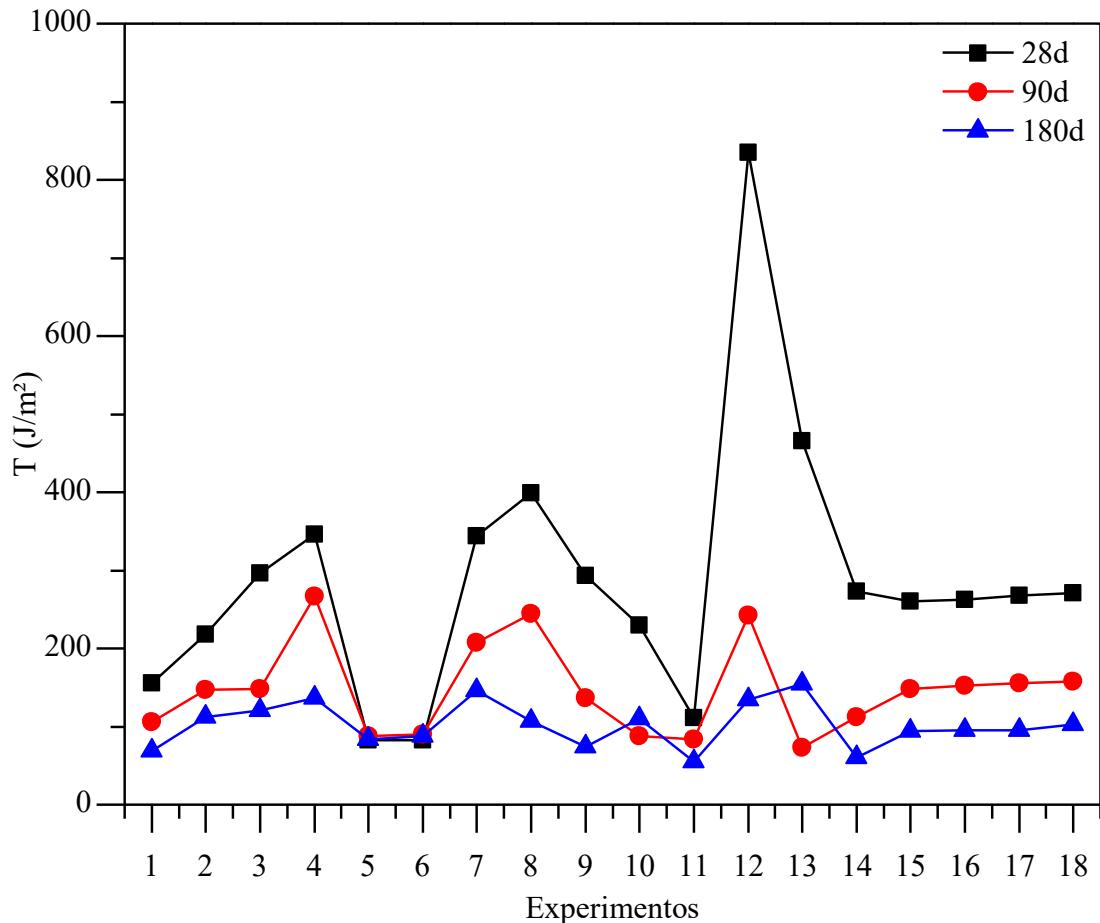
Fonte: Autor.

O resultado médio da tenacidade reduziu após o envelhecimento por 180 dias em aproximadamente 68,9% e 32,7% quando comparado à média dos compósitos aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias, respectivamente (valores de tenacidade média aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias foram apresentados nas equações 4.1, 4.6 e 4.10, respectivamente). A forte aderência na interface provocada pelos ciclos de umedecimento e secagem possivelmente reduziu o escorregamento das fibras na matriz, e consequentemente, reduziu a tenacidade.

O comportamento dos compósitos em relação à tenacidade nas três idades pode ser observado na Figura 48. Os maiores resultados de tenacidade após o envelhecimento por 180

dias correspondem aos experimentos E13 (10% micr.; 10% cel.; 0% lát.) com 154,42 J/m² e E7 (17,1% micr.; 13,5% cel.; 1,4% lát.) com 146,35 J/m².

Figura 48: Tenacidade de compósitos aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias



Fonte: Autor.

4.2.6.3.2 Módulo de ruptura

A determinação da variável dependente módulo de ruptura foi obtida por meio de regressão múltipla, apresentada na equação quadrática (4.11). O coeficiente de determinação (R^2) desta equação foi de 0,89.

$$\begin{aligned}
 MOR = & 8,26819 - 0,57923(X_1) + 0,53812(X_2) - 2,30998(X_3) \\
 & + 0,12423(X_1^2) + 0,00757(X_2^2) + 0,17351(X_3^2) - 0,36419(X_1)(X_2) \\
 & - 0,62911(X_1)(X_3) - 0,86659(X_2)(X_3)
 \end{aligned} \tag{4.11}$$

Onde MOR é o módulo de ruptura expresso em MPa.

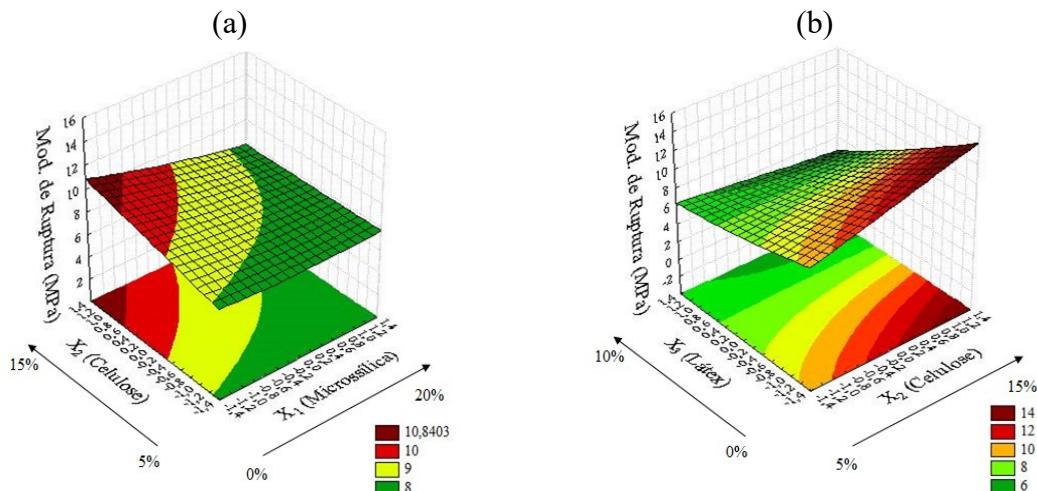
Logo, foi possível observar que apenas a variável linear X_3 ($p = 0,000099$) influenciou na resposta MOR, tendendo a diminuí-la. A Análise de Variância (ANOVA) para o modelo quadrático de superfície resposta para a tenacidade (T) está apresentada no Apêndice C11.

Com base na Figura 49a, com valor de látex no nível central ($X_3 = 0$) (5%), os máximos valores de módulo de ruptura foram obtidos para maiores quantidades de X_2 (celulose) e para baixos valores de X_1 (microssílica). O acréscimo de microssílica se misturado em excesso tende a formar grãos não reagidos que interferem na resistência final do material.

De acordo com a Figura 49b, com valor de microssílica no nível central ($X_1 = 0$) (10%), maiores valores de módulo de ruptura foram obtidos para maiores quantidades de celulose ($X_2 > 0$), e para teores de látex abaixo de 2,1% ($X_3 < -0,8$). Misturas contendo uma adequada dispersão de fibras tendem a controlar a propagação das microfissuras e evitar regiões sem reforço.

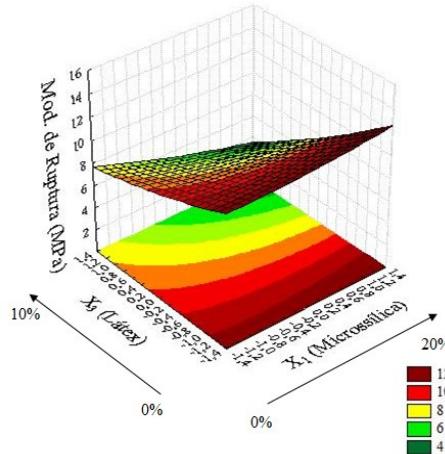
Por último, conforme a Figura 50, com valor de celulose no nível central ($X_2 = 0$) (10%), foram encontrados altos valores de módulo de ruptura para baixas concentrações de látex, independente do teor de X_1 (microssílica).

Figura 49: Superfícies de resposta para o módulo de ruptura (MOR) após o envelhecimento por 180 dias: (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) microssílica no nível central ($X_1=0$); (c) celulose no nível central ($X_2=0$)



Fonte: Autor.

Figura 50: Superfície de resposta para o módulo de ruptura (*MOR*) após o envelhecimento por 180 dias: celulose no nível central ($X_2=0$)



Fonte: Autor.

A Figura 51 apresenta uma fibra fraturada do compósito E5 (17,1% micr.; 6,5% cel.; 1,4% lát.) após o envelhecimento por 180 dias. É provável que o adensamento na matriz e a maior aderência na interface após o envelhecimento contribuiu para a fragilização da fibra, reduzindo a capacidade de deformação do compósito e aumentando a resistência à flexão do compósito. Comparando a idade de 28 dias, o compósito E5 teve o maior percentual de elevação do MOR após o envelhecimento por 180 dias, com valor de 104%. As análises de DRX após o envelhecimento por 180 dias, apresentadas anteriormente no item 4.2.4.2, mostraram grande presença da calcita, principal composto responsável pelo aumento da densificação da matriz.

Figura 51: Fraturas das fibras dos compósitos E5 após o envelhecimento por 180 dias

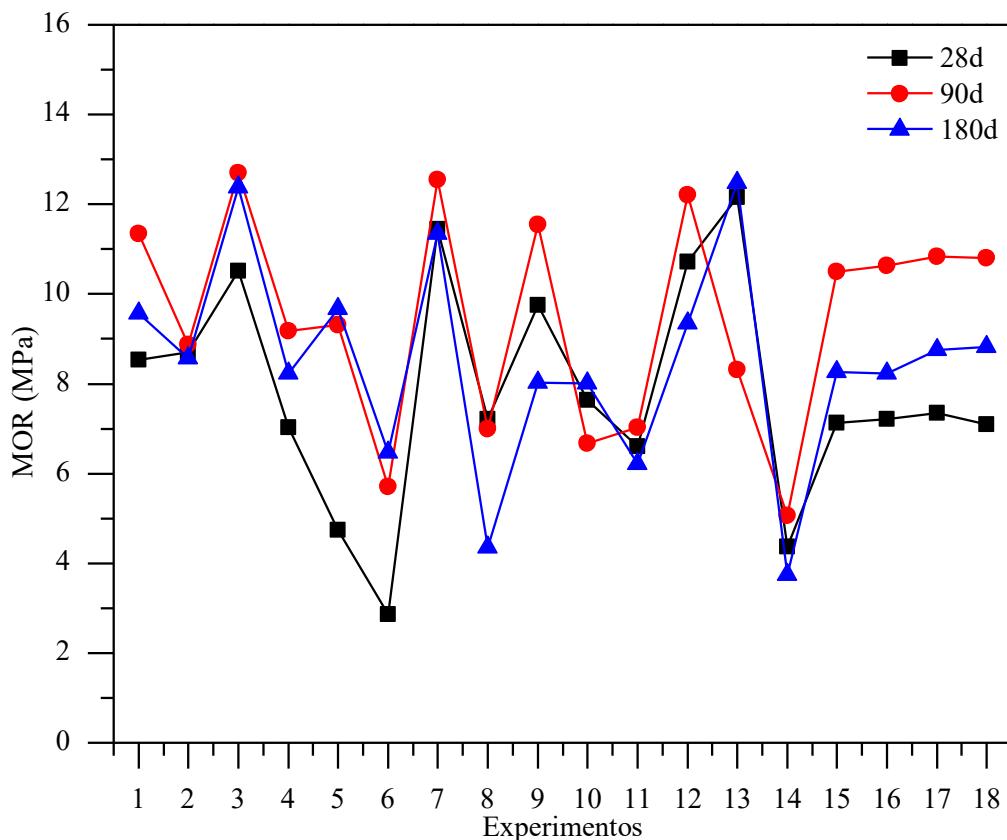


Fonte: Autor.

Conforme apresentado no Apêndice A, após a exposição dos compósitos ao envelhecimento natural por 180 dias, observou-se a partir das curvas uma redução na deflexão e tensão máxima dos compósitos em relação as curvas após o envelhecimento por 90 dias.

O resultado médio de MOR no envelhecimento por 180 dias em comparação à média dos compósitos aos 28 dias aumentou 9,6%, e após o envelhecimento por 90 dias reduziu 18,7% (valores de MOR médio aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias foram apresentados nas equações 4.2, 4.7 e 4.11, respectivamente). O comportamento dos compósitos em relação ao MOR nas três idades pode ser observado na Figura 52. Os maiores resultados de MOR após o envelhecimento por 180 dias correspondem ao experimento E13 (10% micr.; 10% cel.; 0% lát.) com 12,48 MPa, e experimento E3 (2,9% micr.; 13,5% cel.; 1,4% lát.) com 12,38 MPa. Valores reduzidos de MOR entre o envelhecimento por 90 e 180 dias estão relacionados possivelmente à degradação da matriz após ciclos de umedecimento e secagem após exposição, que causaram um aumento de microfissurações nos compósitos.

Figura 52: Módulo de ruptura (MOR) de compósitos aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias



Fonte: Autor.

4.2.6.3.3 Módulo de elasticidade

A determinação da variável dependente módulo de elasticidade foi obtida por meio de regressão múltipla, apresentada na equação quadrática (4.12). O coeficiente de determinação (R^2) desta equação foi de 0,91.

$$\begin{aligned}
 MOE = & \mathbf{12,31883} - \mathbf{1,35973}(X_1) - \mathbf{1,27382}(X_2) - \mathbf{4,37231}(X_3) \\
 & + 0,98429(X_1^2) + 0,23785(X_2^2) + 0,43039(X_3^2) - 0,33930(X_1)(X_2) \\
 & - 0,26266(X_1)(X_3) - 0,23684(X_2)(X_3)
 \end{aligned} \tag{4.12}$$

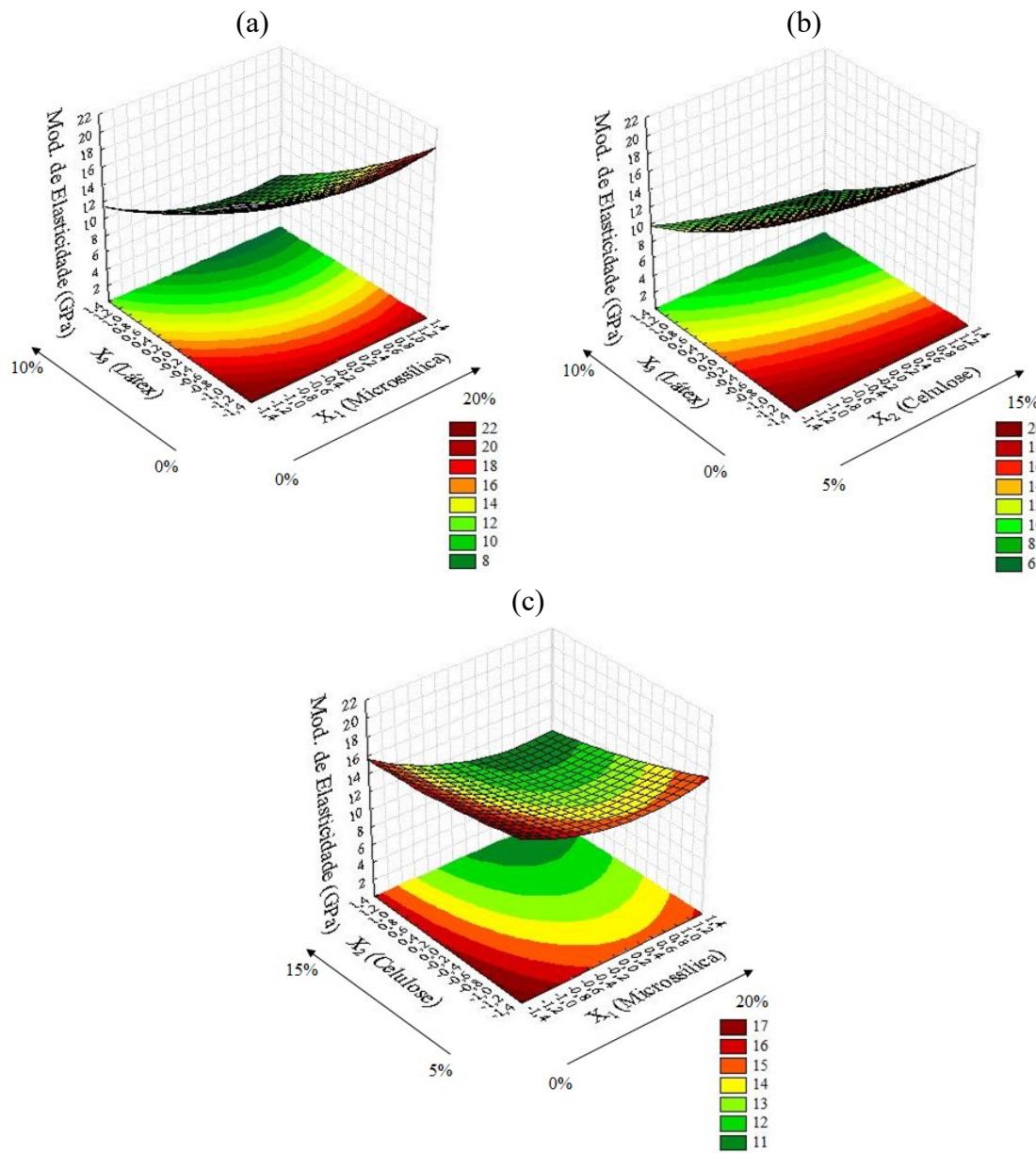
Onde MOE é o módulo de elasticidade expresso em GPa.

Logo, foi possível observar que todas as variáveis lineares X_1 ($p = 0,006947$), X_2 ($p = 0,009701$) e X_3 ($p = 0,000003$) influenciaram na resposta módulo de elasticidade. A variável X_3 (látex) foi a mais influente na redução do MOE, com um valor de coeficiente de -4,37231, seguido por X_1 (microssílica: -1,35883) e X_2 (celulose: -1,27382). A Análise de Variância (ANOVA) para o modelo quadrático de superfície resposta para o módulo de elasticidade (MOE) está apresentada no Apêndice C12.

Por meio das superfícies apresentadas nas Figuras 53a e 53b, com celulose e microssílica no nível central ($X_2 = 0$; $X_1 = 0$) (10%; 10%), respectivamente, verificou-se que para teores de látex inferiores ao nível central ($X_3 < 0$) (< 5%) maior foi o valor do módulo elástico, independentemente dos teores de celulose e microssílica. O efeito elástico atribuído ao incremento de látex na mistura contribuiu para a redução da rigidez dos compósitos.

De acordo com a Figura 53c, com valor de látex no nível central ($X_3 = 0$) (5%), foram encontrados altos valores de módulo de elasticidade para baixas concentrações de microssílica e celulose ($X_1 < -1$; $X_2 < 0$) (< 2,9%; < 10%), respectivamente. Possivelmente, a menor concentração de X_1 e X_2 provocou compósitos com menor presença de vazios e, consequentemente, maior rigidez.

Figura 53: Superfícies de resposta para o módulo de elasticidade (MOE) após o envelhecimento por 180 dias: (a) celulose no nível central ($X_2=0$); (b) microssílica no nível central ($X_1=0$); (c) látex no nível central ($X_3=0$)

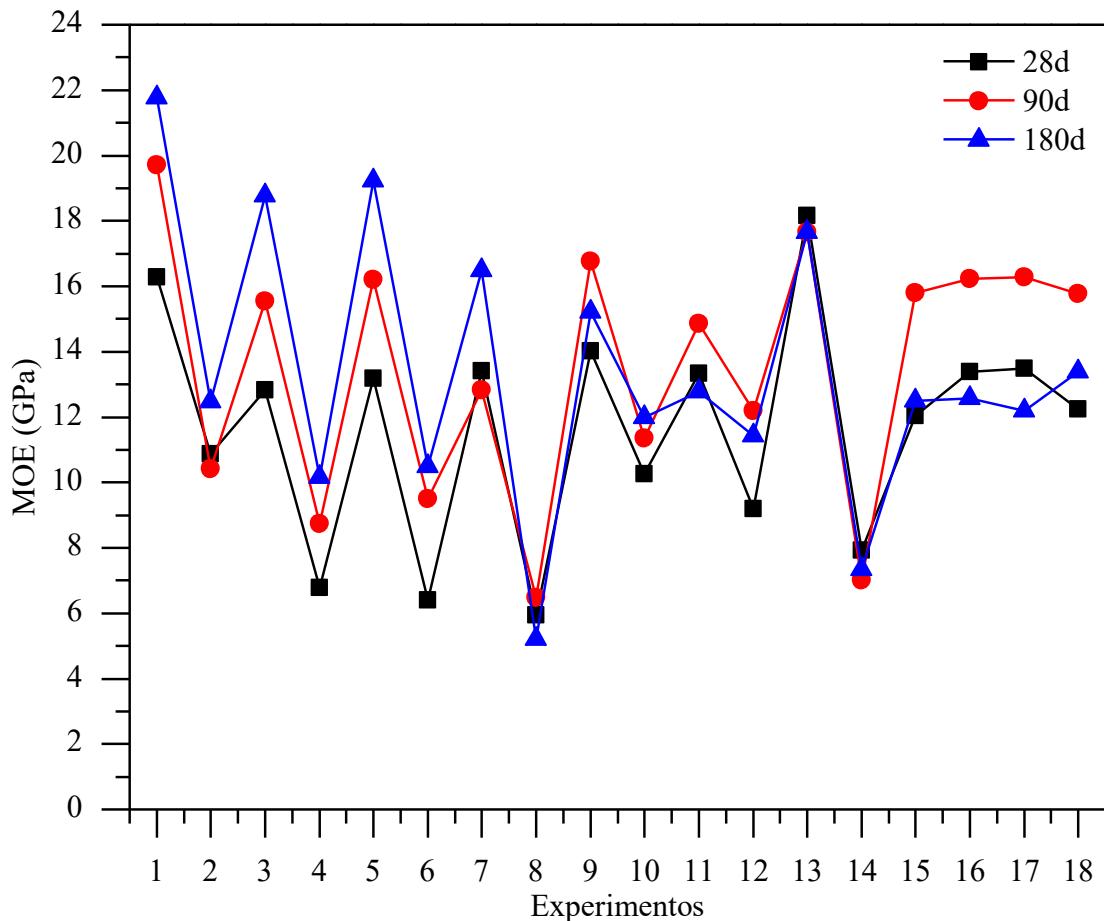


Fonte: Autor.

