

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE ESTRUTURAS

MARIA GORETT DOS SANTOS MARQUES

Estudo das Propriedades Físicas e Mecânicas e da
Durabilidade de Compósitos Cimentícios Reforçados
com Fibra Amazônica

São Carlos, São Paulo

2015

MARIA GORETT DOS SANTOS MARQUES

Estudo das Propriedades Físicas e Mecânicas e da
Durabilidade de Compósitos Cimentícios Reforçados
com Fibra Amazônica

VERSÃO CORRIGIDA

A versão original encontra-se na Escola de Engenharia de São Carlos

Tese apresentada à Escola de
Engenharia de São Carlos da Universidade
de São Paulo, como parte dos requisitos
para obtenção do título de Doutor em
Ciências do Programa de Engenharia Civil
(Estruturas).

Orientador: Prof. Dr. Carlito Calil Jr.

São Carlos - SP

2015

AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO,
POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS
DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

D298e DOS SANTOS MARQUES, MARIA GORETT
Estudo das Propriedades Físicas e Mecânicas e da
Durabilidade de Compósitos Cimentícios Reforçados com
Fibra Amazônica / MARIA GORETT DOS SANTOS MARQUES;
orientador CARLITO CALIL Jr.. São Carlos, 2015.

Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em
Engenharia de Estruturas -- Escola de Engenharia de São
Carlos da Universidade de São Paulo, 2015.

1. Fibra vegetal. 2. Laminado cimentício. 3. Arumã.
4. Material compósito. I. Título.

FOLHA DE JULGAMENTO

Candidata: Engenheira **MARIA GORETT DOS SANTOS MARQUES.**

Título da Tese: "Estudo das propriedades físicas e mecânicas e da durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com fibra amazônica".

Data da defesa: 14/12/2015

Comissão Julgadora:

Resultado:

Prof. Titular **Carlito Calil Junior (Orientador)**
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

APROVADO

Prof. Titular **Francisco Antonio Rocco Lahr**
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

APROVADO

Prof. Titular **Waldek Wladimir Bose Filho**
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

APROVADO

Prof. Titular **Holmer Savastano Junior**
(Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos/FZEA-USP)

APROVADA

Prof. Dr. **Raimundo Pereira de Vasconcelos**
(Universidade Federal do Amazonas/UFAM)

APROVADO

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil
(Engenharia de Estruturas):

Prof. Titular **Humberto Breves Coda**

Presidente da Comissão de Pós-Graduação:
Prof. Associado **Paulo Sergio Lima Segantine**

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho, em primeiro lugar a Deus.
Aos meus pais, José Marques (*in memorium*) e Maria José.
Aos meus queridos irmãos (as) e sobrinhos (as).
Aos meus amigos, em especial ao João Almeida.
Aos Professores, Carlito Calil Jr. e Holmer Savastano.
A meu fiel companheiro e amigo, Vasconcelos.

AGRADECIMENTOS

Sim, é chegada a hora dos agradecimentos, eis que chegou o momento de expressar sinceros agradecimentos a muitos e tantos adorados familiares e amigos.

Em especial ao Pai Celeste que permite com que tudo aconteça. Obrigado pelo dom da persistência e da superação, pelas inúmeras vezes que me senti acolhida em teus braços quando não tinha pernas para me sustentar ao chão.

Ao meu pai, JOSÉ MARQUES SOBRINHO, homem justo, honrado, sábio e fora intensamente um pai dedicado aos seus filhos. Sinônimo de fortaleza e muita espiritualidade. A ele dedico (em memória) mais uma etapa da minha vida ultrapassada e vencida, que desde o princípio fora incentivado por Ele. A Você, meu Pai amado, dedico minha gratidão e meu amor eterno.

A minha mãe, MARIA JOSÉ, pelas inúmeras cobranças, mas que me traziam à realidade da vida. É dela o mérito do meu aprendizado que, por muitas vezes, assumiu de forma intensa seu projeto de vida de ser Mãe, acompanhando-nos nos estudos, dando-nos estrutura para caminharmos e acima de tudo nos assistindo em todos os âmbitos de nossas vidas. Obrigada meu amor, por me ajudar a conquistar mais esta etapa.

A todos meus irmãos (as) o meu muito obrigado pelo o apoio logístico e financeiro, agradeço também, pela dedicação e atenção que não faltaram mesmo diante do espaço físico que nos separavam. Em especial a Socorro Marques e Marieth Marques que sempre estiveram mais próximas do que podiam.

Aos meus irmãos VANDA MARIA DOS SANTOS MARQUES, SÔNIA REGINA DOS SANTOS MARQUES, ANSELMO DOS SANTOS MARQUES e JOSÉ MARQUES FILHO que apesar de falecidos, muitas das vezes a presença era sentida, e quando não vivenciada em sonhos. Nunca me sentia só.

Aos Professores que durante este período de análises e estudo desta pesquisa fizeram-se presentes em minha caminhada: Holmer Savastano Jr. (USP-Pirassununga), Sérgio Francisco Santos (UNESP), Francisco Antonio Rocco Lahr

(USP-São Carlos), João Melo Filho (UFAM), Márcio de Paula (USP-São Carlos), André Luis Christoforo (UFSCAR), Virgínia Giacon (UFAM), Júlio Molina (UNESP), Mario Tomazello Filho (USP-Piracicaba), Kennedy Vieira (UFAM) e Paula Manoel Crnkovic (USP-São Carlos). Que pelo estímulo ao desenvolvimento desta tese e fundamentais ensinamentos que contribuíram de forma seguradora ao longo dos anos de pesquisa.

Este agradecimento se estende também ao meu amigo, professor e orientador Dr. RAIMUNDO PEREIRA DE VASCONCELOS. A este devo a confiança em minha capacidade como pesquisadora além da paciência, companheirismo e tranquilidade para me transmitir os ensinamentos que hoje me completaram como uma profissional.

Ao meu orientador Prof. Dr. Carlito Calil Jr. pelo apoio técnico, logístico e até emocional, advindos de obstáculos que surgiram em meu caminho, entretanto, superados pela sua palavra amiga contida em muita sabedoria e amabilidade. Muito obrigada meu querido orientador.

Aos estimados amigos da UFAM (Mirian, Beatriz, Flávia, Rejane, Rosinaldo, Patrícia, Nilson, Zeca e Jorge); USP (Diego Ferrari, Mariana Pavesi, Márcio Rogério, Gloria Urrea, Zaqueu Freitas, Décio, Fati, Jayme, Roberto, Cido, Samuel, Sílvio, Arnaldo, Bragatto e Tânia), pela dedicação, auxílio técnico e companheirismo.

Aos amigos que por força maior encontram-se distantes, Tina, Andrielli, Luciane, Antônia Pinheiro, Chirleis Santos, o meu muito obrigado. Vocês somaram desde o meu primeiro ensaio, mas, acima de tudo obrigada pela linda e autêntica amizade que vocês dividiram comigo.

Agradeço o apoio financeiro e tecnológico das Instituições de Ensino e Fomento: UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS-UFAM/FT, UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO - SÃO CARLOS/PIRASSUNUNGA/PIRACICABA- SP; UNIVERSIDADE FEDERAL DE LAVRAS – UFLA/MG; CONSELHO

NACIONAL DE DESENVOLVIMENTO CIENTÍFICO E TECNOLÓGICO-
CNPq; FUNDAÇÃO DE AMPARO À PESQUISA DO ESTADO DE SÃO
PAULO – FAPESP; FUNDAÇÃO DE AMPARO À PESQUISA DO ESTADO DO
AMAZONAS – FAPEAM; INSTITUTO DE PESQUISA DA AMAZÔNIA;
FUNDAÇÃO VITÓRIA AMAZÔNIA - FVA.

RESUMO

MARQUES, M. G. S. **Estudo das propriedades físicas e mecânicas e da durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com fibra amazônica.** 2015. 238p. Tese (Doutorado em Engenharia de Estruturas) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2015.

O presente estudo tem como objetivo principal desenvolver um *compósito cimentício* reforçado com fibras de *arumã*. O intuito é agregar valor a uma planta típica da região Amazônica, denominada *arumã*, pertencente à espécie do gênero *Ischnosiphon arouma (aubl)* Korn e originária da família *Maranthaceae*, de tal modo que possa ser obtido um *Novo Material*. Na primeira etapa do estudo foi realizada a caracterização da fibra vegetal de *arumã* e de todos os componentes da matriz cimentícia, a qual compreendeu ensaios químicos, físicos e mecânicos para a investigação e avaliação de suas propriedades. Na etapa seguinte, adotou-se o procedimento de trabalhar as características físicas e mecânicas das fibras junto à matriz cimentícia, compreendendo um estudo da modificação superficial da fibra por meio de tratamentos químicos à base de soluções de hidróxido de sódio ou utilizando processos com água quente e hornificação. Na terceira etapa, foram produzidas placas reforçadas com fibras sem e com tratamento, as quais, parte delas foram submetidas à cura por 28 dias e as restantes ao ensaio de envelhecimento acelerado. Os resultados obtidos na caracterização das fibras de *arumã* indicam o seu potencial uso como elemento de reforço para compósitos cimentícios. Por outro lado, os compósitos produzidos com telas de fibra de *arumã* sem e com tratamento (hornificação e alcalino), apresentaram comportamento pouco dúctil e com baixa resistência, como consequência da degradação das fibras na matriz cimentícia. Isso foi confirmado por meio de ensaios de envelhecimento acelerado com ciclos de molhagem e secagem.

Palavras-chave: Fibra vegetal. Laminado cimentício. *Arumã*. Material compósito.

ABSTRACT

MARQUES, M. G. S. **Study of physical and mechanical properties and durability of the cementation composites reinforced with amazon fiber.** 2015. 238p. Thesis (Doctorate Degree in Structural Engineering) - São Carlos Engineering School, University of São Paulo, São Carlos, 2015.

This present study aims to develop a *cementation composite* reinforced with *arumã* fiber. The aim is to aggregate value to a typical plant of the Amazon region, called *arumã*, belonging to species of the genus *Ischnosiphon arouma* (Aubl) Korn and originally from *Maranthaceae* family, so that, it can be obtained a *New Material*. In the first stage of the study was performed the characterization the vegetable fiber *arumã* and all components of the cementitious matrix, which comprised chemical, physical and mechanical tests for research and evaluation of their properties. In the next stage, it was adopted the procedure of working the physical and mechanical characteristics of the fibers with the cementitious matrix comprising a study of the surface of the fiber modification by chemical treatments using sodium hydroxide solution or employing procedures with hot water and hornification. In the third step, the reinforced plates were produced without and with treatment, which, part of were subjected to cure for 28 days and the remaining subjected to the accelerated aging test. The results obtained in the characterization of *arumã* fibers indicate its potential use as a reinforcement element for cementitious composites. On the other hand, the composites produced with *arumã* fiber fabrics without and with a treatment (hornification and alkaline) showed slightly ductile behavior and low strength as a result of degradation of fibers in the cementitious matrix. This was confirmed through accelerated aging tests with wetting and drying cycles.

Keywords: Vegetable fiber. Laminate cement. *Arumã*. Composite material.

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1–Classificação de materiais pozolânicos quanto à sua origem.	51
Tabela 4.1 – Normas dos ensaios de caracterização química.....	104
Tabela 4.2 - Planejamento fatorial completo.....	132
Tabela 4.3 - Tratamentos investigados na análise da variação dimensional e número de amostras por tratamento.....	134
Tabela 5.1 – Massa Atômica dos Elementos Químicos Identificados nos Espectrogramas – Ponto 1 – Tratamento de NaOH 2% - 2h.	148
Tabela 5.2 – Massa Atômica dos Elementos Químicos Identificados nos Espectrogramas – Ponto 1 – Tratamento de NaOH 6% - 30 minutos.	150
Tabela 5.3 -Resultados do ensaio de variação dimensional das fibras tratadas.	161
Tabela 5.4 – <i>Dimensões do arumã em fitas</i>	162
Tabela 5.5 – Parâmetros anatômicos do material macerado – <i>arumã</i> em fitas.	163
Tabela 5.6 – Dimensões anatômicas – <i>arumã “in natura”</i>	164
Tabela 5.7 – Parâmetros anatômicos do <i>arumã “in natura”</i>	165
Tabela 5.8 –. Valores obtidos no ensaio de tração direta para amostras de fibras de <i>arumã</i> sem e com tratamento.....	168
Tabela 5.9 – Resultados da ANOVA do planejamento fatorial completo.....	169
Tabela 5.10 – Caracterização dos componentes químicos da fibra de <i>arumã</i>	173
Tabela 5.11 – Componentes químicos de fibras vegetais.....	174
Tabela 5.12 – Refinamento da amostra da fibra externa do <i>arumã</i> branco.....	175
Tabela 5.13 – Análise termogravimétrica – fibra externa do <i>arumã</i> branco.	176
Tabela 5.14 – Refinamento da amostra do calcário.....	178
Tabela 5.15 – Refinamento da amostra do cimento Portland CPV ARI.	179
Tabela 5.16 – Perdas das amostras na base seca	185

Tabela 5.17–Perdas das amostras na base seca – Cimento CPV ARI.....	185
Tabela 5.18 – Perdas das amostras na base seca – metacaulinita.....	186
Tabela 5.19 – Caracterização química do calcário.....	186
Tabela 5.20 – Caracterização química do cimento CP V.....	187
Tabela 5.21– Caracterização química da Metacaulinita.....	188
Tabela 5.22 - Composição química para metacaulinita (DÉSIR <i>et. al</i> , 2001).	188
Tabela 5.23 - Parâmetros físicos dos compósitos reforçados com fibras de <i>arumã</i>	192
Tabela 5.24 – Valores médios para a resistência adesional.	195
Tabela 5.25 – Propriedades mecânicas da matriz cimentícia submetida à compressão.	197
Tabela 5.26–Resultado dos ensaios de flexão em quatro pontos dos compósitos cimentícios reforçados com fibras de <i>arumã</i> com e sem envelhecimento artificial.	201
Tabela 5.27– Resultados da ANOVA do MORf dos compósitos feitos com fibras tratadas, não tratadas e com as fibras tratadas pós o ensaio de envelhecimento artificial.	201
Tabela 5.28– Resultados do teste de Tukey para avaliação do efeito do tratamento das fibras e do envelhecimento acelerado nas propriedades mecânicas dos compósitos.....	202
Tabela 5.29 – Quocientes de massas atômicas.....	205
Tabela 5.30 – Massas atômicas dos elementos químicos presentes na pasta cimentícia.	205
Tabela 5.31 – Identificação das fases.....	205
Tabela 5.32 – Massa atômica dos elementos químicos identificados nos espectrogramas pontuais – imagem 03 e 04.	210

Tabela 5.33 – Massas atômicas dos elementos químicos presentes na pasta cimentícia.....	210
---	-----

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Divisões e subdivisões das fibras.....	60
Figura 3.2 – Fibras inorgânicas.	61
Figura 3.3 – Construção do Maracanã – Uso de malhas de fibras de carbono em grandes estruturas de concreto. Fonte: COSTA (2013).....	62
Figura 3.4 – (a) Habitação construída com resíduo madeireiro e cobertura em fibras naturais (Amazonas) e (b) Construções em Adobe. (Fonte (b): Curso Taller Internacional Arquitectura Sostenible, Tecnologia Y Construccion Com Tierra – Salas, 2006).	65
Figura 3.5 – (a) e (b) Casas Modulares com Resíduos de Madeira. (Fonte: Curso Taller Internacional Arquitectura Sostenible, Tecnologia Y Construccion Com Tierra – Salas, 2006).....	66
Figura 3.6 – Elementos componentes da fibra vegetal (baseado em TOMCZAK (2010)).	69
Figura 3.7 – Mapa da Bacia Amazônica – Fonte: SECRETARIA EXECUTIVA DO MINISTÉRIO DOS TRANSPORTES, 2009.	72
Figura 3.8 – Tipos de Compósitos.....	77
Figura 3.9 – Fibras Amazônicas: a) fibra de tucum; b) fibra de juta; c) fibra de <i>arumã</i>	79
Figura 4.1 – Granulometria do cimento Portland V – ARI (Fonte: BALLESTEROS, 2014).	86
Figura 4.2 – Amostra de argila natural na bandeja de alumínio; (b) Amostra de argila natural na estufa (100°C).....	88
Figura 4.3 – Colocação da amostra no jarro do moinho de bolas; (b) Inserção das esferas no jarro.....	88
Figura 4.4 – (a) Processo de moagem da argila e (b) Peneiramento da argila após moagem.	89

Figura 4.5 – (a) Amostra na Mufla por um tempo de 3 horas a 750°C e (b) Metacaulinita	90
Figura 4.6 – Curva granulométrica do calcário dolomítico Itaú – partículas moídas- Fonte: BALLESTEROS, 2014.	91
Figura 4.7 – (a) Local da coleta de <i>arumã</i> e (b) Nichos da planta <i>arumã</i>	92
Figura 4.8 – (a) Retirada da planta; (b) Transporte; (c) Lavagem; (d) forma de amarração das hastes extraídas. Fonte: site: www.artebaniwa.org.br – 22/10/15....	94
Figura 4.9 – Retirada da cutícula do <i>arumã</i>	95
Figura 4.10 – Separação das fibras.....	95
Figura 4.11 – (a) Amostra embebida em álcool etílico; (b) Emblocamento das amostras.....	100
Figura 4.12 – (a) Fixação das amostras em base de madeira; (b) Cortes em micrótomo.	101
Figura 4.13 – (a) e (b) Coloração das amostras para análise.....	101
Figura 4.14 – Estereomicroscópico óptico modelo Leica EZ4	102
Figura 4.15 – a) Tratamento com NaOH; (b) Hornificação.	103
Figura 4.16 – (a), (b) e (c) Tomadas de novas medidas após tratamento das fibras.	103
Figura 4.17 – a) Fibras de <i>arumã</i> imersas na solução de NaOH e (b) Fitas de medição de pH.....	110
Figura 4.18 –Ensaio de tração direta – EMIC DL 3000. (1) e (3) Chapas em alumínio revestidas com tecido de juta; (2) Fibra de <i>arumã</i>	111
Figura 4.19 –Ensaio de Tração Direta – (a) Fibra Vegetal de Arumã e (b) Chapa em alumínio, revestida com tecido de juta.	112
Figura 4.20 - Escala de molhabilidade de acordo com ângulo formado junto à superfície sólida.....	112
Figura 4.21 – Ângulo de contato	113

Figura 4.22 - Ângulo maior que 90°	114
Figura 4.23 – Equipamento KSV CAM101; (b) Amostra de fibra de <i>arumã</i> em ensaio.	114
Figura 4.24 – Equipamento <i>Fluorescence Spectrophotometer</i> F-4500	115
Figura 4.25 – Ensaio de consistência pelo mini tronco de cone (a) Mini tronco de cone e (b) Medida do espalhamento.	117
Figura 4.26 – (a) Aparato para confecção das fibras de <i>arumã</i> ; (b) Confecção da trama.	118
Figura 4.27 – (a) e (b) Conferência de espaçamento da trama.	118
Figura 4.28 – Moldagem dos compósitos (a) forma em acrílico; (b) Colocação das fibras; (c) Fibras posicionadas; (d) Detalhe da forma com as fibras; (e) Colocação da matriz e (f) Compósitos moldados.	120
Figura 4.29 – (a) Banho térmico e (b) Amostras em sacos plástico e temperatura de 70°C.	121
Figura 4.30 – Bancada de serra; Corpos-de-prova cortados e imersos em água.	122
Figura 4.31 - (a) Máquina para ensaio de corpo-de-prova de argamassa à compressão e (b) Cura úmida de corpos-de-prova.	123
Figura 4.32 – Ensaio de flexão em quatro pontos.	124
Figura 4.33 – (a) Moldagem dos corpos-de-prova para o ensaio de <i>pull out</i> e (b) corpos-de-prova.	126
Figura 4.34 – (a) Máquina de ensaio MTS e (b) corpos-de-prova.	127
Figura 4.35 –Ensaio de envelhecimento acelerado por ciclos de molhagem e secagem	130
Figura 5.1 - a) No topo da planta, observam-se folhagens ovais; b) Haste rígida em forma de tronco de cone alongada.....	135
Figura 5.2 - Registros das dimensões da folha do <i>arumã</i> : a) comprimento aproximado de 0,50 m; b) largura de 0,25 m aproximadamente;.....	136

Figura 5.3 – Imagens das seções do caule do <i>arumã</i> – (a) Fibra interna; (b) Fibra externa da planta.....	136
Figura 5.4 - a) Imagens de feixe fibrovascular; b) Células parênquimas; c) Separação dos feixes pelas células parênquimas da região interna do caule do <i>arumã</i> ; (d) Imagens microscópicas ópticas do tecido celular da região externa do <i>arumã</i>	137
Figura 5.5 - Superfície externa da fibra vegetal de <i>arumã</i> sem tratamento.	138
Figura 5.6 – Fibra <i>in natura</i> (a) face interna e (b) face externa.	139
Figura 5.7 - Fibra tratada com NaOH 10% por 1h (a) face interna e (b) face externa.	139
Figura 5.8 – Fibra tratada com hornificação (a) face interna e (b) face externa. .	139
Figura 5.9 - Fibra tratada com água quente (a) face interna e (b) face externa.....	140
Figura 5.10 - Fibra tratada com NaOH 2% em 30 min (a) face interna e (b) face externa.	140
Figura 5.11 - Fibra tratada com NaOH 2% em 2hs (a) face interna e (b) face externa.	141
Figura 5.12 – Fibra tratada com NaOH 2% em 4hs (a) face interna e (b) face externa.	141
Figura 5.13 – Fibra tratada com NaOH 6% em 30min (a) face interna e (b) face externa.	142
Figura 5.14 – Fibra tratada com NaOH 6% em 2hs (a) face interna e (b) face externa.	142
Figura 5.15 – Fibra tratada com NaOH 6% em 4hs (a) face interna e (b) face externa.	143
Figura 5.16 – (a) Fibra vegetal de <i>arumã</i> , sem tratamento, com face externa coberta por camada de cera; (b) Fibra vegetal de <i>arumã</i> , sem tratamento, com face interna coberta por camada de cera.	144

Figura 5.17 - Concentração de lignina no corte transversal do tecido da fibra de <i>arumã</i> na cor avermelhada.	145
Figura 5.18 - (a) Fibra de <i>arumã</i> com tratamento de hornificação; (b) Fibra de <i>arumã</i> com tratamento em NaOH 6% - 4h.	146
Figura 5.19 - (a) Fibra de <i>arumã</i> com tratamento de hornificação; (b) Fibra de <i>arumã</i> com tratamento de NaOH 6% - 4h.	147
Figura 5.20 - (a) e (b) Concentração de amido na estrutura da fibra de <i>arumã</i> (setas vermelhas).	148
Figura 5.21 - (a) Imagem da fibra vegetal de <i>arumã</i> , auxiliada por suas espectroscopias de energia dispersiva, identificado os elementos químicos presentes na amostra em destaque (b) ponto 1, (c) ponto 2 e (d) ponto 3.	149
Figura 5.22 - (a) Imagem mapeada; (b), (c), (d) e (e) Mapas das espectroscopias de energia dispersiva correlacionando as cores aos elementos químicos presentes na estrutura da fibra de <i>arumã</i>	152
Figura 5.23 - Gráfico ângulo de contato x tempo (s) - fibra de <i>arumã</i> sem tratamento.	154
Figura 5.24 - Gráfico ângulo de contato x tempo (s) - fibra de <i>arumã</i> - tratamento em água quente.	155
Figura 5.25 - Gráfico ângulo de contato x tempo (s) - fibra de <i>arumã</i> - tratamento NaOH 2% - 30 min.	156
Figura 5.26 - Gráfico ângulo de contato x tempo (s) - fibra de <i>arumã</i> - tratamento NaOH 2% - 2h.	157
Figura 5.27 - Gráfico ângulo de contato x tempo (s) - fibra de <i>arumã</i> - tratamento NaOH 2% - 4h.	158
Figura 5.28 - Gráfico ângulo de contato x tempo (s) - fibra de <i>arumã</i> - tratamento NaOH 6% - 30 minutos.	159
Figura 5.29 - Gráfico ângulo de contato x tempo (s) - fibra de <i>arumã</i> - tratamento NaOH 6% - 2h.	160

Figura 5.30 – Gráfico ângulo de contato x tempo (s) – fibra de <i>arumã</i> – tratamento NaOH 6% - 4h.....	161
Figura 5.31 –Valores médios das características anatômicas da planta <i>arumã</i> em fitas.	162
Figura 5.32 – Parâmetros médios com seus respectivos desvios padrões da planta <i>arumã</i> em fitas.....	163
Figura 5.33 – Valores médios das características anatômicas da planta <i>arumã</i> in natura.	165
Figura 5.34 – Parâmetros médios com seus respectivos desvios padrões da planta <i>arumã</i> “in natura”.....	166
Figura 5.35 – Gráfico característico para o ensaio de tração direta nas fibras de <i>arumã</i>	167
Figura 5.36 – Resultados do teste de normalidade (a), de homogeneidade de variâncias (b) e independência dos resíduos (c) para módulo de elasticidade à tração (MOEt) das fibras.	169
Figura 5.37 - Resultados do teste de normalidade (a), de homogeneidade de variâncias (b) e independência dos resíduos (c) para módulo de resistência à tração (ft) das fibras.	170
Figura 5.38 - Resultados da Difração Scan do <i>arumã</i> branco externo – linha contínua azul e interno linha contínua verde.....	174
Figura 5.39 – Análise termogravimétrica – fibra externa do <i>arumã</i> branco	176
Figura 5.40 – Resultados da Difração Scan do (a) calcário, (b) cimento e (c) metacaulinita.	177
Figura 5.41 - Espectros de absorção de Infravermelho – calcário.	181
Figura 5.42 - Espectros de absorção de Infravermelho – cimento <i>Portland</i> CPV ARI.	182
Figura 5.43 - Espectros de absorção de Infravermelho – metacaulinita.	183

Figura 5.44 - Análise termogravimétrica – (a) Calcário, (b) Cimento e (c) metacaulinita.....	184
Figura 5.45 –Análise termogravimétrica da pasta com 1 dia	189
Figura 5.46 - Análise termogravimétrica da pasta com 28 dia.....	190
Figura 5.47 - Gráfico da força pelo deslocamento da fibra de <i>arumã</i> obtida no ensaio de arrancamento.	193
Figura 5.48 – Gráfico força x deslocamento obtido por Silva <i>et. al.</i> , (2009) em ensaio de arrancamento para fibra de sisal. Fonte: Silva <i>et. al.</i> , (2009).	193
Figura 5.49 - Gráfico da tensão normal pela deformação, característico para o ensaio de compressão em amostras da matriz com 28 dias de idade.	196
Figura 5.50 - Gráfico da tensão pelo deslocamento no centro do vão para a amostra sob flexão em quatro pontos para compósito cimentício reforçado com fibra de <i>arumã</i>	197
Figura 5.51 – Influência do volume de fibra no comportamento tensão-deflexão dos laminados sob flexão. Fonte: LIMA (2004).	198
Figura 5.52 – Curva típica tensão-deflexão para placa espessa P3C2. Fonte: LIMA (2004).	199
Figura 5.53 – Forma de ruptura de uma amostra de compósito sob flexão em quatro pontos.	200
Figura 5.54 - Espectroscopias de energia dispersiva, identificado os elementos químicos presente na matriz cimentícia – idade de 3 dias.....	204
Figura 5.55 – Mapeamento da matriz cimentícia – Idade de 3 dias.	207
Figura 5.56 – (a), (b) - Micrografias com identificação de elementos químicos por EDS.....	209
Figura 5.57 – (a), (b) - Micrografias da pasta com regiões porosas.	211
Figura 5.58 – Microfissuras provenientes da região porosa.	212

Figura 5.59 - (a) e (b) – Ocorrência de variação dimensional, após a idade de 28 dias – tratamento NaOH 6% - 4h.	213
Figura 5.60 - (a) e (b) – Ocorrência da variação dimensional e soltura das microfibrilas.....	214
Figura 5.61 – Trincas na região de interface.	215
Figura 5.62 - (a) – Ocorrência de variação dimensional da fibra vegetal de <i>arumã</i> ; (b) espaços vazios na interface fibra/matriz; (c) e (d) danos físicos e mecânicos tanto na fibra, como na matriz cimentícia	216
Figura 5.63 – Camada protetora da fibra vegetal isolando a ligação fibra/matriz.	217
Figura 5.64 - (a) – Ocorrência de variação dimensional da fibra vegetal de <i>arumã</i> ; (b) espaços vazios na interface fibra/matriz.	218
Figura 5.65 – (a) Fibra de <i>arumã</i> envolvida por calda cimentícia; (b) Detalhe da micrografia, em maior amplitude.	220
Figura 5.66 – Fibra de <i>arumã</i> envolvida por calda cimentícia, com estrutura física e mecânica comprometida.....	220

LISTA DE ABREVIATURA

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

ASTM – American Society for Testing and Materials (Sociedade Americana para Testes e Materiais)

CA - Aluminato de Cálcio

C₄AF – Ferroaluminato tetracálcico

CaO - Óxido de Cálcio

CPV-ARI – Cimento Portland tipo V de Alta Resistência Inicial

cm – Centímetro

CS - Silicato de Cálcio

C₂S – Silicatos Dicálcico

C₃S – Silicatos Tricálcico

CV – Coeficiente de Variação

°C – Graus Celsius

DA – Densidade Aparente

EDS – Energy Dispersive Spectroscopy (espectroscopia de raios-X por energia dispersiva)

EN – European Standard

DTG – Derivadas das Termogravimétricas.

g – Grama

GPa – Giga Pascal

h – Hora

kV – Quilo Volts

LOP – Limite de Proporcionalidade

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

MOE – Módulo Elástico

MOR – Módulo de Ruptura

mm – Milímetros

min – Minutos

MgO – Óxido de Magnésio

OH – Hidroxila

μ – Micro

NaOH – Hidróxido de sódio

P – Peso seco inicial

P1 – Peso após imersão em água

PA – Porosidade Aparente

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura

TG – Termogravimétrica

LISTA DE SÍMBOLOS

b – Largura do compósito

δ – Deflexão Específica

ρ – Densidade da água

h – Espessura do compósito

L_v – Medida do maior vão do aparato de ensaio mecânico

L_o – Comprimento longitudinal do compósito seco (inicial)

LV (%) – Variação das dimensões longitudinais dos compósitos

m – Tangente do ângulo de inclinação da curva força vs deflexão durante a deformação elástica

M_{ss} – Massa do compósito saturado em água, mas com a superfície seca

M_{seca} – Massa do compósito seco em estufa

M_i – Massa do compósito saturado imerso em água

P – Força

P_{lop} – Força no maior ponto da parte linear da curva força vs deflexão

Pr – Camada primária da parede celular das fibras celulósicas

R² – Coeficiente de determinação

S1 – Camada secundária externa da parede celular das fibras celulósicas

S2 – Camada secundária intermediária da parede celular das fibras celulósicas

S3 – Camada secundária interna da parede celular das fibras celulósicas

t – Tempo

σ – Tensão

θ – Ângulo de contato

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	39
	1.1 MOTIVAÇÃO.....	41
	1.2 OBJETIVOS.....	42
	1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO.....	43
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	45
	2.1 BREVE HISTÓRICO.....	45
	2.2 NOVOS MATERIAIS NA CONSTRUÇÃO CIVIL.....	46
	2.3 MATERIAIS SUPLEMENTARES DO CIMENTO (SCM).....	49
	2.3.1 MATERIAIS POZOLÂNICOS.....	50
	2.3.1.1 Cinza da casca de arroz.....	53
	2.3.1.2 Cinza Volante.....	54
	2.3.1.3 Metacaulim/metacaulinita.....	55
	2.3.2 CALCÁRIO.....	56
3	AS FIBRAS COMO MATERIAIS DE ELEVADO DESEMPENHO MECÂNICO.....	58
	3.1 FIBRAS.....	58
	3.1.1 FIBRAS INORGÂNICAS.....	60
	3.1.2 FIBRAS ORGÂNICAS.....	62
	3.1.3 ESTRUTURA DAS FIBRAS VEGETAIS (NATURAIS).....	67
	3.1.3.1 Anatomia das Plantas.....	67
	3.1.3.2 Morfologia de Plantas.....	72
	3.2 TIPOS DE REFORÇO EM COMPÓSITOS.....	73
	3.3 COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS.....	74
	3.4 TRATAMENTOS.....	79

3.4.1	TRATAMENTO DE MATRIZES	80
3.4.2	TRATAMENTO DE FIBRAS.....	82
4	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	86
4.1	MATERIAIS	86
4.1.1	CIMENTO PORTLAND.....	86
4.1.2	METACAULINITA.....	87
4.1.3	CALCÁRIO	90
4.1.4	SUPERPLASTIFICANTE	91
4.1.5	ÁGUA.....	91
4.1.6	FIBRAS DE ARUMÃ.....	92
4.2	CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE ARUMÃ.....	96
4.2.1	MORFOLOGIA DO COLMO (CAULE) DO ARUMÃ	96
4.2.2	CARACTERIZAÇÃO ANATÔMICA DO CAULE DO ARUMÃ	97
4.2.3	CARACTERIZAÇÃO ULTRAESTRUTURAL DAS FIBRAS DE ARUMÃ – ÂNGULO MICROFIBRILAR / MORFOLOGIA INTERNA.....	99
4.2.3.1	Ângulo microfibrilar	99
4.2.4	ENSAIO DE VARIAÇÃO DIMENSIONAL	102
4.2.5	ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DOS ELEMENTOS COMPONENTES DA FIBRA VEGETAL DE ARUMÃ.....	104
4.2.5.1	Procedimentos Preliminares.....	104
4.2.5.2	Determinação da umidade do material / massa seca	104
4.2.5.3	Determinação da Massa do Material Estabilizado	105
4.2.5.4	Determinação dos Extrativos Totais.....	105
4.2.5.5	Determinação do Resíduo (cinza) Após a Incineração a 525° C.....	106
4.2.5.6	Determinação do Teor de Lignina Insolúvel (ácida)	106

4.2.5.7	<i>Determinação da holocelulose</i>	107
4.2.5.8	<i>Isolamento da celulose</i>	107
4.2.5.9	<i>Determinação da hemiceluloses</i>	108
4.2.6	<i>TRATAMENTO NAS FIBRAS DE ARUMÃ</i>	108
4.2.6.1	<i>Água quente</i>	108
4.2.6.2	<i>Hornificação</i>	109
4.2.6.3	<i>Hidróxido de sódio</i>	109
4.2.7	<i>ANÁLISE MICROESTRUTURAL</i>	110
4.2.8	<i>TRAÇÃO DIRETA</i>	110
4.2.9	<i>ÂNGULO DE CONTATO</i>	112
4.3	<i>CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DOS MATERIAIS</i>	115
4.3.1	<i>ENSAIO DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX)</i>	115
4.3.2	<i>TERMOGRAVIMETRIA</i>	116
4.4	<i>DOSAGEM DA MATRIZ</i>	116
4.5	<i>PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS</i>	117
4.6	<i>CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DO COMPÓSITO</i>	122
4.6.1	<i>ENSAIOS DE COMPRESSÃO</i>	122
4.6.2	<i>ENSAIO DE FLEXÃO EM QUATRO PONTOS</i>	123
4.6.3	<i>ENSAIO DE PULL OUT</i>	125
4.7	<i>ABSORÇÃO DE ÁGUA/DENSIDADE E POROSIDADE APARENTE</i>	127
4.8	<i>ENVELHECIMENTO ACELERADO</i>	129
4.9	<i>MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA</i>	130
4.10	<i>ANÁLISE ESTATÍSTICA</i>	131
5	RESULTADOS	135
5.1	<i>CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE ARUMÃ</i>	135
5.1.1	<i>MORFOLOGIA</i>	135

5.1.2	ÂNGULO MICROFIBRILAR	153
5.1.3	ÂNGULO DE CONTATO.....	153
5.1.4	ANÁLISE DA VARIAÇÃO DIMENSIONAL.....	161
5.1.5	ANATOMIA DO ARUMÃ	162
5.1.6	RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DIRETA	166
5.1.7	ANÁLISE QUÍMICA.....	172
5.1.8	DENSIDADE POR PICNOMETRIA	174
5.1.9	DIFRAÇÃO SCAN.....	174
5.1.10	ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICAS DA FIBRA DE ARUMÃ	175
5.2	CARACTERIZAÇÃO DOS COMPONENTES DA MATRIZ.....	177
5.2.1	DIFRAÇÃO SCAN	177
5.2.2	DENSIDADE POR PICNOMETRIA	179
5.2.3	INFRAVERMELHO.....	180
5.2.3.1	CALCÁRIO.....	180
5.2.3.2	Cimento Portland CPV ARI.....	181
5.2.3.3	Metacaulinita	182
5.2.4	TERMOGRAVIMETRIA	183
5.2.5	FLUORESCÊNCIA DE RAIO X	186
5.3	INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE FIBRAS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS COMPÓSITOS	189
5.3.1	TERMOGRAVIMETRIA DA PASTA	189
5.3.2	ABSORÇÃO DE ÁGUA/ DENSIDADE E POROSIDADE APARENTE – LAMINADO CIMENTÍCIO	191
5.3.3	COMPORTAMENTO DE ARRANCAMENTO	192
5.3.4	COMPRESSÃO UNIAXIAL/MATRIZ CIMENTÍCIA.....	196
5.3.5	FLEXÃO EM QUATRO PONTOS.....	197
5.4	MATRIZ/COMPÓSITO CIMENTÍCIO	202
5.4.1	MATRIZ CIMENTÍCIA – SEM ELEMENTO DE REFORÇO	203

5.4.2	<i>COMPÓSITO REFORÇADO COM FIBRA TRATADA DE ARUMÃ</i>	211
5.4.2.1	<i>Compósito com Tratamento de NaOH 6% - 4h - sem envelhecimento</i>	212
5.4.2.2	<i>Compósito com Tratamento de NaOH 6% - 4h – Após ensaio de envelhecimento</i>	214
5.4.2.3	<i>Compósito reforçado com fibra vegetal de arumã tratada por hornificação sem envelhecimento</i>	215
5.4.2.4	<i>Compósito com Tratamento de Hornificação – Após ensaio de envelhecimento</i>	217
5.4.3	<i>CONCLUSÃO DA ANÁLISE MATRIZ/COMPÓSITO</i>	218
6	CONCLUSÕES	222
6.1	CONCLUSÕES	222
6.1.1	<i>DAS FIBRAS DE ARUMÃ</i>	222
6.1.2	<i>DOS COMPÓSITOS REFORÇADOS COM AS FIBRAS DE ARUMÃ</i>	224
6.2	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	226

1 INTRODUÇÃO

A preocupação com o comportamento ambiental tem desencadeado estudos alternativos no uso de materiais não convencionais na construção civil. Relatos têm mostrado que desde os primórdios, o homem entre todos os habitantes do planeta terra, tem sido o grande responsável pelo desequilíbrio dos ecossistemas, apesar de sua existência ser uma das mais recentes em relação aos demais *organismos* que já existiram.

O principal fator da perda do equilíbrio ecológico tem sido o desenvolvimento tecnológico experimentado não planejado, gerado por transformações dos elementos constituidores desse sistema, que conduzem às modificações nem sempre favoráveis. Entretanto, novas tecnologias apontam para soluções que mitiguem esses impactos ambientais, com o uso racional de materiais alternativos naturais, como resíduos industriais ou agroindustriais.

No contexto atual de mudanças ambientais, mais uma vez o homem é o protagonista, com seu espírito transformador e com vistas para novos rumos, que lhes possam garantir maior equilíbrio ambiental, com possibilidade de assegurar sua própria existência e da biodiversidade do planeta.

Soluções têm sido investigadas com o intuito de se restabelecer harmonia entre o meio ambiente e seus organismos. Soluções estas que estão sendo descobertas, criando novas tecnologias, as quais vêm consagrando estudos que possibilitam caracterizar macro e micro estruturalmente os novos materiais, e, os convencionalmente empregados no setor tecnológico, viabilizando assim, sua potencialização e diversificação com uso para diferentes fins. Essa realidade é possível quando há discussões e parcerias estruturadas em políticas ambientais com propostas de mudanças de comportamento que possam transformar todos estes sentimentos em atitudes novas e sustentáveis.

Iniciativas têm acontecido por meio de encontros organizados entre Nações que buscam conhecimentos científicos sobre o assunto com alternativas que possam interromper os danos irreparáveis que têm ocorrido com frequência ao meio ambiente.

Investimentos alternativos, como projetos sustentáveis, de um modo geral, têm dado retorno às regiões que os acolhem, principalmente em regiões com baixo Índice de Desenvolvimento Humano (IDH).

A posição do Brasil no ranking mundial é na 79ª, possuindo um IDH de 0,744, conforme Relatório do Desenvolvimento Humano de 2013, divulgado pelo Programa das Nações Unidas para o Desenvolvimento - PNUD (RELATÓRIO DO DESENVOLVIMENTO HUMANO – PNUD, 2013).

Conforme os indicadores do IDH no Brasil, observa-se que os Estados brasileiros mais afetados por IDH baixo são os da região Nordeste, seguidos pela região Norte, os quais necessitam de melhorias nos setores de saúde, educação e distribuição de renda

Nestas regiões há concentrações de produtos naturais e semimanufaturados que podem ser trabalhados como recursos renováveis e sustentáveis, os quais podem mudar esta estatística.

As ferramentas básicas necessárias compatíveis com a realidade de um País em desenvolvido estão vinculadas a novas pesquisas imbuídas em propostas concretas, trabalhadas em oportunidades de projetos locais planejados, harmonizados continuamente ao desenvolvimento tecnológico e social. Ferramentas estas que devem estar envolvidas em conceitos racionais, fundamentadas em estudos que possam prever os possíveis impactos ambientais.

A proposta sob o aspecto ambiental é a apresentação de um projeto sustentável do ponto de vista econômico, trazendo uma alternativa econômica para a região Norte, em especial a Amazônia, com possibilidades da expansão na economia local.

Sob a óptica social, podem surgir oportunidades para o caboclo ou ribeirinho que dela vivem. Oportunidades estas que poderão ser expressas em benefícios sociais que hoje, não existem de forma apropriada: saúde, educação e direito ao trabalho.

Sendo assim, uma proposta de produção de um compósito que agregue um material de fonte renovável, como um tipo de fibra originária da Amazônia, e que permita aos habitantes dessa região ter acesso a uma nova fonte de renda, vem ao encontro do que se espera de um projeto sustentável, contemplando todos os aspectos ambiental, social e econômico.

1.1 MOTIVAÇÃO

A proposta de utilizar novos materiais os quais possam ser produzidos levando-se em consideração as características sustentáveis tem sido um grande motivador para o desenvolvimento das pesquisas na atualidade, principalmente aquelas que buscam o desenvolvimento de materiais com emprego no setor da construção civil.

Materiais que possam atender as novas necessidades do setor, substituindo materiais convencionalmente utilizados que não são sustentáveis, com custos mais reduzidos, energia de produção mais baixa, biodegradáveis e propriedades resultantes mais relevantes, têm sido o objeto de diversas pesquisas nos últimos.

Dentre os materiais mais pesquisados, aqueles que empregam uma matriz cimentícia têm sido o grande destaque, pois sua aplicação tem um enorme impacto econômico no setor da construção, uma vez que o cimento é o principal produto utilizado.

O material cimentício possui uma característica que limita a sua aplicação em diversos produtos, a baixa resistência às tensões normais. Essa característica somente é melhorada com a adição de outros materiais, os quais possibilitam o reforço da matriz.

Com a finalidade de reforço a matriz cimentícia o emprego de fibras tem sido muito utilizado, principalmente para aplicação em painéis, placas e outros elementos planos.

Estudos têm demonstrado que as fibras vegetais como reforço de compósitos cimentícios apresentam-se com potencial de substituição às fibras sintéticas ainda hoje muito empregadas.

Estudar um compósito cimentício reforçado por fibras vegetais requer fundamentação ampla, pois envolve um conhecimento vasto que abrange as propriedades deste tipo de fibra e da matriz, bem como a interação entre ambos, tendo em vista que este é constituído por materiais distintos.

Diversas fibras vegetais já foram investigadas com a finalidade de melhorar as propriedades de compósitos cimentícios, porém, outras fibras ainda permanecem pouco estudadas, ou ainda não foram utilizadas para este propósito, ou a sua utilização ainda não foi bem avaliada.

Neste contexto, as fibras de *arumã* têm mostrado características físicas, mecânicas e químicas significativas, que tornam esta fibra um elemento com grande potencial de reforço à matriz cimentícia, constatado no estudo de Marques (2009).

Marques (2009) não chegou a investigar as características desse compósito em relação à sua durabilidade, verificando o comportamento das fibras no compósito considerando as mudanças nas suas propriedades durante o envelhecimento do mesmo.

Além disso, também não foi investigado o comportamento das fibras de *arumã* com relação aos tratamentos superficiais que poderiam melhorar a adesão fibra/matriz e a durabilidade da própria fibra no ambiente alcalino altamente maléfico a estrutura de uma fibra vegetal.

Todos estes fatores motivaram o desenvolvimento da pesquisa em evidência, buscando ampliar o conhecimento e preencher uma lacuna que ainda existe no desenvolvimento de compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais.

1.2 OBJETIVOS

O objetivo geral desta pesquisa é avaliar a viabilidade técnica da utilização da fibra vegetal de *arumã* (*Ischnosiphon polyphyllus*) como reforço de compósitos cimentícios laminados estruturais, com relação às suas propriedades físicas e mecânicas, bem como a sua durabilidade.

Deste modo, com a finalidade de atingir o objetivo proposto, serão assumidos os seguintes objetivos específicos:

- Obter, beneficiar e fazer um estudo do tratamento químico mais adequado às fibras vegetais de *arumã* que serão empregadas na produção do compósito reforçado;
- Caracterizar fisicamente, mecanicamente, quimicamente e microestruturalmente as fibras vegetais de *arumã*;

- Estudar diversos tratamentos superficiais que possibilitem melhorar as características das fibras quanto a sua adesão à matriz cimentícia e a redução de absorção;
- Tecer telas com a fibra vegetal de *arumã* para reforço nos compósitos laminados a serem produzidos, empregando fibras sem tratamento e com dois tipos de tratamento;
- Produzir os compósitos laminados reforçados com telas de fibra de *arumã*;
- Caracterizar fisicamente e mecanicamente os compósitos laminados produzidos com reforço da fibra de *arumã*, considerando cura térmica e envelhecimento acelerado;
- Avaliar o desempenho de todos os compósitos, analisando-se o comportamento das fibras que foram submetidas aos tratamentos superficiais escolhidos.