O resultado médio de MOE no envelhecimento por 180 dias em comparação aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias reduziu, respectivamente, 5,5 e 22,6% (valores de MOE médio aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias foram apresentados nas equações 4.3, 4.8 e 4.12, respectivamente). A redução da rigidez do compósito pode estar relacionada com o progressivo aumento da porosidade e alguma degradação do compósito por ciclos de umedecimento e secagem. Houve compósitos, no entanto, que apresentaram crescimento do MOE com o envelhecimento, em que o avanço da hidratação da matriz foi

preponderante à degradação ocorrida. O comportamento dos compósitos em relação ao MOE nestas três idades pode ser observado na Figura 54. Os maiores MOE após o envelhecimento por 180 dias corresponde ao experimento E1 (2,9% micr.; 6,5% cel.; 1,4% lát.) com 21,7 GPa, e ao experimento E5 (2,9% micr.; 13,5% cel.; 1,4% lát.) com 19,22 GPa.

Figura 54: Módulo de elasticidade (MOE) de compósitos aos 28 dias e após envelhecimento por 90 e 180 dias



Fonte: Autor.

4.2.6.3.4 Absorção de água

A determinação da variável dependente absorção de água foi obtida por meio de regressão múltipla, apresentada na equação quadrática (4.13). O coeficiente de determinação (R^2) desta equação foi de 0,75.

$$\begin{aligned}
 A = & \mathbf{15,24094} + \mathbf{1,39651}(X_1) - 0,35914(X_2) - \mathbf{0,72980}(X_3) \\
 & + 0,40434(X_1^2) + \mathbf{1,06167}(X_2^2) + 0,55120(X_3^2) - \mathbf{1,43074}(X_1)(X_2) \\
 & + 0,05463(X_1)(X_3) + 0,24133(X_2)(X_3)
 \end{aligned} \tag{4.13}$$

Onde A é a absorção de água expressa em porcentagem (%).

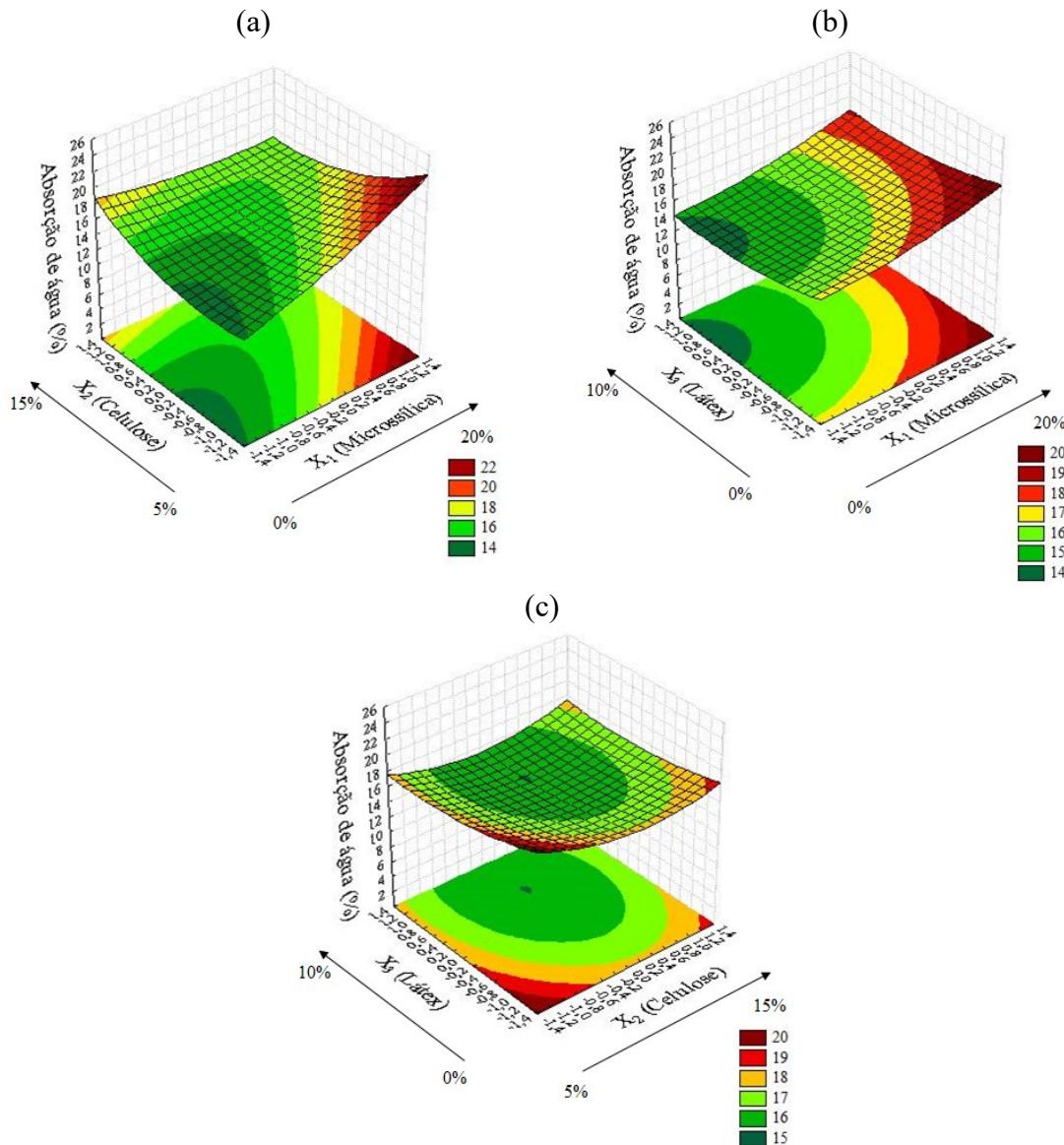
Logo, foi possível observar que as variáveis lineares X_1 ($p = 0,001396$) e X_3 ($p = 0,037146$) influenciaram na resposta absorção de água, além da variável quadrática X_2^2 ($p = 0,018001$) e interação X_1X_2 ($p = 0,003971$). A variável X_1 (microssílica) estabeleceu um aumento da absorção, com valor de coeficiente linear de 1,39651, ao contrário da variável X_3 (látex: -0,72980) e da interação X_1X_2 (-1,43074). A Análise de Variância (ANOVA) para o modelo quadrático de superfície resposta para a absorção de água (A) está apresentada no Apêndice C13.

Com base na Figura 55a, com valor de látex no nível central ($X_3 = 0$) (5%), máximos valores de absorção de água foi proporcionado para teores acima de 15,7% de microssílica ($X_1 > 0,8$) e teores inferiores a 6,5% de celulose ($X_2 < -1$). A microssílica, semelhante aos resultados aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias, possivelmente, gerou poros quando misturada em excesso. A menor presença de celulose proporciona regiões sem reforço na matriz cimentícia, facilitando a propagação das microfissuras e vazios na matriz.

Na Figura 55b, com valor de celulose no nível central ($X_2 = 0$) (10%), menores valores de absorção de água foram observados a aproximadamente 7,9% de látex ($X_3 = 0,8$) e microssílica inferior a 2,9% ($X_1 < -1$). Nesta concentração, possivelmente, a utilização de látex natural na matriz e na fibra contribuiu para boa estabilidade dimensional e impermeabilização do compósito.

Por fim, com base na Figura 55c, com valor de microssílica no nível central ($X_1 = 0$) (10%), menores valores de absorção de água foram observados em um teor de 10,4% de celulose ($X_2 = 0,1$) e acima do nível central de látex ($X_3 > 0$) (5%). A formação de filmes poliméricos envolvendo as fibras e distribuídos na matriz por meio da utilização de látex proporcionou maior preservação do compósito ao envelhecimento natural.

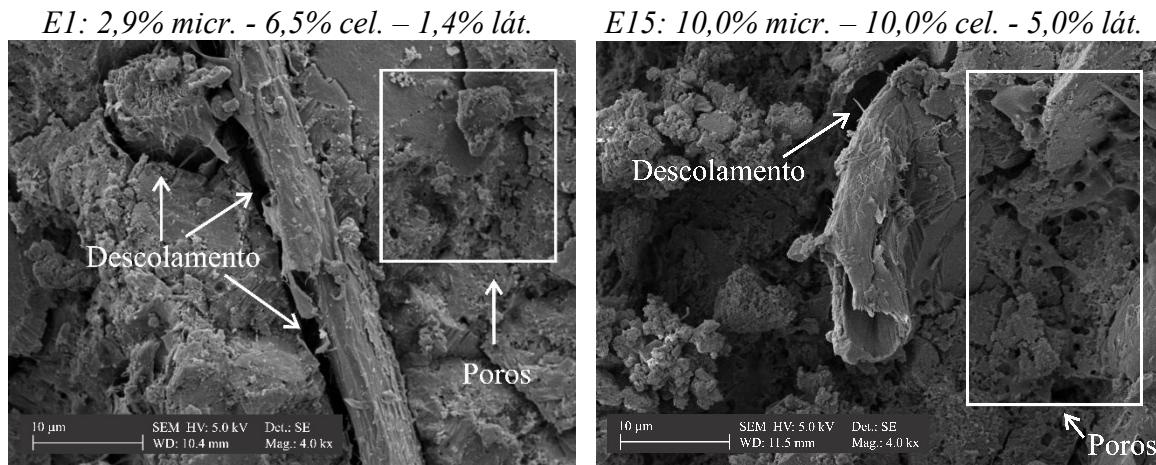
Figura 55: Superfícies de resposta para absorção de água (A) após o envelhecimento por 180 dias:
 (a) látex no nível central ($X_3=0$); (b) celulose no nível central ($X_2=0$); (c) microssílica no nível central ($X_1=0$)



Fonte: Autor.

A Figura 56 apresenta espaços entre fibra e matriz, e regiões de vazios (identificados dentro dos retângulo) na matriz dos compósitos E1 e E15. O descolamento ou espaço existente entre a fibra e a matriz originou-se possivelmente da variação volumétrica da fibra após exposição a ciclos de umidade. A redução da zona de contato entre as fibras e a matriz (adesão) contribui para o aumento da absorção de água e redução da resistência do compósito (BALLESTEROS *et al.*, 2015). Os vazios na matriz é outro fator que intensifica o aumento da absorção no compósito, ainda mais após exposição ao envelhecimento natural.

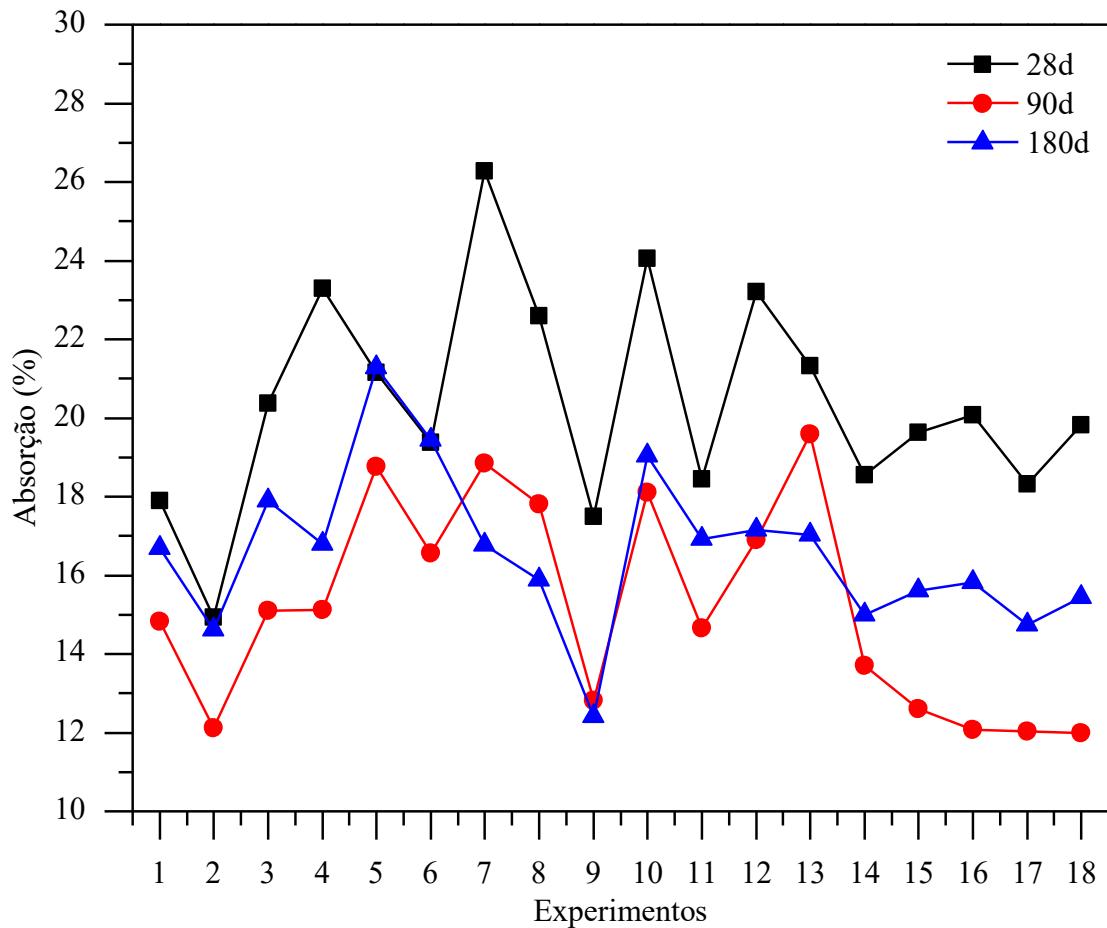
Figura 56: Vazios na matriz e interação entre fibra e matriz compósitos E1 e E15 após o envelhecimento por 180 dias



Fonte: Autor.

O resultado médio da absorção de água no envelhecimento por 180 dias em comparação à média dos compósitos aos 28 dias reduziu 21,9%, e aumentou 21,4% em relação ao valor médio após o envelhecimento por 90 dias (valores de absorção médio aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias foram apresentados nas equações 4.4, 4.9 e 4.13, respectivamente). Este aumento da absorção de água em comparação ao envelhecimento por 90 dias correlaciona com a redução do MOR e MOE ocorrida pela degradação da matriz após a exposição. O comportamento dos compósitos em relação a absorção nestas três idades pode ser observado na Figura 57. Os menores valores de absorção após o envelhecimento por 180 dias correspondem ao experimento E9 (0% micr.; 10,0% cel.; 5% lát.) com 12,41%, e experimento E2 (2,9% micr.; 6,5% cel.; 8,6% lát.) com 14,62%.

Figura 57: Absorção de água de compósitos aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias



Fonte: Autor.

4.2.6.3.5 Validação dos modelos

Os modelos das variáveis dependentes estabelecidos anteriormente nesta pesquisa, exceto a tenacidade, foram validados estatisticamente após o envelhecimento por 180 dias. O compósito V1 (13,55% de microssílica, 14,94% celulose e 1,40% de látex) foi comparado experimentalmente em relação ao valor predito do modelo, sendo obtido o erro experimental das variáveis dependentes T, MOR, MOE e A (Tabela 11).

Os resultados experimentais do compósito V1 validou o modelo estatístico (MOR, MOE e A) do planejamento experimental após o envelhecimento por 180 dias, onde foi notado um erro experimental inferior a 10%. Foi observado que o coeficiente de determinação da variável dependente tenacidade após o envelhecimento por 180 dias foi baixo ($R^2 = 0,68$), contribuindo para a não validação do modelo.

Tabela 11: Resultados da resposta e do modelo de previsão para a validação V1 após o envelhecimento por 180 dias

Resposta – V1	T (J/m ²)	MOR (MPa)	MOE (GPa)	A (%)
Predita	168,55	12,55	15,59	17,56
Experimental	204,10	13,31	14,44	18,62
Erro (%)	21,09	6,04	7,38	6,05

Fonte: Autor.

Destaca-se que, o experimento V1 apresentou o melhor resultado de tenacidade e MOR dentre os compósitos ensaiados após o envelhecimento por 180 dias, incluindo os ensaiados dos 18 compósitos apresentados no PCC.

4.2.6.4 *Análise das diferenças significativas entre as idades estudadas*

Nos itens a seguir serão descritas as análises estatísticas dos resultados das variáveis de resposta (tenacidade, módulo de ruptura, módulo de elasticidade e absorção de água) dos experimentos entre as idades. Estas análises foram realizadas de acordo com o teste t bicaudal com 95% de significância (teste t com $p < 0,05$).

4.2.6.4.1 *Tenacidade*

A análise estatística dos resultados da tenacidade entre 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias mostrou que houve diferenças significativas entre os experimentos estudados ($p < 0,05$), exceto para os experimentos E5 ($p = 0,64559$), E6 ($p = 0,549474$) e E17 ($p = 0,062411$).

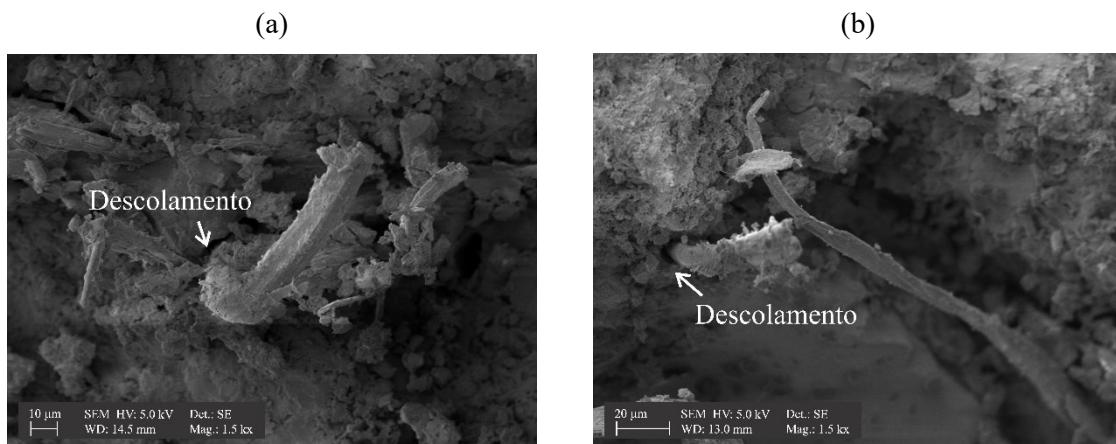
Entre 28 dias e após o envelhecimento por 180 dias, a análise estatística dos resultados da tenacidade mostrou que houve diferenças significativas entre os experimentos estudados ($p < 0,05$), exceto para os experimentos E5 ($p = 0,924578$) e E6 ($p = 0,570683$).

Por fim, a análise estatística dos resultados da tenacidade entre o envelhecimento por 90 e 180 dias mostrou que houve diferenças significativas entre os experimentos estudados ($p < 0,05$), exceto para os experimentos E3 ($p = 0,080995$), E5 ($p = 0,6921$), E6 ($p = 0,854863$) e E10 ($p = 0,0731$).

Os experimentos com diferenças estatísticas entre as idades apresentaram uma redução de tenacidade, estando relacionado com a redução do escorregamento das fibras após o avanço da hidratação e carbonatação da matriz.

Nos experimentos E5 e E6 não houve diferenças significativas entre todas as idades, sendo que ambos apresentaram baixos valores de tenacidade nas idades avaliadas ($< 91,0 \text{ J/m}^2$) (valores de tenacidade apresentados anteriormente na Tabela 6 do item 4.2.2). As micrografias do experimento E6 atestam, conforme as Figuras 58a e 58b, a falta de aderência entre a fibra e a matriz, nas idades de 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias, respectivamente. Dois fatores citados por Savastano Jr., Warden e Coutts (2005) contribuem para a menor dissipação de energia por atrito e consequente baixa tenacidade: (I) isenção de incrustações da matriz na superfície da fibra; (II) variação dimensional da fibra que proporciona seu descolamento da matriz.

Figura 58: Micrografias do experimento E6 aos: (a) 28 dias, (b) após o envelhecimento por 90 dias



Fonte: Autor.

Destaca-se o compósito de validação V1 (17,1% micr.; 14,94% cel.; 1,4% lát.) que apresentou o segundo melhor valor de tenacidade aos 28 dias ($666,75 \text{ J/m}^2$), e o melhor após o envelhecimento por 180 dias ($204,10 \text{ J/m}^2$). Os resultados de tenacidade do compósito V1 apresentaram diferença significativa entre 28 dias e após o envelhecimento por 180 dias ($p = 0,000010$).

Os resultados da análise estatística de comparação da tenacidade entre as idades estão apresentados nas Apêndices C14 a C32 por meio da análise de variância (ANOVA) e análise pelo teste t para diferenças entre médias de grupos independentes, com 95% de significância.

4.2.6.4.2 Módulo de ruptura

A análise estatística dos resultados do módulo de ruptura entre 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias mostrou que não houve diferenças significativas nos experimentos E2 ($p = 0,805071$), E3 ($p = 0,067862$), E7 ($p = 0,223139$), E8 ($p = 0,613221$), E10 ($p = 0,062276$), E11 ($p = 0,474246$), E12 ($p = 0,090145$) e E14 ($p = 0,129556$). Quanto aos experimentos significativamente diferentes (teste t com $p < 0,05$), apenas o experimento E13, que é isento de látex na mistura apresentou uma redução do MOR. Os filmes poliméricos de látex natural, com teores adequados, possivelmente, proporcionaram uma colmatação das microfissuras da matriz. Uma nova avaliação do comportamento do compósito E13 após o envelhecimento por 90 dias seria importante para a confirmação da degradação deste compósito isento de látex.

Entre 28 dias e após o envelhecimento por 180 dias, a análise estatística dos resultados do MOR mostrou que houve diferenças significativas apenas nos experimentos E5 ($p = 0,000002$), E6 ($p = 0,000006$), E8 ($p = 0,000019$) e E9 ($p = 0,006223$). Notou-se que nestes experimentos, as diferenças significativas nestas idades proporcionaram um comportamento semelhante as idades de 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias, ou seja, um aumento do MOR devido às alterações favoráveis ao desempenho da matriz, como a carbonatação e a hidratação da matriz.

Por fim, a análise estatística dos resultados do MOR entre o envelhecimento por 90 e 180 dias mostrou que houve diferenças significativas ($p < 0,05$) dos experimentos E1 ($p = 0,029074$), E8 ($p = 0,000011$), E9 ($p = 0,000136$), E12 ($p = 0,006475$), E13 ($p = 0,001087$), E14 ($p = 0,008608$), E15 ($p = 0,045639$), E16 ($p = 0,040998$) e E17 ($p = 0,045243$). Em todos os experimentos significativamente diferentes, exceto o experimento E13, houve uma redução do MOR possivelmente decorrente das microfissurações na matriz após os ciclos de umedecimento e secagem. A carbonatação, intensificada após o envelhecimento natural, pode também ter causado a decomposição do silicato de cálcio hidratado e, consequentemente, reduzido o MOR (CALDAS E SILVA; SAVASTANO JR.; JOHN, 2009). Desta forma, a presença de microssílica na mistura em quantidades adequadas é essencial para haver um maior número de silicato de cálcio hidratado ao longo da vida útil dos compósitos expostos aos intemperismos.

Ademais, nos compósitos não diferentes significativamente é indicado uma estabilidade dimensional dos experimentos, com maior preservação das fibras, matriz e interface.

Destaca-se o compósito E3 (2,9% micr.; 13,5% cel.; 1,4% lát.) que apresentou o melhor valor de módulo de ruptura após o envelhecimento por 90 dias (12,70 MPa), e o terceiro melhor após o envelhecimento por 180 dias (12,38 MPa). Os resultados do MOR do compósito E3 entre 90 e 180 dias de envelhecimento não apresentaram diferenças significativas ($p = 0,775411$).