1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO

Para o melhor entendimento da pesquisa desenvolvida, este trabalho foi estruturado nos seguintes capítulos:

- Capítulo 1 – Compreendendo a introdução, a motivação do estudo, os objetivos da pesquisa e a estrutura do trabalho;
- Capítulo 2 – De modo a obter um referencial teórico para o trabalho, neste capítulo é apresentada a revisão bibliográfica sobre as características mecânicas das matrizes de compósitos reforçados com fibras, formas de tratamentos para melhorar a interface fibra-matriz e alternativas para minizar a degradação da fibra e aumentar a durabilidade do compósito;
- Capítulo 3 – Neste capítulo são apresentadas as características dos materiais a serem empregados na produção dos compósitos e a metodologia do estudo adotada;

- Capítulo 4 – Os resultados obtidos são apresentados e analisados neste capítulo, para tanto, foi realizada uma análise estatística, validando o modelo adotado;
- Capítulo 5 – Com base nos resultados e discussões dos dados obtidos são apresentadas neste capítulo as conclusões da pesquisa e as sugestões para pesquisas futuras.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 BREVE HISTÓRICO

Historicamente, o primeiro evento internacional onde foi abordado o tema Meio Ambiente, ocorreu na década de 1960, no Clube de Roma. Em 1972, na cidade de Estocolmo, aconteceu a primeira Conferência Internacional sobre Meio Ambiente, com a participação do Brasil que há época manifestou-se resistente aos princípios propostos pelo encontro. A adesão do Brasil tornou-se participativa a partir da década de 1980 (MOREIRA, 2006). Hoje essa política ambiental está mais encorpada num melhor comportamento advindo de muita informação, educação e conscientização na prevenção à degradação ao meio ambiente.

Relatos literários afirmam que a partir da década de 1970 a procura por diferentes materiais era motivada pela busca de vantagens econômicas geradas na maioria das vezes pelas alternativas de recursos, pelos processos mais econômicos, manutenção, durabilidade, reciclagem e pela logística de transporte de menor custo. Esta fase da economia ficou conhecida como *escolha única*, onde o princípio era baseado nos rendimentos crescentes de escala e a procura da padronização, além do aspecto quantitativo, que era o mais importante.

A variedade de materiais era manifestada em uma mesma família, com a alteração somente de algumas propriedades, não gerando, portanto, nova família de materiais. A partir de 1980, o termo Novos Materiais passou a ser incluído e abordado nas pesquisas científicas, divulgados por livros, relatórios e outras publicações, que abordaram esse tema sob diversas denominações e aspectos.

Atualmente, em função da escassez de algumas fontes para a produção, o alto custo de aquisição e de produção, e o alto consumo de energia de produção, se tornou inviável manter as práticas que outrora a logística utilizava para obter elevado lucro (ADAMIAN, 2008).

2.2 NOVOS MATERIAIS NA CONSTRUÇÃO CIVIL

Ultimamente tem-se visto muitas discussões inflamadas sobre alterações climáticas, tendo como foco a necessidade de ambiente limpo e utilização de recursos renováveis, para que se possa mitigar a escassez de recursos naturais (SATYANARAYANA, 2010); (ARDANUY *et. al*, 2012).

A necessidade de desenvolver materiais alternativos para processos construtivos rápidos tem se tornado um fator importante para o desenvolvimento social. Isto é especialmente importante na América do Sul (Argentina, Brasil e Chile), onde os materiais regionais são agora pesquisados para construção habitacional rápida sob situações emergenciais tais como enchentes e terremotos (QUIROGA *et. al*, 2016).

Construções rápidas, com baixo custo, elevada durabilidade, estabilidade dimensional, boa resistência mecânica, resistência ao fogo, bom isolamento acústico e térmico e com propriedades de resistência à degradação biológica são características de compósito *wood-cement* que o tornam um material construtivo importante ((QUIROGA *et. al*, 2016) *apud* (DEL MENEZZI *et. al*, 2007); (LEE AWC, 1984)).

Quiroga *et. al* (2016), dizem que o desenvolvimento de novos materiais foi investido em função desta escassez dos recursos naturais. Mudanças puderam apresentar novas atitudes com o uso em materiais compostos, polímeros de base biológica, derivados de materiais renováveis ou ecocompósitos, que podem ser degradados ou bioassimilados (SATYANARAYANA *apud* BOGOEVA-GACEVA *et. al*, 2007), que expressam a vontade de manter uma sociedade sustentável e produtiva (SATYANARAYANA *apud* GOMES *et. al*, 2004).

As atividades da indústria da construção civil são responsáveis pela redução de recursos não renováveis, depositando grandes volumes de resíduos minerais, além de emitir milhões de toneladas de dióxido de carbono. Fibras obtidas a partir de fontes renováveis, como as vegetais, têm sido utilizadas em materiais compósitos como opção sustentável (ARDANUY *et. al*, 2015).

Em escala industrial, o primeiro compósito a ser produzido foi o cimento-amianto, que foi patenteado no início do século XX.

Observa-se que para os *Novos Materiais* e/ou *Materiais Compósitos* as propriedades resultantes encontradas são em geral iguais ou superiores as encontradas por seus elementos na forma individual, fenômeno este, justificado pela combinação destes componentes, observando-se o comportamento microestrutural do conjunto.

Há grupos de materiais em que suas propriedades são influenciadas por meio de reações químicas e/ou físicas quando interagem com outros de natureza diferente, como por exemplo, o cimento e os materiais pozolânicos, tais como, a cinza da casca de arroz, argilas calcinadas, resíduos industriais, entre outros. O comportamento resultante dessas interações em sua grande maioria favorece as propriedades do novo material conferindo-lhe comportamentos mecânicos melhores e com vida útil mais prolongada.

Torgal e Jalali (2011) constataram que

[...] A indústria da construção é um dos maiores e mais ativos setores na Europa. Ele representa 28% e 7% do emprego respectivamente, da indústria e de toda a economia Européia. Infelizmente esta indústria também é responsável pelo esgotamento de grandes quantidades de recursos não renováveis e de 30% de emissões de gás de dióxido de carbono. Isto é particularmente sério no contexto atual de mudanças climáticas causadas pelas emissões de dióxido de carbono no mundo todo, conduzindo a um aumento no nível do mar (IPCC - Intergovernmental Panel on Climate Change, 2007) e sendo responsável pelo colapso na economia mundial (Stern, N., 2006). A fim de alcançar uma indústria de construção mais sustentável, a União Européia recentemente estabeleceu que em um prazo médio o consumo de matérias prima deve ser reduzido em 30% e a produção de resíduo neste setor deve ser recortada para 40%. O uso de recursos renováveis pela indústria da construção ajudará a alcançar um padrão de consumo mais sustentável de materiais de construção. O concreto é o material mais usado na terra e ele é conhecido por sua alta resistência à compressão e baixa resistência à tração. Um outro autor (FERREIRA, 2009) mencionou que 40% das 660 mil pontes nos Estados Unidos foram afetadas por problemas de corrosão e estimou em 50 bilhões de dólares os custos das operações de reparos. A durabilidade do concreto é relacionada ambientalmente. Se nós desfizemos hábitos a incrementar o tempo de vida do concreto de 50 para 500 anos, seu impacto ambiental decresceria em 10 vezes (KUMAGAI, S.; KURUMATANI,

N., 2009). Desde que em média 20 kg de barra de aço é usada para cada m³ de concreto estrutural fica claro que a troca do reforço com barra de aço por fibras vegetais é um passo maior para alcançar uma construção mais sustentável [...].

Marques (2009) relata que

[...] Os recursos naturais são elementos da natureza utilizados no processo primário de produção, sendo, portanto, recursos fundamentais para a produção dos bens que visam atender às necessidades humanas, consistindo de matérias-primas e potencialidades energéticas. Não basta, no entanto, possuir disponibilidade desses recursos, é necessário se dispor de mecanismos de efetivo aproveitamento dos mesmos. No caso de países que possuem uma rica biodiversidade, caso do Brasil, detentor de grande parte da Amazônia legal, a falta de uma política adequada para gestão dos recursos naturais e, de certa forma, a falta de recursos de capital e tecnológico, não tem permitido que os abundantes recursos naturais disponíveis sejam aproveitados de modo eficiente. A necessidade de buscar inovações tecnológicas que sejam apropriadas a cada região, em consonância com a vocação das potencialidades de cada município, pode resultar no desenvolvimento de tecnologias apropriadas para cada região permitindo o seu desenvolvimento sustentável [...].

As fibras pertencem a outra classe de materiais que têm por finalidade acrescentar propriedades que agregam mais resistência ao grupo de compósitos, tornando-os mais dúcteis e menos frágeis.

Entretanto, para o emprego de fibras sintéticas ou vegetais, há a necessidade de estudos prévios para a perfeita combinação da matriz com o elemento de reforço. A eficiência do processo pode ser melhorada por meio de tratamentos que podem ocorrer tanto no elemento de reforço, como também, na matriz.

A vida útil de um compósito reforçado por fibras vegetais é avaliada em geral sob determinadas condições ambientais, sejam elas, externas ou internas, neste caso, em meio alcalino, que desempenham papel combinado na sua durabilidade (RAMAKRISHNA, G.; SUNDARARAJAN, T.; KOTHANDARAMAN, S., 2010).

Atualmente os novos materiais tem aplicação na indústria automobilística, como revestimentos de acessórios de automóveis; na indústria de aviação, na forma de compósitos

compondo alguns elementos da fuselagem e de acabamentos de aviões; na indústria moveleira, em projetos sustentáveis e diferenciados; na construção civil, em variado emprego, como compósitos em estruturas de concreto armado, alvenarias, coberturas, reforços estruturais, compósitos, laminados cimentícios reforçados por fibras, paredes de vedações, entre outros.

2.3 MATERIAIS SUPLEMENTARES DO CIMENTO (SCM)

Dentre os materiais mais utilizados na construção civil o concreto é o mais empregado, sendo o seu componente principal o cimento. Entretanto, a produção do cimento tem um impacto alarmante no meio ambiente com despejo elevado de CO₂ na atmosfera.

Diante da questão ambiental em evidência, pesquisadores têm investido em alternativas que possam minizar este quadro, substituindo parcialmente o clínquer por materiais suplementares de cimento (SCM) com propriedades que possam melhorar as características do conjunto.

Segundo Najimi *et. al*, (2012) *apud* Senhadji *et. al*, (2014), os materiais cimentícios suplementares podem ser ou autocimentante ou pozolânicos, ou ambos, dependendo de sua composição química.

Podem ser obtidos também de subprodutos industriais, como a sílica ativa, cinzas, escória granulada de alto-forno ou a partir de resíduos agrícolas, como cinza de casca de arroz (NAJIMI *et. al*, 2012; MEHTA *et. al*, 1993; NEVILLE *et. al*, 1996). Tufos vulcânicos, pedrapomes, argila calcinada e outros, podem ser obtidos naturalmente (MEHTA *et. al*, 1993; NEVILLE *et. al*, 1996), e os com elevada reatividade, como a metacaulinita, que pode ser fabricada industrialmente (HASSAN *et. al*, 2012; SENHADJI *et. al*, 2014).

A substituição parcial do clínquer por materiais suplementares cimentícios (SCM) na produção do cimento Portland é administrada em níveis limitados, prática exercida pela indústria de cimento, com intuito de melhorar características do cimento Portland (SNELLINGS *et. al*, 2014).

A influência dos SCMs sobre pastas cimentícias é expressiva, deixando-as mais densificadas, diminuindo a taxa de difusão de soluções agressivas, além de provocar transformações químicas com a reação pozolânica, reduzindo assim o hidróxido de cálcio na matriz cimentícia e simultaneamente aumentando sua resistência ao ataque alcalino (SENHADJI *et. al*, 2014).

2.3.1 MATERIAIS POZOLÂNICOS

O emprego de materiais pozolânicos ocorre desde a época do grande Império Romano, quando eram utilizadas cinzas vulcânicas na produção de argamassas. Atualmente a intensificação dos estudos com aplicação dessa matéria-prima tem elevado o nível do seu uso, aproveitando suas propriedades sob condições ideais e pré-determinadas, aplicando-as de forma eficaz e segura em favor de novos materiais emergentes, os quais são uma alternativa aos comumente utilizados nos sistemas construtivos.

A indústria da construção civil tem se mostrado aberta a estes novos materiais, ainda que os convencionalmente utilizados sejam substituídos parcialmente ou possam ser diferentemente usados, com igual ou superior qualidade de aplicação. Dentre estes materiais, o grande desafio está em atender as necessidades dos novos segmentos desta indústria, diversificando e combinando o uso das propriedades já conhecidas.

Perlot *et. al*, (2013) relata que o uso de partículas finas como material suplementar ou de substituição ao cimento foi largamente revisto. Esses estudos expuseram como eles podem melhorar as propriedades do estado fresco, os desempenhos mecânicos e de durabilidade de concretos.

Adições minerais como cinzas volantes, sílica ativa, escória de alto forno granulada, cinza da casca do arroz e o metacaulim que exigem menos energia de produção são comumente usados como substituto parcial do cimento *Portland* ((MARTINEZ-REY *et. al*, 2010); (CASSAGNABÈRE *et. al*, 2010)).

A procura pelo uso crescente de pozolanas associa-se aos fatos de reduzir o impacto ambiental global com menor emissão de dióxido de carbono (CASSAGNABÈRE *et. al*, 2010), além de diminuir custo quando adicionada ao Cimento Portland, e melhorar suas propriedades físicas (DONATELLO *et. al*, 2010; SENHADJI *et. al*, 2014).

De acordo com NBR 12653 / 1992, ASTM C125; Montanheiro *et. al*, (2002) e Donatello *et. al*, (2010), os materiais pozolânicos podem ser naturais e artificiais. Sendo os naturais de origem vulcânicas ou sedimentares e os artificiais oriundos de atividades industriais ou de calcinações (cinzas vulcânicas, argila calcinada, opalina e etcetera), é um material tipicamente silicoso ou silico-aluminoso, sozinho é inerte, porém, quando em finos grãos, na presença de água e em temperatura ambiente ocorre uma reação química com hidróxido de cálcio, assumindo desta forma, propriedades cimentícias.

A Tabela 2.1 apresenta a classificação dos materiais pozolânicos baseados nos conceitos de METHA (1987), NBR 12653 / 1992 e MIELENZ *et al*. (1951).

Tabela 2.1–Classificação de materiais pozolânicos quanto à sua origem.

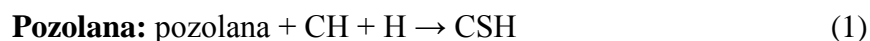
Pozolana natural	Pozolana artificial
Rochas vulcânicas ácidas	Escórias ácidas de alto forno
Tufos vulcânicos	Cinzas volantes
Terras diatomáceas	Resíduos argilosos de folhelhos betuminosos após extração
Arenitos e folhelhos opalinos	Microsilica
Argilitos de argilas mal cristalizadas	Argilas calcinadas (metacaulinita)

Guedert (1989) *apud* Santos e Santos (2006) relatam que o uso de pozolanas em adição ao cimento confere ao concreto e argamassa característica como:

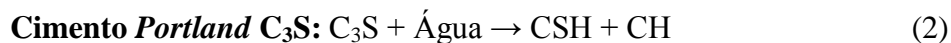
- Menor calor de hidratação, pela troca de reações exotérmicas (hidratação do cimento), por reações atérmicas (pozolânicas);

- Maior resistência ao ataque alcalino em função do controle do hidróxido de cálcio oriundo da hidratação do clínquer *Portland* e à formação do C-S-H com menor relação CaO/SiO₂ de menor basicidade;
- Maior durabilidade, contribuindo para a inibição da reação álcali-agregado e diminuição do diâmetro dos poros da pasta hidratada, reduzindo o ataque do material por substâncias externas como cloretos e sulfatos.

A utilização de materiais pozolânicos em matrizes reforçados com fibras como tratamento no beneficiamento das interfaces fibra/matriz tem mostrado grandes resultados devido à reação química que ocorre de forma mais lenta em relação ao cimento *Portland*, gerando neste processo vários produtos, entre outros, o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), representado na equação (1), que é fundamental no consumo de hidróxido de cálcio no período de hidratação de uma matriz, tornando-a mais durável em meios alcalinos.



Na equação (2), pode-se observar a hidratação do componente C₃S do cimento *Portland* com a produção de hidróxido de cálcio, onde a taxa de liberação de calor é mais rápida.



A reação pozolânica não está intrínseca entre hidróxido de cálcio e sílica, mas, também em conjunto com todas as reações cimentícias do sistema (CaO – SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, SO₃ e H₂O). As maiores diferenças entre estes dois fenômenos são as taxas de reação. Porém, a reação pozolânica pode ser abreviada com adições de aceleradores químicos e alterando a temperatura (TIBONI, 2007) *apud.* (PEREIRA, C. L., 2012)

A propriedade da reação pozolânica está intrínseca na capacidade que as pozolanas possuem de consumir o hidróxido de cálcio, onde esta habilidade é diretamente proporcional às suas características químicas, físicas, morfológicas, umidade, além da quantidade de CH contido na mistura (NITA & JOHN, 2007).

Aditivos pozolânicos são fortemente utilizados como recurso no combate à reação álcali de compósitos reforçados por fibras vegetais, tornando a matriz mais densa, menos porosa, mais durável e menos frágil, resguardando a fibra de ataques alcalinos que possam mineralizá-la.

O compósito cimentício reforçado por fibras vegetais ao receber a adição de materiais pozolânicos, evitará a degradação deste elemento de reforço impedindo que o hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2 ou CH) se desloque para junto da fibra, evitando desta forma, ataques alcalinos.

A seguir são apresentados de forma sucinta os materiais pozolânicos mais aplicados na substituição parcial do cimento.

2.3.1.1 CINZA DA CASCA DE ARROZ

Alguns aditivos pozolânicos são provenientes de resíduos agrícolas, como, a cinza da casca de arroz que é um subproduto da indústria de arroz. Muito embora, a casca de arroz tenha um baixo valor nutritivo, esta é um excelente material pozolânico, pois, é inerte e possui alto teor de sílica em sua composição.

Ainda como resíduo, pode-se e deve-se agregar valor comercial, tendo em vista que seu descarte não deve ser feito de forma ordinária, pois, em grandes quantidades podem gerar desastres ambientais, tornando-o assim, nocivo a vida humana.

A cinza da casca de arroz tem mostrado grande potencial na produção em compósitos cimentícios sendo que, em finíssimas partículas, conduz a uma distribuição granulométrica mais uniforme e com menor consumo de água, melhora sua trabalhabilidade, além de adicionar à matriz maior resistência mecânica.

2.3.1.2 CINZA VOLANTE

A cinza volante é uma pozolana artificial, obtida a partir de partículas provenientes da queima de combustíveis de centrais termoelétricas à base de carvão.

A cinza volante é um resíduo sólido de granulometria fina, sendo estes arrastados por gases resultantes de combustão e armazenados por precipitadores eletrostáticos (HOPPE FILHO, 2008).

Estimativas afirmam que em 2020 aproximadamente 205×10^6 toneladas de cinza volante estarão disponíveis para a indústria cimentícia ((HUMPHREYS & MAHASENAN, 2002) *apud* DAMINELI, 2013). Dez por cento desta estimativa foi consumida pela indústria dos EUA em 2009 ((USGS, 2010) *apud* DAMINELI, 2013).

A ASTM - C618 considera dois tipos distintos de cinzas volantes, classe F para as cinzas com baixo teor de cálcio, e, classe C para as com elevado cálcio, suas diferenças está concentrada nos quantitativos de cálcio, sílica, alumina, ferro e o tipo de carvão processado (THONGSANITGAM *et. al.*, 2014).

Continuam os autores, que a substituição parcial do cimento Portland pela cinza volante deve ser conduzida com cautela, uma vez que o desempenho nas primeiras idades, como o desenvolvimento da resistência, o calor de hidratação, tempo de pega, pode ser retardado, especialmente em volumes altos de substituição.

Seus grãos alcançam diâmetros médios de 1 μm e 100 μm (CEZAR, 2011), apresentam estrutura amorfa, sendo constituídas majoritariamente por dióxido de silício, óxido de alumínio e óxido de ferro. Na presença da água, desenvolve propriedades cimentícias formando silicato de cálcio hidratado, além de exercer efeito filler, provocando maior enchimento com seus grãos finos do cimento no estado fresco.

Cezar (2011) relata que a cinza volante proporciona a formação de compostos hidratados mais homogêneos com baixo teor de CH e C-S-H com menor relação C/S, o que

resulta em uma pasta mais densa e, ainda, substitui poros grandes por menores, diminuindo a permeabilidade da mistura.

A cinza volante propicia ao concreto fresco o efeito de melhorar coesão, trabalhabilidade, diminuir exsudação e segregação, além de aumentar o tempo de pega. No endurecido, contribui na redução de temperatura, refinamento de poros e ganho de mais resistência (CEZAR, 2011).

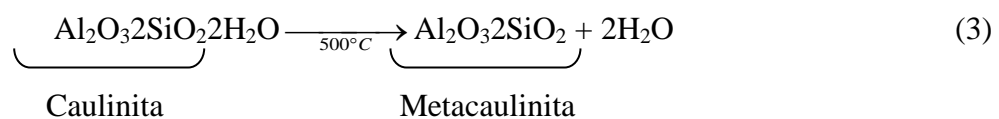
2.3.1.3 METACAULIM/METACAULINITA

A caulinita, um argilomineral presente em certas argilas, quando submetida a elevadas temperaturas sofre mudanças em sua estrutura, tornando-se mais reativa com o hidróxido do cimento *Portland*, principalmente quando estas argilas são finamente moídas.

Assim, este tipo de argila submetida a elevadas temperaturas e finamente moída origina um material pozolânico conhecido como metacaulinita.

Deste modo, a metacaulinita é um material silicoso ou silico-aluminoso, quando finamente moído e em presença de água, provoca uma reação química com o hidróxido de cálcio a uma temperatura ambiente produzindo assim, compostos com propriedades cimentícias.

O processo inicial dá-se com desidroxilação da caulinita quando atinge o pico endotérmico. O processo da desidroxilação ocorre entre 450°C a 600° C, culminando com a formação da metacaulinita, de estrutura amorfa, mas, que conserva algumas camadas cristalinas da matéria de origem (caulinita), cuja transformação pode ser expressa pela equação (3).



Ao atingir a fase final de calcinação ideal, sua composição estrutural estará apta para agrupar-se ao cimento em misturas de pastas ou concretos, desempenhando desta forma sua atividade pozolânica que contribuirá na obtenção de melhores desempenhos mecânicos, físicos e químicos em compósitos cimentícios.

A metacaulinita melhora as propriedades do concreto devido ao seu efeito duplo sobre a matriz cimentícia (preenchimento e reação pozolânica), podendo reduzir desta forma o impacto ambiental ao substituir parcialmente o cimento devido à sua baixa emissão de dióxido de carbono durante a produção em relação ao clínquer (PERLOT *et. al*, 2013).

A metacaulinita empregada em argamassas e concretos tem se mostrado eficiente, além de reduzir o consumo de cimento, diminuí os poros das matrizes cimentícias, aumentando a resistência à compressão.

Além disso, ao consumir o hidróxido de cálcio, proveniente da hidratação do cimento, protege elementos de reforço quando este é uma fibra vegetal, além de adicionar maior durabilidade ao compósito.

Relatam (Wei & Meyer, 2015), que tratamentos em matrizes cimentícias com a adição de metacaulinita, minimiza a possibilidade de degradação da fibra vegetal com a redução da alcalinidade.

O nível necessário de substituição de cimento Portland dependerá da quantidade da fase de interesse e da quantidade de hidróxido de cálcio produzido pelo cimento Portland, que é determinado pela composição e pela relação a/c (água/cimento) ((WILD & KHATIB, 1997); (ORIOLO & PERA, 1995) *apud* COIMBRA *et. al*, 2004).

2.3.2 CALCÁRIO

O calcário é proveniente de rochas ou de depósitos extensos no mundo e sua constituição é basicamente rica em calcita (CaCO_3), sendo formado por um sistema cristalino

e hexagonal, com boa clivagem romboédrica, possui dureza 3 (escala Mohs), densidade de 2,72, tem textura na cor branca ou sem cor e colorido (SAMPAIO e ALMEIDA, 2013).

O calcário pode ter multiuso, com aplicação na agricultura, no tratamento de água, em metalurgia, indústria cerâmica e entre outras indústrias. Também possui bom emprego em compósitos cimentícios, onde dentre outras finalidades, pode substituir parcialmente o consumo de cimento, o que conduz a uma proposta construtiva sustentável.

Courard & Michel (2014) relatam que o *filler* de calcário é uma matéria prima que já é usada em diversas aplicações como tintas, tijolos e misturas betuminosas, que podem ser uma boa substituição mineral em matrizes cimentícias.

Para Severinghaus (1983) *apud*, Courard & Michel (2014) os fílleres minerais são geralmente definidos com um “material inerte que é incluído em uma composição para algum propósito útil”.

Segue o autor que os fílleres minerais podem ser adicionados para obter uma grande variedade de resultados finais ou melhorar características específicas como dureza, fragilidade, resistência ao impacto, resistência à compressão, ponto de amolecimento, resistência ao fogo, textura superficial, condutividade elétrica.

A granulometria fina das partículas contribui na dispersão das mesmas em meio a mistura. Em finos grãos, funciona como um agente inerte que gera efeitos físicos na pasta, no formato de enchimento, melhorando o desempenho mecânico da matriz na idade inicial; e no químico, íons de carbonato de calcário interagem com o hidrato de aluminato durante a hidratação do cimento provocando a formação de carboaluminato (THONGSANITGAM *et. al*, 2014).

O autor relata que a interação química entre o calcário e o cimento *Portland* ocorre de forma integral com a adição de materiais suplementares do cimento, como cinzas volantes, escórias ou metacaulinitas.

3 AS FIBRAS COMO MATERIAIS DE ELEVADO DESEMPENHO MECÂNICO

3.1 FIBRAS

O uso de fibras em diversas atividades humanas remonta as primeiras civilizações, e que com o passar do tempo, as técnicas e o emprego se aperfeiçoaram e diversificaram.

O conceito de reforço foi desenvolvido para reduzir a fragilidade inerente do compósito de cimento desde o período antigo. Recentemente as fibras sintéticas e naturais passaram a ser utilizadas como agente de reforço (BYUNG-WAN *et. al.*, 2014).

Nesta linha do tempo, as fibras passaram a ser elementos componentes dos mais diferentes tipos de compósitos, sejam poliméricos, metálicos e cerâmicos. A estrutura destes conjuntos constitui-se de fases ou de polifases, conforme a projeção de sua aplicabilidade.

A escolha adequada das propriedades intrínsecas de fase, do controle da fração volumétrica, geometria e distribuição dos diferentes arranjos de fase têm contribuído na combinação de distintas fases para diferentes aplicações em materiais polifásicos. Independente da matriz, os reforços elásticos colaboram com aumento de rigidez e resistência nos compósitos (GANGULY & POOLE, 2004).

As fibras, que possuem amplas aplicações na engenharia de materiais, sejam elas artificiais (sintéticas) e naturais, em geral, são empregadas em *materiais compósitos (novos materiais)* ou de forma individual como elementos dúcteis em produtos destinados à indústria de esportes e utilidades do lar.

Entre as fibras sintéticas destacam-se: aramida, carbono, nylon e poliéster. Com relação às naturais destacam-se: sisal, coco, bagaço da cana-de-açúcar, bambu, rami, bananeira, *curauá*, *juta*, *malva*, entre outras.

Segundo Callister (2000), os compósitos com fibras podem ser considerados os mais importantes tecnologicamente. A incorporação das fibras permite modificar fortemente as características de matrizes frágeis, como o concreto, aumentando sua ductilidade, tenacidade,

resistência à tração e aos impactos. Isso explica o grande espectro de aplicações desse tipo de compósito.

A incorporação de fibras em matrizes poliméricas aumenta o coeficiente de atrito, adiciona mais resistência ao desgaste e tração, além de proporcionar boa resistência térmica (MEI *et. al*, 2015).

Tendo em vista o elevado módulo de elasticidade das fibras, seus usos são frequentes em compósitos, por apresentarem grande desempenho mecânico. A Tabela 3.1 apresenta características físicas e mecânicas de algumas fibras sintéticas e naturais.

Tabela 3.1 – Propriedade das Fibras

Propriedades físicas e mecânicas de fibras vegetais e sintéticas					
Fibra	Diâmetro (µm)	Densidade (g/cm ³)	Resistência à tração (MPa)	Módulo de elasticidade (GPa)	Alongamento (%)
Algodão	16 - 21*	1,5 - 1,6	287 - 597	5,5 - 12,6	07 - 8
Cânhamo	–	–	690	–	1,6
Coco	100 - 450	1,15 - 1,45	131 - 175	4 - 13	15 - 40
Curauá / br	60 - 100	1,2	859 - 1404	20 - 36	–
Carbono	5	1,8 - 1,9	4300 - 5171	270 - 310	1,4 - 1,8
Linho	–	1,5	345 - 1035	27,6	2,7 - 3,2
Juta	200	1,3	393 - 773	26,5	1,5 - 1,8
Kevlar-49	12	1,48	2800 - 3792	131	2,2 - 2,8
Vidro-E	8 - 14	2,5	2000 - 3500	70	1,8 - 3,2

* Valores dos elementos anatômicos da fibra, individualizada.

Fonte: BLEDZKI, A. K.; GASSAN, J., (1999).

As fibras se dividem em orgânicas e inorgânicas, e subdividem-se em fibras sintéticas ou artificiais, naturais ou minerais (Figura 3.1). Como o escopo do trabalho envolve o estudo de fibras orgânicas naturais, a abordagem sobre fibras inorgânicas e orgânicas artificiais ficarão em relatos sucintos.

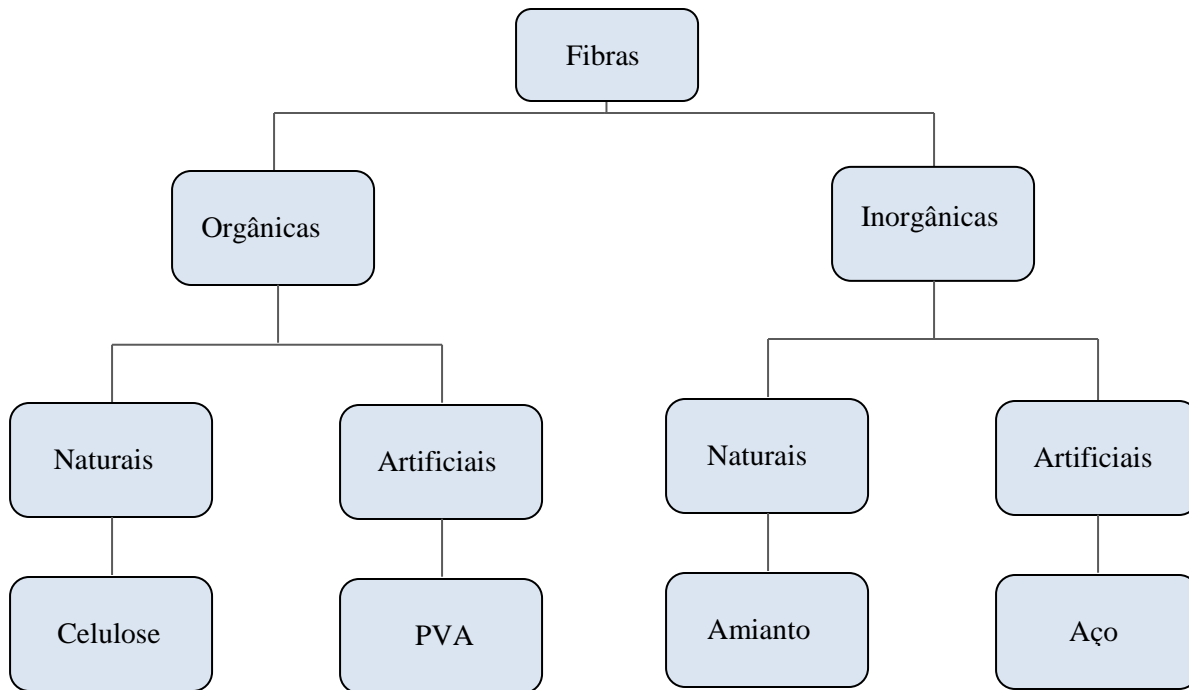


Figura 3.1 – Divisões e subdivisões das fibras.

3.1.1 FIBRAS INORGÂNICAS

A estrutura de uma fibra inorgânica é oriunda de processos de altas temperaturas em que são submetidos o boro, o carbono e o silício, sofrendo transformações químicas e físicas, que culminam em um produto com propriedades mecânicas e físicas de alto desempenho e de elevada resistência térmica.

Em geral as fibras são utilizadas na tecelagem de produtos têxteis, produção de canas de pesca, raquetes de tênis, barcos olímpicos, pranchas de surf, componentes de aviões e helicópteros.

As fibras inorgânicas se subdividem em artificiais e naturais, nas diferentes aplicações em distintas indústrias, destacam-se amianto, vidro, aço, carbono, aramida, nylon e poliéster.

Em matrizes poliméricas a fibra de vidro é a mais utilizada, por suas características vantajosas em relação às outras de mesma origem, possuindo elevada resistência à tração, compressão, química, e fogo em sua composição, além de possuir excelentes propriedades isolantes térmicas e acústicas.

As fibras sintéticas mais utilizadas em compósitos como reforço são as fibras de kevlar, carbono e vidro. A Figura 3.2 mostra alguns exemplos de fibras inorgânicas.

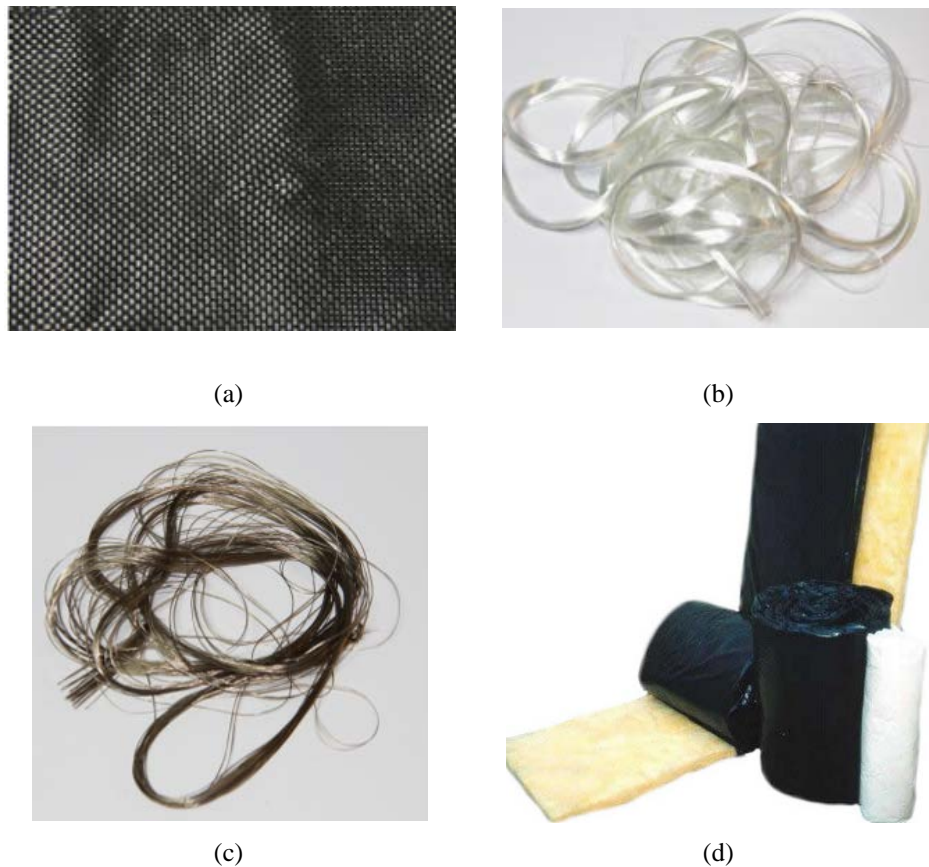


Figura 3.2 – Fibras inorgânicas.

Fonte: www.hemeisolantes.com.br, 22/09/2015 - 09:29 h.

A fibra de carbono utilizada em compósitos poliméricos destaca-se pelas vantagens que suas propriedades oferecem, elevado módulo de elasticidade, baixo coeficiente de atrito e significativa resistência ao desgaste (WANG *et. al.*, 2014); *apud* (MEI LV *et. al.*, 2015); (ZANG *et. al.*, 2013); (YU *et. al.*, 2013); (MOLAZEMHOSSEINI *et. al.*, 2013); (CHANG *et. al.*, 2010)). Um exemplo de aplicação são as malhas em fibras de carbono em reforço de pilares

e paredes de vedações, semelhantes ao utilizado no estádio do Maracanã, sendo estes elementos usados dentro de matriz cimentícia, Figura 3.3.



(a) (b)
Figura 3.3 – Construção do Maracanã – Uso de malhas de fibras de carbono em grandes estruturas de concreto. Fonte: COSTA (2013).

3.1.2 FIBRAS ORGÂNICAS

A escassez de recursos originários do petróleo tem provocado crescente procura por soluções alternativas, como as fibras naturais em substituição às sintéticas utilizadas em compósitos poliméricos (LIU *et. al*, 2015); (BYUNG-WAN *et. al*, 2014). Nestes compósitos a fibra de vidro tem sido substituída por fibras naturais, materiais ambientalmente amigáveis, com grande procura no setor (YAN *et. al*, 2012) *apud* (YAN *et. al*, 2015); (OLIVITO *et. al*, 2014).

Os grupos de fibras orgânicas podem ter sua origem animal, mineral ou vegetal, sendo esta última de base celulósica, podendo ter aproveitamento em aplicações com as diferentes partes constituintes de uma espécie vegetal. Enquanto que a de origem animal, o material tomado como objeto fibroso, pode ser proveniente de secreção de insetos (seda), excreção animal ou pêlos (crinas de cavalos). Constituídas basicamente por silicatos e de origens rochosas, a fibra mineral compõe o quadro das fibras naturais.

Para Codispoti *et. al*, (2015), as fibras naturais são classificadas em três principais categorias de acordo com a sua origem: vegetal, animal e mineral ((CHANDRAMOHAN, 2011); (CHEUNG *et. al*, 2009)); cada uma dessas categorias é dividida em diversas

subcategorias. Substancialmente, existem milhares de diferentes fibras naturais. São oriundas de fontes renováveis, não abrasivas, menos consumo de energia de produção, reciclável e biodegradável, encabeçando a lista dos materiais sustentáveis (YAN, 2013) *apud* (YAN *et. Al.*,2015).

Apesar da abundância do material celulósico no planeta, os processos de beneficiamento desta matéria-prima são diferenciados e direcionados de acordo com usos específicos. Além disso, a falta de conhecimento mais aprofundado das espécies coletadas torna o aproveitamento do material parcial com descarte do restante, sem a utilização de todo seu potencial.

A procura por materiais celulósicos na construção tem sido acentuada, em especial aplicação como material isolante. Palhas de arroz, palha de trigo, entre outras, tem sido usadas como isolantes na construção, devido ao seu aspecto estrutural, são ocas, baixa densidade, além de possuir características isolantes (WEI *et. al.*, 2015).

Fibras lignocelulósicas como banana, sisal, *juta* e fibras de côco têm atraído a atenção de grupos de pesquisa, considerando suas utilizações em industriais e em reforços poliméricos. As vantagens dessas fibras em relação às fibras de vidro estão presentes em suas características naturais: baixa densidade, baixo custo, auto-renováveis e biodegradáveis (BYUNG-WAN *et. al.*, 2014). Países tropicais possuem elevada produção de plantas fibrosas, a exemplo, banana originária de culturas agrícolas (MERLINI *et. al.*, 2011).

O mercado Europeu em 2010 consumiu 315.000 toneladas de fibras naturais, o que equivale a 13% do total de materiais de reforços (vidro, carbono e fibras naturais). Estudos sinalizam que até 2020 este número elevará para 830.000 toneladas com a aplicação destinada para compósitos (YAN, 2013) *apud* (YAN *et. al.*, 2015).

Codispoti *et. al.*, (2015), relatam que as fibras vegetais são comumente uma fonte útil para o desenvolvimento de materiais inovadores, devido a suas vantagens quando comparadas as fibras sintética comuns, em face das exigências correntes e demandas no campo da construção.

Continuam os autores apontando que nas aplicações em engenharia civil, as fibras naturais na maior parte analisadas e estudadas como fibras de reforço são aquelas provenientes dos vegetais, especialmente as fibras do talo (juta, linho e cânhamo), até mesmo se a extensão é menor, também o fruto (coco) e as fibras da folha (sisal) (ZAMPALONI, M. *et. al.*, 2007); (FARUK & AIN, 2013).

Em estudo com as 20 fibras naturais mais usadas, a fibra de linho foi eleita a que melhor fornece combinação potencial de baixo custo, peso leve e alta relação resistência/rigidez em aplicações estruturais (DITTENBER & GANGARAO, 2012) *apud* (YAN *et. al.*, 2015).

Quanto ao custo, desempenho e produção mecânica, as fibras de linho, cânhamo e juta são as que reúnem melhores qualidades para substituir as de vidro, afirmam (YAN *et. al.*, 2014) *apud* (YAN *et. al.*, 2015).

O destaque do uso de fibras naturais em materiais poliméricos é a sua aplicação na construção (YAN *et. al.*, 2015). O uso desses materiais sustentáveis reduzirá custos e aumentará a eficiência energética, que fornece uma solução para as necessidades de infraestruturas imediatas enquanto promove o conceito de sustentabilidade (HUMPHREYS, 2003) *apud* (YAN *et. al.*, 2015).

Compósitos cimentícios reforçados com fibras naturais representam materiais sustentáveis alternativos para a indústria da construção, e a habilidade para reciclar esses materiais pode fornecer novas oportunidades para países em desenvolvimento gerar energia e fontes econômicas (OLIVITO *et. al.*, 2014).

Desta forma, as fibras vegetais têm sido objeto de estudo e investigação em virtude de suas propriedades que lhes favorecem quando utilizadas como elemento de reforço em compósitos, tais como, baixa densidade, módulo de elasticidade moderado, proporcionando, portanto, bom desempenho mecânico que permitem a concepção de projetos mais sustentáveis, além de serem elementos confortáveis de construção, de baixo custo, renováveis e com baixa energia de produção.

A Figura 3.4 apresenta alguns exemplares de construções de baixo custo e sustentáveis, com versões em materiais diferentes oriundas de recursos naturais bem comuns no Brasil.



(a)



(b)

Figura 3.4 – (a) Habitação construída com resíduo madeireiro e cobertura em fibras naturais (Amazonas) e (b) Construções em Adobe. (Fonte (b): Curso Taller Internacional Arquitectura Sostenible, Tecnología Y Construcción Com Tierra – Salas, 2006).

Existem tipos de construções que são comuns nos setores imobiliários em outros países, devido a várias características atrativas como fácil montagem, baixo custo e viável do ponto de vista ambiental, Figura 3.5.



(a)



(b)

Figura 3.5 – (a) e (b) Casas Modulares com Resíduos de Madeira. (Fonte: Curso Taller Internacional Arquitectura Sostenible, Tecnología Y Construccion Com Tierra – Salas, 2006).

Para o setor da construção civil o interesse maior nas fibras vegetais procede em parte devido as suas propriedades com grande desempenho mecânico garantido pelo módulo de elasticidade elevado e sua esbeltez.

A Tabela 3., apresenta as propriedades físicas, químicas e mecânicas de algumas fibras vegetais de diferentes espécies, onde são apresentados os valores para as principais características que são de interesse para aplicação em compósitos.

Tabela 3.2 – Propriedades físicas, químicas e mecânicas de fibras naturais

Fibra	Celulose (%)	Hemiceluloses (%)	Lignina(%)	Pectina(%)	Cinzas (%)	Densidade (g/cm ³)	Resistência à tração (Mpa)	Mód. elasticidade (Gpa)
<i>Curauá</i>	78,08 ± 0,43		4,09 ± 1,45		0,7 ± 0,01	1,43 ± 0,016	407 - 802	11,8 - 31,56
<i>Juta</i>	60 - 71,5	13,6 - 22,1	4,09	0,2		1,3	393 - 773	26,5
<i>Sisal</i>	64,9 - 78	10 - 29,7	7,6 - 11	10		1,45	511 - 635	9,4 - 22
<i>Côco</i>	36 - 56,2	17,8 - 19,2	31,6 - 45			1,15 - 1,45	131 - 175	4 - 13
<i>Bagaço da cana-de-açúcar</i>	49,8 - 56,2	16,8 - 29,7	19,7 - 25,3					

Fonte: CARDOSO, 2013; NABI SAHEB e JOG, 1999; SANTOS, 2013.

3.1.3 ESTRUTURA DAS FIBRAS VEGETAIS (NATURAIS)

3.1.3.1 ANATOMIA DAS PLANTAS

A anatomia de uma planta abrange o estudo de suas células e tecidos. Este estudo é importante para vários segmentos que utilizam a caracterização estrutural de materiais vegetais. Para a engenharia florestal esses dados auxiliam nos estudos de reflorestamento, entre outros interesses da área. Para construção civil, no uso de fibras vegetais como reforço em compósitos se faz necessário conhecer suas propriedades físicas, químicas, mecânicas e anatômicas, para usar essas informações a favor da composição de novos materiais.

O estudo anatômico está compreendido em três estruturas fundamentais da planta - Raiz, caule e folha. O sistema dérmico, que são camadas de células vivas que cobrem a raiz (estrutura primária da planta), constitui a epiderme. Concentram-se também na raiz, o sistema vascular e a medula, que se localiza na região estrutural central da planta. O tecido dérmico normalmente recebe uma película denominada cutícula, que reveste externamente a epiderme, ou seja, protege a planta de ataques de fungos ou micro-organismos. O câmbio vascular é responsável pelo crescimento secundário das plantas.

O caule é constituído por tecidos – dérmico, fundamental e vascular. Tem por finalidade nas plantas, sustentar, transportar, armazenar e produzir folhas e estruturas reprodutivas.

A folha, identificado como o principal órgão produtor das plantas é responsável pelo processo de produção e distribuição de açúcares na presença de luz, utilizando água e gás carbônico (fotossíntese). Segundo Silveira (2004), as folhas apresentam enorme diversidade de estruturas. As folhas de hidrófitas têm pouco tecido de sustentação e pouco xilema. As xerófitas possuem grande quantidade de esclerênquima, cutícula grossa, células com paredes espessadas e lignificadas.

Segundo Silveira (2004), a flor é o órgão responsável pela reprodução da planta. Ela se origina a partir de uma gema florífera que pode estar na axila da folha ou no ápice caulinar.

As plantas adultas possuem crescimento contínuo, onde a formação de novas células, tecidos e órgãos vê-se restrita, quase que totalmente, a certos locais do vegetal chamados de meristemas.