Também, destaca-se o compósito de validação V1 (17,1% micr.; 14,94% cel.; 1,4% lát.) que apresentou o melhor valor de módulo de ruptura aos 28 dias (13,34 MPa) e após o envelhecimento por 180 dias (13,31 MPa). Os resultados do MOR do compósito V1 entre 28 dias e após o envelhecimento por 180 dias não apresentaram diferenças significativas ($p = 0,967199$).

Os resultados da análise estatística de comparação do módulo de ruptura dos compósitos entre todas as idades estão apresentados nos Apêndices C33 a C51 por meio da análise de variância (ANOVA) e análise pelo teste t-Student para diferenças entre médias de grupos independentes, com 95% de significância.

4.2.6.4.3 Módulo de elasticidade

A análise estatística dos resultados do módulo de elasticidade entre 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias mostrou que houve diferenças significativas entre os experimentos estudados ($p < 0,05$), exceto para os experimentos E2 ($p = 0,577847$), E3 ($p = 0,067397$), E7 ($p = 0,578417$), E8 ($p = 0,384088$), E10 ($p = 0,212783$), E11 ($p = 0,233727$), E13 ($p = 0,694953$) e E14 ($p = 0,262168$). A diferença significativa do módulo de elasticidade entre estas idades pode estar relacionada com o avanço da hidratação da matriz e preenchimento de vazios, sendo que não houve redução da rigidez em nenhum compósito. Compósitos que não apresentaram diferenças significativas de MOE entre estas idades indicam uma boa estabilidade dimensional e menor formação de microfissurações na matriz proporcionada pela densificação da matriz (MÁRMOL; SAVASTANO JR., 2017).

Entre 28 dias e após o envelhecimento por 180 dias, a análise estatística dos resultados do módulo de elasticidade mostrou que houve diferenças significativas ($p < 0,05$) nos experimentos E1 ($p = 0,002262$), E3 ($p = 0,000647$), E4 ($p = 0,001172$), E5 ($p = 0,000022$), E6 ($p = 0,000007$), E7 ($p = 0,013196$) e E12 ($p = 0,04678$). Em todos os compósitos com MOE significativamente diferente entre estas idades houve um aumento em sua rigidez após o envelhecimento natural por 180 dias.

Por fim, a análise estatística dos resultados do MOE entre o envelhecimento por 90 e 180 dias mostrou que houve diferenças significativas ($p < 0,05$) nos experimentos E2 ($p = 0,003393$), E3 ($p = 0,011152$), E5 ($p = 0,001615$), E7 ($p = 0,004807$), E15 ($p = 0,024467$), E16 ($p = 0,025038$), E17 ($p = 0,006117$). Apenas nos compósitos nos níveis centrais, referentes a repetição, a rigidez está reduzindo entre 90 e 180 dias de envelhecimento.

Verificou-se que os resultados de MOE no experimento E5 são significativamente diferentes e estão aumentando entre todas as idades. Este ganho de rigidez no compósito indica menor degradação nestes compósitos.

Ademais, nos compósitos não diferentes significativamente é indicado uma boa estabilidade dimensional e menor formação de microfissuras na matriz.

Destaca-se o compósito E1 (2,9% micr.; 6,5% cel.; 1,4% lát.) que apresentou melhores valores de módulo de elasticidade após o envelhecimento por 90 e 180 dias, com 19,71 e 21,76 GPa, respectivamente, e o segundo melhor aos 28 dias (16,29 GPa). Os resultados do MOE no compósito E1 aos 28 dias em relação ao envelhecimento por 90 e 180 dias foram diferentes significativamente, com valor- p de 0,025810 e 0,002262, respectivamente. Entre 90 e 180 dias de envelhecimento, os resultados do MOE do compósito E1 não apresentaram diferenças significativas ($p = 0,107725$).

Os resultados da análise estatística de comparação do módulo de elasticidade dos compósitos entre todas as idades estão apresentados nas Apêndices C52 a C70 por meio da análise de variância (ANOVA) e análise pelo teste t-Student para diferenças entre médias de grupos independentes, com 95% de significância.

4.2.6.4.4 Absorção de água

A análise estatística dos resultados de absorção de água entre 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias mostrou que houve diferenças significativas entre os experimentos estudados ($p < 0,05$), exceto para o experimento E13 ($p = 0,092598$), compósito isento de látex na mistura. A presença dos filmes poliméricos do látex hidrofugou as amostras, reduzindo significativamente os resultados de absorção de água dos compósitos. Outros fatores são responsáveis pela redução da absorção com o envelhecimento, como a conservação da matriz, a carbonatação natural, a formação de novos produtos de hidratação e a diminuição da porosidade. Este comportamento foi relatado em outros trabalhos onde os compósitos cimentícios foram reforçados com fibras vegetais e submetidos ao

envelhecimento natural (ALMEIDA *et al.*, 2013; CALDAS E SILVA; SAVASTANO JR.; JOHN, 2009; DIAS; JOHN; SAVASTANO JR., 2006).

Entre 28 dias e após o envelhecimento por 180 dias, a análise estatística dos resultados da absorção de água mostrou que houve diferenças significativas entre os experimentos ($p < 0,05$), exceto para os experimentos E2 ($p = 0,658117$), E5 ($p = 0,894518$), E6 ($p = 0,921068$) e E11 ($p = 0,059939$). Entre estes períodos, o comportamento dos compósitos显著mente diferentes se assemelham aos compósitos entre 28 dias e após o envelhecimento por 90 dias, com tendência a redução da absorção de água.

Por fim, a análise estatística dos resultados de absorção entre o envelhecimento por 90 e 180 dias mostrou que houve diferenças significativas entre os experimentos estudados ($p < 0,05$), exceto para os experimentos E9 ($p = 0,411119$), E10 ($p = 0,157432$), E12 ($p = 0,671894$) e E14 ($p = 0,091134$). As diferenças significativas dos experimentos indicam um aumento da degradação dos compósitos após o envelhecimento por 180 dias, com tendência ao aumento da absorção de água, exceto para os compósitos E7, E8 e E13.

Foi desenvolvido nos compósitos E7 (17,1% micr.; 13,5% cel.; 1,4% lát.) e E13 (10,0% micr.; 10,0% cel.; 0,0% lát.) altas propriedades mecânicas (tenacidade e MOR) após o envelhecimento por 180 dias. Estes resultados estão correlacionados com a redução da absorção de água e, possivelmente, os produtos de hidratação destes compósitos não estão sendo lixiviados.

Compósitos reforçados com polpa de eucalipto em matriz de escória de alto forno, em Savastano Jr., Warden e Coutts (2001), tiveram valores de absorção de água que reduziram após envelhecimento natural de 4 meses, mas subiram e excederam aos 28 dias após 13 meses de exposição. Segundo eles, este comportamento deve-se possivelmente à carbonatação da matriz e subsequente lixiviação dos produtos de hidratação sob a ação da água da chuva, incluídos também a propagação de microfissuras geradas pela ação cíclica da temperatura, radiação e umidade.

Os resultados da análise estatística de comparação da absorção de água dos compósitos entre todas as idades estão apresentados nas Apêndices C71 a C89 por meio da análise de variância (ANOVA) e análise pelo teste t-Student para diferenças entre médias de grupos independentes, com 95% de significância.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÃO

Conclui-se que:

- Verificou-se que, a partir de micrografias, houve uma impregnação do látex na celulose devido à boa compatibilidade entre eles, onde filmes do látex foram notados tanto nas superfícies quanto na interligação entre as fibras. A celulose misturada com látex apresentou um ângulo de contato superior à celulose pura, indicando que o látex hidrofugou a amostra. Além disso, foi identificada a partir do teste de FTIR-ATR a presença do látex aderido à celulose, com espectros mais intensos com o aumento de látex na mistura.
- O ensaio de teor de sólidos nos compósitos indicou que a metodologia empregada na produção dos experimentos foi efetiva, com baixa perda de sólidos no processo de moldagem.
- A variável X_1 (microssílica) influenciou significativamente ($p < 0,05$) aos 28 dias na redução das respostas MOR e MOE. Após o envelhecimento por 90 dias, X_1 influenciou significativamente ($p < 0,05$) na redução do MOR e MOE e aumento da absorção de água. Após o envelhecimento por 180 dias, X_1 influenciou significativamente ($p < 0,05$) na redução da resposta MOE e aumento da absorção. Em nenhuma idade, a presença de X_1 influenciou significativamente ($p < 0,05$) na tenacidade do compósito.
- A partir do planejamento experimental adotado, verificou-se significativamente em todas as idades um aumento dos valores de módulo de elasticidade para menores valores de X_1 (microssílica). Nesse sentido, destaca-se o compósito E1 (2,9% micr.; 6,5% cel.; 1,4% lát.) que apresentou o melhor valor de rigidez após o envelhecimento por 90 e 180 dias, com 19,71 e 21,76 GPa, respectivamente. Os resultados do MOE no compósito E1 aos 28 dias em relação ao envelhecimento por 90 e 180 dias foram diferentes significativamente, com valor- p de 0,025810 e 0,002262, respectivamente. Entre 90 e 180 dias de envelhecimento, os resultados do MOE do compósito E1 não apresentaram diferenças significativas ($p = 0,107725$).

- Elevados resultados de tenacidade e MOR foram observados no experimento V1 (17,1% micr.; 13,5% cel.; 1,4% lát.) aos 28 dias (13,34 MPa) e após o envelhecimento por 180 dias (13,31 MPa), mesmo com elevado teor de microssílica. Os resultados do MOR do compósito V1 entre 28 dias e após o envelhecimento por 180 dias não apresentaram diferenças significativas ($p = 0,967199$). Após o envelhecimento por 180 dias, V1 apresentou a melhor tenacidade dentre os compósitos (204,10 J/m²). O alto conteúdo de celulose contribuiu para elevados valores de tenacidade e MOR.
- A variável X₂ (celulose) influenciou significativamente ($p < 0,05$) aos 28 dias no aumento das respostas tenacidade, MOR e absorção de água, além de reduzir o MOE. Após o envelhecimento por 90 dias, X₂ influenciou significativamente ($p < 0,05$) no aumento da tenacidade, MOR, além de reduzir o MOE. Após o envelhecimento por 180 dias, X₂ influenciou significativamente ($p < 0,05$) no aumento da tenacidade e redução do MOE.
- A partir do planejamento experimental adotado, verificou-se que a partir do aumento do valor de X₂ (celulose), propriedades mecânicas como tenacidade e MOR foram beneficiadas. Neste sentido, destaca-se o experimento E3 (2,9% micr.; 13,5% cel.; 1,4% lát.) que apresentou o melhor de valor de módulo de ruptura após o envelhecimento por 90 dias (12,70 MPa), e o terceiro melhor após o envelhecimento por 180 dias (12,38 MPa). Os resultados do MOR do compósito E3 entre 90 e 180 dias de envelhecimento não apresentaram diferenças significativas ($p = 0,775411$). Além disso, o experimento E3 apresentou um elevado módulo de elasticidade após o envelhecimento por 180 dias (18,76 GPa).
- A variável X₃ (látex natural) influenciou significativamente ($p < 0,05$) aos 28 dias na redução do MOR e MOE. Após o envelhecimento por 90 dias, X₃ influenciou significativamente ($p < 0,05$) no aumento da tenacidade, além de reduzir o MOR, MOE e absorção de água. Após o envelhecimento por 180 dias, X₃ influenciou significativamente ($p < 0,05$) na redução de MOR, MOE e absorção de água.
- Verificou-se que o látex possivelmente proporcionou um menor descolamento na interface e aumento da preservação das fibras ao meio alcalino. Aos 28 dias, o aumento do conteúdo de látex (entre 1,4 e 8,6%) contribuiu para o aumento da tenacidade de compósitos com mesmos teores de microssílica e celulose. Após o envelhecimento por 90 dias foi observado um bom comportamento à tenacidade dos compósitos modificados com látex natural. Uma redução 84% na tenacidade entre 28 dias e após o

envelhecimento por 90 dias foi observada no experimento E13 isento de látex na mistura (10% micr.; 10% cel.; 0% lát.).

- Incrementos significativos na ductilidade dos compósitos com fibras curtas de polpa celulósica não foram observadas após o envelhecimento por 90 dias. Posteriormente ao envelhecimento natural, formulações tiveram uma queda na tenacidade e elevação do MOR devido ao adensamento na matriz e interface fibra-matriz, que reduziu o escorregamento das fibras durante o ensaio de flexão. A queda da tenacidade não foi associada à deterioração das fibras, pois as micrografias dos experimentos apresentaram fibras bem preservadas e com grandes comprimentos arrancados, mesmo após o envelhecimento por 180 dias.
- Os resultados apresentados no DRX aos 28 dias apontam uma redução no ataque alcalino devido redução de portlandita na matriz por meio da ação pozolânica da microssílica e adsorção do látex. A presença destes materiais contribuiu para a preservação da fibra vegetal. A pozolana aderida ao látex natural na superfície da fibra provocou o efeito pozolânico local. As análises de DRX após o envelhecimento mostraram a presença da calcita, principal composto responsável pelo aumento da densificação da matriz.
- Os compósitos de polpa celulósica modificados com microssílica e látex demonstram potencialidades e alternativas para novas tecnologias de produção em escala comercial, sendo materiais com boas capacidades de módulo de ruptura e elasticidade, com baixa densidade e baixo custo de produção.
- O experimento E3 (2,9% micr.; 13,5% cel.; 1,4% lát.) apresentou o melhor desempenho dentre os compósitos analisados. Salienta-se que boas propriedades mecânicas foram encontradas no experimento V1, porém recomenda-se uma análise de seu comportamento após o envelhecimento por 90 dias.

Sugerem-se para pesquisas futuras:

- Estudo de durabilidade dos compósitos com tempo de envelhecimento superior a 12 meses e expostos em diferentes regiões. Sugere-se que maiores quantidades de corpos de provas por experimento sejam analisadas por experimento;
- Possíveis ações para melhorar a distribuição da microssílica na mistura;
- Moldagem de materiais, como por exemplo telhas e placas, utilizando o teor ideal encontrado nesta pesquisa.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERICAN CONCRETE INSTITUTE - *ACI 544.1R*. State-of-the-art report on fiber reinforced concrete. Detroit, MI, USA, 1996.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS - *D 1076-02*: Standard Specification for Rubber – Concentrated, Ammonia Preserved, Creamed, and Centrifuged Natural Latex, 2017.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS - *E 871-82*: Standard Test Method for Moisture Analysis of Particulate Wood Fuels, 2013.

AFRID, M.U.K.; OHAMAT Y.; IQBAL, M. Z.; DEMURA, K. Behaviour of Ca(OH)₂ in polymer modified mortars. *The International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*. v. 11, p.235-244, nov. 1989.
[https://doi.org/10.1016/0958-9465\(89\)90021-8](https://doi.org/10.1016/0958-9465(89)90021-8)

AGGARWAL, L.K.; THAPLIYAL, P.C.; KARADE, S.R. Properties of polymer-modified mortars using epoxy and acrylic emulsions. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 21, n. 2, p.379-383, fev. 2007. <http://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2005.08.007>.

AGOPYAN, V.; SAVASTANO JR., H.; JOHN, V.M.; CINCOTTO, M.A. Developments on vegetable fibre–cement based materials in São Paulo, Brazil: an overview. *Cement and Concrete Composites*, [s.l.], v. 27, n. 5, p.527-536, maio 2005.
<http://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.09.004>.

ALEMDAR, A.; SAIN, M. Isolation and characterization of nanofibers from agricultural residues – Wheat straw and soy hulls. *Bioresource Technology*, [s.l.], v. 99, n. 6, p.1664-1671, abr. 2008. <http://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.04.029>.

ALMEIDA, A.F.S.; TONOLI; G.H.D.; SANTOS, S.F.; SAVASTANO JR., H. Ccimentícios reforçados com polpas celulósicas. *Ambiente Construído*, [s.l.], v. 10, n. 4, p.233-246, dez. 2010. <https://doi.org/10.1590/S1678-86212010000400016>

ALMEIDA, A.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 and Concrete Composites*, [s.l.], v. 42, p.49-58, set. 2013. <http://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.05.001>

ARDANUY, M.; CLARAMUNT, J.; GARCIA-HORTAL, J.A.; BARRA, M. Fiber-matrix interactions in cement mortar composites reinforced with cellulosic fibers. *Cellulose*, [s.l.], v. 18, n. 2, p.281-289, 12 jan. 2011. <http://doi.org/10.1007/s10570-011-9493-3>

ARDANUY, M.; CLARAMUNT, J.; TOLEDO FILHO, R.D. Cellulosic fiber reinforced cement-based composites: A review of recent research. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 79, p.115-128, mar. 2015.
<http://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.01.035>

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - *NBR 5733*: Cimento Portland de alta resistência inicial. Rio de Janeiro, 1991.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - *NBR 7215*: Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro, 1996.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - *NBR 14656*: Cimento Portland e suas matérias-primas – Análise química por espectrometria de raios X – Método de ensaio. Rio de Janeiro, 2001.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - *NBR 16372*: Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine). Rio de Janeiro, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - *NBR 5640*. Telha estrutural de fibrocimento. Rio de Janeiro, 1995.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - *NBR NM 15*: Cimento Portland – Análise Química – Determinação de resíduo insolúvel. Rio de Janeiro, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - *NBR NM 18*: Cimento Portland – Análise Química – Determinação de perda ao fogo. Rio de Janeiro, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - *NBR NM 20*: Cimento Portland e suas matérias-primas – Análise química – Determinação de dióxido de carbono por gasometria. Rio de Janeiro, 2004.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - *NBR NM 65*: Cimento Portland – Determinação do tempo de pega. Rio de Janeiro, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - *NBR 13956*: Sílica ativa para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta. Rio de Janeiro, 2012.

BALLESTEROS, J.E.M.; SANTOS, S.F.; MÁRMOL, G.; SAVASTANO JR., H.; FIORELLI, J. Evaluation of cellulosic pulps treated by hornification as reinforcement of cementitious composites. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 100, p.83-90, dez. 2015. <http://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.09.044>

BENTUR A.; MINDESS S. Fibre reinforced cementitious composites. 2^a ed., Grã-Bretanha: Taylor & Francis, 2007.

BHATTACHARYA, M.; HARISH, K.V. An integrated approach for studying the hydration of portland cement systems containing silica fume. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 188, p.1179-1192, nov. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.08.114>

BODIG, J; JAYNE, B. *Mechanics of wood and wood composites*. Krieger Publishing Company, p.1-20, 1982.

BOOYA, E.; GHAEDNIA, H.; DAS, S.; PANDE, H. Durability of cementitious materials reinforced with various Kraft pulp fibers. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 191, p.1191-1200, dez. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.139>

BRANDT, A.M. *Cement-based composites: materials, mechanical properties, and performance*. 2nd ed. p.526. Canada: Taylor & Francis, 2009.

CALDAS e SILVA, A.; SAVASTANO JR., H.; JOHN, V.M. Envelhecimento de compósitos à base de escória de alto-forno reforçados com polpa celulósica residual de eucalipto. *Ambiente Construído*, [s.l.], v. 9, n. 1, p.25-44, mar. 2009.

CALLISTER, W. *Ciência e engenharia dos materiais: uma introdução*. 7^a ed., Rio de Janeiro: LTC, 2008.

CHENG, X.M.; KHORAMI, M.; SHI, Y.; LIU, K.Q.; GUO, X.Y. AUSTIN S.; SAIDANI, M. A new approach to improve mechanical properties and durability of low-density oil well cement composite reinforced by cellulose fibres in microstructural scale. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 177, p.499-510, jul. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.05.134>

CLARAMUNT, J.; ARDANUY, M.; GARCIA-HORTAL, J.A.; TOLEDO FILHO, R.D. The hornification of vegetable fibers to improve the durability of cement mortar composites. *Cement and Concrete Composites*, [s.l.], v. 33, n. 5, p.586-595, maio 2011. <http://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.03.003>

CLARO, P.I.C.; CORRÊA, A.C.; CAMPOS, A.; RODRIGUES, V.B.; LUCHESI, B. R.; SILVA, L.E.; MATTOSO, L.H.; MARCONCINI, J.M. Curaua and eucalyptus nanofibers films by continuous casting: Mechanical and thermal properties. *Carbohydrate Polymers*, [s.l.], v. 181, p.1093-1101, fev. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.11.037>

COLODETTE, J.; GOMES, F. *Branqueamento de Polpa Celulósica: da produção da polpa marrom ao produto acabado*. Viçosa, MG: Ed. UFV, 2015.

CORREIA, V.C.; SANTOS, S.F.; SAVASTANO JR., H.; JOHN, V.M. Utilization of vegetal fibers for production of reinforced cementitious materials. *Rilem Technical Letters*, [s.l.], v. 2, p.145-154, 4 abr. 2018. <http://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2017.48>

CORREIA, V.C.; SANTOS, S.F.; MÁRMOL, G.; CURVELO, A.A.S.; SAVASTANO JR., H. Potential of bamboo organosolv pulp as a reinforcing element in fiber-cement materials. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 72, p.65-71, dez. 2014. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.09.005>

COUTTS, R.S.P.; KIGHTLY, P. Bonding in wood fibre-cement composites. *Journal of Materials Science*, [s.l.], v. 19, n. 10, p.3355-3359, out. 1984. <http://doi.org/10.1007/bf00549827>

COUTTS, R.S.P. From forest to factory to fabrication. Proceedings 4th International Symposium Fibre Reinforced *Cement and Concrete London*: E&FN Spon; 1992. p. 31-47.

- DIAB, A.M.; ELMOATY, A.M.; ELDIN, M.R.T. Slant shear bond strength between self compacting concrete and old concrete. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 130, p.73-82, jan. 2017. <http://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.11.023>
- DIAS, C.M.R.; JOHN, V.M.; SAVASTANO JR, H. Metodologia de avaliação dos efeitos do envelhecimento nas propriedades dos fibrocimentos. In: ENCONTRO NACIONAL DE TECNOLOGIA DO AMBIENTE CONSTRUÍDO, 11., 2006, Florianópolis. Anais. Florianópolis: ANTAC, 2006. p. 2962-2971.
- DIAS, C.M.R.; SAVASTANO JR., H.; JOHN, V.M. Exploring the potential of functionally graded materials concept for the development of fiber cement. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 24, n. 2, p.140-146, fev. 2010. <http://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2008.01.017>
- DUCHESE, I.; GEOFFREY, D. The ultrastructure of wood fibre surfaces as shown by a variety of microscopical methods: a review. *Nordic Pulp Paper Res J*, p. 129–138, 1999.
- FAHERTY, K. WILLIAMSON, T.G. *Wood Engineering and Construction Handbook*. McGraw-Hill, p. 1.1-1.5, 1999.
- FIDELIS, M.E.A.; PEREIRA, T.V.C.; GOMES, O.F.M.; SILVA, F.A.; TOLEDO FILHO, R.D. The effect of fiber morphology on the tensile strength of natural fibers. *Journal of Materials Research and Technology*, [s.l.], v. 2, n. 2, p.149-157, abr. 2013. <http://doi.org/10.1016/j.jmrt.2013.02.003>
- FRÍAS-ROJAS, M.; SÁNCHEZ-DE-ROJAS-GÓMEZ, M.I. MEDINA-MARTINEZ, C.; VILLAR-COCIÑA, E. New trends for nonconventional cement-based materials. *Sustainable and Nonconventional Construction Materials Using Inorganic Bonded Fiber Composites*, [s.l.], p.165-183, 2017. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102001-2.00007-3>
- GRAM, H.E. *Durability of natural fibres in concrete*. Stockholm: Swedish Cement and Concrete Research Institute, 1983.
- GHOFRANI, M.; MOKARAM, K.N.; ASHORI; A.; TORKAMAN, J. Fiber-cement composite using rice stalk fiber and rice husk ash: Mechanical and physical properties. *Journal of Composite Materials*, [s.l.], v. 49, n. 26, p.3317-3322, dez. 2014. <http://doi.org/10.1177/0021998314561813>
- HANCOCK JOURNAL FLORESTAL. Curitiba: Hancock Assest Management Brasil, abr.2019. Disponível em: http://ancockinvest.com.br/wp-content/uploads/sites/5/2019/05/Hancock-Jornal-Florestal_Portuguese_-Q4-2018.pdf. Acesso em: 25 maio 2019.
- INDÚSTRIA BRASILEIRA DE ÁRVORES. *Relatório 2017*. Brasília, DF: IBÁ, 2017. Disponível em: https://iba.org/images/shared/Biblioteca/IBA_RelatorioAnual2017.pdf. Acesso em: 10 jan. 2019.

INDÚSTRIA BRASILEIRA DE ÁRVORES. *Cenários IBA*. Brasília, DF: IBA, 2018. Disponível em: https://iba.org/images/shared/Cenarios/45_Cenarios.pdf. Acesso em: 10 jan. 2019.

ISAIA, G. C. *Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais*, v.2, cap. 29, 43. IBRACON, 2007.

JO, B.W.; CHAKRABORTY, S.; KIM, K.H. Investigation on the effectiveness of chemically synthesized nano cement in controlling the physical and mechanical performances of concrete. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 70, p.1-8, nov. 2014. <http://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.07.090>

JOHN, V.M.; CINCOTTO, M.A.; SJOSTROM, C.; AGOPYAN, V.; OLIVEIRA, C.T.A. Durability of slag mortar reinforced with coconut fibre. *Cement and Concrete Composites*, [s.l.], v. 27, n. 5, p.565-574, maio 2005. <http://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.09.007>

JONGVISUTTISUN, P.; NEGRELLO, C.; KURTIS, K. E. Effect of processing variables on efficiency of eucalyptus pulps for internal curing. *Cement and Concrete Composites*, [s.l.], v. 37, p.126-135, mar. 2013. <http://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.11.006>

KATO, K. L.; CAMERON, R. E. A Review of the Relationship Between Thermally-Accelerated Ageing of Paper and Hornification. *Cellulose*, [s.l.], v. 6, n. 1, p.23-40, 1999.

KARADE, S. Cement-bonded composites from lignocellulosic wastes. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 24, n. 8, p.1323-1330, ago. 2010. <http://doi.org/10.1023/a:1009292120151>

KHORAMI, M.; GANJIAN, E. Comparing flexural behaviour of fibre-cement composites reinforced bagasse: Wheat and eucalyptus. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 25, n. 9, p.3661-3667, set. 2011. <http://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.03.052>

KHORAMI, M.; GANJIAN, E. The effect of limestone powder, silica fume and fibre content on flexural behaviour of cement composite reinforced by waste Kraft pulp. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 46, p.142-149, set. 2013. <http://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.03.099>

KONG, X. EMMERLING, S; PAKUSCH, J; RUECKEL, M.; NIEBERLE, J. Retardation effect of styrene-acrylate copolymer latexes on cement hydration. *Cement and Concrete Research*, [s.l.], v. 75, p.23-41, set. 2015. <http://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.04.014>

KONG, X; PAKUSCH, J.; JANSEN, D.; EMMERLING, S.; NEUBAUER, J.; GOETZ-NEUHOEFFER, F. Effect of polymer latexes with cleaned serum on the phase development of hydrating cement pastes. *Cement and Concrete Research*, [s.l.], v. 84, p.30-40, jun. 2016. <http://doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.02.013>

LEPAGE, E.S. *Manual de preservação de madeiras*. São Paulo: Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, p. 69-96, 1986.

- LENGOWSKI, E.C.; MUNIZ, G.I.B.; NISGOSKI, S.; MAGALHÃES, W.L.E. Avaliação de métodos de obtenção de celulose com diferentes graus de cristalinidade. *Scientia Forestalis*, v. 41, n.98, p. 185 – 194, jun. 2013.
- LI, Y.; MAI, Y.; YE, L. Sisal fibre and its composites: a review of recent developments. *Composites Science and Technology*, [s.l.], v. 60, n. 11, p.2037-2055, ago. 2000. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(00\)00101-9](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(00)00101-9)
- LI, L.; WANG, R.; LU, Q. Influence of polymer latex on the setting time, mechanical properties and durability of calcium sulfoaluminate cement mortar. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 169, p.911-922, abr. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.005>
- MÁRMOL, G; SANTOS, S.F.; SAVASTANO JR., H.; BORRACHERO, M.V.; MONZÓ, J.; PAYÁ, J. Mechanical and physical performance of low alkalinity cementitious composites reinforced with recycled cellulosic fibres pulp from cement kraft bags. *Industrial Crops and Products*, [s.l.], v. 49, p.422-427, ago. 2013. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.04.051>
- MÁRMOL, G.; SAVASTANO JR., H. Study of the degradation of non-conventional MgO-SiO₂ cement reinforced with lignocellulosic fibers. *Cement and Concrete Composites*, [s.l.], v. 80, p.258-267, jul. 2017. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.03.015>
- MEDEIROS, M.H.F.; RAISDORFER, J.W.; HOPPE FILHO, J.H. Influência da sílica ativa e do metacaulim na velocidade de carbonatação do concreto: relação com resistência, absorção e relação a/c. *Ambiente Construído*, [s.l.], v. 17, n. 4, p.125-139, dez. 2017. <https://doi.org/10.1590/s1678-86212017000400189>
- MEHTA, P.K.; MONTEIRO, P.J.M. *Concreto - Estrutura, Propriedades e Materiais*. 1^a ed. São Paulo, SP. PINI, 1994. 580p.
- MOHR, B.J.; NANKO, H.; KURTIS, K.E. Durability of kraft pulp fiber-cement composites to wet/dry cycling. *Cement and Concrete Composites*, [s.l.], v. 27, n. 4, p.435-448, abr. 2005a. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.07.006>
- MOHR, B.J.; NANKO, H.; KURTIS, K.E. Durability of thermomechanical pulp fiber-cement composites to wet/dry cycling. *Cement and Concrete Research*, [s.l.], v. 35, n. 8, p.1646-1649, ago. 2005b. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2005.04.005>
- MOHR, B.J.; BIERNACKI, J.J.; KURTIS, K.E. Supplementary cementitious materials for mitigating degradation of kraft pulp fiber-cement composites. *Cement and Concrete Research*, [s.l.], v. 37, n. 11, p.1531-1543, nov. 2007. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.08.001>
- MOON, R.J.; MARTINI, A.; NAIRN, J.; SIMONSEN, J.; YOUNGBLOOD, J. Cellulose nanomaterials review: structure, properties and nanocomposites. *Chemical Society Reviews*, [s.l.], v. 40, n. 7, p. 3941-3994, 2011. <https://doi.org/10.1039/c0cs00108b>

MORAIS, P.H.D.; LONGUE JÚNIOR, D.; COLODETTE, J.L.; MORAIS, E.H.C.; JARDIM, C.M. Influência da idade de corte de clones de eucalyptus grandis e híbridos de eucalyptus grandis x eucalyptus urophylla na composição química da madeira e polpação kraft. *Ciência Florestal*, [s.l.], v. 27, n. 1, p.237-248, 31 mar. 2017. Universidade Federal de Santa Maria. <https://doi.org/10.5902/1980509826462>

MORSING, N. *Densification of wood - The influence of hygrotherm al 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 de tratamento termomecânico e impregnação de resinas*. Tese (Doutorado em Engenharia de Construção Civil e Urbana) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.

NAKANISHI, E.Y.; CABRAL, M.R.; GONÇALVES, P.S.; SANTOS, V.; SAVASTANO JR, H. Formaldehyde-free particleboards using natural latex as the polymeric binder. *Journal of Cleaner Production*, [s.l.], v. 195, p.1259-1269, set. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.06.019>

NETO, B.B.; SCARMINIO, I.S.; BRUNS, R.E. *Como Fazer Experimentos: Pesquisa e Desenvolvimento na Ciência e na Indústria*. Campinas: Editora da Unicamp, 2001

NETO, W. P. F.; MARIANO, M.; SILVA, I. S. V.; SILVÉRIO, H. A.; PUTAUX, J.; OTAGURO, H.; PASQUINI, D.; DUFRESNE, A. Mechanical properties of natural rubber nanocomposites reinforced with high aspect ratio celulose nanocrystals isolated soy hulls. *Carbohydrate Polymers*, v. 153, p. 143-152, jul. 2016. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.07.073>

NEVILLE, A.M. *Propriedades do concreto*. Tradução: Salvador E. Giammusso. 2a Ed. Ver. Atual. São Paulo, SP, PINI, 1997.

OHAMA, Y. Polymer-based admixtures. *Cement and Concrete Composites*, [s.l.], v. 20, n. 2-3, p.189-212, jan. 1998. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(97\)00065-6](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(97)00065-6)

ONUAGULUCHI, O.; BANTHIA, N. Plant-based natural fibre reinforced cement composites: A review. *Cement and Concrete Composites*, [s.l.], v. 68, p.96-108, abr. 2016. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.02.014>

PACHECO-TORGAL, F.; JALALI, S. Cementitious building materials reinforced with vegetable fibres: A review. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 25, n. 2, p.575-581, fev. 2011. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.07.024>

PICKERING, K.; EFENDY, A.; LE, T. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, [s.l.], v. 83, p.98-112, abr. 2016. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.08.038>

- PIMENTA, M.T.B. *Utilização de fluidos nos estado sub/supercrítico na polpação de Eucalyptus grandis e Pinus taeda*. Tese (Doutorado) - Universidade de São Paulo, São Carlos, 2005.
- PIRES, C. *Tratamento termomecânico e higro-termomecânico de fibras de bucha vegetal para aplicação em compósitos com matriz cimentícia*. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia. 2017.
- RAO, H.S.; MUNIRATHNAM, K.; GHORPADE, V.G.; G; SASHIDHAR, C. Influence of natural rubber latex on permeability of fibre reinforced high performance concrete. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering & Technology*. Vol. 2, p. 2715-2720, jul. 2013.
- RILEM. Technical Committee 49 TRF - Test for determination of modulus of rupture and limit of proportionality of thin fibre reinforced cement section. *Matériaux et Constructions*, v.17, n.102, p.441-443, 1989.
- RIPPEL, M.M., LEE, L.T., LEITE, C.A.P., GALEMBECK, F. Skim and cream natural rubber particles: colloidal properties, coalescence and film formation. *Journal of Colloid and Interface Science*, [s.l.], v. 268, n. 2, p.330-340, dez. 2003. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2003.07.046>
- RODRIGUES, L. *Efeitos do envelhecimento ambiental em compósitos poliméricos*. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade do Rio Grande do Norte, Natal, 2007.
- ROMA JR., L.; MARTELLO, L.S.; SAVASTANO JR., H. Evaluation of mechanical, physical and thermal performance of cement-based tiles reinforced with vegetable fibers. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 22, n. 4, p.668-674, abr. 2008. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2006.10.001>
- ROSSIGNOLO, J.A. Interfacial interactions in concretes with silica fume and SBR latex. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 23, n. 2, p.817-821, fev. 2009. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2008.03.005>
- SAKAI, E.; SUGITA, J. Composite mechanism of polymer modified cement. *Cement and Concrete Research*, [s.l.], v. 25, n. 1, p.127-135, jan. 1995. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(94\)00120-N](https://doi.org/10.1016/0008-8846(94)00120-N)
- SANTOS, C. H.C. *Preparação e caracterização de blendas elastoméricas totalmente verdes*. Dissertação (Mestrado em Química). Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia. 2014.
- SANTOS, L.C.P.; FERREIRA, R.A.R.; MOTTA, L.A.C; PASQUINI, D. Optimization of the Percentage of Cellulose, Latex and Metakaolin in the Production of Cementitious Composites. *International Journal of Advanced Engineering Research and Science*, [s.l.], v. 6, n. 4, p.45-58, 2019. <https://doi.org/10.22161/ijaers.6.4.5>

- SAVASTANO JR., H.; AGOPYAN, V. Transition zone studies of vegetable fibre-cement paste composites. *Cement and Concrete Composites*, [s.l.], v. 21, n. 1, p.49-57, jan. 1999. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(98\)00038-9](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(98)00038-9)
- SAVASTANO JR., H. AGOPYAN, V.; NOLASCO, A.M.; PIMENTEL, L. Plant fibre reinforced cement components for roofing. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 13, n. 8, p.433-438, dez. 1999. [https://doi.org/10.1016/S0950-0618\(99\)00046-X](https://doi.org/10.1016/S0950-0618(99)00046-X)
- SAVASTANO JR., H; WARDEN, P.G.; COUTTS, R.S.P. Brazilian waste fibres as reinforcement for cement-based composites. *Cement and Concrete Composites*, [s.l.], v. 22, n. 5, p.379-384, out. 2000. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(00\)00034-2](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(00)00034-2)
- SAVASTANO JR., H. *Materiais à base de cimento reforçado com fibra vegetal: reciclagem de resíduos para a construção de baixo custo*. Tese (Doutorado em Engenharia de Construção Civil e Urbana) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.
- SAVASTANO JR.; H.; WARDEN, P.G.; COUTTS, R.S.P. Performance of low-cost vegetable fibre-cement composites under weathering. *CIB world building congress*, Wellington, New Zealand; 11p., 2001.
- SAVASTANO JR., H.; WARDEN, P.G.; COUTTS, R.S.P. Microstructure and mechanical properties of waste fibre-cement composites. *Cement and Concrete Composites*, [s.l.], v. 27, n. 5, p.583-592, maio 2005. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.09.009>
- SAWSEN, C; FOUZIA, K.; MOHAMED, B.; MOUSSA, G. Optimizing the formulation of flax fiber-reinforced cement composites. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 54, p.659-664, mar. 2014. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.12.038>
- SILVA, L.C.; FERREIRA, R.A.R.; MOTTA, L.A.C.; MACHADO, L.B. Optimization of metakaolin-based Geopolymer Composite using Sisal Fibers, response Surface Methodology, and Canonical Analysis. *International Journal of Advanced Engineering Research and Science*, [s.l.], v. 6, n. 4, p.32-44, 2019. <http://doi.org/10.22161/ijaers.6.4.4>.
- SILVA, E.J.; MARQUES, M.L.; VELASCO, F.G.; FORLANI JR, C.; LUZARDO, F.M.; TASHIMA, M.M. A new treatment for coconut fibers to improve the properties of cement-based composites – Combined effect of natural latex/pozzolanic materials. *Sustainable Materials and Technologies*, [s.l.], v. 12, p.44-51, jul. 2017. <https://doi.org/10.1016/j.susmat.2017.04.003>
- SILVA, J.; CABALLEIRA LOPEZ, A.; OLIVEIRA, J. Influência da idade na resistência natural da madeira de Eucalyptus grandis W. Hill ex. Maiden ao ataque de cupim de madeira seca (*Cryptotermes brevis*). *Rev. Árvore*, Viçosa, v. 28, n. 4, p. 583-587, jul. 2004.
- SILVA, D.A.; ROMAN, H.R.; GLEIZE, P.J.P. Evidences of chemical interaction between EVA and hydrating Portland cement. *Cement and Concrete Research*, [s.l.], v. 32, n. 9, p.1383-1390, set. 2002. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(02\)00805-0](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)00805-0)

SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DE CIMENTO. *Produção Regional 2018*.

Rio de Janeiro: SNIC, 2018. Disponível em:

<http://snic.org.br/assets/pdf/numeros/1549556310.pdf>. Acesso em: 10 jan. 2019.

SJÖSTRÖM, E. *Wood chemistry: fundamentals and applications*. Academic Press, p. 51-107, 1993.

STANCATO, A.C.; BURKE, A.K.; BERALDO, A.L. Mechanism of a vegetable waste composite with polymer-modified cement (VWCPMC). *Cement and Concrete Composites*, [s.l.], v. 27, n. 5, p.599-603, maio 2005.

<https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.09.011>

SUDIN, R.; SWAMY, N. Bamboo and wood fibre cement composites for sustainable infrastructure regeneration. *Journal of Materials Science*, [s.l.], v. 41, n. 21, p.6917-6924, 16 set. 2006. Springer Nature. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0224-3>

TOLEDO FILHO, R.D.; SCRIVENER, K.; ENGLAND, G.L.; GHAVAMI, K. Durability of alkali-sensitive sisal and coconuts fibres in cement mortar composites. *Cement & Concrete Composites*, [s.l.], p.127-143, 2000. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(99\)00039-6](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(99)00039-6)

TOLEDO FILHO, R.D.; SILVA, F.A.; FAIRBAIM, E.M.R.; MELO FILHO, J.A. Durability of compression molded sisal fiber reinforced mortar laminates. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 23, n. 6, p.2409-2420, jun. 2009. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2008.10.012>

TONOLI, G.H.D.; FUENTE, E.; MONTE, C.; SAVASTANO JR., H.; ROCCO LAHR, F.A.; BLANCO, A. Effect of fibre morphology on flocculation of fibre-cement suspensions. *Cement and Concrete Research*, [s.l.], v. 39, n. 11, p.1017-1022, nov. 2009a. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.07.010>

TONOLI, G.H.D.; RODRIGUES FILHO, U.P.; SAVASTANO JR., H.; BRAS, J.; BELGACEM, M.N.; ROCCO LAHR, F.A. Cellulose modified fibres in cement based composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, [s.l.], v. 40, n. 12, p.2046-2053, dez. 2009b. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.09.016>

TONOLI, G.H.D.; SAVASTANO JR., H.; FUENTE, E.; NEGRO, C.; BLANCO, A.; ROCCO LAHR, F.A. Eucalyptus pulp fibres as alternative reinforcement to engineered cement-based composites. *Industrial Crops and Products*, [s.l.], v. 31, n. 2, p.225-232, mar. 2010a. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2009.10.009>

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*, [s.l.], v. 24, n. 2, p.193-201, fev. 2010b. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.11.018>

- TONOLI, G.H.D.; SANTOS, S.F.; SAVASTANO JR. H.; DELVASTO, S.; GUTIERREZ, R.M.; MURPHY, M.M.L. Effects of natural weathering on microstructure and mineral composition of cementitious roofing tiles reinforced with fique fibre. *Cement and Concrete Composites*, [s.l.], v. 33, n. 2, p.225-232, fev. 2011. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.10.013>
- URREA-CEFERINO, G.E.; REMPE, N.; DOS-SANTOS, V.; SAVASTANO JR., H. Definition of optimal parameters for supercritical carbonation treatment of vegetable fiber-cement composites at a very early age. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 152, p.424-433, out. 2017. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.06.182>
- VO, M.L.; PLANK, J. Evaluation of natural rubber latex as film forming additive in cementitious mortar. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 169, p.93-99, abr. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.12.098>
- WAN, J.; WANG, Y.; XIAO, Q. Effects of hemicellulose removal on cellulose fiber structure and recycling characteristics of eucalyptus pulp. *Bioresource Technology*, [s.l.], v. 101, n. 12, p.4577-4583, jun. 2010. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.01.026>
- WANG, Y.; ZHAO, J. Comparative study on flame retardancy of silica fume-based geopolymers activated by different activators. *Journal of Alloys and Compounds*, [s.l.], v. 743, p.108-114, abr. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.302>
- WEI, J.; MEYER, C. Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites. *Cement and Concrete Research*, [s.l.], v. 73, p.1-16, jul. 2015. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.02.019>
- 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: Engineering*, [s.l.], v. 92, p.94-132, maio 2016. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.02.002>
- ZHAO, Z.; QU, X.; LI, F.; WEI, J. Effects of steel slag and silica fume additions on compressive strength and thermal properties of lime-fly ash pastes. *Construction and Building Materials*, [s.l.], v. 183, p.439-450, set. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.05.220>
- ZHANG, P.; LI, Q. Effect of polypropylene fiber on durability of concrete composite containing fly ash and silica fume. *Composites Part B: Engineering*, [s.l.], v. 45, n. 1, p.1587-1594, fev. 2013. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.10.006>
- ZUKOWSKI, B.; SANROS, E.R.F.; MENDONÇA, Y.G.S.; SILVA, F.A.; TOLEDO FILHO, R.D. The durability of SHCC with alkali treated curaua fiber exposed to natural weathering. *Cement and Concrete Composites*, [s.l.], v. 94, p.116-125, nov. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2018.09.002>

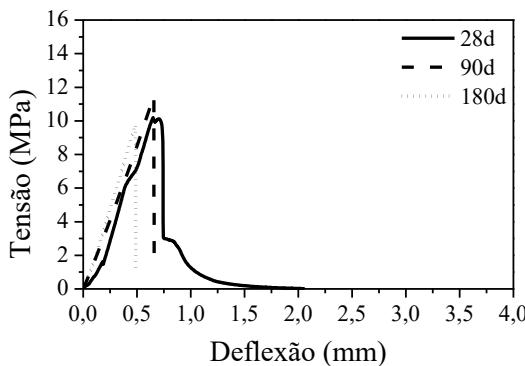
APÊNDICES

APÊNDICE A

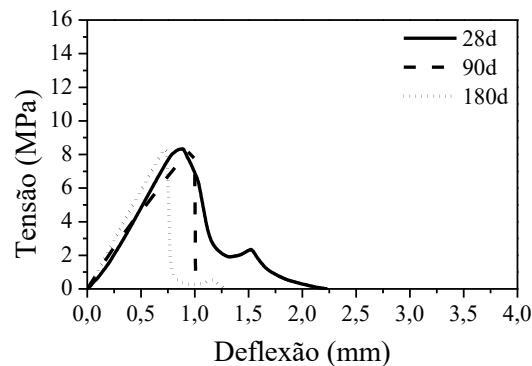
CURVAS TENSÃO *VERSUS* DEFLEXÃO

Apêndice A1 – Curvas de tensão *versus* deflexão dos compósitos E1 a E6 aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias

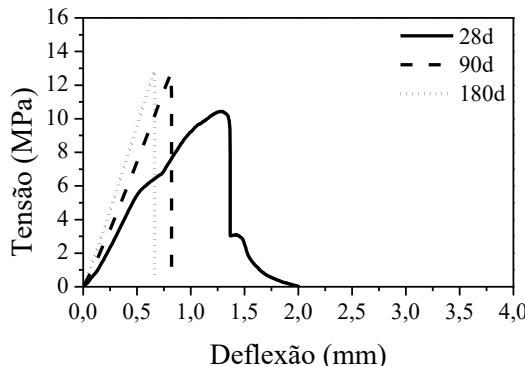
E1: 2,9% micr. - 6,5% cel. - 1,4% lát.