Meristemas são tecidos que possuem a capacidade de divisão, alongamento e diferenciação celular, estão diretamente envolvidos com crescimento e desenvolvimento do vegetal (APOSTILA DE MORFOLOGIA VEGETAL, 2002).

Esses meristemas podem ser primários e secundários, sendo o primeiro responsável pelo crescimento da planta longitudinalmente, enquanto que, no segundo caso, ocorre o alargamento no sentido da espessura, além de garantir o desenvolvimento dos câmbios vascular e da casca.

Os sistemas de tecidos das plantas vasculares estão distribuídos ao longo do elemento, por isso são classificados de acordo com a região de incidência:

- ▶ Tecido fundamental - são tecidos de sustentação, como a parênquima, colênquima e esclerênquima;
- ▶ Tecido vascular – composto por dois tecidos condutores (xilema e o floema);
- ▶ Tecido de revestimento - composto pela epiderme / periderme.

As paredes primárias das células de parênquima têm como composição a celulose, hemiceluloses e pectinas (compostos hidrofílicos). Suas paredes são interligadas por lamela média ou substância intercelular, constituídos basicamente por compostos pécticos. Após o alongamento celular e seu crescimento, a célula deposita lignina (hidrofóbica) para a composição da parede secundária (APOSTILA DE MORFOLOGIA VEGETAL, 2002). As pontuações estão concentradas nas células parenquimáticas, que se trata de áreas mais finas ou esbeltas na forma de depressões em profundidade variável na parede primária.

Os tecidos de esclerênquima são tecidos com paredes espessas e lignificadas a ponto de impedir trocas metabólicas, por suas paredes se encontrarem impermeabilizadas. Apesar de serem tecidos mortos, possuem grande rigidez e excelente desempenho mecânico nas regiões

que cessaram o alongamento (APOSTILA DE MORFOLOGIA VEGETAL, 2002). Tecidos de parênquimas com frequência se desenvolvem em paredes secundárias, porém, podem crescer nas paredes primárias.

Fatores como o oxigênio em abundância, desejável condutividade hidráulica e térmica, solos com seus constituintes minerais intervêm no crescimento das plantas. Foi constatado que em diferentes regiões do Amazonas, as mesmas espécies se diferenciam no crescimento, na quantidade e qualidade de suas propriedades químicas, físicas e mecânicas.

Dentro de um mesmo nicho de plantas há de se encontrar frações de caule cujas características físicas apresentam grande variação, mesmo entre as próprias espécies e no próprio elemento. Isso se deve ao volume de feixes vasculares, que culminam com a parede do colmo ou estipe (tipos de caules) de forma mais espessa. A Figura 3.6, apresenta um esboço na perspectiva em corte da estrutura da fibra vegetal com seus elementos componentes e suas interligações.

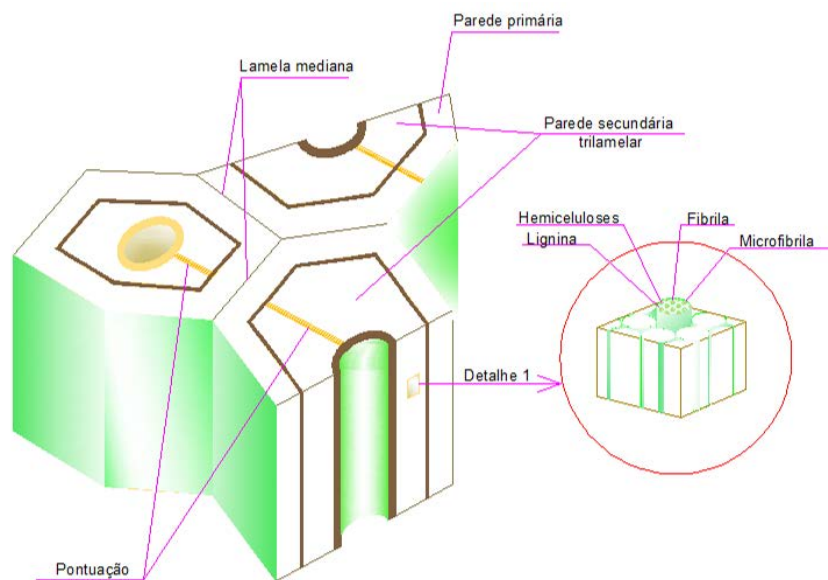


Figura 3.6 – Elementos componentes da fibra vegetal (baseado em TOMCZAK (2010)).

Independente de seu aspecto de forma, as fibras vegetais são compostas por inúmeras células onde cada uma é constituída por várias microfibrilas que possuem desordenado

alinhamento e direção. As camadas de microfibrilas que fazem parte desse conjunto de células estão distribuídas em: parede externa – camada primária; camada da parede secundária (S1); camada da parede secundária (S2) e camada da parede secundária (S3).

Dentro da célula vegetal há um espaço vazio, chamado lúmen, e, a união das células vegetais é realizada pela lignina contida na lamela média.

Os componentes que formam a estrutura da planta são classificados em principais ou acidentais, são eles: Lignina, hemiceluloses, celulose, pectina, cinzas e extrativos.

A lignina é uma macromolécula tridimensional amorfa, em geral encontra-se agregada à celulose na parede celular, tornando-se desta forma, uma base de proteção contra o ataque de micro-organismos à planta, deixando a parede rígida e impermeável.

Para Rowell (1984), a lignina não somente mantém as fibras juntas, mas, também, atua como agente enrijecedor para as moléculas de celulose dentro da parede da fibra.

Rowell (1984) relata que a celulose é primariamente responsável pela resistência das fibras, por seu alto grau de polimerização e orientação linear. As hemiceluloses atuam como matriz para a celulose e aumenta a densidade de empacotamento da parede da célula.

A celulose é a matéria orgânica mais profusa em nosso planeta, compõem grande parte das plantas tendo como função dar sustentação a estrutura destas, trata-se de um polissacarídeo com cadeia linear bem uniforme.

A matriz de suporte das microfibrilas de celulose são as hemiceluloses. Como componente da fibra vegetal, as hemiceluloses correspondem a sua classe polimérica (GARCIA HORTAL, 2007).

Substâncias como os extrativos estão classificadas como orgânicas e possuem peso molecular baixo. Como substâncias inorgânicas aparecem as cinzas.

Rowell (1984) considera que o conhecimento da estrutura interna das fibras lignocelulósicas e da sua composição química é importante para compreensão de sua

influência nas características do compósito e também na escolha dos seus tratamentos químicos e físicos.

Embora as fibras vegetais apresentem várias vantagens em seu uso, como todo elemento de reforço, possuem também suas desvantagens e limitações, sendo elas: elevada absorção de umidade; baixa resistência em meio alcalino; vulnerável ao ataque de microrganismos; grande variabilidade em suas propriedades físicas e mecânicas, além de possuir um módulo de elasticidade baixo quando comparado com os das fibras sintéticas (TOLEDO, 1997 *apud* SILVA, 1999).

Neste contexto, as fibras de *arumã* têm mostrado características físicas, mecânicas e químicas significativas para fins construtivos, constatados no estudo de Marques (2009), as quais podem ser apresentadas na Tabela 3.. Ressalta-se que os procedimentos utilizados para a determinação da densidade real foi realizado pelo método de deslocamento de água.

Tabela 3.3 –Caracterização Mecânica, Química e Física da Fibra de *Arumã*.

Amostras	Caracterização Mecânica		Caracterização Química				Caracterização Física
	Intervalo do Módulo de Elasticidade (Gpa)	Intervalo da Tensão Última (MPa)	Lignina (%)	Celulose (%)	Umidade (%)	Extrativos Etanol-Tolueno (%)	Densidade Básica (g/cm ³)
						Extrativos Etanol (%)	
<i>Arumã Tupé</i>	14,89 - 20,89	211,47 - 487,00	14,23	62,73	12,47	0,76 0,46	0,54
<i>Arumã Branco</i>	11,40 - 28,19	176,53 - 654,38	14,19	62,24	10,09	0,43 0,14	0,37
<i>Arumã Vermelho</i>	11,55 - 24,00	167,50 - 378,68	14,09		10,64	0,42 0,29	0,65
<i>Arumã Canela de Jacamin</i>	11,59 - 16,67	195,44 - 464,10	14,96	65,01	11,86	1,78 0,36	0,53

Fonte: MARQUES, 2009.

A planta é uma espécie muito abundante na região Amazônica, porém, concentradas em lugares afastados das zonas urbanas. No mapa da Figura 3.7 são identificados os locais onde são a ocorrência da planta se dá em maior frequência.

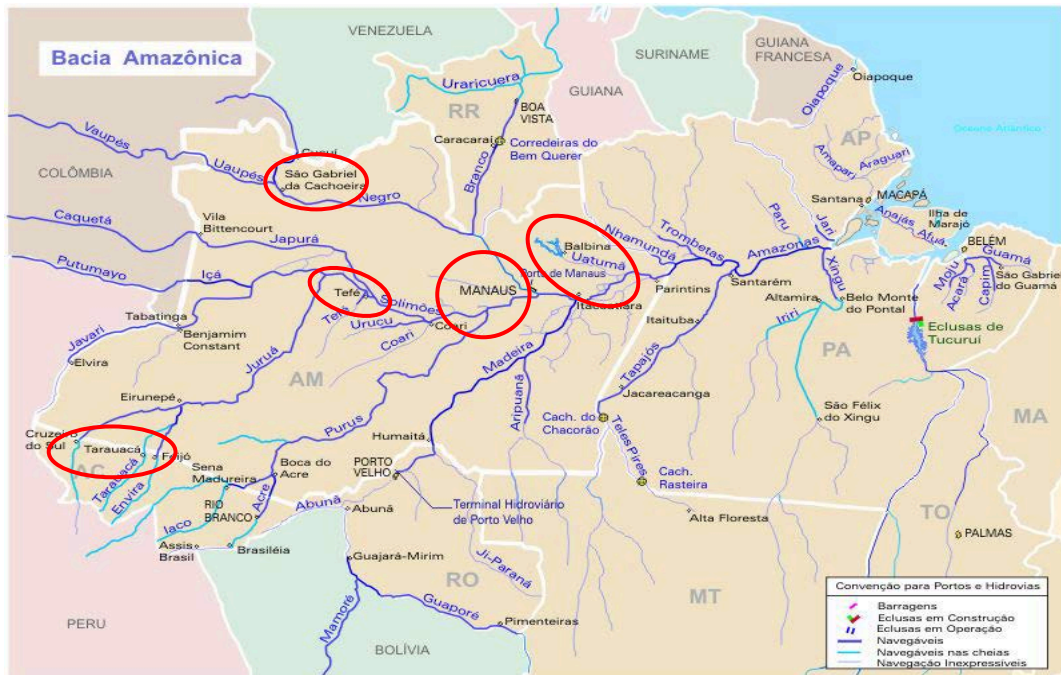


Figura 3.7 – Mapa da Bacia Amazônica – Fonte: SECRETARIA EXECUTIVA DO MINISTÉRIO DOS TRANSPORTES, 2009.

3.1.3.2 MORFOLOGIA DE PLANTAS

Segundo Steigleder (2010), morfologia é a ciência das formas. É a ciência que tem por objeto o conhecimento e a explicação das formas externas e internas dos seres, e também as leis que regem o seu aparecimento.

A importância da caracterização morfológica das plantas é fundamental, e indispensável para os segmentos que trabalham com vegetais sendo a distinção realizada a partir da identificação das espécies que são baseadas em informações que avaliam a variabilidade genética da amostra.

Araújo (2009) *apud* Porter (1989) considera que as diferenças na forma entre uma árvore e outra podem ter suas bases causais explicadas pela engenharia estrutural que visualiza a árvore pela forma dos ramos, sua elasticidade e resistência para esforço, como unidades estruturais restritas por princípios mecânicos.

3.2 TIPOS DE REFORÇO EM COMPÓSITOS

O resultado eficiente de um material compósito depende da melhor combinação de seus componentes, podendo ser complementada por adições às matrizes e ou tratamentos nos elementos de reforço.

O arranjo e a distribuição adequada do elemento de reforço influenciarão diretamente o desempenho mecânico do conjunto. Esse arranjo pode apresentar-se de várias formas, como mantas, tecidos em uma direção, bidirecionais, em três direções, ou na forma híbrida.

Pardini (2006) relata que preformas híbridas podem ser obtidas pela utilização de tecidos intercalados por mantas. As mantas são materiais essencialmente não-tecidos, podendo ser obtidas de fibras picadas ou de feltros. As mantas podem ser disponibilizadas de diferentes tipos:

- Mantas de filamentos cortados – as fibras apresentam comprimentos que chegam até 50 mm e possuem as propriedades mecânicas baixas;
- Mantas de filamentos contínuos – tem melhor conformabilidade e melhores propriedades do compósito;
- Mantas de superfície – possuindo densidade baixa e massa em média de 20 a 30 g/m² são compostas por fibras curtas tendo em sua composição resina para que ocorra a impregnação, evitando-se desta forma, o afloramento das fibras à superfície.

Os tecidos em duas direções são caracterizados pela orientação das fibras, pelos diferentes métodos empregados na sua confecção e classificados pela massa por unidade de área, similar as mantas, (MOURA *et. al.*, 2009).

Os tecidos 2D podem ser:

- Entrelaçados em duas direções - são os produzidos pelo entrelaçamento de fibras segundo direções perpendiculares, com apresentação de padrões variados, dentre os quais citam-se: *Plane Weave* (entrelaçados realizados de forma bidirecional e

alternada); *Twill Weave* (uma ou mais fibras a 0° é tecida, alternadamente, por cima e por baixo de duas ou mais fibras a 90° , de forma regular ou repetitiva); *Satin Weave* (são similares aos tecidos *Twill Weave*, a diferença ocorre no menor número de intersecções entre as fibras a 0° e as fibras a 90°);

- Entrelaçados híbridos - são resultantes de combinações de diferentes tipos de fibras (vidro, carbono e aramida). Este compósito apresenta, com relação aos compósitos convencionais, as características mais favoráveis das fibras diferentes, compondo desta forma, melhor resistência mecânica, rigidez, tenacidade e maior leveza.
- Os tecidos 3 D - são obtidos a partir de processos especiais de tecelagem, que ligam múltiplas camadas de fibras com orientações diversas, sendo utilizados na confecção de fôrmas para painéis e perfis com fins estruturais, (MOURA et al., 2009).

Hamouda *et. al.*, (2015) relatam que as pré-formas têxteis em estruturas 3D são formadas utilizando diferentes tecnologias, tal como, não tecido, tecido pilha de 2D, 3D e integrado tecido (ortogonais cosidas e estruturas).

Afroughsabet & Ozbakkaloglu (2015 *apud* YANG, 2011; YAO *et. al.*, 2003; LAWLER, 2001; DAWOOD & RAMLI, 2010; MOBASSHER & LI, 1996) relatam que num sistema composto bem concebido, existe uma interação benéfica entre as fibras, o que por sua vez resulta num melhor desempenho do sistema de híbrido do que o do compósito monofibra.

3.3 COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS

A concepção dos materiais compósitos tem o propósito de captar as melhores propriedades físicas, mecânicas e econômicas da combinação de dois ou mais materiais diferentes. Tem grande aplicação na engenharia, das tradicionais como o concreto armado para as mais recentes como os compósitos com fibra de carbono usados na indústria aeronáutica (PACCOLA *et. al.*, 2015).

Hamouda *et. al* (2015) relatam que os materiais compósitos oferecem o potencial para que as estruturas apresentem alta resistência e rigidez com peso inferior quando comparados com materiais estruturais convencionais.

Um material compósito pode ser formado a partir de uma fase contínua, chamada de matriz, e outra fase, contínua ou não, constituídas por elementos de reforço. Tratando-se de materiais de propriedades diferentes, cada elemento desempenha no conjunto sua função; a fase contínua assegura a ligação, enquanto que a descontínua, agrega reforço.

A fase contínua é responsável também pela distribuição das cargas por meio do elemento de reforço, além de proteger a fase descontínua de possíveis ataques alcalinos, quando esta se refere a uma fibra vegetal.

Tendo em vista que cada componente possui propriedades diferentes, a escolha do compósito deve ser avaliada em função do tipo de aplicação a que se destinará, além do custo e de sua viabilidade como material construtivo de pouco impacto ambiental.

Para o projeto de compósito a aplicação é que determinará o tipo de matriz e de reforço, forma do reforço, fibras longas ou curtas, em quantas camadas e quais orientações, laminados ou/e híbridos, e em uma, duas ou três direções.

As matrizes são muito utilizadas e difundidas nas mais diversas áreas do setor tecnológico, e em função de seus materiais básicos podem ser do tipo polimérica, carbono, metálica ou cerâmica (cimentícia).

Em relação à matriz cimentícia, classificada como cerâmica, objeto do presente trabalho, sabe-se que esta é frágil à esforços de tração, pouco deformável, com coeficiente de dureza baixo. Situação esta que somente se reverte quando a matriz cimentícia recebe elemento de reforço.

Quanto ao elemento de reforço, um compósito poderá ser dividido em particulado e fibroso. Como os compósitos particulados não fazem parte do escopo, maiores detalhes sobre

eles não serão apresentados neste texto. Deste modo, as atenções são dadas para os compósitos fibrosos, em especial àqueles de multicamadas.

Um *compósito laminado* é um composto constituído de pelos menos dois ou mais materiais de diferentes propriedades, combinados em camadas ou encurtados em lâminas, que unidos originam novos materiais que podem proporcionar melhores propriedades em relação àquelas apresentadas sem suas homogeneizações.

Os laminados que são constituídos por camadas ou simplesmente encurtados em lâminas tem a direção orientada de acordo com o posicionamento que lhe conferir maior resistência mecânica (Figura 3.8).

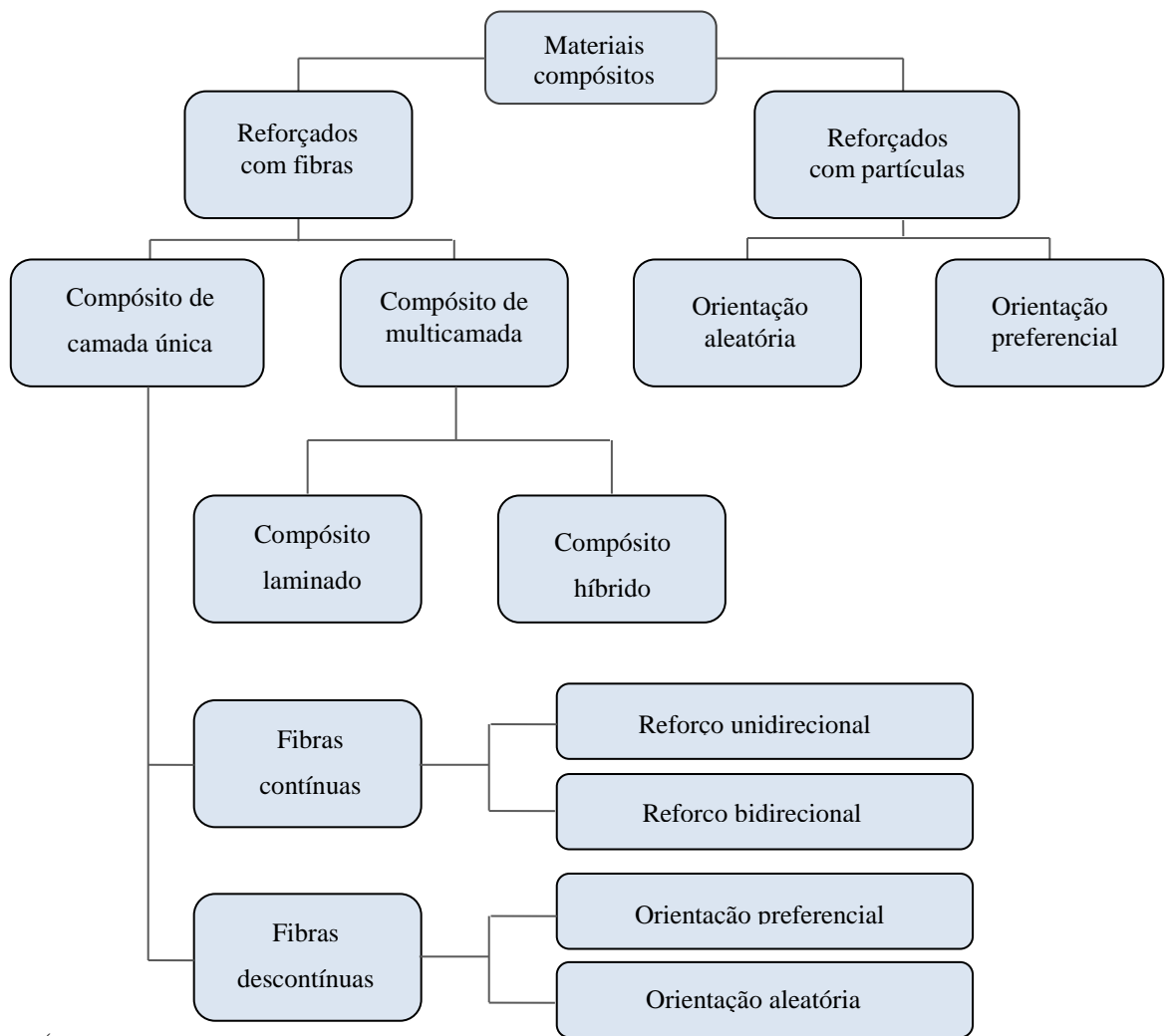


Figura 3.8 – Tipos de Compósitos.

Há fabricação de laminados em diversas composições, como por exemplo, os laminados compósitos com reforço fibras vegetais, tais como, *curauá*, sisal, malva, juta, que podem se apresentar como mantas de fibras contínuas ou não.

A matriz cimentícia é a mais utilizada na construção civil, sendo constituída por agregados graúdos e/ou miúdos, cimento *Portland*, água, e demais aditivos, previamente definidos em projetos. A partir do tipo de composição, pode-se classificar essa matriz como uma pasta, argamassa ou concreto.

Como a matriz cimentícia também dá origem a novos compósitos, em muitas situações esta passa a ser a fase contínua do compósito resultante, como é o caso, dos cimentícios reforçados com fibras.

O desenvolvimento da moderna construção civil tem gerado uma demanda essencial por novos tipos de concretos que devem possuir qualidades melhoradas, como por exemplo, os concretos com alta resistência, elevado desempenho mecânico e reforçados por fibras de alta performance (AFROUGHSABET & OZBAKKALOGLU, 2015).

A difusão do estudo do uso de fibras vegetais em grupos de pesquisa não é um tema mais incomum, em todo o mundo, várias instituições de pesquisas tentam aprofundar-se neste objeto de inovação tecnológica.

O Brasil não poderia ser diferente, e neste contexto, tem avançado com pesquisas, tendo em vista, ser o detentor do maior celeiro do mundo em espécies de fibras vegetais, com uma reserva natural riquíssima e intocável com maior concentração situada na região Amazônica.

Dentre as fibras Amazônicas mais estudadas destacam-se: juta, malva, *curauá*, *tucum*, *piçava*, *jacitara*, entre outras. A fibra vegetal de *Arumã* tem feito parte deste seleto *ranking* de fibras Amazônicas, com potencial aplicação de reforço à matriz cimentícia, Figura 3.9, conforme já demonstrado no estudo de Marques (2009).



(a)



(b)



(c)

Figura 3.9 – Fibras Amazônicas: a) fibra de tucum; b) fibra de juta; c) fibra de *arumã*.

3.4 TRATAMENTOS

A durabilidade do compósito está diretamente relacionada com as características da interface da fibra com a matriz, assim como, o bom desempenho mecânico do conjunto fibra/matriz também tem relação direta a boa interface entre os mesmos. Isto porque, essa boa interface facilita a transmissão das tensões internas que serão distribuídas uniformemente para matriz por meio do elemento de reforço.

Para que haja a garantia de uma boa interface fibra/matriz é necessária que a superfície da fibra apresente algumas características físicas que favoreçam a interação entre estes dois elementos (fibra e matriz).

Além disso, a característica hidrofílica das fibras torna-se um problema, tendo em vista que a absorção de água durante o processo de produção dos compósitos e até mesmo a sua perda durante o processo de cura conduzem este elemento a uma variação dimensional muito maléfica para sua adesão à matriz, comprometendo o desempenho do sistema.

Por outro lado, como já mencionado anteriormente, as reações de hidratação do cimento *Portland*, base dos materiais cimentícios, produzem o hidróxido de cálcio (CH), cuja parcela livre reage com a fibra e que, devida a natureza do material lignocelulósico desta, ocasiona a sua degradação, com conseqüente redução da durabilidade do compósito.

Deste modo, antes mesmo do processo de produção do compósito, há a necessidade de se eleger um tratamento superficial adequado ao elemento de reforço natural e, se necessário, até mesmo um ajuste na própria matriz cimentícia, para correção dos problemas ora mencionados.

Muitos tratamentos tanto para as superfícies das fibras quanto para as matrizes já foram estudados. Alguns são relatados de forma sucinta e outros, aqueles que foram empregados na pesquisa, são apresentados de forma mais detalhada a seguir.

3.4.1 TRATAMENTO DE MATRIZES

Compósitos cimentícios unificados a elementos de reforço natural necessitam de especial atenção devido à incompatibilidade das fases, que até antes da associação encontram-se regidas por naturezas físicas, químicas e mecânicas diferentes.

Gerar material novo com a unificação de materiais diferentes não é tarefa tão simples, principalmente quando se trata de compósitos cimentícios, que devido ao ambiente alcalino

conduz a fibra vegetal ao encurtamento de sua vida útil, onde os poros da matriz são verdadeiros depósitos de solução alcalina de elevado pH.

Diante destas circunstâncias, há a necessidade de tratamentos, que possam evitar que a fase mais frágil seja alvo de ataques alcalinos ou de outros agressores, que a confinam a uma vida útil curta, levando-a à degradação. A consequência deste fato é tornar a função do conjunto sem propósito ou com resultados insatisfatórios.

Para tanto, as matrizes podem ser transformadas, com adições de materiais suplementares cimentícios (SCM) ou de materiais pozolânicos. Em outras situações pontuais pode ser realizado o fechamento do volume de poros da matriz por meio de polímeros.

Em matrizes cimentícias o tratamento está mais voltado para a alcalinidade provocada pelos compostos químicos formados na fase de hidratação da matriz. A moldagem sob pressão é uma forma de diminuir volume de água interno à matriz cimentícia, adicionando mais resistência e melhorando a interface fibra/matriz.

A adesão fibra/matriz pode ser beneficiada com a junção desordenada da cadeia molecular, correspondências de tensões superficiais e formações de ligações químicas por meio de agentes químicos de acoplamento (BLEDZKI & GASSAN, 1999); (MOON *et. al*, 2005).

Estudos relativos a tratamentos em compósitos cimentos reforçados por fibras naturais já foram realizados sob diversas ópticas, com diferentes resultados. Os resultados obtidos em estudos com tratamento simultâneo tanto da fibra natural como da matriz cimentícia relatados por outros autores, onde os processos ocorreram de forma bem-sucedida como (MELO FILHO, 2012), estimulou a opção pela utilização de uma metodologia semelhante no desenvolvimento desta pesquisa.

3.4.2 TRATAMENTO DE FIBRAS

Para evitar a degradação da fibra e possibilitar um resultado com melhor desempenho mecânico e maior durabilidade, há a necessidade de reverter sua característica hidrofílica para hidrofóbica por meio de tratamentos de sua superfície.

Diversos são os tipos de tratamentos superficiais que podem contribuir para alterar a natureza hidrofílica da fibra, bem como, melhorar a sua adesão à matriz, os quais podem ser citados, tais como, tratamentos químicos de hidróxido de sódio (NaOH), em concentrações e tempos diferentes, acetilação, mineralização, mercerização, entre outros. A hornificação e banhos em água a temperaturas elevadas são exemplos de tratamentos com choques térmicos que podem reduzir a quantidade de lignina contida, além de minimizar a variação dimensional da fibra vegetal.

O tratamento químico com hidróxido de sódio (NaOH) em fibras é aplicado em diferentes temperaturas e tempos que, entre outras funções, reduz a hidrofobicidade e garante o desempenho mecânico das fibras. O processo se faz com o embebedimento da fibra em solução de hidróxido de sódio (NaOH) para ativar grupos hidroxilas, seguida de processos de lavagem até atingir um pH neutro onde passa por uma fase de secagem à temperatura aproximada de $60\pm 2^{\circ}\text{C}$ por um período de 24 horas.

O tratamento de mineralização é produzido utilizando uma solução formulando a relação água/cimento, onde o material de reforço, de origem vegetal deve ser submerso nesta mistura normalmente por 24 horas, seguida de secagem natural e embaladas em plásticos até a incorporação à matriz cimentícia (CORREIA *et. al*, 2008). São vários os tipos de mineralização – deslignificação, aplicações com uma solução de silicato de sódio, sulfato de alumínio, lavagens e fervuras.

A mercerização é um tratamento processado com solução aquosa de base forte, tem como função provocar na fibra vegetal inchamentos, mudança estrutural, dimensão, morfologia e propriedades mecânicas das fibras (CORREIA, 2011). Uma das principais soluções empregadas no processo de mercerização é aquela que utiliza o hidróxido de sódio.

O tratamento alcalino com solução de NaOH é um importante tratamento de modificação na estrutura da fibra, pois, ocasiona o rompimento da ligação de hidrogênio no grupo OH, aumentando a rugosidade superficial e adicionando maior adesão física e química (HOLANDA, 2013). A principal ação do NaOH é a solubilização parcial das hemiceluloses, o que ocasiona consequências sobre a lignina.

Durante a mercerização, o material se expande e as cadeias de polissacarídeos são rearranjadas. Desta forma, a quantidade de material menos ordenado aumenta nas fibras, enquanto, a parte cristalina diminui (CORREIA, 2011). Sendo assim, a principal consequência dessa mudança da estrutura da fibra é a sua redução da estabilidade mecânica, ocasionando uma diminuição do módulo de elasticidade e da resistência à tração.

Em soluções alcalinas de 15% de NaOH as fibras de rami tratadas apresentaram uma melhora de 4 a 18% na resistência à tração, em relação às fibras não tratadas, porém, um decréscimo no módulo de Young (GODA *et. al*, 2006). As fibras de juta modificadas em solução de NaOH a 5% por 4h e 8h a 30° C, apresentaram desfibrilação e redução da densidade das fibras, além, do aumento da cristalinidade e consequente aumento da resistência à tração e módulo de elasticidade, com diminuição do alongamento na ruptura (RAY *et. al*, 2002).

Outros autores investigaram o efeito dos tratamentos alcalinos avaliaram, nas propriedades mecânicas em compósitos, onde foi constatada queda na resistência à tração, com comportamentos frágeis e baixa resistência à flexão e a impactos.

Como observado pelos diversos relatos na literatura os resultados apresentados pelos autores que empregaram tratamentos com NaOH, em tempo e concentrações diferentes, mostram resultados e conclusões divergentes entre eles. Sendo assim, no presente trabalho, para uma melhor avaliação deste tipo de tratamento para as fibras de *arumã* foi desenvolvido um estudo com diferentes concentrações e tempo de exposição, que são detalhados na metodologia.

É importante ressaltar que, os teores utilizados nas soluções dos tratamentos alcalinos nas fibras vegetais deste trabalho basearam-se na avaliação conclusiva do comitê 201 do ACI (2008) relatados no seguinte formato:

- ✓ Soluções alcalinas com hidróxido de sódio de 10 a 20% desenvolvem taxa de ataque à deterioração em temperatura ambiente lenta, porém, existente.
- ✓ O concreto não é atacado por agentes químicos secos ou no estado sólido, sendo necessário que os agentes químicos estejam em solução e com concentração mínima para produzir ataque significativo.

Por razões óbvias o estudo adotou teores iguais ou inferiores a 10%, atendendo a orientação estabelecida pelo Comitê 201 ACI (2008).

Mudanças superficiais em fibras vegetais são também realizadas em água quente a temperaturas elevadas, em geral são complementadas por outros tipos de tratamentos.

A finalidade do tratamento é atingir um pH neutro por meio de sucessivas lavagens ao final do tratamento, reduzindo o quantitativo de extrativos contido na planta e provocando apenas mudanças superficiais (LEÃO, 2012).

Os tratamentos em fibras vegetais por hornificação visam reduzir a capacidade que a fibra vegetal tem de absorver água, reduzindo assim, a variação dimensional que é típica da fibra vegetal em seu estado natural ((FERREIRA *et. al.*, 2012); (MACHADO, 2014)). Este processo é realizado por meio de ciclos de molhagem e secagem de forma alternada e em geral em função de um mesmo tempo. Este procedimento tem como finalidade mecânica avaliar o comportamento da amostra em estudo por meio de ensaios de tração, além, de possibilitar mudanças superficiais nas faces de contato da fibra vegetal.

Os tratamentos utilizados neste estudo foram com choques térmicos, hornificação em 10 ciclos, banhos em água a temperaturas elevadas; e os químicos, com imersões em soluções de hidróxido em diferentes teores e tempos. O detalhamento destes tratamentos será tratado na etapa de metodologia.

4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

4.1 MATERIAIS

4.1.1 CIMENTO PORTLAND

Para se obter uma pasta cimentícia com boas propriedades mecânicas, foi utilizado o cimento que fosse sem adições, a não ser aquelas necessárias ao cimento Portland, e que pudesse atingir elevadas resistências nas idades iniciais, facilitando assim, a rápida desforma e manipulação do compósito cimentício moldado. Deste modo, escolheu-se, portanto, o cimento *Portland V – ARI*. Cujas características de resistência à compressão são normatizadas pela NBR 5733. Esta Norma prevê que em 28 dias o cimento *Portland V – ARI* possui em média uma resistência à compressão na faixa de 50,7 MPa, e massa específica média de 3,09 g/cm³.

A título de informação, conforme estudo apresentado por Ballesteros (2014), o cimento ARI apresentou uma curva granulométrica conforme mostrada na Figura 4.1, com 50% das partículas apresentando diâmetro abaixo de 15,3 µm.

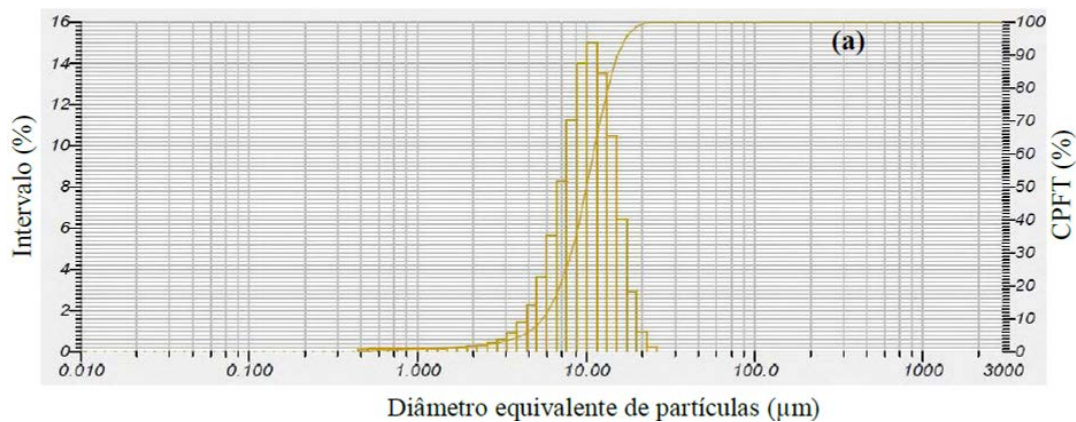


Figura 4.1 – Granulometria do cimento Portland V – ARI (Fonte: BALLESTEROS, 2014).

4.1.2 METACAULINITA

A metacaulinita utilizada no desenvolvimento desta pesquisa foi obtida a partir de uma argila adquirida na Indústria Cerâmica LITIARA, localizada no município de Itacoatiara – AM, a 270 km de Manaus. Foi produzida no Laboratório de Pavimentação da Faculdade de Tecnologia da UFAM, conforme o procedimento descrito a seguir:

1. Ao chegar ao Laboratório a argila foi espalhada sobre uma superfície regular coberta por lençol impermeável em local coberto e protegido das intempéries, para secagem ao ambiente;
2. Após 48 (quarenta e oito) horas de secagem, a argila foi colocada em bandejas de alumínio (Figura (a)) e em seguida posta para secar em estufa a 100°C por um tempo de 24 horas, Figura 4.2(b);
3. Findo o tempo de secagem em estufa, a argila foi destorroada em almofariz de porcelana com o auxílio do pistilo (Figura 4.2 (c)), sendo em seguida colocada em moinho de bolas de porcelana para moagem durante um período de 3 (três) horas (Figura 4.3. (a));



(a)



(b)



(c)

Figura 4.2 – Amostra de argila natural na bandeja de alumínio; (b) Amostra de argila natural na estufa (100°C).



(a)



(b)

Figura 4.3 – Colocação da amostra no jarro do moinho de bolas; (b) Inserção das esferas no jarro.

4. Em seguida a argila foi retirada do moinho e passada em uma peneira de 0,075 mm (mesh 200), vide Figura 4.4 (b);



(a)



(b)

Figura 4.4 – (a) Processo de moagem da argila e (b) Peneiramento da argila após moagem.

5. O material que passou na peneira de 0,075 mm (mesh 200) foi acondicionado em um recipiente refratário e o conjunto foi colocado em forno mufla à temperatura de 750°C, por um período de 3 horas após a temperatura do forno estar estabilizada neste valor (Figura 4.5(a));
6. Concluída esta etapa, o material permaneceu na estufa desligada, até que fosse possível retirá-lo, sendo em seguida colocado em repouso em vasilha (Figura 4.5. (b)) por um período de 24 (vinte e quatro) horas, para ser acondicionado em uma embalagem plástica e colocado em um lugar seco.



(a)



(b)

Figura 4.5 – (a) Amostra na Mufla por um tempo de 3 horas a 750°C e (b) Metacaulinita

4.1.3 CALCÁRIO

O calcário dolomítico Itaú foi utilizado neste estudo para fins de substituir parcialmente o cimento ARI, com fins de produzir uma matriz mais densificada, mais resistente e com menor custo final do produto. O uso do calcário dolomítico no estudo tem como objetivo, utilizar as propriedades oriundas de sua calcinação, como densidade reduzida, superfície mais reativa em favor do melhor desempenho mecânico da pasta cimentícia.

Com relação à caracterização física relativa aos tamanhos dos grãos moídos do calcário foi observado que 90% de suas partículas apresentavam diâmetro abaixo de 30,3 μm (BALLESTEROS, 2014), apresentada na curva granulométrica apresentada na Figura 4.6.

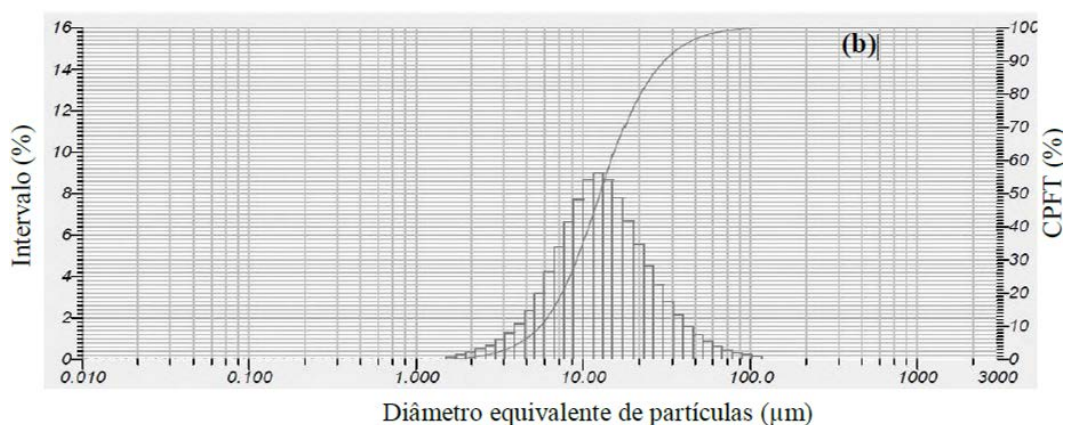


Figura 4.6 – Curva granulométrica do calcário dolomítico Itaú – partículas moídas-Fonte: BALLESTEROS, 2014.

4.1.4 SUPERPLASTIFICANTE

A utilização de um superplastificante foi motivada pela necessidade da obtenção de uma matriz cimentícia autoadensável, ou seja, com adensamento somente por efeito da gravidade, sem a necessidade de fornecer ao sistema energia por algum processo de vibração.

No presente estudo o superplastificante utilizado foi o Glenium 51 - 3ª geração, de composição em solução aquosa de polímeros de éter policarboxílicos, com teor de sólidos de 31,20 % e massa específica de 1,07 kg/m³, conforme informações do fabricante BASF S. A.

4.1.5 ÁGUA

A água que foi utilizada na produção da matriz cimentícia é da rede de abastecimento do Campus I da Universidade de São Paulo – USP/ São Carlos, possui as seguintes características, segundo De Júlio *et. al* (2005):

pH variando de 4,94 a 5,10;

Cor verdadeira entre 96 e 105 uH;

Absorvância a 253,7 nm entre 0,139 e 0,153 cm-1;

Turbidez entre 0,46 e 0,81 uT;

Condutividade entre 69,7 e 72,8 µS/cm;

Alcalinidade variando de 1,92 a 2,88 mg/L CaCO₃

4.1.6 FIBRAS DE ARUMÃ

As fibras de *arumã* utilizadas na pesquisa foram obtidas na região amazônica, na Comunidade do Livramento, em São Gabriel da Cachoeira, Amazonas. Essas fibras pertencem às espécies do gênero *Ischnosiphon arouma (aubl) Korn* e são originárias da família *Maranthaceae*, é uma herbácea perene, rizomatosa, caulescente, com altura que chegam a atingir aproximadamente 4,00 m. A Figura 4.7(a) mostra o local da coleta e a Figura 4.7(b) mostra um nicho da planta.



Figura 4.7 – (a) Local da coleta de *arumã* e (b) Nichos da planta *arumã*.

Encontrada em áreas inundáveis, encharcadas e beira de rios e igapós, são muito utilizadas pelas populações tradicionais desta região em artesanatos em forma de cestos (balaio *waláya*, *urutu oolóda*, peneira *dopítsi*, jarro *kaxadádali*, cestos sílabas gráficas), tupés (tapetes), mosaicos de decoração, tipitis e construções (serve de amarrações para outros tipos de fibras em coberturas; vedação de parede). Estas atividades artísticas servem para complementar a renda familiar dessas famílias.

Natural das áreas do Rio Negro, este tipo de vegetação apresenta uma característica muito peculiar: a cada semestre do ano fica submersa às águas desta região que apresentam pH em média de 5,01, sem que lhe ocorra algum tipo de prejuízo que possa influenciar em sua estrutura fibrilar, ou que possa desestabilizá-la. Na vazante, mantém-se firme e resistente em terra firme ou em capoeiras.

A coleta da fibra vegetal foi realizada de acordo com manejo executado pelos artesãos das populações tradicionais e pesquisadores da Fundação Vitória Amazônica - FVA (sd). Seus nichos encontram-se em áreas próximas de igarapés, capoeiras, biomas típicos da região Norte do país. A extração dos caules é realizada por facões em cortes de aproximadamente 45° com o plano da haste. Em seguida as amostras recebem preliminarmente uma lavagem para retirada do excesso de impurezas impregnadas, e imediatamente são pulverizadas com álcool 95° C.

Esse procedimento adotado pela Fundação Vitória Amazônica, além de ser oriundo de grandes pesquisas concentradas em espécies tropicais, também teve a influência do conhecimento popular, vindas das populações ribeirinhas e indígenas da região Amazônica.

A Figura 4.8 apresenta todas as etapas de extração de fibra de *arumã*, procedida pela população indígena *Baniwa*: Retirada da planta da touceira com corte adequado, sem atingir os brotos (Figura 4.8 (b)); Transporte (Figura 4.8 (c)); Lavagem à beira dos igarapés para retirada das impurezas superficiais, inclusive da raspagem (Figura 4.8 (d)) e forma de amarração das hastes extraídas (Figura 4.8 (d)).



(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.8 – (a) Retirada da planta; (b) Transporte; (c) Lavagem; (d) forma de amarração das hastes extraídas. Fonte: site: www.artebaniwa.org.br – 22/10/15.

Antes da extração manual das fibras de *arumã* propriamente dita do caule da planta, com procedimento baseado na “sabedoria popular” pelos artesãos das populações tradicionais e pesquisadores da Fundação Vitória Amazônica - FVA (sd), ao se retirarem as hastes, com o dorso de um facão, raspa-se levemente a superfície do tronco da planta, retirando-se a clorofila depositada na face externa, Figura 4.9. Esse procedimento é utilizado para que a superfície tenha mais adesão a outros elementos, como por exemplo tinturas, o que não é possível com a área coberta por clorofila.



(a)



(b)

Figura 4.9 – Retirada da cutícula do *arumã*

Para se ter um procedimento de beneficiamento bem-sucedido, deve ocorrer a separação da fibra externa da interna, e isto se dá ainda nas primeiras horas, depois da extração, antes de se colocar para a secagem natural, conforme Figura 4.10.



(a)



(b)

Figura 4.10 – Separação das fibras

No processo final de beneficiamento dá-se a extração da umidade natural da fibra vegetal que em um procedimento simplificado, as fibras devem ser espalhadas sobre bancadas forradas por jornais, papel alumínio ou papelões, estando estas sob ventilação natural e

temperatura ambiente. Portanto, a secagem é feita de forma natural sem provocar intumescimento da mesma.

Para as amostras de fibras destinadas aos ensaios em laboratórios, estas devem ser dispostas em trados de madeira, envolvidas em papel alumínio e amarradas por cordas. No laboratório, as fibras são posicionadas em um ângulo de 45° nos trados de madeira, e em ambiente coberto recebe ventilação natural para secagem (MARQUES, 2009). Após aproximadamente duas semanas de secagem em temperatura ambiente da região norte (30 a 37°C) fica pronta para ser manipulada em ensaios.

4.2 CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE *ARUMÃ*

4.2.1 MORFOLOGIA DO COLMO (CAULE) DO *ARUMÃ*

A caracterização morfológica é realizada por meio de vários processos que vão desde o mais simples - reconhecimentos visuais e medições (altura da planta, diâmetro de troncos, dimensões de folhas, troncos e flores), distinguindo as espécies - aos mais elaborados, como morfometria computadorizada, que é uma técnica mais rápida e mais precisa de identificação das espécies.

A morfometria baseia-se em correlações da espécie com o tipo de solo, água, luz, clima, características específicas regionais, associando estes fatores, ao diâmetro do caule, altura da planta, reprodução e propriedades físicas dos frutos.

Os processos utilizados nesta etapa fixaram-se em procedimentos que empregam reconhecimento visual e medições, utilizando para isto espécies de referência pertencentes ao Herbário do Instituto Nacional de Pesquisa da Amazônia – INPA, localizado em Manaus, Amazonas.