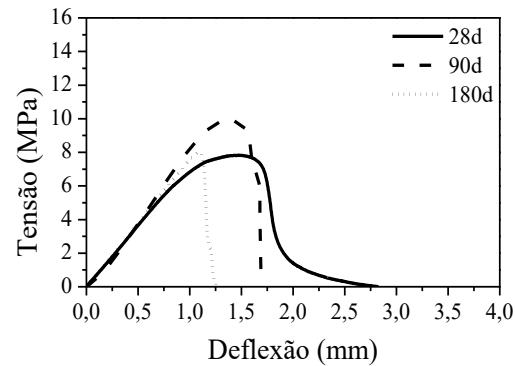
E2: 2,9% micr. - 6,5% cel. - 8,6% lát.



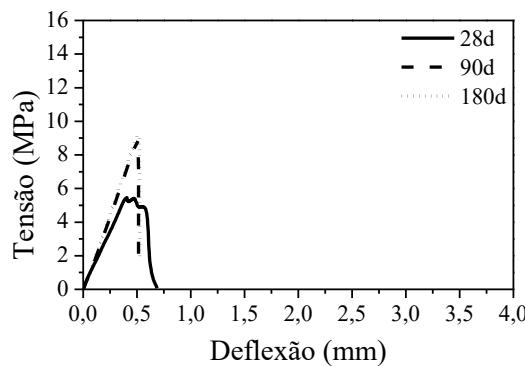
E3: 2,9% micr. - 13,5% cel. - 1,4% lát.



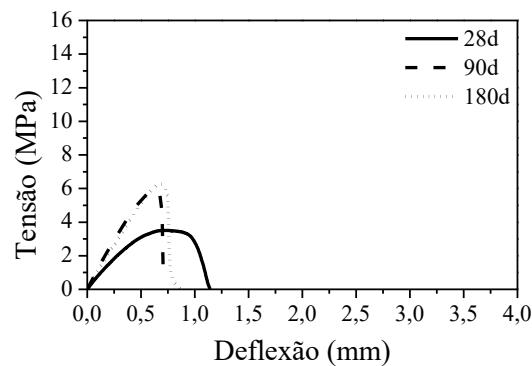
E4: 2,9% micr. - 13,5% cel. - 8,6% lát.



E5: 17,1% micr. - 6,5% cel. - 1,4% lát.



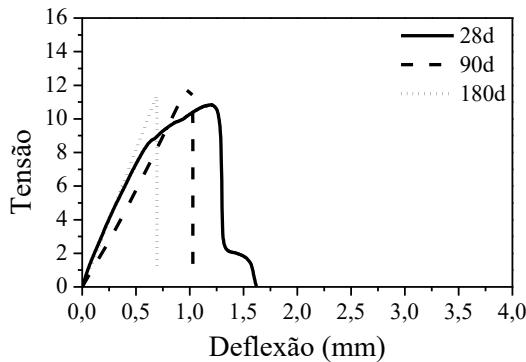
E6: 17,1% micr. - 6,5% cel. - 8,6% lát.



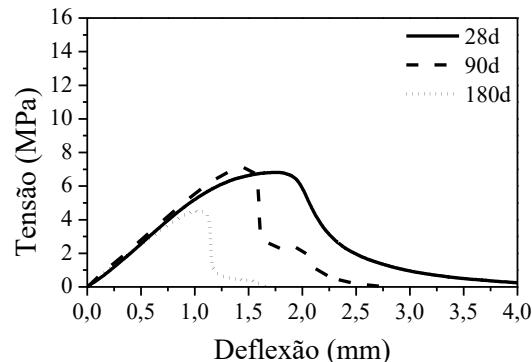
Em que: micr.: microssílica; cel.: celulose; lát.: látex.

Apêndice A2 - Curvas de tensão *versus* deflexão dos compósitos E7 a E12 aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias

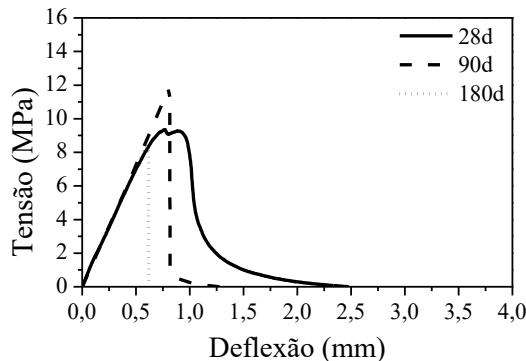
E7: 17,1% micr. - 13,5% cel. - 1,4% lát.



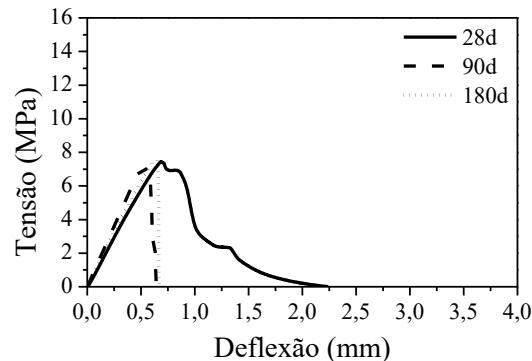
E8: 17,1% micr. - 13,5% cel. - 8,6% lát.



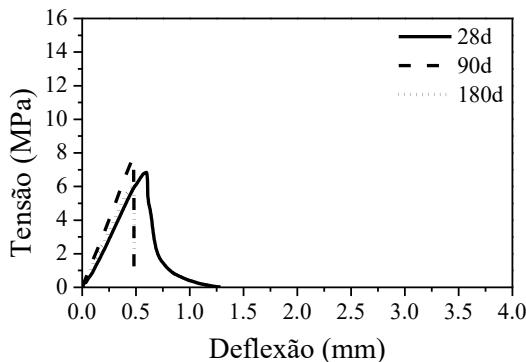
E9: 0,0% micr. - 10,0% cel. - 5,0% lát.



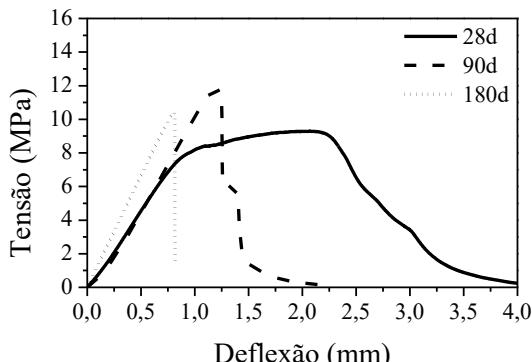
E10: 20,04% micr. - 10,0% cel. - 5,0% lát.



E11: 10,0% micr. - 5,05% cel. - 5,0% lát.



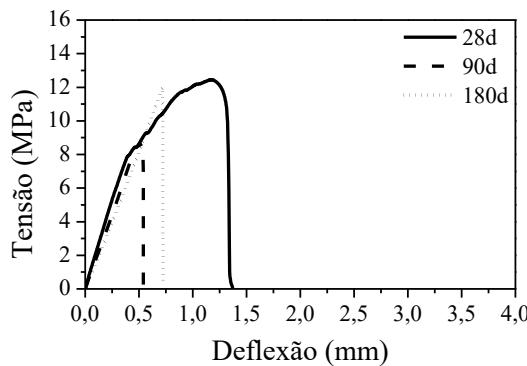
E12: 10,0% micr. - 14,94% cel. - 5,0% lát.



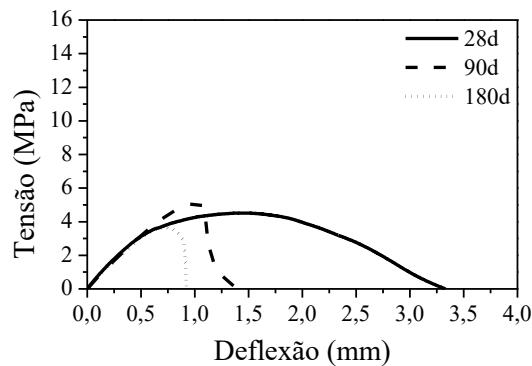
Em que: micr.: microssílica; cel.: celulose; lát.: látex.

Apêndice A3 - Curvas de tensão *versus* deflexão dos compósitos E13 a E18 aos 28 dias e após o envelhecimento por 90 e 180 dias

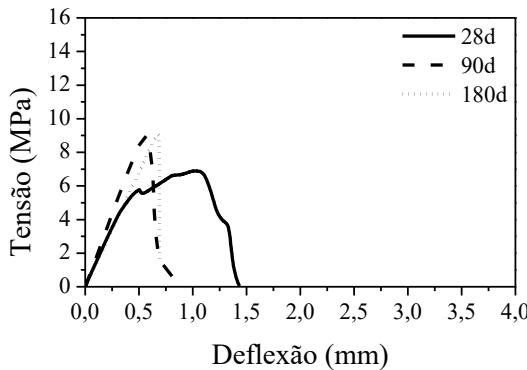
E13: 10,0% *micr.* - 10,0% *cel.* - 0,0% *lát.*



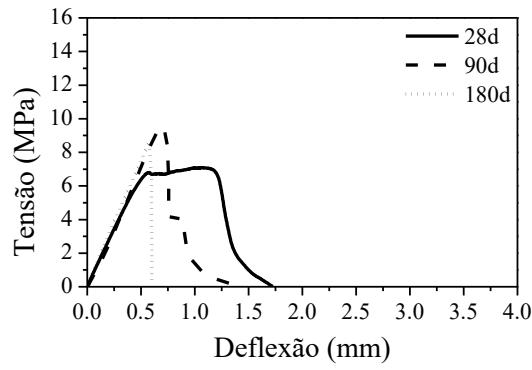
E14: 10,0% *micr.* - 10,0% *cel.* - 10,0% *lát.*



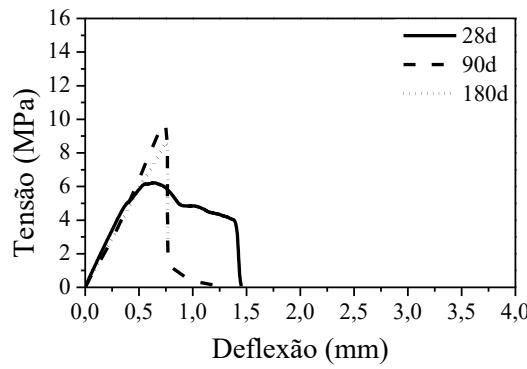
E15: 10,0% *micr.* - 10,0% *cel.* - 5,0% *lát.*



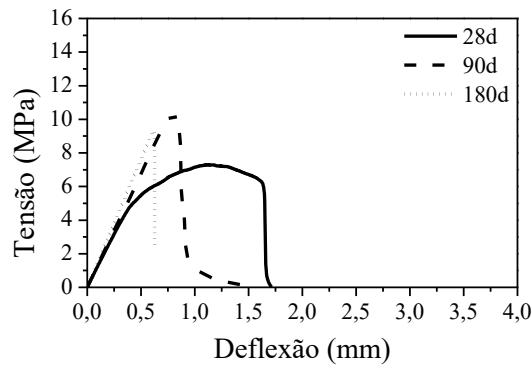
E16: 10,0% *micr.* - 10,0% *cel.* - 5,0% *lát.*



E17: 10,0% *micr.* - 10,0% *cel.* - 5,0% *lát.*



E18: 10,0% *micr.* - 10,0% *cel.* - 5,0% *lát.*

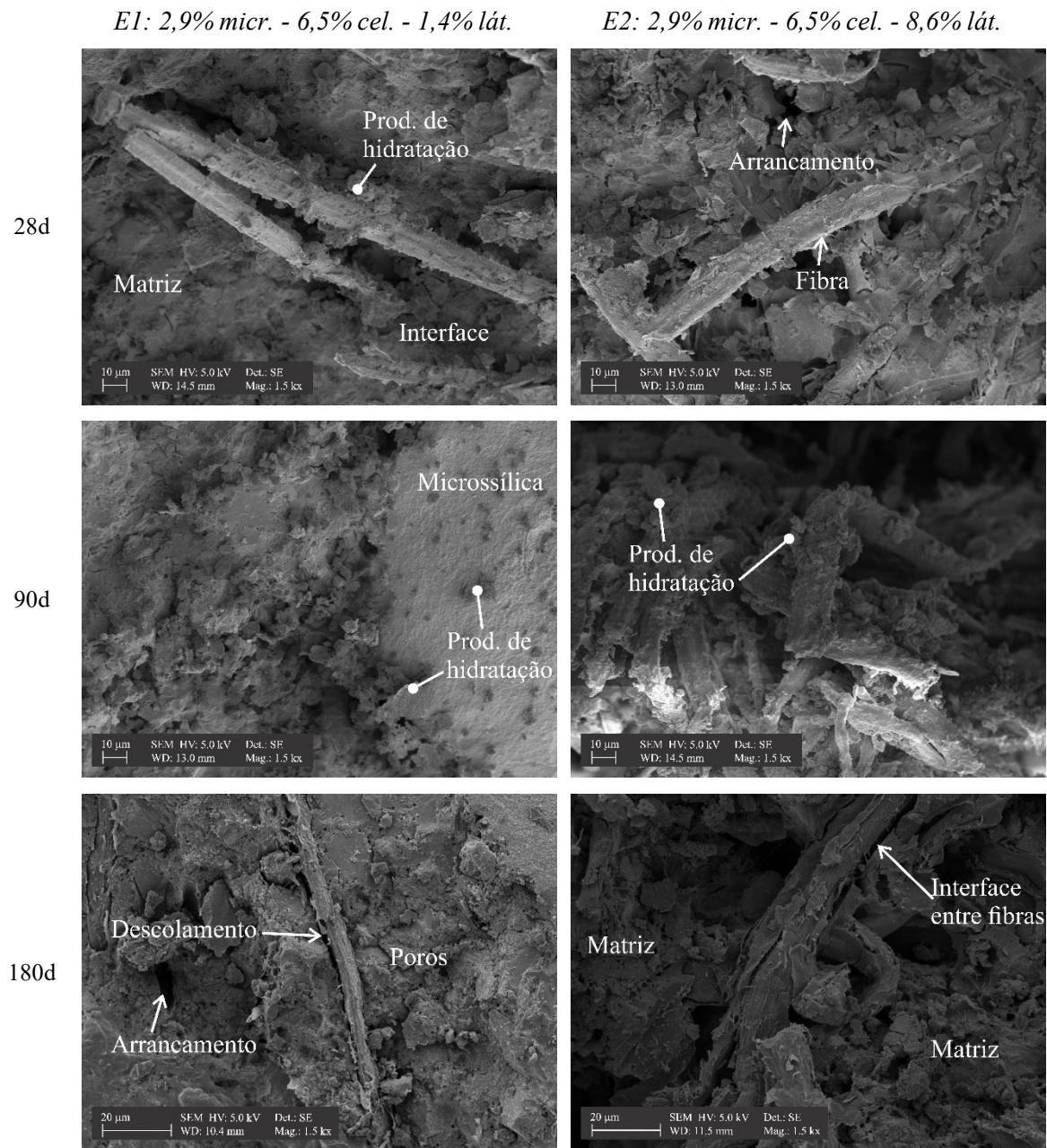


Em que: *micr.*: microssílica; *cel.*: celulose; *lát.*: látex.

APÊNDICE B

MICROGRAFIAS

Apêndice B1 - Micrografias da seção de ruptura. Compósitos E1 e E2



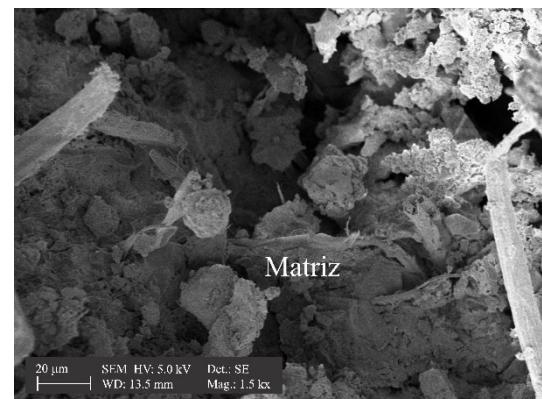
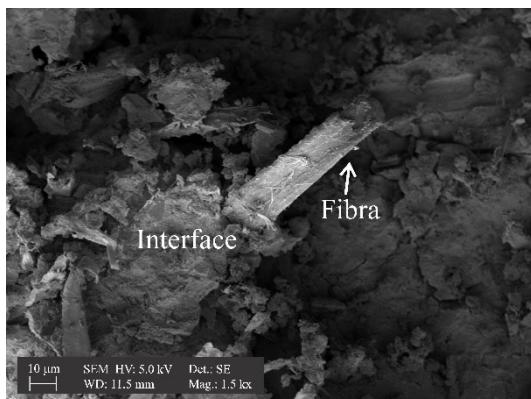
Em que: *micr.*: microssílica; *cel.*: celulose; *lát.*: látex.

Fonte: Autor.

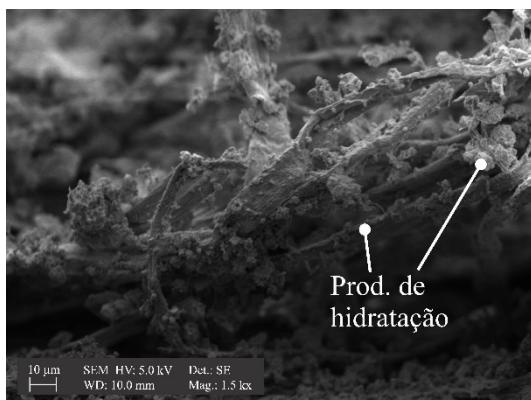
Apêndice B2 - Micrografias da seção de ruptura. Compósitos E3 e E4

E3: 2,9% *micr.* - 13,5% *cel.* - 1,4% *lát.*E4: 2,9% *micr.* - 13,5% *cel.* - 8,6% *lát.*

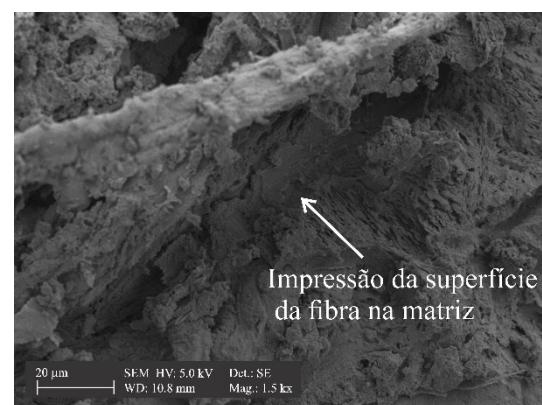
28d



90d

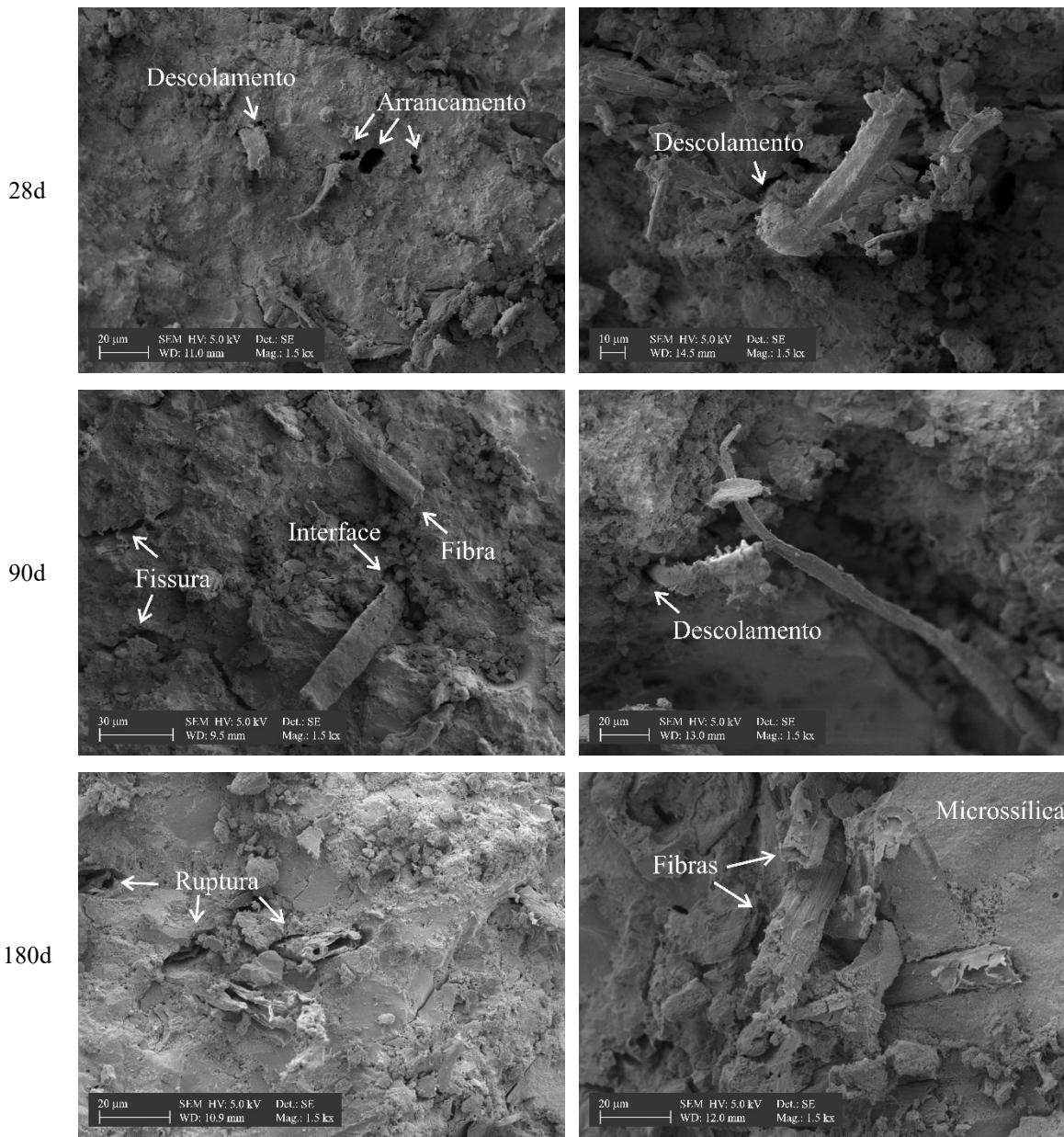


180d

Em que: *micr.*: microssílica; *cel.*: celulose; *lát.*: látex.

Fonte: Autor.

Apêndice B3 - Micrografias da seção de ruptura. Compósitos E5 e E6

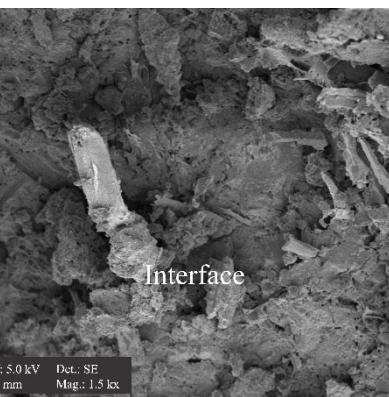
E5: 17,1% *micr.* - 6,5% *cel.* - 1,4% *lát.*E6: 17,1% *micr.* - 6,5% *cel.* - 8,6% *lát.*Em que: *micr.*: microssílica; *cel.*: celulose; *lát.*: látex.

Fonte: Autor.

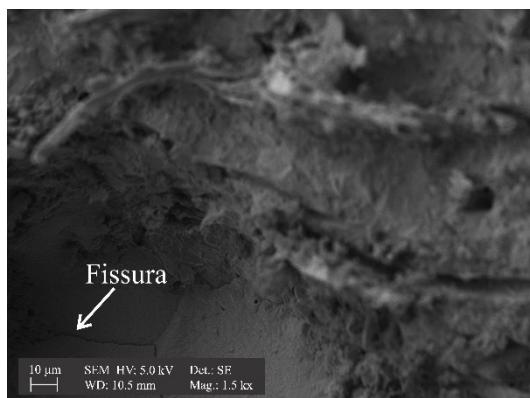
Apêndice B4 - Micrografias da seção de ruptura. Compósitos E7 e E8

E7: 17,1% *micr.* - 13,5% *cel.* - 1,4% *lát.*

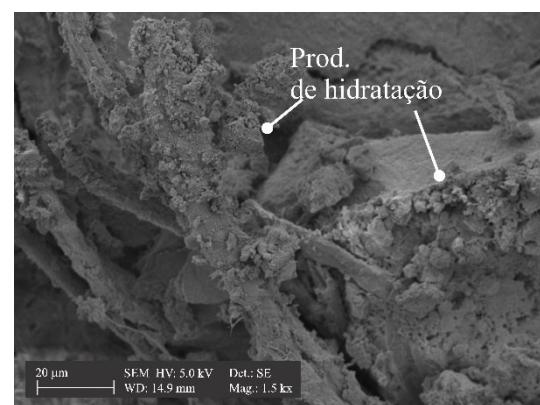
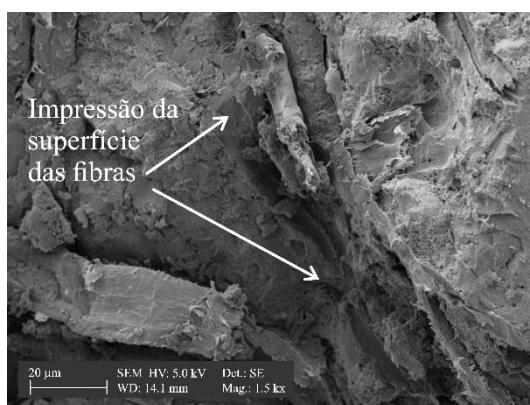
28d

E8: 17,1% *micr.* - 13,5% *cel.* - 8,6% *lát.*

90d



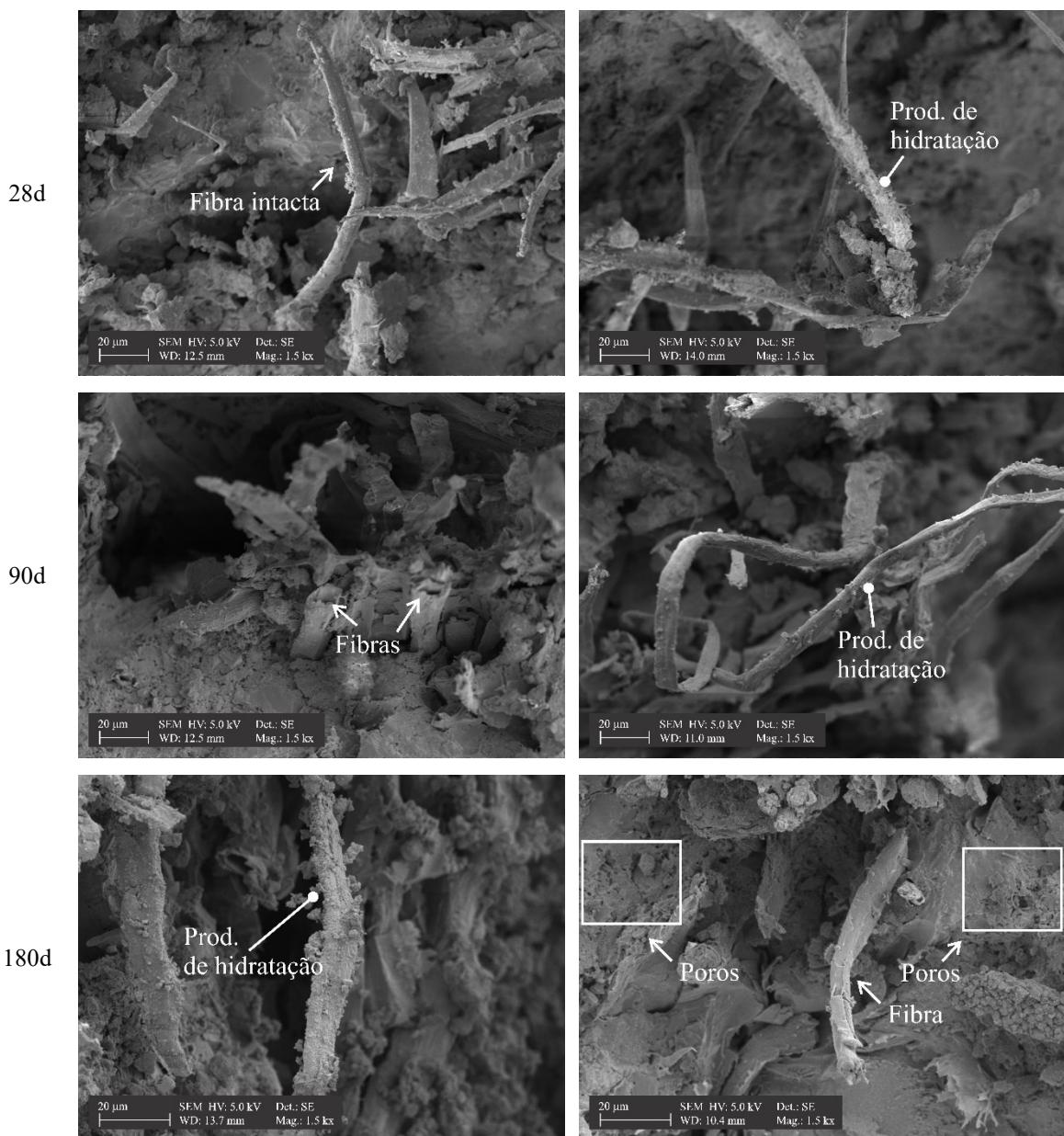
180d

Em que: *micr.*: microssílica; *cel.*: celulose; *lát.*: látex.

Fonte: Autor.

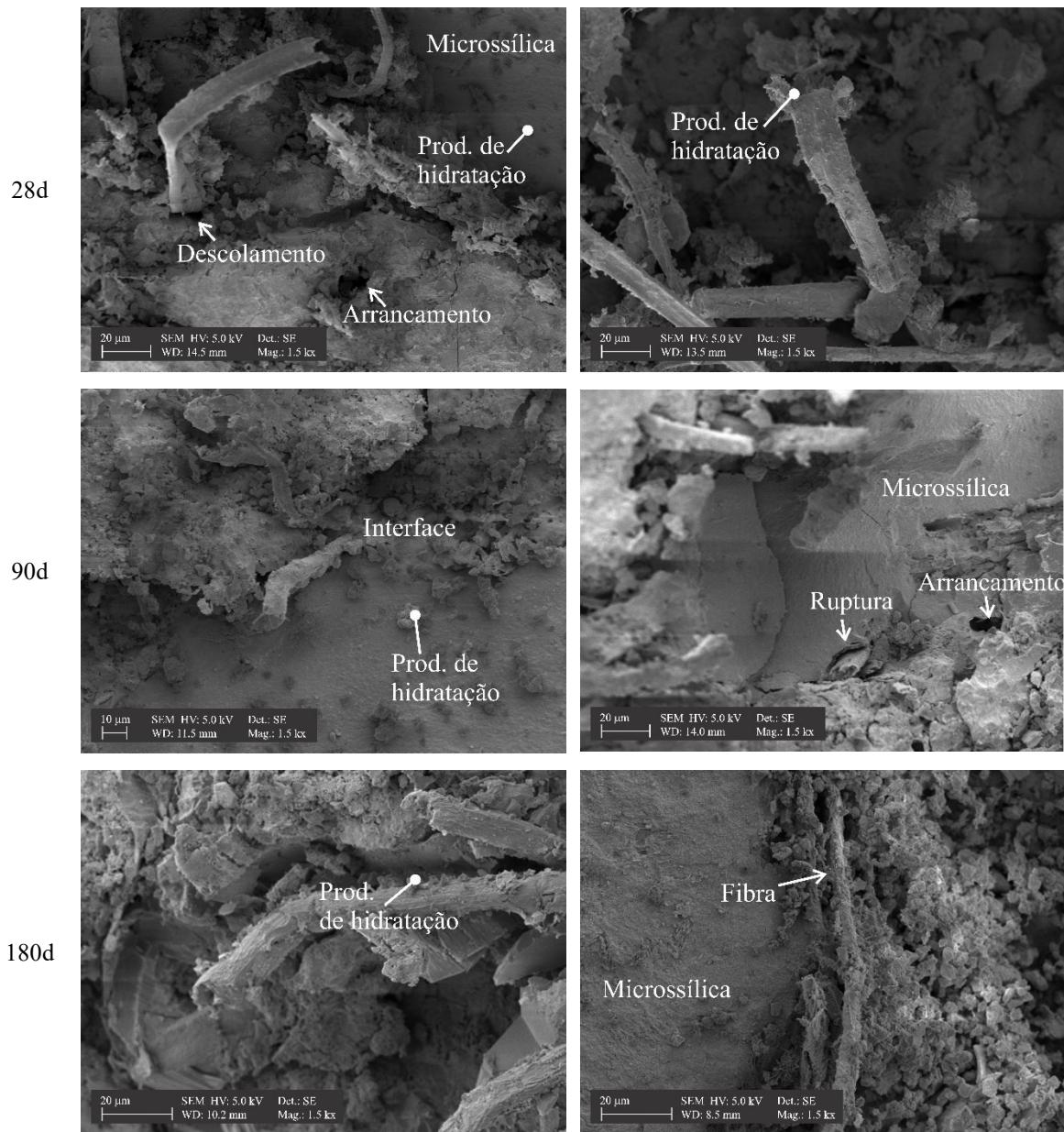
Apêndice B5 - Micrografias da seção de ruptura. Compósitos E9 e E10

E9: 0,0% micr. - 10,0% cel. - 5,0% lát. E10: 20,04% micr. - 10,0% cel. - 5,0% lát.

Em que: *micr.*: microssílica; *cel.*: celulose; *lát.*: látex.

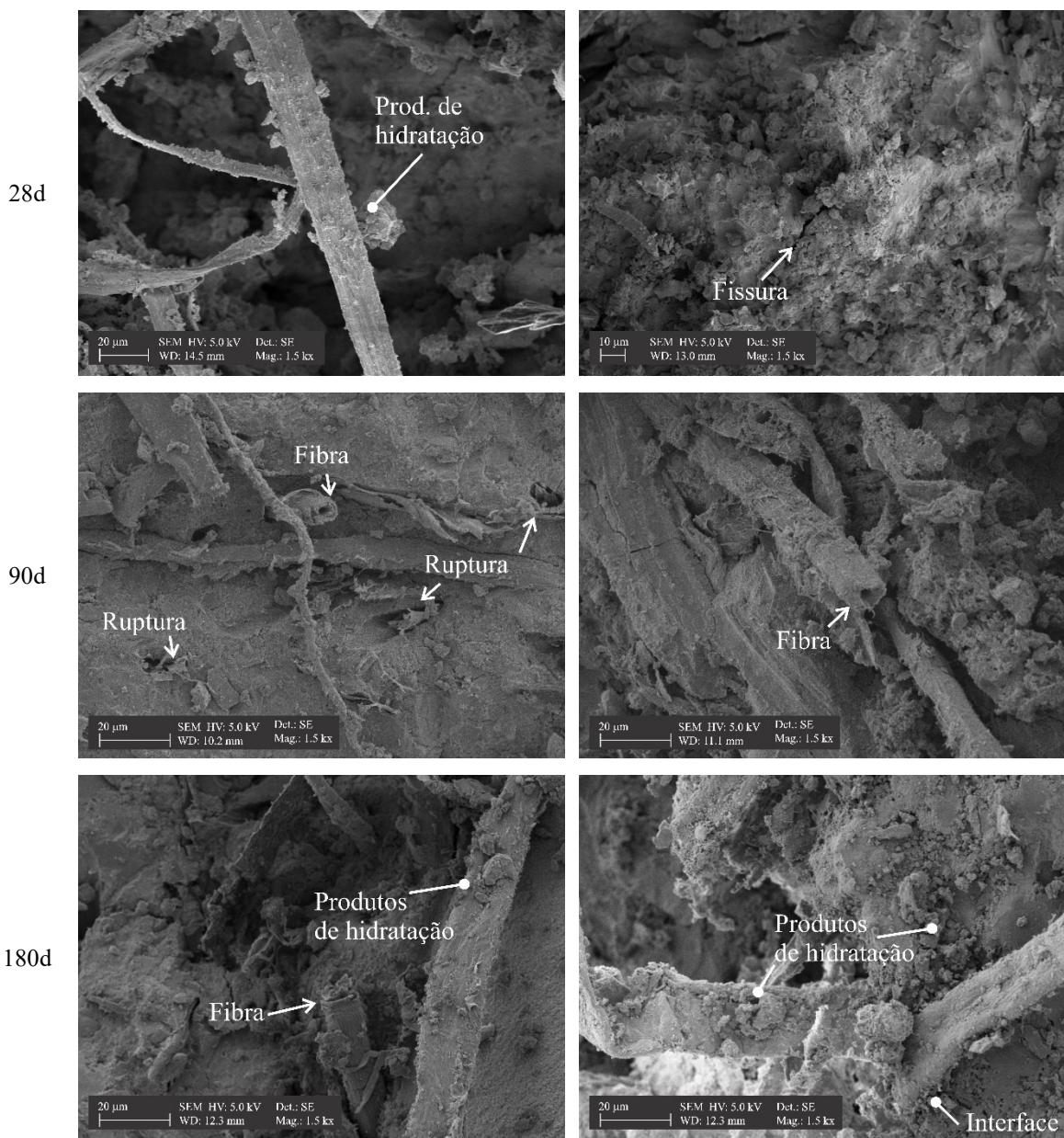
Fonte: Autor.

Apêndice B6 - Micrografias da seção de ruptura. Compósitos E11 e E12

E11: 10,0% *micr.* - 5,05% *cel.* - 5,0% *lát.* E12: 10,0% *micr.* - 14,94% *cel.* - 5,0% *lát.*Em que: *micr.*: microssílica; *cel.*: celulose; *lát.*: látex.

Fonte: Autor.

Apêndice B7 - Micrografias da seção de ruptura. Compósitos E13 e E14

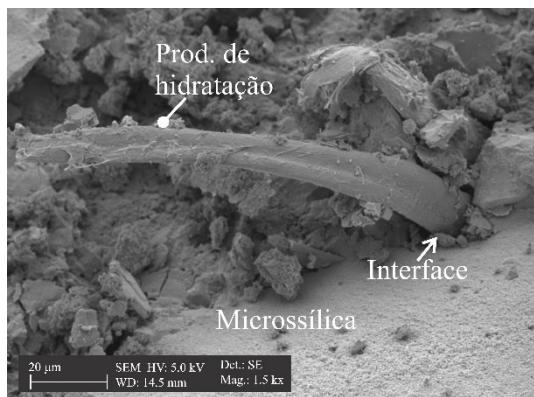
E13: 10,0% *micr.* - 10,0% *cel.* - 0,0% *lát.* E14: 10,0% *micr.* - 10,0% *cel.* - 10,09% *lát.*Em que: *micr.*: microssílica; *cel.*: celulose; *lát.*: látex.

Fonte: Autor.

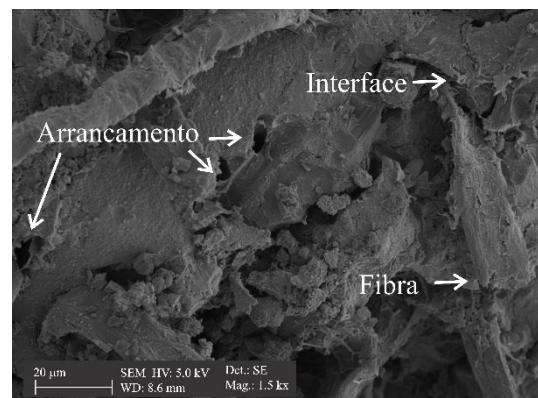
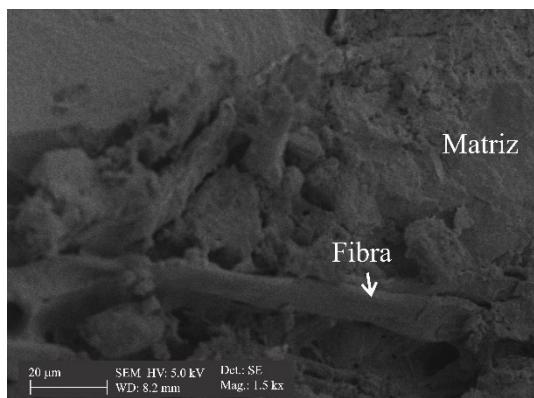
Apêndice B8 - Micrografias da seção de ruptura. Compósitos E15 e E16

E15: 10,0% *micr.* - 10,0% *cel.* - 5,0% *lát.* E16: 10,0% *micr.* - 10,0% *cel.* - 5,0% *lát.*

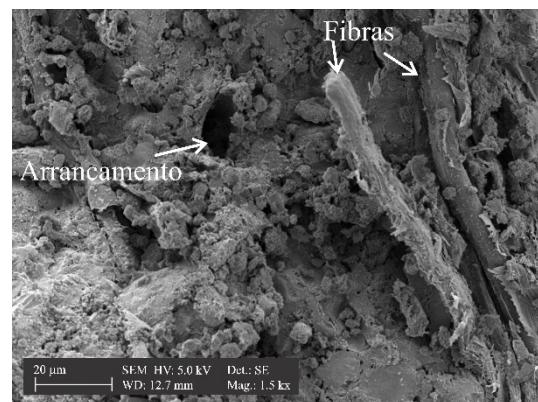
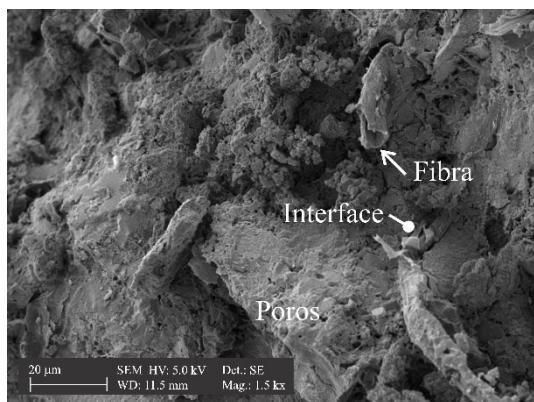
28d



90d



180d

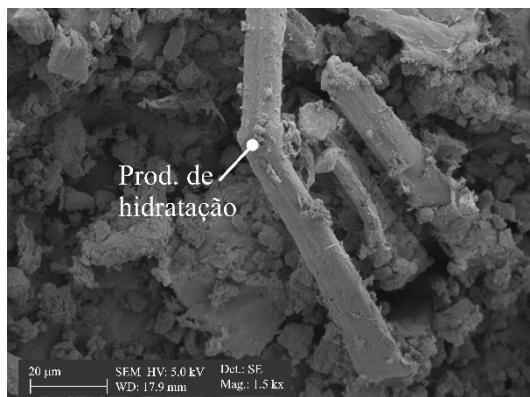
Em que: *micr.*: microssílica; *cel.*: celulose; *lát.*: látex.

Fonte: Autor.

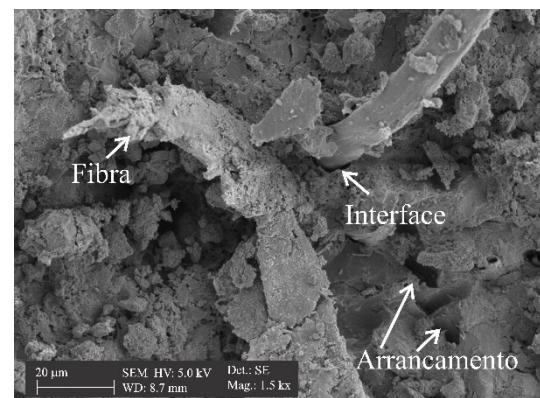
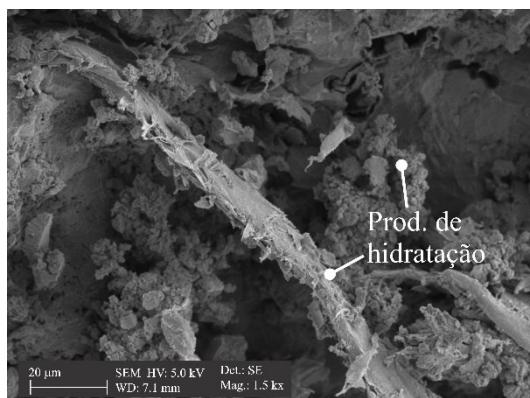
Apêndice B9 - Micrografias da seção de ruptura. Compósitos E17 e E18

E17: 10,0% micr. - 10,0% cel. - 5,0% lát. E18: 10,0% micr. - 10,0% cel. - 5,0% lát.

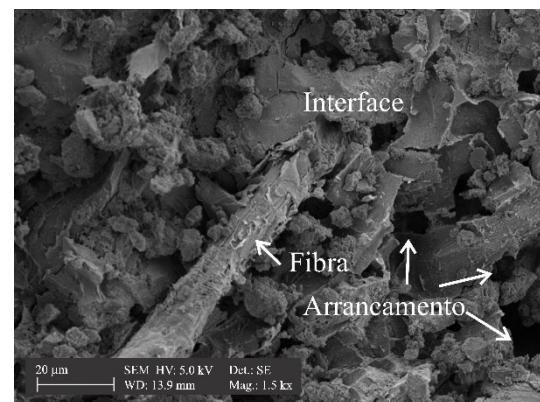
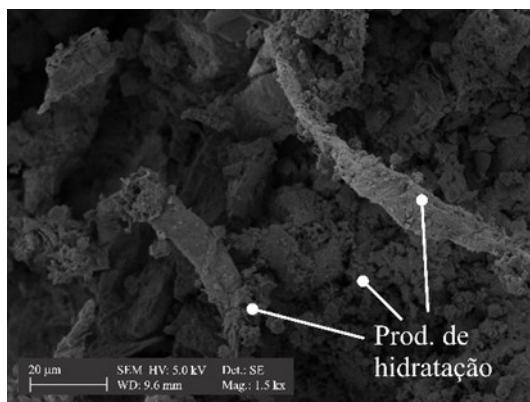
28d



90d



180d

Em que: *micr.*: microssílica; *cel.*: celulose; *lát.*: látex.

Fonte: Autor.