4.2.2 CARACTERIZAÇÃO ANATÔMICA DO CAULE DO ARUMÃ

A caracterização anatômica foi realizada nas dependências do Laboratório do Departamento das Ciências Florestais – LCF da Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz - ESALQ/USP/Piracicaba/SP e Universidade Federal de Lavras – UFLA –MG.

As amostras extraídas para o estudo anatômico consistem em *arumã* em fitas e *arumã in natura*. O *arumã* em fitas deve ser entendido como a parte externa do caule da planta, ou seja, a fibra que ribeirinhos utilizam de forma beneficiada para confecção dos artesanatos. O *arumã in natura* consiste em uma fração do caule da planta subdividida em três partes – interno, meio e externo.

As amostras foram devidamente maceradas pelo método de Franklin (JOHANSEN, 1940) em solução de peróxido de hidrogênio e ácido acético glacial, em proporção de 1:1, à temperatura de 50° C por aproximadamente 30 horas.

Para a análise dos elementos microscópicos, as amostras foram submetidas ao processo de maceração. Da suspensão de fibras foram preparadas lâminas histológicas temporárias, coletando-se imagens sob microscopia de luz (25x e 400x) para a mensuração do seu comprimento, diâmetro do lúmen, largura total e espessura da parede com o programa de análise de imagem *Leica Application Suite*, sendo analisadas 25 fibras por amostra, compreendendo três amostras.

Pela falta de norma específica para monocotiledôneas a classificação anatômica das fibras foi realizada de acordo com a *International Association of Wood Anatomists (IAWA COMMITTEE, 1989)*.

As imagens para mensuração dos elementos anatômicos foram capturadas por meio de câmera *Leica* acoplada a microscópio óptico *Zeiss*.

A partir dos valores das variáveis físicas: diâmetro total da fibra, diâmetro do lúmen e comprimento; foram calculados os parâmetros anatômicos: espessura da parede da fibra, coeficiente de rigidez, índice de Runkel e fração parede, conforme as equações (01) a (04).

$$EP(\mu m) = \frac{Dt - Dl}{2} \quad (01)$$

$$IR = \frac{2 \times EP}{Dl} \quad (02)$$

$$CR(\%) = \left(\frac{Dl}{Dt} \right) \times 100 \quad (03)$$

$$FP(\%) = \left[\frac{2 \times EP}{Dt} \right] \times 100 \quad (04)$$

Onde:

EP – Espessura da parede (μm)

Dt – Diâmetro total (μm)

Dl – Diâmetro do lúmen (μm)

CR – Coeficiente de rigidez (%)

IR – Índice de Runkel (adm)

FP – Fração parede (%)

O coeficiente de rigidez e o índice de Runkel são parâmetros anatômicos utilizados pela indústria de celulose e papel, enquanto a fração parede é um parâmetro utilizado na produção energia da biomassa, que podem auxiliar na predição das características da fibra quanto a sua aplicação como reforço de compósitos.

O coeficiente de rigidez e o índice de Runkel são utilizados para verificar a resistência da fibra às forças aplicadas na formação do papel (PAULA e SILVA Jr., 1994), quanto menor for esta resistência menor será a energia necessária para a produção. Portanto, quando esses

dois parâmetros atenderem às exigências da indústria de celulose e papel, estas teoricamente não serão adequadas na aplicação como reforço em compósitos.

Por outro lado, considerando que a fração parede indica o volume ocupado pela parede da fibra em relação ao volume total da fibra, o mesmo não ocorre para as fibras com relação ao parâmetro fração parede, visto que, se estas atenderem às exigências da indústria de energia da biomassa, teoricamente as considerará adequadas à aplicação como reforço em compósitos, pois, quanto maior o volume da parede da fibra em relação ao volume total da fibra mais componentes químicos estruturais a fibra apresentará.

4.2.3 CARACTERIZAÇÃO ULTRAESTRUTURAL DAS FIBRAS DE ARUMÃ – ÂNGULO MICROFIBRILAR / MORFOLOGIA INTERNA

Tamolan *et. al.* (1967) correlacionaram a resistência da fibra por unidade de área com o ângulo microfibrilar e estimaram que o cosseno desse ângulo contribui com 83% da variância total da tensão, sendo este um fator proporcional ao módulo da tensão.

Em busca de elucidar informações percebidas mais visual do que quantitativamente, investigaram-se de forma mais aprofundada as características da fibra vegetal de *arumã*, com técnicas baseadas nas medidas de ângulo microfibrilar e na captação de imagens da morfologia interna que justifiquem o comportamento estrutural da fibra vegetal de *arumã*.

4.2.3.1 ÂNGULO MICROFIBRILAR

A caracterização ultraestrutural das fibras do caule consistiu na mensuração do ângulo microfibrilar das fibras externas de amostras do *arumã in natura*, esta etapa do trabalho foi realizada na Universidade Federal de Lavras – UFLA –MG.

As frações do caule foram seccionadas no plano tangencial, em micrótomo de deslize, utilizando navalha de aço do tipo C, obtendo-se cortes com, aproximadamente 10 µm de parede.

Os cortes histológicos obtidos foram macerados em solução de peróxido de hidrogênio e ácido acético glacial, na proporção de 1:1 (v/v), a 50°C por, aproximadamente, 30 horas (RIBEIRO, MORI e MENDES, 2011).

Foi utilizado o microscópio Olympus BX 51 com adaptador para a polarização da luz e uma mesa giratória, com escala oscilando entre 0 e 360°. A determinação do ângulo microfibrilar foi realizada segundo metodologia descrita por (LENEY, 1981).

4.2.3.2 Morfologia interna da fibra vegetal de *arumã*

Esta análise consistiu na caracterização e identificação da morfologia interna de alguns componentes da fibra vegetal de *arumã*, onde os ensaios foram realizados na Universidade Federal do Amazonas, no Departamento de Engenharia Florestal/AM.

As amostras frescas de *arumã* foram fixadas em FAA₇₀ - formaldeído/ácido acético/álcool etílico - por 48 h, em sequência foram embebidas em álcool etílico a 70%, Figura 4.11. Em seguida, fez-se a desidratação da amostra em álcool etílico à vácuo. As amostras foram depositadas em fôrmas que continham resina sintética, e em seguida ficaram expostas por 5 dias a uma temperatura de -5 °C aproximadamente.

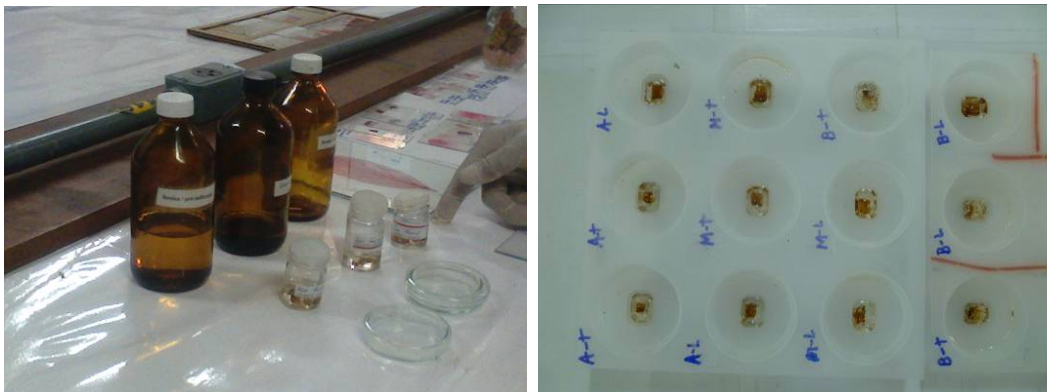


Figura 4.11 – (a) Amostra embebida em álcool etílico; (b) Emblocamento das amostras

Após esta etapa, as amostras resinadas foram fixadas em base de madeira, de tal forma, que proporcionasse cortes transversais mais precisos ao comprimento longitudinal da amostra, este seccionamento foi executado com uma lâmina do micrótomo de marca *American Optical*,

Figura 4.12. Para as análises da morfologia interna, os cortes foram realizados em espessura de 8 μm .



Figura 4.12 – (a) Fixação das amostras em base de madeira; (b) Cortes em micrótomo.

Em seguida, os cortes histológicos foram corados com azul de Toluidina (O'BRIEN e McCULLY, 1981), Lugol para identificar amidos (JENSEN, 1962), Vanilina Clorídrica para identificação de taninos (MACE e HOWEL, 1974) e Vermelho de Rutênio para a identificação de pectinas (JOHANSEN, 1940), Figura 4.13.



Figura 4.13 – (a) e (b) Coloração das amostras para análise.

A obtenção das fotomicrografias referentes a este estudo foi adquirida por meio de câmera fotográfica digital CANON POWER SHOT A650 IS, que foi acoplada ao microscópio óptico *ZEISS PRIMO STAR*.

4.2.4 ENSAIO DE VARIAÇÃO DIMENSIONAL

Os procedimentos adotados para o ensaio para determinação da variação dimensional constituíram-se de pré-lavagem das fibras com lavagem em água corrente, e secagem em estufa a 60°C por 24h. Após a secagem, foram tomadas medições de cada amostra, sendo três medições em cada plano da fibra vegetal de *arumã* (comprimento e seção transversal), este procedimento foi tomado em virtude de seu aspecto de forma ser variável após o beneficiamento.

Vale ressaltar que os instrumentos utilizados nesta etapa foram paquímetros digitais, máquinas fotográficas de alta resolução e um estereomicroscópio óptico modelo Leica EZ4, Figura 4. 14, programa Image J para a leitura da área. Os ensaios foram realizados no Laboratório do Núcleo de Materiais – NUM – Faculdade de Tecnologia - Universidade Federal do Amazonas.

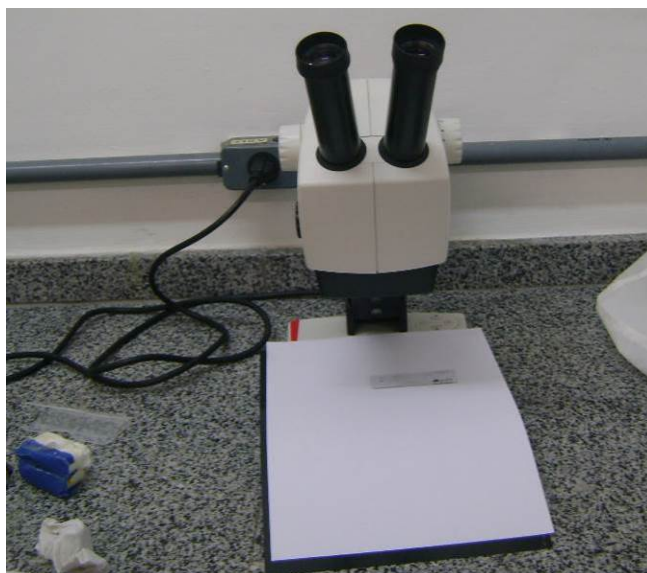


Figura 4.14 – Estereomicroscópio óptico modelo Leica EZ4

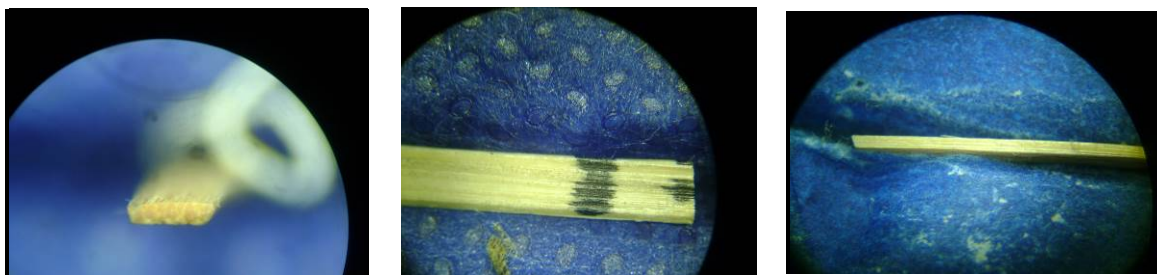
Após a obtenção de duas características físicas das fibras sem tratamento, dividiram-se em blocos o volume de fibras, totalizando para cada tratamento uma média de 30 unidades. Em seguida, fizeram-se os tratamentos de água quente, hornificação, NaOH (2% - 30 min, 2h e 4h; 6%- 30 min, 2h e 4h e 10% - 1 h), Figura 4.15.



(a) (b)

Figura 4.15 – a) Tratamento com NaOH; (b) Hornificação.

Com o fim dos tratamentos das fibras vegetais de *arumã*, por meio do programa Image J, fez-se nova tomada de leituras de áreas das fibras tratadas, obtidas a partir das novas imagens captadas, Figura 4.16 (a), (b) e (c).



(a) (b) (c)

Figura 4.16 – (a), (b) e (c) Tomadas de novas medidas após tratamento das fibras.

O processo final foi composto com a análise estatística destas áreas obtidas antes e após os tratamentos da fibra vegetal de *arumã* com a finalidade de avaliar qual destes procedimentos foi mais eficaz no processo da minização da variação dimensional da fibra vegetal.

4.2.5 ENSAIO DE DETERMINAÇÃO DOS ELEMENTOS COMPONENTES DA FIBRA VEGETAL DE *ARUMÃ*

Os componentes químicos da fibra vegetal são os agentes responsáveis quantitativamente e qualitativamente pelas propriedades que influenciarão no desempenho físico ou mecânico das fibras. Neste estudo, a caracterização química foi realizada no Laboratório da Tecnologia da Madeira – Departamento de Ciências Florestais – Universidade Federal de Lavras - UFLA. Os ensaios de extrativos totais, cinzas, holocelulose e celulose foram realizados com base nas normas apresentadas na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Normas dos ensaios de caracterização química

Origem	Título do Ensaio	Norma
Associação Brasileira Técnica de Celulose e Papel - ABTCP - ABCP M11/77 - 1974	Determinação do material solúvel em etanol-tolueno e em diclorometano e em acetona	NBR 14853 (ABNT, 3p. 2010)
	Determinação do resíduo (cinza) após a incineração a 525° C	NBR 13999 (ABNT, 4p. 2003)
	Determinação de lignina insolúvel em ácido	NBR 7989 (ABNT, 6p. 2010)
	Determinação dos extrativos totais / Determinação do material solúvel em etanol-tolueno e em diclorometano e em acetona.	ABCP M3/89 ABTCP (1974) / NBR 14853 (Norma atualizada)
	Determinação da holocelulose, adaptado de Browning - 1963	

Para realização dos ensaios de determinação dos elementos componentes da fibra vegetal foram empregado os seguintes materiais e equipamentos: Amostra pulverizada; Erlemeyer de 500 ml, copo de Becker de 500 ml, etanol, moinhos de facas, cadinho sinterizado, ácido sulfúrico, ácido nítrico, água, capela, extratores, balança analítica de precisão 0.0001 g, estufa e mufla.

4.2.5.1 PROCEDIMENTOS PRELIMINARES

O ensaio dos extrativos totais foi realizado com as fitas de *arumã* previamente moídas por moinhos de facas e pulverizados em seguida, a fim de torná-las em pó.

4.2.5.2 DETERMINAÇÃO DA UMIDADE DO MATERIAL / MASSA SECA

O procedimento para determinação da umidade do material seguiu os seguintes passos:

1. Secaram-se os cadinhos de porcelana em estufa a $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ por 24 horas, onde após esse período foram retirados da estufa e resfriados por 20 minutos, sendo medidas as massas dos mesmos – CD (tara do cadinho);

2. Em seguida, foi pesado 0,5 g do material de massa estabilizada, sendo anotado o valor - MU;
3. O conjunto cadinho mais a massa estabilizada foram colocados em estufa a 105°C por 5 horas, onde findo o período, foi colocado no dessecador para esfriar e pesar em seguida, e determinada a massa do cadinho contendo a amostra seca - CD+MS;
4. Com os valores determinados anteriormente foi determinado o valor da massa seca e umidade por meio das expressões:

$$MS = (CD + MSF) - CD \quad (05)$$

$$U\% = \frac{MU - MS}{MS} \times 100 \quad (06)$$

4.2.5.3 DETERMINAÇÃO DA MASSA DO MATERIAL ESTABILIZADO

O cálculo para determinação da massa do material estabilizado em câmara de climatização equivalente a 2 g absolutamente seco (X) foi determinado pela expressão:

$$X = 2,0000g \times \left[1 + \left(\frac{U\%}{100} \right) \right] \quad (07)$$

4.2.5.4 DETERMINAÇÃO DOS EXTRATIVOS TOTAIS

Na determinação dos extrativos totais foram seguidos os seguintes passos:

1. Pesou-se o equivalente a 2g de material absolutamente seco, utilizando o cadinho de massa conhecida. Registrou-se o valor pesado – MUR sendo a massa seca real (MSR), ou seja, a massa seca determinada pela equação:

$$MSR = \frac{MUR}{\left[1 + \left(\frac{U\%}{100} \right) \right]} \quad (08)$$

2. Montou-se o sistema de extração - balão volumétrico de fundo chato de 500 mL, soxlet, condensador. Foi realizada a extração utilizando a solução de toluol/álcool etílico (2:1);
3. Com o sistema resfriado, recuperou-se o solvente e adicionou-se no balão volumétrico 250 mL de álcool etílico 96°. Extraiu-se então o álcool etílico;
4. Lavou-se cada cadinho utilizando 1 L de água destilada quente, em seguida, secou-se o cadinho + material livre de extrativos em estufa convencional a $103 \pm 2^\circ\text{C}$ por 24 horas;
5. Após resfriamento dos cadinhos, por aproximadamente 20 minutos, foram pesados e anotados os valores da massa do cadinho contendo a amostra seca - CD+MSF. Em seguida foi determinado o teor de extrativos empregando as equações (09) e (10).

$$MSR = (CD + MSR) - CD \quad MS = (CD + MSF) - CD \quad (08)$$

$$ET\% = \frac{MSR - MSF}{MSR} \times 100 \quad (09)$$

4.2.5.5 DETERMINAÇÃO DO RESÍDUO (CINZA) APÓS A INCINERAÇÃO A 525°C .

Determinação dos componentes minerais

$$MCZ = CD - (CD + MSF) \quad (10)$$

$$CZ\% = \frac{MCZ}{MSR} \times 100 \quad (11)$$

4.2.5.6 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE LIGNINA INSOLÚVEL (ÁCIDA)

No ensaio na determinação do teor de lignina, o material tem que estar livre de extrativos. Sendo assim o teor de lignina pode ser determinado pela expressão:

$$LIG\% = \left(\frac{CD - MSF}{MSR} \right) \times 100 \quad (13)$$

Onde:

MSR – Massa seca real (inicial);

MSF – Massa seca final;

CD – Tara do cadinho.

4.2.5.7 DETERMINAÇÃO DA HOLOCELULOSE

No ensaio na determinação da holocelulose o material tem que está livre de dos extrativos, portanto, o teor dessa substância pode ser determinado por:

$$H\% = \left(\frac{MSF - CD}{MSR} \right) \times 100 \quad (14)$$

Onde,

H – Teor de holocelulose (%);

MSF – Massa da holocelulose mais cadinho poroso n° 01 (g);

CD – Tara do cadinho poroso n° 01 (g);

MSR – Peso seco do material livre de extrativos.

4.2.5.8 ISOLAMENTO DA CELULOSE

O teor de celulose foi determinado seguindo-se procedimento descrito por (KENNEDY, PHILLIPS e WILLIAMS, 1987):

1. Pesou-se cerca de 1 g com precisão de 0,1 mg da holocelulose seca e adicionaram-se 15 mL de KOH 24%;
2. A mistura foi mantida sob agitação, à temperatura ambiente, durante 15 h e, em seguida, filtrada em cadinho de vidro com placa porosa n. 02, previamente tarado;
3. O resíduo sólido resultante (celulose) foi lavado com duas porções de ácido acético 1% (v/v) e água destilada até a neutralidade do material filtrado, e

por último, com etanol ou metanol. A celulose foi então seca em estufa a $105 \pm 5^\circ\text{C}$ até peso constante.

4.2.5.9 DETERMINAÇÃO DA HEMICELULOSES

A determinação de hemiceluloses foi feita por diferença entre a quantidade de holocelulose e a quantidade de celulose, conforme Equação (15):

$$\text{Hemiceluloses} = \text{Holocelulose}(\%) - \text{celulose}(\%) \quad (15)$$

4.2.6 TRATAMENTO NAS FIBRAS DE ARUMÃ

Conforme já mencionado anteriormente, foram realizados na presente pesquisa diversos tratamentos com o objetivo de contornar resultados impresumíveis. Os tratamentos aplicados nas fibras de *arumã* foram os seguintes: Água quente a temperatura de 80°C , hornificação em 10 ciclos e NaOH (2% - 30 min, 2h e 4h; 6% - 30 min, 2h e 4h e 10% - 1 h).

Antes da realização de todos os tratamentos, foi realizado um pré-tratamento em todas as fibras, que consistiu na lavagem das mesmas em água corrente, em condições de temperatura ambiente, seguida por secagem em estufa a 60°C por 24 h. Este processo teve por objetivo retirar as impurezas superficiais, assim como, reduzir a umidade natural e a que foi absorvida na lavagem.

A partir do pré-tratamento, as fibras foram divididas em blocos de 30 unidades cada, sendo submetidas aos tratamentos programados conforme os procedimentos descritos a seguir.

4.2.6.1 ÁGUA QUENTE

Este tratamento consistiu em submeter às fibras vegetais de *arumã* a fervuras que atingissem temperaturas de até 80° . Para tanto, as fibras foram imersas em copo de Becker com água deionizada. Em seguida, o conjunto foi aquecido até a temperatura definida por meio de um processo de aquecimento em chapa aquecedora de laboratório sob controle de

temperatura. O conjunto permaneceu sobre a chapa por um período médio de 40 minutos. Este tipo de tratamento teve como finalidade retirar substancial teor de polissacarídeos contidos na estrutura da fibra vegetal, com intuito de beneficiar desta forma, a zona de transição fibra/matriz.

4.2.6.2 HORNIFICAÇÃO

Este processo consistiu em submeter as fibras vegetais de *arumã* a estágios alternados de imersão em água e secagem. Primeiramente, as fibras foram imersas em um recipiente contendo água a temperatura ambiente durante um período de 7h. Em seguida, as fibras foram retiradas e colocadas em bandejas, após a remoção da água em excesso. Logo depois, essas foram acondicionadas em estufa a 70°C por 7h. As fibras permaneceram na estufa até que estas atingissem a temperatura ambiente. Esse procedimento, o qual representou um ciclo do processo de tratamento, foi repetido por mais 9 vezes, completando-se assim, 10 ciclos para o tratamento.

4.2.6.3 HIDRÓXIDO DE SÓDIO

Neste processo as fibras foram imersas em solução de hidróxido de sódio diluído em água deionizada nas concentrações de 2%, 6% e 10%, por um período de 30 minutos, 2h e 4h, nas concentrações de 2% e 6%, e de 1h na concentração de 10%, Figura 4.17 (a).

Concluído a fase de imersão, as fibras passaram por um processo de lavagem em água, para retirada da solução de hidróxido ainda presente na superfície da amostra, até a condição de que esta superfície apresentasse um pH neutro. A obtenção do pH neutro se faz pela medição em três pontos distintos da amostra, empregando para isto um medidor de pH em fitas da marca *Marcherey Nagel*, Figura 4.17 (b).



Figura 4.17 – a) Fibras de *arumã* imersas na solução de NaOH e (b) Fitas de medição de pH.