APÊNDICE C

ANÁLISES ESTATÍSTICAS

Apêndice C1 - Análise de Variância (ANOVA) para modelo quadrático de superfície resposta para a tenacidade (T) aos 28 dias

	SQ	GL	QM	F	p
X ₁ (Microssílica)	3249,9	1	3249,9	0,18763	0,676341
X ₁ ²	30386,4	1	30386,4	1,75430	0,221923
X ₂ (Celulose)	291333,0	1	291333,0	16,81951	0,003432
X ₂ ²	15621,3	1	15621,3	0,90186	0,370086
X ₃ (Látex)	951,4	1	951,4	0,05493	0,820588
X ₃ ²	467,0	1	467,0	0,02696	0,873647
X ₁ X ₂	11951,5	1	11951,5	0,69000	0,430257
X ₁ X ₃	405,3	1	405,3	0,02340	0,882216
X ₂ X ₃	219,3	1	219,3	0,01266	0,913180
Erro	138569,0	8	17321,1		
Total	493154,1	17			

Apêndice C2 - Análise de Variância (ANOVA) para modelo quadrático de superfície resposta para o módulo de ruptura (MOR) aos 28 dias

	SQ	GL	QM	F	p
X ₁ (Microssílica)	11,0560	1	11,05604	7,63621	0,024547
X ₁ ²	0,3987	1	0,39873	0,27540	0,613960
X ₂ (Celulose)	24,5414	1	24,54144	16,95035	0,003358
X ₂ ²	0,3367	1	0,33667	0,23253	0,642568
X ₃ (Látex)	34,7768	1	34,77678	24,01972	0,001192
X ₃ ²	0,0005	1	0,00049	0,00034	0,985724
X ₁ X ₂	14,4657	1	14,46572	9,99122	0,013377
X ₁ X ₃	0,9702	1	0,97018	0,67008	0,436725
X ₂ X ₃	4,4817	1	4,48165	3,09540	0,116558
Erro	11,5827	8	1,44784		
Total	102,6105	17			

Apêndice C3 - Análise de Variância (ANOVA) para modelo quadrático de superfície resposta para o módulo elasticidade (MOE) aos 28 dias

	SQ	GL	QM	F	p
X ₁ (Microssílica)	14,5343	1	14,5343	21,7146	0,001624
X ₁ ²	3,8651	1	3,8651	5,7746	0,042973
X ₂ (Celulose)	15,5852	1	15,5852	23,2846	0,001312
X ₂ ²	10,2764	1	10,2764	15,3532	0,004429
X ₃ (Látex)	134,5041	1	134,5041	200,9521	0,000001
X ₃ ²	0,4871	1	0,4871	0,7278	0,418402
X ₁ X ₂	6,7142	1	6,7142	10,0312	0,013250
X ₁ X ₃	0,9701	1	0,9701	1,4494	0,263042
X ₂ X ₃	0,2141	1	0,2141	0,3198	0,587212
Erro	5,3547	8	0,6693		
Total	192,5053	17			

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos.

Apêndice C4 - Análise de Variância (ANOVA) para modelo quadrático de superfície resposta para a absorção de água (A) aos 28 dias

	SQ	GL	QM	F	p
X ₁ (Microssílica)	41,0133	1	41,01334	26,28612	0,000899
X ₁ ²	2,4608	1	2,46082	1,57718	0,244603
X ₂ (Celulose)	55,8855	1	55,88550	35,81794	0,000329
X ₂ ²	2,7365	1	2,73647	1,75385	0,221977
X ₃ (Látex)	7,3958	1	7,39576	4,74006	0,061132
X ₃ ²	0,1604	1	0,16044	0,10283	0,756681
X ₁ X ₂	0,7741	1	0,77406	0,49611	0,501201
X ₁ X ₃	3,6869	1	3,68693	2,36301	0,162798
X ₂ X ₃	1,9861	1	1,98613	1,27294	0,291912
Erro	12,4821	8	1,56027		
Total	128,5816	17			

Apêndice C5 - Análise de Variância (ANOVA) para modelo quadrático de superfície resposta para o ângulo de contato aos 28 dias

	SQ	GL	QM	F	p
X ₁ (Microssílica)	125,0580	1	125,0578	1,83103	0,212999
X ₁ ²	26,1150	1	26,1150	0,38236	0,553535
X ₂ (Celulose)	0,0110	1	0,0115	0,00017	0,989976
X ₂ ²	7,3530	1	7,3525	0,10765	0,751256
X ₃ (Látex)	432,3690	1	432,3690	6,33052	0,036030
X ₃ ²	182,2260	1	182,2258	2,66805	0,141023
X ₁ X ₂	212,4830	1	212,4832	3,11107	0,115771
X ₁ X ₃	31,2150	1	31,2152	0,45704	0,518075
X ₂ X ₃	133,3010	1	133,3006	1,95172	0,199935
Erro	546,3930	8	68,2991		
Total	1696,5240	17			

Apêndice C6 - Análise de Variância (ANOVA) para modelo quadrático de superfície resposta para a tenacidade (T) após o envelhecimento natural por 90 dias

	SQ	GL	QM	F	p
X ₁ (Microssílica)	982,74	1	982,74	1,22418	0,300700
X ₁ ²	44,31	1	44,31	0,05520	0,820154
X ₂ (Celulose)	36309,54	1	36309,54	45,22998	0,000149
X ₂ ²	4346,43	1	4346,43	5,41425	0,048399
X ₃ (Látex)	5380,51	1	5380,51	6,70239	0,032168
X ₃ ²	1148,74	1	1148,74	1,43096	0,265855
X ₁ X ₂	1550,12	1	1550,12	1,93095	0,202103
X ₁ X ₃	1830,21	1	1830,21	2,27986	0,169505
X ₂ X ₃	1536,31	1	1536,31	1,91375	0,203924
Erro	6422,21	8	802,78		
Total	59551,14	17			

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos.

Apêndice C7 - Análise de Variância (ANOVA) para modelo quadrático de superfície resposta para o módulo de ruptura (MOR) após o envelhecimento natural por 90 dias

	SQ	GL	QM	F	p
X ₁ (Microssílica)	17,37046	1	17,37046	9,23260	0,016099
X ₁ ²	0,02094	1	0,02094	0,01113	0,918583
X ₂ (Celulose)	15,17695	1	15,17695	8,06672	0,021805
X ₂ ²	0,33376	1	0,33376	0,17740	0,684709
X ₃ (Látex)	32,56478	1	32,56478	17,30855	0,003164
X ₃ ²	12,73193	1	12,73193	6,76717	0,031550
X ₁ X ₂	1,03977	1	1,03977	0,55265	0,478498
X ₁ X ₃	1,25090	1	1,25090	0,66487	0,438447
X ₂ X ₃	1,11027	1	1,11027	0,59012	0,464443
Erro	15,05141	8	1,88143		
Total	96,65116	17			

Apêndice C8 - Análise de Variância (ANOVA) para modelo quadrático de superfície resposta para o módulo de elasticidade (MOE) após o envelhecimento natural por 90 dias

	SQ	GL	QM	F	p
X ₁ (Microssílica)	24,1445	1	24,14450	53,98370	0,000080
X ₁ ²	5,3927	1	5,39270	12,05730	0,008414
X ₂ (Celulose)	21,3592	1	21,35920	47,75620	0,000123
X ₂ ²	9,4729	1	9,47290	21,18010	0,001750
X ₃ (Látex)	162,9295	1	162,92950	364,28780	5,9E-08
X ₃ ²	22,7483	1	22,74830	50,86210	0,000099
X ₁ X ₂	0,0385	1	0,03850	0,08610	0,776708
X ₁ X ₃	1,1807	1	1,18070	2,63990	0,142865
X ₂ X ₃	1,0119	1	1,01190	2,26240	0,170962
Erro	3,5780	8	0,44730		
Total	251,8561	17			

Apêndice C9 - Análise de Variância (ANOVA) para modelo quadrático de superfície resposta para a absorção de água (A) após o envelhecimento natural por 90 dias

	SQ	GL	QM	F	p
X ₁ (Microssílica)	41,4046	1	41,40455	31,20721	0,000518
X ₁ ²	9,2123	1	9,21229	6,94344	0,029943
X ₂ (Celulose)	5,0509	1	5,05087	3,80691	0,086840
X ₂ ²	12,1254	1	12,12541	9,13909	0,016482
X ₃ (Látex)	16,8708	1	16,87078	12,71575	0,007337
X ₃ ²	22,1533	1	22,15331	16,69727	0,003504
X ₁ X ₂	0,4764	1	0,47635	0,35903	0,565621
X ₁ X ₃	0,0347	1	0,03471	0,02616	0,875515
X ₂ X ₃	1,9123	1	1,91225	1,44129	0,264269
Erro	10,6141	8	1,32676		
Total	119,8546	17			

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos.

Apêndice C10 - Análise de Variância (ANOVA) para modelo quadrático de superfície resposta para a tenacidade (T) após o envelhecimento natural por 180 dias

	SQ	GL	QM	F	p
X ₁ (Microssílica)	109,59	1	109,589	0,19605	0,669658
X ₁ ²	3,99	1	3,993	0,00714	0,934724
X ₂ (Celulose)	6036,30	1	6036,295	10,79850	0,011086
X ₂ ²	27,24	1	27,239	0,04873	0,830819
X ₃ (Látex)	970,01	1	970,007	1,73527	0,224215
X ₃ ²	564,94	1	564,943	1,01064	0,344184
X ₁ X ₂	3,90	1	3,897	0,00697	0,935506
X ₁ X ₃	1125,03	1	1125,033	2,01260	0,193759
X ₂ X ₃	649,32	1	649,325	1,16159	0,312558
Erro	4471,95	8	558,994		
Total	13962,27	17			

Apêndice C11 - Análise de Variância (ANOVA) para modelo quadrático de superfície resposta para o módulo de ruptura (MOR) após o envelhecimento natural por 180 dias

	SQ	GL	QM	F	p
X ₁ (Microssílica)	4,02611	1	4,02611	3,19874	0,111494
X ₁ ²	0,12347	1	0,12347	0,09810	0,762137
X ₂ (Celulose)	3,47494	1	3,47494	2,76083	0,135174
X ₂ ²	0,00046	1	0,00046	0,00036	0,985246
X ₃ (Látex)	64,03212	1	64,03212	50,87338	0,000099
X ₃ ²	0,24085	1	0,24085	0,19135	0,673361
X ₁ X ₂	1,06106	1	1,06106	0,84301	0,385383
X ₁ X ₃	3,16619	1	3,16619	2,51553	0,151391
X ₂ X ₃	6,00788	1	6,00788	4,77324	0,060411
Erro	10,06925	8	1,25866		
Total	92,20232	17			

Apêndice C12 - Análise de Variância (ANOVA) para modelo quadrático de superfície resposta para o módulo elasticidade (MOE) após o envelhecimento natural por 180 dias

	SQ	GL	QM	F	p
X ₁ (Microssílica)	22,1862	1	22,1862	12,9851	0,006947
X ₁ ²	7,7506	1	7,7506	4,5362	0,065809
X ₂ (Celulose)	19,4716	1	19,4716	11,3963	0,009701
X ₂ ²	0,4526	1	0,4526	0,2649	0,620694
X ₃ (Látex)	229,4056	1	229,4056	134,2658	0,000003
X ₃ ²	1,4819	1	1,4819	0,8673	0,378952
X ₁ X ₂	0,9210	1	0,9210	0,5390	0,483791
X ₁ X ₃	0,5519	1	0,5519	0,3230	0,585394
X ₂ X ₃	0,4487	1	0,4487	0,2626	0,622158
Erro	13,6687	8	1,7086		
Total	296,3388	17			

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos.

Apêndice C13 - Análise de Variância (ANOVA) para modelo quadrático de superfície resposta para a absorção de água (A) após o envelhecimento natural por 180 dias

	SQ	GL	QM	F	p
X ₁ (Microssílica)	23,40292	1	23,40292	22,82068	0,001396
X ₁ ²	1,30795	1	1,30795	1,27541	0,291477
X ₂ (Celulose)	1,54782	1	1,54782	1,50931	0,254156
X ₂ ²	9,01719	1	9,01719	8,79285	0,018001
X ₃ (Látex)	6,39133	1	6,39133	6,23233	0,037146
X ₃ ²	2,43058	1	2,43058	2,37011	0,162242
X ₁ X ₂	16,37618	1	16,37618	15,96876	0,003971
X ₁ X ₃	0,02388	1	0,02388	0,02328	0,882503
X ₂ X ₃	0,46593	1	0,46593	0,45434	0,519280
Erro	8,20411	8	1,02551		
Total	69,16788	17			

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos.

Apêndice C14 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E1

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E1	26728,3	2	13364,1	27,6403	2E-06
Erro	9186,5	19	483,5		
Total	35914,8	21			

Resumo - Tenacidade (E1)

	Média	Sd	N
28 dias	155,93	27,29	8
90 dias	105,91	21,59	8
180 dias	69,02	11,93	6

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	4,07	14	0,001156
28-180 dias	7,24	12	0,000010
90-180 dias	3,75	12	0,002753

Apêndice C15 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E2

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E2	40281,9	2	20141	27,8044	2E-06
Erro	13763,2	19	724,4		
Total	54045,1	21			

Resumo - Tenacidade (E2)

	Média	Sd	N
28 dias	217,65	38,23	7
90 dias	147,18	24,80	8
180 dias	112,57	10,69	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	4,29	13	0,000874
28-180 dias	7,00	12	0,000014
90-180 dias	3,41	13	0,004631

Apêndice C16 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E3

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E3	121230	2	60615	30,2432	4E-06
Erro	32068	16	2004,3		
Total	153298	18			

Resumo - Tenacidade (E3)

	Média	Sd	N
28 dias	296,23	65,78	7
90 dias	148,60	24,94	5
180 dias	120,52	24,56	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	4,73	10	0,000808
28-180 dias	6,62	12	0,000025
90-180 dias	1,94	10	0,080995

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C17 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E4

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E4	168877	2	84438	27,1404	2E-06
Erro	62223	20	3111		
Total	231100	22			

Resumo - Tenacidade (E4)

	Média	Sd	N
28 dias	345,74	80,80	7
90 dias	267,12	50,98	8
180 dias	136,64	26,35	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	2,29	13	0,039623
28-180 dias	6,94	13	0,000010
90-180 dias	6,43	14	0,000016

Apêndice C18 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E5

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E5	76,9	2	38,4	0,1253	0,88319
Erro	4603,7	15	306,9		
Total	4680,6	17			

Resumo - Tenacidade (E5)

	Média	Sd	N
28 dias	82,49	18,37	6
90 dias	87,53	16,37	5
180 dias	83,45	17,54	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-0,48	9	0,645590
28-180 dias	-0,10	11	0,924578
90-180 dias	0,41	10	0,692100

Apêndice C19 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E6

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E6	164,5	2	82,3	0,2445	0,78612
Erro	5045,4	15	336,4		
Total	5209,9	17			

Resumo - Tenacidade (E6)

	Média	Sd	N
28 dias	82,58	17,49	5
90 dias	90,12	21,84	6
180 dias	88,18	15,47	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-0,62	9	0,549474
28-180 dias	-0,59	10	0,570683
90-180 dias	0,19	11	0,854863

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C20 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E7

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E7	136626	2	68313	22,8595	1,1E-05
Erro	53791	18	2988		
Total	190417	20			

Resumo - Tenacidade (E7)

	Média	Sd	N
28 dias	344,24	81,19	7
90 dias	207,72	34,54	8
180 dias	146,35	34,32	6

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	4,35	13	0,000794
28-180 dias	5,53	11	0,000177
90-180 dias	3,30	12	0,006359

Apêndice C21 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E8

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E8	296726	2	148363	58,3796	7,7E-09
Erro	48286	19	2541		
Total	345012	21			

Resumo - Tenacidade (E8)

	Média	Sd	N
28 dias	398,43	66,31	8
90 dias	243,92	45,11	8
180 dias	106,42	25,52	6

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	5,45	14	0,000086
28-180 dias	10,15	12	3,0E-07
90-180 dias	6,67	12	0,000023

Apêndice C22 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E9

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E9	178550	2	89274,8	123,588	1,3E-11
Erro	13724,8	19	722,4		
Total	192275	21			

Resumo - Tenacidade (E9)

	Média	Sd	N
28 dias	292,85	37,81	7
90 dias	136,21	22,61	8
180 dias	74,33	16,18	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	9,90	13	2,0E-07
28-180 dias	14,06	12	8,1E-09
90-180 dias	6,01	13	0,000044

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C23 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E10

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E10	83493	2	41746,5	51,8597	3,4E-08
Erro	14489,8	18	805		
Total	97982,8	20			

Resumo - Tenacidade (E10)

	Média	Sd	N
28 dias	229,46	38,67	7
90 dias	87,38	16,76	8
180 dias	110,12	26,65	6

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	9,46	13	3,4E-07
28-180 dias	6,36	11	0,000054
90-180 dias	-1,96	12	0,073100

Apêndice C24 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E11

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E11	11011,8	2	5505,9	20,9482	4,5E-05
Erro	3942,5	15	262,8		
Total	14954,3	17			

Resumo - Tenacidade (E11)

	Média	Sd	N
28 dias	110,83	19,35	7
90 dias	84,11	15,92	4
180 dias	54,75	12,49	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	2,33	9	0,044577
28-180 dias	6,44	12	0,000032
90-180 dias	3,41	9	0,007731

Apêndice C25 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E12

	SQ	GL	QM	F	p
E12	2082200	2	1041100	188,376	1,1E-13
Erro	110534	20	5527		
Total	2192734	22			

Resumo - Tenacidade (E12)

	Média	Sd	N
28 dias	834,75	124,94	7
90 dias	242,13	37,11	8
180 dias	134,26	32,14	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	12,85	13	9,2E-09
28-180 dias	15,36	13	1,0E-09
90-180 dias	6,22	14	0,000023

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C26 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E13

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E13	439389	2	219694	78,5017	2,5E-08
Erro	39180,3	14	2798,6		
Total	478569	16			

Resumo - Tenacidade (E13)

	Média	Sd	N
28 dias	465,43	92,36	5
90 dias	72,91	13,82	5
180 dias	154,42	26,77	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	9,40	8	0,000013
28-180 dias	8,57	10	0,000006
90-180 dias	-6,19	10	0,000103

Apêndice C27 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E14

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E14	106513	2	53256,4	68,9698	2,6E-07
Erro	9266	12	772,2		
Total	115779	14			

Resumo - Tenacidade (E14)

	Média	Sd	N
28 dias	272,84	45,36	4
90 dias	112,17	19,74	6
180 dias	60,82	16,91	5

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	7,81	8	0,000052
28-180 dias	9,78	7	0,000025
90-180 dias	4,57	9	0,001339

Apêndice C28 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E15

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E15	94403,6	2	47201,8	12,432	0,00055
Erro	60748,6	16	3796,8		
Total	155152	18			

Resumo - Tenacidade (E15)

	Média	Sd	N
28 dias	260,78	89,03	7
90 dias	148,63	47,19	6
180 dias	94,58	20,28	6

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	2,76	11	0,018565
28-180 dias	4,45	11	0,000981
90-180 dias	2,58	10	0,027531

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C29 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E16

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E16	94796,3	2	47398,2	12,6793	0,0006
Erro	56073,3	15	3738,2		
Total	150870	17			

Resumo - Tenacidade (E16)

	Média	Sd	N
28 dias	262,69	91,88	7
90 dias	152,15	22,95	5
180 dias	95,02	25,73	6

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	2,60	10	0,026541
28-180 dias	4,30	11	0,001250
90-180 dias	3,85	9	0,003931

Apêndice C30 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E17

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E17	91918,9	2	45959,4	14,6077	0,00037
Erro	44047,5	14	3146,2		
Total	135966	16			

Resumo - Tenacidade (E17)

	Média	Sd	N
28 dias	267,86	94,14	5
90 dias	155,08	40,45	4
180 dias	95,14	22,95	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	2,21	7	0,062411
28-180 dias	5,08	11	0,000355
90-180 dias	3,34	10	0,007513

Apêndice C31 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Experimento E18

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E18	101686	2	50842,8	33,4893	3E-06
Erro	22772,7	15	1518,2		
Total	124458	17			

Resumo - Tenacidade (E18)

	Média	Sd	N
28 dias	270,63	55,52	8
90 dias	157,30	17,86	4
180 dias	103,02	6,92	6

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	3,90	10	0,002967
28-180 dias	7,28	12	0,000010
90-180 dias	6,88	8	0,000128

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C32 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da tenacidade: Validação V1

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
V1	658599	1	658599	263,764	4,9E-09
Erro	27466	11	2497		
Total	686065	12			

Resumo - Tenacidade (V1)

	Média	Sd	N
28 dias	666,75	68,90	5
180 dias	204,10	34,80	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-180 dias	16,24	11	4,9E-09

Apêndice C33 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E01

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E1	32,175	2	16,087	10,041	0,00106
Erro	30,442	19	1,602		
Total	62,617	21			

Resumo - Módulo de Ruptura (E1)

	Média	Sd	N
28 dias	8,54	1,16	8
90 dias	11,35	1,53	8
180 dias	9,57	0,97	6

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-4,14	14	0,000996
28-180 dias	-1,77	12	0,101262
90-180 dias	2,48	12	0,029074

Apêndice C34 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E02

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E2	0,405	2	0,203	0,156	0,8569
Erro	26,05	20	1,303		
Total	26,455	22			

Resumo - Módulo de Ruptura (E2)

	Média	Sd	N
28 dias	8,71	1,53	7
90 dias	8,88	1,05	8
180 dias	8,56	0,79	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-0,25	13	0,805071
28-180 dias	0,24	13	0,811351
90-180 dias	0,69	14	0,503979

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C35 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E03

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E3	19,143	2	9,571	2,4092	0,11827
Erro	71,511	18	3,973		
Total	90,654	20			

Resumo - Módulo de Ruptura (E3)

	Média	Sd	N
28 dias	10,51	1,91	7
90 dias	12,70	1,98	6
180 dias	12,38	2,07	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-2,02	11	0,067862
28-180 dias	-1,81	13	0,093799
90-180 dias	0,29	12	0,775411

Apêndice C36 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E04

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E4	18,344	2	9,172	5,877	0,0094
Erro	32,775	21	1,561		
Total	51,119	23			

Resumo - Módulo de Ruptura (E4)

	Média	Sd	N
28 dias	7,03	1,15	8
90 dias	9,17	1,32	8
180 dias	8,23	1,27	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-3,45	14	0,003893
28-180 dias	-1,97	14	0,069224
90-180 dias	1,46	14	0,167456

Apêndice C37 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E05

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E5	112,884	2	56,442	33,1909	1E-06
Erro	30,609	18	1,701		
Total	143,493	20			

Resumo - Módulo de Ruptura (E5)

	Média	Sd	N
28 dias	4,74	0,88	8
90 dias	9,32	1,59	6
180 dias	9,67	1,45	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-6,93	12	0,000016
28-180 dias	-8,08	13	0,000002
90-180 dias	-0,42	11	0,685004

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C38 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E06

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E6	49,3066	2	24,6533	29,7518	4E-06
Erro	13,2581	16	0,8286		
Total	62,5647	18			

Resumo - Módulo de Ruptura (E6)

	Média	Sd	N
28 dias	2,86	0,73	7
90 dias	5,70	1,01	5
180 dias	6,47	1,00	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-5,66	10	0,000210
28-180 dias	-7,71	12	0,000006
90-180 dias	-1,31	10	0,218757

Apêndice C39 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E07

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E7	7,093	2	3,547	0,8542	0,43988
Erro	87,191	21	4,152		
Total	94,284	23			

Resumo - Módulo de Ruptura (E7)

	Média	Sd	N
28 dias	11,44	1,61	8
90 dias	12,54	1,85	8
180 dias	11,35	2,54	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-1,27	14	0,223139
28-180 dias	0,09	14	0,932563
90-180 dias	1,08	14	0,299689

Apêndice C40 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E08

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E8	40,9417	2	20,4709	27,81	1E-06
Erro	15,4579	21	0,7361		
Total	56,3996	23			

Resumo - Módulo de Ruptura (E8)

	Média	Sd	N
28 dias	7,22	0,96	8
90 dias	7,00	0,74	8
180 dias	4,35	0,86	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	0,52	14	0,613221
28-180 dias	6,32	14	0,000019
90-180 dias	6,62	14	0,000011

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C41 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E09

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E9	46,183	2	23,092	18,091	3,3E-05
Erro	25,529	20	1,276		
Total	71,712	22			

Resumo - Módulo de Ruptura (E9)

	Média	Sd	N
28 dias	9,75	0,80	8
90 dias	11,55	1,31	8
180 dias	8,03	1,22	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-3,30	14	0,005219
28-180 dias	3,26	13	0,006223
90-180 dias	5,33	13	0,000136

Apêndice C42 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E10.

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E10	7,64	2	3,82	2,408	0,11441
Erro	33,314	21	1,586		
Total	40,954	23			

Resumo - Módulo de Ruptura (E10)

	Média	Sd	N
28 dias	7,63	0,53	8
90 dias	6,67	1,24	8
180 dias	8,01	1,72	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	2,03	14	0,062276
28-180 dias	-0,59	14	0,563097
90-180 dias	-1,79	14	0,095084

Apêndice C43 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E11

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E11	2,2812	2	1,1406	0,807	0,46093
Erro	26,8556	19	1,4135		
Total	29,1368	21			

Resumo - Módulo de Ruptura (E11)

	Média	Sd	N
28 dias	6,60	0,87	8
90 dias	7,03	1,37	7
180 dias	6,22	1,31	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-0,74	13	0,474246
28-180 dias	0,66	13	0,518567
90-180 dias	1,13	12	0,282050

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C44 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E12

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E12	32,608	2	16,304	6,447	0,00656
Erro	53,107	21	2,529		
Total	85,715	23			

Resumo - Módulo de Ruptura (E12)

	Média	Sd	N
28 dias	10,71	1,10	8
90 dias	12,21	2,05	8
180 dias	9,35	1,47	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-1,82	14	0,090145
28-180 dias	2,09	14	0,055535
90-180 dias	3,20	14	0,006475

Apêndice C45 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E13

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E13	77,5	2	38,75	8,0852	0,00288
Erro	91,062	19	4,793		
Total	168,562	21			

Resumo - Módulo de Ruptura (E13)

	Média	Sd	N
28 dias	12,16	2,67	7
90 dias	8,31	1,64	7
180 dias	12,48	2,15	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	3,25	12	0,006939
28-180 dias	-0,26	13	0,796825
90-180 dias	-4,18	13	0,001087

Apêndice C46 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E14

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E14	5,1229	2	2,5614	3,8929	0,04056
Erro	11,1856	17	0,658		
Total	16,3085	19			

Resumo - Módulo de Ruptura (E14)

	Média	Sd	N
28 dias	4,36	0,95	8
90 dias	5,06	0,50	6
180 dias	3,75	0,85	6

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-1,63	12	0,129556
28-180 dias	1,23	12	0,241695
90-180 dias	3,26	10	0,008608

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C47 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E15

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E15	31,536	2	15,768	8,2063	0,00438
Erro	26,901	14	1,921		
Total	58,437	16			

Resumo - Módulo de Ruptura (E15)

	Média	Sd	N
28 dias	7,12	0,92	6
90 dias	10,49	2,02	5
180 dias	8,26	1,12	6

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-3,68	9	0,005105
28-180 dias	-1,93	10	0,082980
90-180 dias	2,32	9	0,045639

Apêndice C48 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E16

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E16	41,011	2	20,506	7,4396	0,0052
Erro	44,1	16	2,756		
Total	85,111	18			

Resumo - Módulo de Ruptura (E16)

	Média	Sd	N
28 dias	7,21	1,65	8
90 dias	10,64	1,86	6
180 dias	8,23	1,40	5

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-3,65	12	0,003339
28-180 dias	-1,14	11	0,276917
90-180 dias	2,38	9	0,040998

Apêndice C49 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E17

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E17	42,917	2	21,458	6,8395	0,00579
Erro	59,611	19	3,137		
Total	102,528	21			

Resumo - Módulo de Ruptura (E17)

	Média	Sd	N
28 dias	7,35	1,68	7
90 dias	10,83	1,99	7
180 dias	8,75	1,65	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-3,54	12	0,004070
28-180 dias	-1,63	13	0,128010
90-180 dias	2,21	13	0,045243

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C50 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Experimento E18

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E18	47,124	2	23,562	8,7286	0,00205
Erro	51,289	19	2,699		
Total	98,413	21			

Resumo - Módulo de Ruptura (E18)

	Média	Sd	N
28 dias	7,10	0,94	8
90 dias	10,81	1,22	6
180 dias	8,82	2,32	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-6,42	12	0,000033
28-180 dias	-1,95	14	0,071970
90-180 dias	1,89	12	0,082652

Apêndice C51 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de ruptura: Validação V1

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
V1	0,003	1	0,003	0,002	0,967199
Erro	20,249	12	1,687		
Total	20,252	13			

Resumo - Módulo de Ruptura (V1)

	Média	Sd	N
28 dias	13,34	0,50	6
180 dias	13,31	1,65	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-180 dias	0,04	12	0,967199

Apêndice C52 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E1

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E1	108,328	2	54,164	8,408	0,00242
Erro	122,401	19	6,442		
Total	230,729	21			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E1)

	Média	Sd	N
28 dias	16,29	3,05	8
90 dias	19,71	2,39	8
180 dias	21,76	1,85	6

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-2,49	14	0,025810
28-180 dias	-3,86	12	0,002262
90-180 dias	-1,74	12	0,107725

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C53 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E2

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E2	17,142	2	8,571	3,761	0,04207
Erro	43,3	19	2,279		
Total	60,442	21			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E2)

	Média	Sd	N
28 dias	10,88	2,12	7
90 dias	10,41	0,94	8
180 dias	12,48	1,29	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	0,57	13	0,577847
28-180 dias	-1,70	12	0,114995
90-180 dias	-3,57	13	0,003393

Apêndice C54 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E3

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E3	132,381	2	66,191	12,0653	0,00047
Erro	98,749	18	5,486		
Total	231,13	20			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E3)

	Média	Sd	N
28 dias	12,83	2,93	7
90 dias	15,55	1,59	6
180 dias	18,76	2,22	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-2,03	11	0,067397
28-180 dias	-4,46	13	0,000647
90-180 dias	-3,00	12	0,011152

Apêndice C55 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E4

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E4	45,636	2	22,818	7,2349	0,00407
Erro	66,231	21	3,154		
Total	111,867	23			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E4)

	Média	Sd	N
28 dias	6,78	1,29	8
90 dias	8,73	1,99	8
180 dias	10,15	1,95	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-2,32	14	0,036243
28-180 dias	-4,06	14	0,001172
90-180 dias	-1,44	14	0,172253

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C56 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E5

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E5	136,235	2	68,117	23,353	0,00001
Erro	52,503	18	2,917		
Total	188,738	20			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E5)

	Média	Sd	N
28 dias	13,18	2,20	8
90 dias	16,20	1,41	6
180 dias	19,22	1,21	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-2,93	12	0,012559
28-180 dias	-6,45	13	0,000022
90-180 dias	-4,15	11	0,001615

Apêndice C57 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E6

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E6	68,732	2	34,366	20,661	2,2E-05
Erro	29,94	18	1,663		
Total	98,672	20			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E6)

	Média	Sd	N
28 dias	6,40	1,19	8
90 dias	9,49	1,69	6
180 dias	10,50	0,98	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-4,03	12	0,001666
28-180 dias	-7,23	13	0,000007
90-180 dias	-1,34	11	0,207094

Apêndice C58 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E7

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E7	61,776	2	30,888	6,792	0,00531
Erro	95,504	21	4,548		
Total	157,28	23			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E7)

	Média	Sd	N
28 dias	13,40	2,02	8
90 dias	12,82	2,06	8
180 dias	16,48	2,31	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	0,57	14	0,578417
28-180 dias	-2,84	14	0,013196
90-180 dias	-3,35	14	0,004807

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C59 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E8

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E8	6,6076	2	3,3038	2,777	0,0851
Erro	24,9838	21	1,1897		
Total	31,5914	23			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E8)

	Média	Sd	N
28 dias	5,94	1,27	8
90 dias	6,48	1,10	8
180 dias	5,20	0,86	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-0,90	14	0,384088
28-180 dias	1,37	14	0,191040
90-180 dias	2,59	14	0,021386

Apêndice C60 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E9

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E9	29,622	2	14,811	3,958	0,03563
Erro	74,845	20	3,742		
Total	104,467	22			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E9)

	Média	Sd	N
28 dias	14,03	1,67	8
90 dias	16,75	1,91	8
180 dias	15,21	2,23	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-3,03	14	0,009089
28-180 dias	-1,17	13	0,262942
90-180 dias	1,44	13	0,174221

Apêndice C61 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E10

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E10	12,317	2	6,159	1,5098	0,24399
Erro	85,662	21	4,079		
Total	97,979	23			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E10)

	Média	Sd	N
28 dias	10,25	0,83	8
90 dias	11,36	2,26	8
180 dias	11,98	2,54	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-1,31	14	0,212783
28-180 dias	-1,83	14	0,088234
90-180 dias	-0,52	14	0,612566

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C62 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E11

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E11	17,571	2	8,786	1,5075	0,24557
Erro	116,554	20	5,828		
Total	134,125	22			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E11)

	Média	Sd	N
28 dias	13,34	3,15	8
90 dias	14,85	1,38	8
180 dias	12,78	2,38	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-1,24	14	0,233727
28-180 dias	0,38	13	0,707008
90-180 dias	2,10	13	0,055836

Apêndice C63 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E12

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E12	37,214	2	18,607	4,5639	0,02329
Erro	81,54	20	4,077		
Total	118,754	22			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E12)

	Média	Sd	N
28 dias	9,19	1,92	8
90 dias	12,19	1,94	7
180 dias	11,43	2,17	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-3,00	13	0,010259
28-180 dias	-2,18	14	0,046780
90-180 dias	0,71	13	0,490595

Apêndice C64 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E13

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E13	1,426	2	0,713	0,102	0,90307
Erro	146,111	21	6,958		
Total	147,537	23			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E13)

	Média	Sd	N
28 dias	18,15	3,21	8
90 dias	17,64	1,75	8
180 dias	17,64	2,74	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	0,40	14	0,694953
28-180 dias	0,35	14	0,734372
90-180 dias	0,00	14	0,998935

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C65 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E14

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E14	3,009	2	1,505	0,8878	0,42981
Erro	28,811	17	1,695		
Total	31,82	19			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E14)

	Média	Sd	N
28 dias	7,92	1,64	8
90 dias	7,01	1,09	6
180 dias	7,34	0,90	6

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	1,18	12	0,262168
28-180 dias	0,78	12	0,449709
90-180 dias	-0,57	10	0,580349

Apêndice C66 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E15

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E15	53,849	2	26,924	5,2493	0,016
Erro	92,325	18	5,129		
Total	146,174	20			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E15)

	Média	Sd	N
28 dias	12,03	2,02	7
90 dias	15,79	2,76	6
180 dias	12,49	2,06	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-2,84	11	0,016171
28-180 dias	-0,43	13	0,671232
90-180 dias	2,57	12	0,024467

Apêndice C67 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E16

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E16	46,403	2	23,201	4,5917	0,02545
Erro	85,9	17	5,053		
Total	132,303	19			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E16)

	Média	Sd	N
28 dias	13,39	1,61	7
90 dias	16,23	2,89	6
180 dias	12,58	2,18	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-2,23	11	0,047310
28-180 dias	0,79	12	0,446163
90-180 dias	2,59	11	0,025038

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C68 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E17

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E17	53,681	2	26,84	7,1917	0,00646
Erro	55,982	15	3,732		
Total	109,663	17			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E17)

	Média	Sd	N
28 dias	13,49	1,74	6
90 dias	16,29	2,59	7
180 dias	12,19	0,38	5

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-2,24	11	0,046475
28-180 dias	1,62	9	0,140554
90-180 dias	3,46	10	0,006117

Apêndice C69 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo de elasticidade: Experimento E18

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E18	47,377	2	23,688	2,0269	0,16073
Erro	210,366	18	11,687		
Total	257,743	20			

Resumo - Módulo de Elasticidade (E18)

	Média	Sd	N
28 dias	12,24	4,17	8
90 dias	15,77	1,47	7
180 dias	13,39	3,90	6

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	-2,12	13	0,054151
28-180 dias	-0,52	12	0,610052
90-180 dias	1,50	11	0,161275

Apêndice C70 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias do módulo elasticidade: Validação V1

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
V1	8,433	1	8,433	3,611	0,0817
Erro	28,028	12	2,336		
Total	36,461	13			

Resumo - Módulo de Elasticidade (V1)

	Média	Sd	N
28 dias	12,87	1,71	6
180 dias	14,44	1,38	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-180 dias	-1,90	12	0,081699

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C71 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E1

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E1	38,201	2	19,101	16,612	4,7E-05
Erro	24,146	21	1,15		
Total	62,347	23			

Resumo - Absorção de água (E1)

	Média	Sd	N
28 dias	17,89	0,98	8
90 dias	14,83	1,27	8
180 dias	16,68	0,93	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	5,41	14	0,000093
28-180 dias	2,53	14	0,024126
90-180 dias	-3,33	14	0,004942

Apêndice C72 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E2

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E2	35,807	2	17,903	12,108	0,00041
Erro	28,093	19	1,479		
Total	63,9	21			

Resumo - Absorção de água (E2)

	Média	Sd	N
28 dias	14,94	1,29	6
90 dias	12,12	1,01	8
180 dias	14,62	1,34	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	4,59	12	0,000619
28-180 dias	0,45	12	0,658117
90-180 dias	-4,21	14	0,000872

Apêndice C73 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E3

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E3	103,505	2	51,752	40,429	9,4E-08
Erro	25,602	20	1,28		
Total	129,107	22			

Resumo - Absorção de água (E3)

	Média	Sd	N
28 dias	20,37	1,61	8
90 dias	15,11	0,50	7
180 dias	17,90	0,93	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	8,29	13	0,000002
28-180 dias	3,77	14	0,002058
90-180 dias	-7,10	13	0,000008

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C74 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E4

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E4	297,974	2	148,987	18,9	0,00002
Erro	165,537	21	7,883		
Total	463,511	23			

Resumo - Absorção de água (E4)

	Média	Sd	N
28 dias	23,29	4,61	8
90 dias	15,12	1,26	8
180 dias	16,80	0,87	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	4,83	14	0,000267
28-180 dias	3,91	14	0,001562
90-180 dias	-3,09	14	0,008049

Apêndice C75 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E5

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E5	31,585	2	15,792	7,956	0,00287
Erro	39,699	20	1,985		
Total	71,284	22			

Resumo - Absorção de água (E5)

	Média	Sd	N
28 dias	21,16	1,06	7
90 dias	18,76	0,36	8
180 dias	21,28	2,14	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	6,02	13	0,000043
28-180 dias	-0,14	13	0,894518
90-180 dias	-3,28	14	0,005470

Apêndice C76 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E6

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E6	42,157	2	21,079	18,279	3,1E-05
Erro	23,063	20	1,153		
Total	65,22	22			

Resumo - Absorção de água (E6)

	Média	Sd	N
28 dias	19,37	1,04	7
90 dias	16,56	0,79	8
180 dias	19,43	1,32	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	5,95	13	0,000048
28-180 dias	-0,10	13	0,921068
90-180 dias	-5,27	14	0,000118

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C77 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E7

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E7	399,6	2	199,8	83,426	1,0E-10
Erro	50,29	21	2,39		
Total	449,89	23			

Resumo - Absorção de água (E7)

	Média	Sd	N
28 dias	26,27	1,83	8
90 dias	18,84	0,71	8
180 dias	16,77	1,83	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	10,71	14	3,9E-08
28-180 dias	10,40	14	5,7E-08
90-180 dias	2,99	14	0,009794

Apêndice C78 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E8

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E8	140,341	2	70,171	35,138	1E-06
Erro	33,949	17	1,997		
Total	174,29	19			

Resumo - Absorção de água (E8)

	Média	Sd	N
28 dias	22,60	1,86	5
90 dias	17,82	0,99	7
180 dias	15,89	1,42	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	5,80	10	0,000173
28-180 dias	7,36	11	0,000014
90-180 dias	3,01	13	0,010115

Apêndice C79 - Análise de Variância (ANOVA) e Test t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E9

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E9	127,489	2	63,745	46,021	2,1E-08
Erro	29,088	21	1,385		
Total	156,577	23			

Resumo - Absorção de água (E9)

	Média	Sd	N
28 dias	17,49	1,52	8
90 dias	12,81	1,11	8
180 dias	12,41	0,78	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	7,02	14	0,000006
28-180 dias	8,40	14	0,000001
90-180 dias	0,85	14	0,411119

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C80 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E10

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E10	161,959	2	80,98	32,653	1E-06
Erro	49,601	20	2,48		
Total	211,56	22			

Resumo - Absorção de água (E10)

	Média	Sd	N
28 dias	24,05	2,09	8
90 dias	18,10	0,59	8
180 dias	19,04	1,66	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	7,76	14	0,000002
28-180 dias	5,08	13	0,000209
90-180 dias	-1,50	13	0,157432

Apêndice C81 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E11

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E11	58,361	2	29,181	20,075	1,7E-05
Erro	29,071	20	1,454		
Total	87,432	22			

Resumo - Absorção de água (E11)

	Média	Sd	N
28 dias	18,45	1,33	8
90 dias	14,65	0,54	8
180 dias	16,92	1,56	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	7,47	14	0,000003
28-180 dias	2,06	13	0,059939
90-180 dias	-3,86	13	0,001953

Apêndice C82 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E12

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E12	204,091	2	102,046	36,669	1,4E-07
Erro	58,441	21	2,783		
Total	262,532	23			

Resumo - Absorção de água (E12)

	Média	Sd	N
28 dias	23,21	2,29	8
90 dias	16,89	1,08	8
180 dias	17,16	1,39	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	7,06	14	0,000006
28-180 dias	6,38	14	0,000017
90-180 dias	-0,43	14	0,671894

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C83 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E13

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E13	74,824	2	37,412	13,839	0,00015
Erro	56,772	21	2,703		
Total	131,596	23			

Resumo - Absorção de água (E13)

	Média	Sd	N
28 dias	21,33	2,42	8
90 dias	19,58	1,30	8
180 dias	17,03	0,76	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	1,81	14	0,092598
28-180 dias	4,80	14	0,000280
90-180 dias	4,78	14	0,000292

Apêndice C84 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E14

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E14	100,563	2	50,281	15,692	0,00008
Erro	64,087	20	3,204		
Total	164,65	22			

Resumo - Absorção de água (E14)

	Média	Sd	N
28 dias	18,56	2,37	8
90 dias	13,70	1,77	8
180 dias	15,00	0,70	7

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	4,65	14	0,000376
28-180 dias	3,81	13	0,002162
90-180 dias	-1,82	13	0,091134

Apêndice C85 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E15

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E15	198,67	2	99,335	30,939	1E-06
Erro	67,423	21	3,211		
Total	266,093	23			

Resumo - Absorção de água (E15)

	Média	Sd	N
28 dias	19,64	1,92	8
90 dias	12,61	2,41	8
180 dias	15,61	0,32	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	6,43	14	0,000016
28-180 dias	5,84	14	0,000043
90-180 dias	-3,48	14	0,003694

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C86 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E16

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E16	222,446	2	111,223	31,911	1E-06
Erro	66,222	19	3,485		
Total	288,668	21			

Resumo - Absorção de água (E16)

	Média	Sd	N
28 dias	20,07	2,33	8
90 dias	12,07	2,21	6
180 dias	15,83	0,74	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	6,49	12	0,000030
28-180 dias	4,90	14	0,000235
90-180 dias	-4,54	12	0,000672

Apêndice C87 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E17

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E17	139,194	2	69,597	17,194	5,5E-05
Erro	76,907	19	4,048		
Total	216,101	21			

Resumo - Absorção de água (E17)

	Média	Sd	N
28 dias	18,31	2,35	8
90 dias	12,03	2,69	6
180 dias	14,74	0,53	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	4,66	12	0,000555
28-180 dias	4,19	14	0,000912
90-180 dias	-2,81	12	0,015637

Apêndice C88 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Experimento E18

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
E18	197,697	2	98,849	39,372	2,7E-07
Erro	45,191	18	2,511		
Total	242,888	20			

Resumo - Absorção de água (E18)

	Média	Sd	N
28 dias	19,81	2,37	6
90 dias	11,99	1,55	7
180 dias	15,43	0,60	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-90 dias	7,14	11	0,000019
28-180 dias	5,07	12	0,000274
90-180 dias	-5,80	13	0,000062

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

Apêndice C89 - Análise de Variância (ANOVA) e Teste t-Student ($p < 0,05$) em diferentes médias da absorção de água: Validação V1

ANOVA

	SQ	GL	QM	F	p
V1	73,664	1	73,664	13,123	0,00277
Erro	78,586	14	5,613		
Total	152,25	15			

Resumo - Absorção de água (V1)

	Média	Sd	N
28 dias	22,91	3,19	8
180 dias	18,62	1,03	8

Teste t-Student ($p < 0,05$)

	t-valor	GL	p
28-180 dias	3,62	14	0,002771

Em que: SQ: soma dos quadrados; GL: grau de liberdade; QM: quadrados médios; F e p: testes estatísticos; Sd: desvio padrão; N: número de amostras.

APÊNDICE D

ENSAIO DE ÂNGULO DE CONTATO DOS COMPÓSITOS

Ensaio de ângulo de contato dos compósitos

E	Microssílica (%)	Celulose (%)	Látex (%)	Ângulo (°)	
				Média	Sd
1	2,9	6,5	1,4	52,36	8,71
2	2,9	6,5	8,6	52,66	2,07
3	2,9	13,5	1,4	30,44	3,40
4	2,9	13,5	8,6	56,49	7,60
5	17,1	6,5	1,4	31,61	4,62
6	17,1	6,5	8,6	33,42	7,69
7	17,1	13,5	1,4	39,73	0,88
8	17,1	13,5	8,6	48,45	11,71
9	0	10	5	34,62	2,01
10	20,04	10	5	34,62	16,39
11	10	5,05	5	31,01	5,12
12	10	14,94	5	27,17	3,07
13	10	10	0	28,12	1,81
14	10	10	10,09	52,99	10,42
15 (C)	10	10	5	33,97	4,35
16 (C)	10	10	5	42,44	15,90
17 (C)	10	10	5	46,19	18,76
18 (C)	10	10	5	27,50	6,44

Em que: E: experimento; Sd: desvio padrão; Micr.: microssílica; Cel.: celulose; Lát.: látex.