4.2.7 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

Com a finalidade de avaliar o efeito de cada tratamento sobre a superfície da fibra de *arumã* foi realizada uma análise visual mais aprofundada por meio de *microscopia eletrônica de varredura (MEV)*, para tanto, o equipamento utilizado foi o *ZEISS LEO 440* com detector *OXFORD* (modelo 7060). Esse ensaio foi realizado no laboratório do Instituto de Química de São Carlos/ SP – IQSC.

As amostras das fibras de *arumã* tratadas e não tratadas foram previamente metalizadas, colocadas em repouso por 24 h, sendo em seguida introduzidas no equipamento para a visualização e aquisição de imagens.

4.2.8 TRAÇÃO DIRETA

O ensaio de tração direta nas fibras longas de *arumã* foi executado em um equipamento *EMIC DL 3000* com célula de carga 1 kN a uma velocidade de 1,5 mm/min. (Figura 4.18).

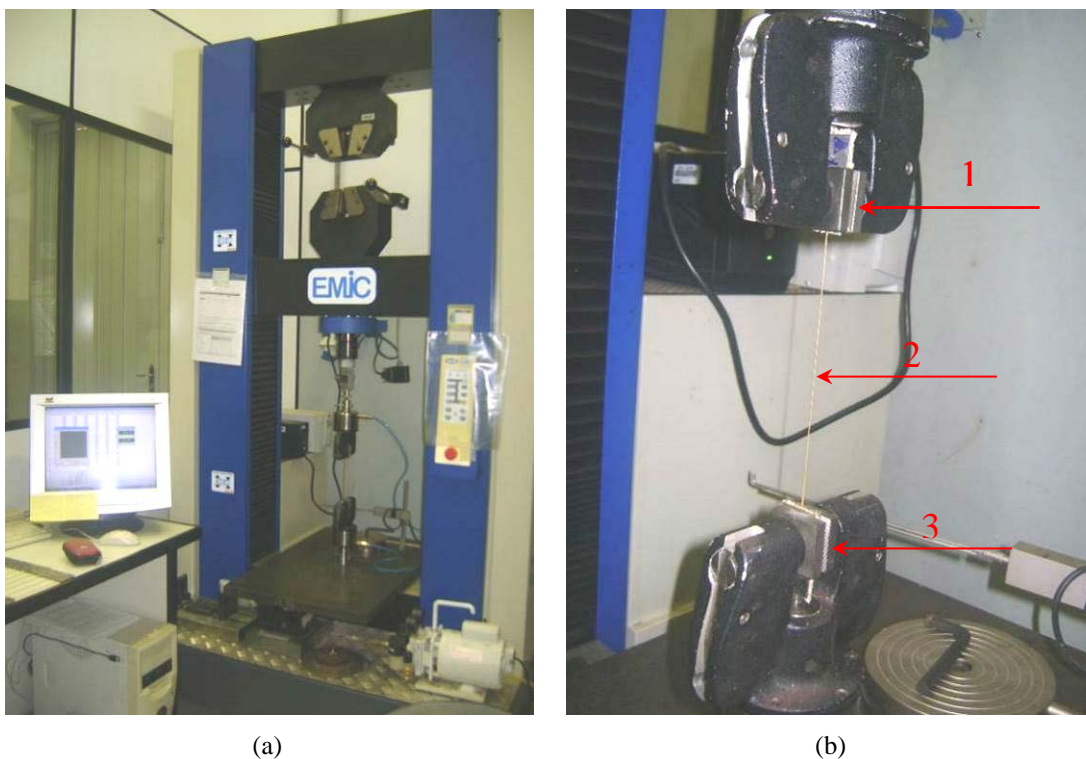
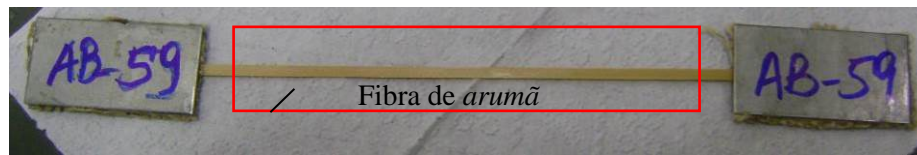


Figura 4.18 –Ensaio de tração direta – EMIC DL 3000. (1) e (3) Chapas em alumínio revestidas com tecido de juta; (2) Fibra de *arumã*

As amostras apresentavam um comprimento de 15 cm e seção transversal variável, sendo a largura e a espessura, as quais definem a seção transversal, medidas em três pontos diferentes, adotando-se para o cálculo das tensões a média desses valores.

Para que não houvesse o deslizamento das garras do equipamento e nem tão pouco o esmagamento durante o ensaio, prejudicando a avaliação correta das tensões de tração na fibra, na preparação das amostras foram colocadas proteções nas extremidades da fibra, sendo utilizadas placas em alumínio revestidas internamente com tecido de juta (ver Figura 4.19), que foram presas as garras pneumáticas com carga de 2 kN.



(a)



(b)

Figura 4.19 –Ensaio de Tração Direta – (a) Fibra Vegetal de Arumã e (b) Chapa em alumínio, revestida com tecido de juta.

4.2.9 ÂNGULO DE CONTATO

Define-se molhabilidade como sendo a habilidade que um líquido tem em manter contato com uma superfície sólida. Deste modo, para se estudar a molhabilidade de uma superfície, coloca-se uma gota de um líquido sobre a mesma e determina-se o ângulo de contato. Portanto, o ângulo de contato representará a medida quantitativa do fenômeno de molhabilidade, Figura 4.20.

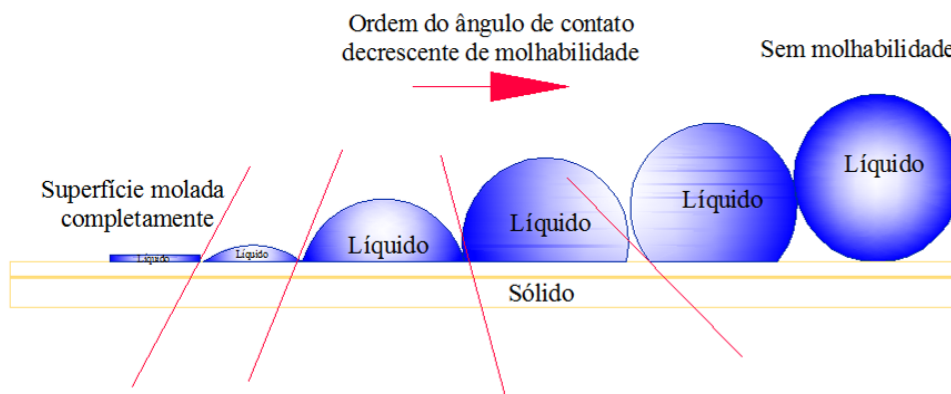
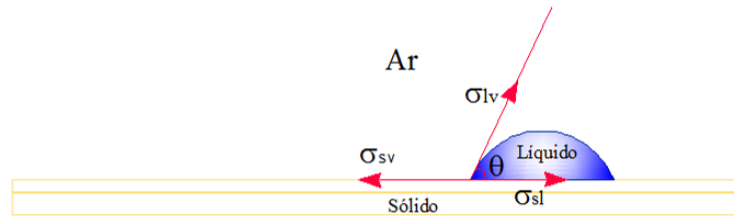


Figura 4.20 - Escala de molhabilidade de acordo com ângulo formado junto à superfície sólida

O ângulo de contato é o ângulo que a interface líquido/vapor faz com a superfície do sólido no qual a gota repousa, é, portanto, o ângulo formado entre um plano tangente a uma

gota do líquido no qual está contida uma tensão superficial conhecida e um plano contendo a superfície onde o líquido se encontra depositado, em escala de variação de 0 a 180° (SÁ, 2006), Figura 4.21.



- θ - Ângulo de contato
- σ_{sv} - Tensão superficial entre sólido e vapor
- σ_{lv} - Tensão superficial entre líquido e vapor
- σ_{sl} - Tensão superficial entre sólido e líquido

Figura 4.21 – Ângulo de contato

É por meio do ângulo de contato que se pode quantificar, de maneira representativa, o comportamento entre uma superfície sólida e um líquido. Este parâmetro, quando a água é o líquido, torna-se uma análise da medida de hidroficidade do material em estudo (sólido).

A molhabilidade dependerá da estrutura química da superfície e da sua rugosidade, portanto, o ângulo de contato tem a possibilidade de identificar relevo e porosidade da superfície do material sólido, e em casos específicos, visualizar a influência do tratamento químico sobre estas superfícies.

O nível de penetração do líquido no sólido determina o grau de atração entre estes materiais, estabelecido dentro de uma escala, onde um ângulo de contato menor do que 90° indica que o líquido tenha a tendência de molhar a superfície, do contrário, para um ângulo maior do que 90° ocorre o oposto, conforme mostrado na Figura 4.22.

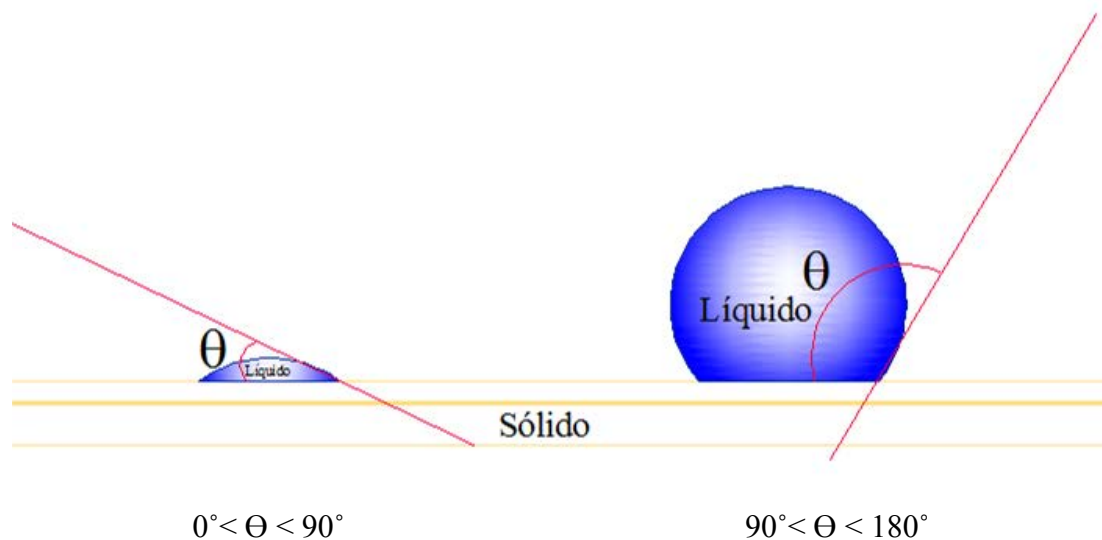
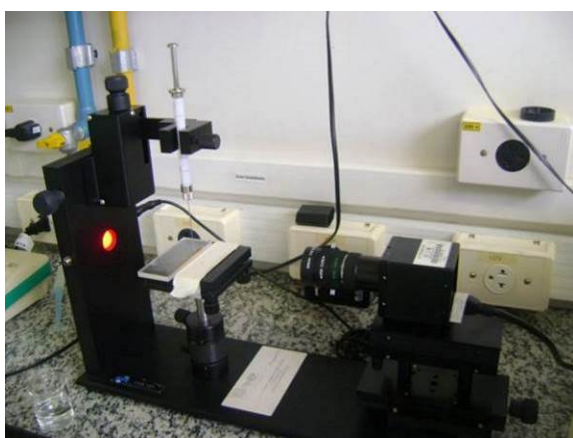
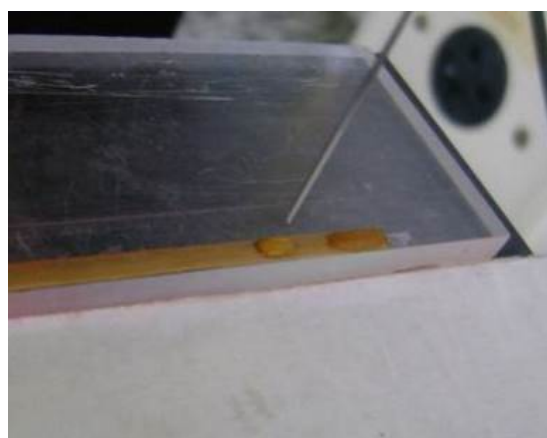


Figura 4.22 - Ângulo maior que 90°

A obtenção dos valores do ângulo de contato foi feita por meio do equipamento KSV CAM101, com captura de 30 imagens/segundo, realizado no Laboratório da EMBRAPA de São Carlos/SP, sob as seguintes condições: umidade relativa de 60% e 25° C, conforme Figura 4.23. Para tanto, o equipamento é acoplado a um computador com um software que determina o ângulo de contato, calculando a inclinação da tangente à superfície ajustada ao formato da gota, por meio de uma expressão matemática.



(a)



(b)

Figura 4.23 – Equipamento KSV CAM101; (b) Amostra de fibra de *arumã* em ensaio.

4.3 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DOS MATERIAIS

4.3.1 ENSAIO DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX)

A fluorescência de Raios X é uma técnica não destrutiva que permite obter resultados qualitativa e quantitativamente, apontando resultados que possam estabelecer proporções de cada elemento existente na amostra, baseando-se na medida das intensidades dos Raios X fornecidos pelos componentes da amostra analisada. É uma técnica que determina de forma rápida os componentes e microconstituintes de matérias. Como procedimento seguro, a amostra a ser analisada deve conter todos os elementos presentes da amostra principal.

O equipamento utilizado neste ensaio é o Espectrômetro de Fluorescência de Raios X, Equipamento *FLUORESCENCE SPECTROPHOTOMETER F-4500*, auxiliado no tratamento dos dados por *software* de controle (Figura 4.24). Os ensaios foram realizados no Laboratório de Central de Análises Químicas Instrumentais do Instituto de Química de São Carlos (IQSC-USP), tendo como objeto de análise as amostras de metacaulinita, calcário, cimento CPV – ARI, fibra vegetal de *arumã* com finalidade de determinar suas composições químicas.



Figura 4.24 – Equipamento *Fluorescence Spectrophotometer F-4500*

O procedimento adotado no ensaio foi com única amostra representativa tomada para análise de aproximadamente 4 mg. O tempo de leitura para cada condição do Omnic corresponde ao “*Live Time*”, que corresponde às quatro condições do Omnic de 840

segundos, ou seja, o tempo que o equipamento leva para analisar cada amostra. Para cada condição do Omnian, a tensão do tubo (kV) tem um valor diferente. O detector do equipamento é um “*Silicon Drift Detector*”.

4.3.2 TERMOGRAVIMETRIA

O ensaio de análise termogravimétrica foi realizado nas dependências do Laboratório de Análise térmica, eletroanalítica e química de soluções – IQSC / USP. O equipamento utilizado para o ensaio DSC-TGA, modelo SDT Q-600, da TA Instruments, cadinho de platina, pinças metálicas, álcool, graal em porcelana, para os ensaios de caracterização dos materiais. Enquanto que a análise para as pastas cimentícias foram realizadas em mesmas condições de ensaios no Laboratório de Engenharia de Produção – São Carlos – SP.

Para tanto, colocou-se uma amostra de 10 mg de cada fibra vegetal de *arumã* maceradas na haste do equipamento. Em seguida, introduziu-se no equipamento a amostra, onde é feita a aquisição de dados com as devidas alterações e degradações da amostra, por meio de um programa instalado ao sistema de gerenciamento computacional do equipamento.

Para as fibras de *arumã* foi necessário o emaceração, entretanto, para a metacaulinita, calcário e cimento CPV - ARI as amostras foram pulverizadas. Empregou-se o seguinte padrão de ensaio: temperatura 1000° C, atmosfera inerte (N₂), taxa de aquecimento de 10° C/min e fluxo de 100 mL/min⁻¹.

4.4 DOSAGEM DA MATRIZ

A matriz foi escolhida tomando-se como base a matriz utilizada por Melo Filho (2012), visto que essa matriz cimentícia, conforme resultados de termogravimetria, apresentava sua composição livre de hidróxido de cálcio.

Em seu trabalho, Melo Filho (2012) utilizou uma matriz com dosagem 1:1:0,4, (material cimentício, areia e fator a/c), onde o material cimentício foi constituído de 50% de cimento e 50% de metacaulinita. No presente trabalho, a matriz sofreu algumas modificações,

com a substituição da areia por outro material inerte, o calcário e o material cimentante, metacaulinita de origem diferente daquela empregada por Melo Filho (2012).

Assim, foi realizado um estudo de dosagem, empregando um superplastificante diferente do utilizado por Melo Filho (2012), levando em consideração que o método adotado de moldagem neste trabalho requeria uma matriz mais fluida, com características autoadensáveis. Para tanto, ensaios com o mini tronco de Kantro foram realizados para avaliação do ponto de saturação do superplastificante na matriz (Figura 4.25).

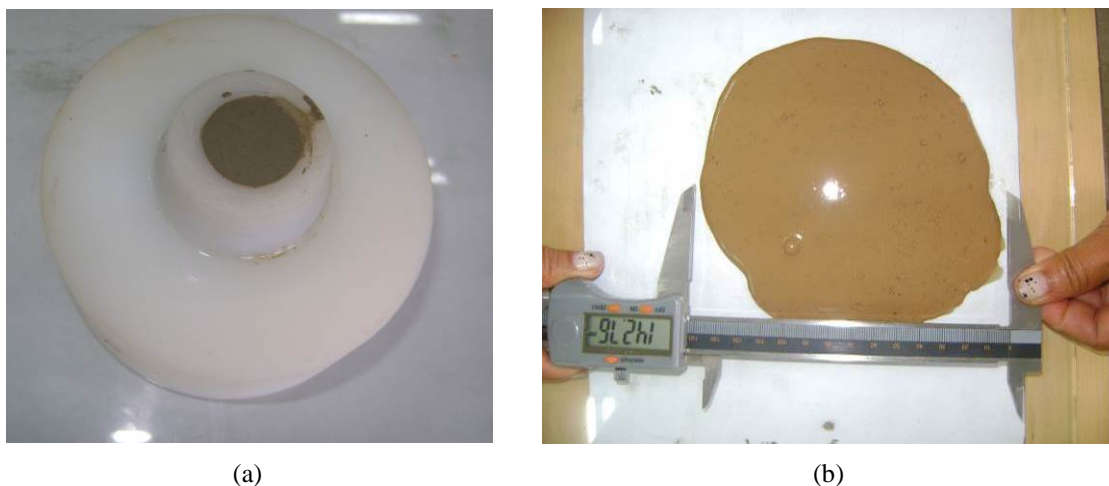


Figura 4.25 – Ensaio de consistência pelo mini tronco de cone (a) Mini tronco de cone e (b) Medida do espalhamento.

Com os resultados do ensaio de consistência foi definido para a produção dos compósitos o traço 1: 0,54: 0,4 (material cimentante : calcário : fator água/material cimentante), sendo o material cimentante composto por 50% de cimento e 50% de metacaulinita, com um teor de superplastificante de 1,75%.

4.5 PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS

Antes da produção dos compósitos, foi necessário realizar primeiro o processo de produção da trama bidirecional das fibras de *arumã*, que consistiu em procedimentos manuais com auxílio de régua, paquímetro, bases de madeira e grampos de aço.

A fixação da trama teve que ser realizada em bases de madeira fixadas nas extremidades por grampos de aço, Figura 4.26 (a). Após toda a fixação das fibras em uma única direção, dentro de um espaçamento máximo de 5 mm, iniciou-se a confecção bidirecional alternada da trama Figura 4.26 (b).

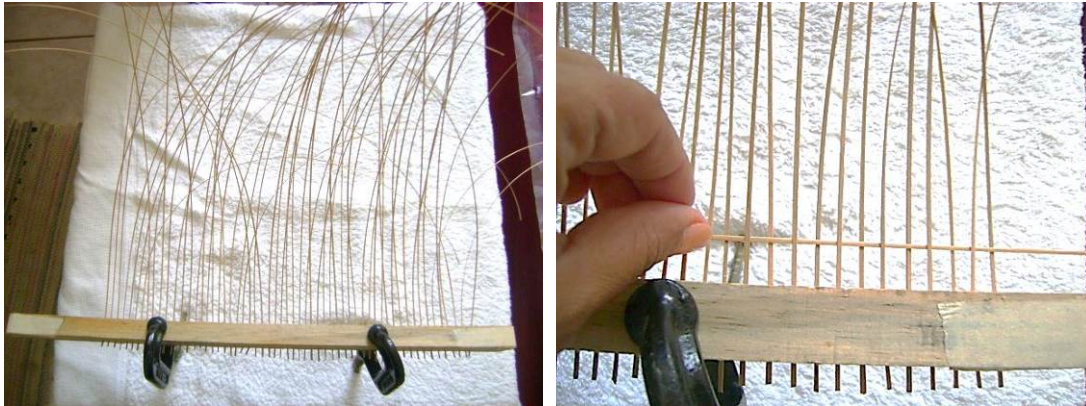


Figura 4.26 – (a) Aparato para confecção das fibras de *arumã*; (b) Confecção da trama.

Ao longo desta fase, tem que se fazer ajustes de estreitamento do espaçamento entre fibras, tentando fixá-las com espaçamento máximo de 5 mm, Figuras 4.27 (a e b). Após esta etapa de ajustes, há a necessidade de ao final da confecção da tela, se fazer uma última checagem destes espaçamentos, e a partir daí, fixar em pontos estratégicos com cola *bonder* 48h.

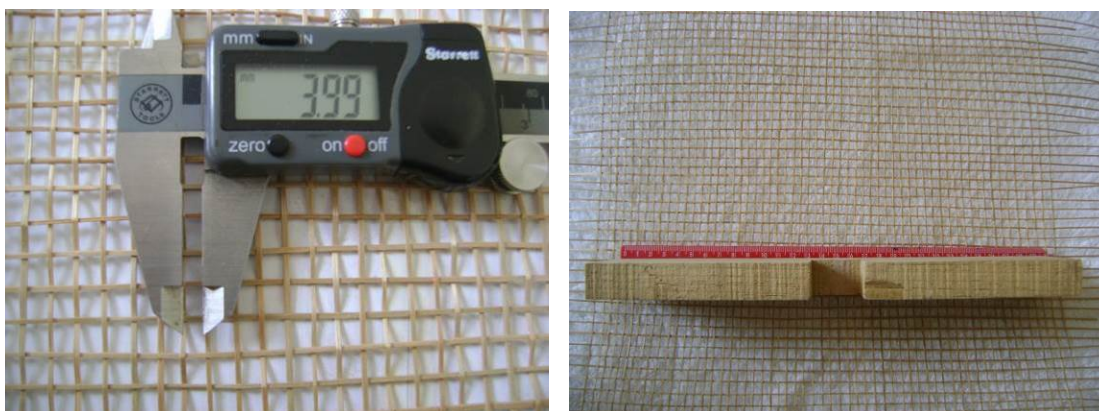


Figura 4.27 – (a) e (b) Conferência de espaçamento da trama.

Após a produção da trama bidirecional da fibra de *arumã*, iniciou-se o processo de produção dos compósitos, a seguir descritas.

As misturas foram preparadas em uma argamassadeira planetária com capacidade de 20 l. Os passos para preparação da matriz consistiram em:

- Mistura do material seco (cimento, calcário e metacaulinita) por 30 segundos na argamassadeira;
- Diluição do superplastificante em água e lançamento na argamassadeira por, aproximadamente, 30 segundos;
- Mistura dos materiais durante 2 minutos;
- Parada de 30 segundos para retirada de material retido na argamassadeira;
- Mistura final por mais 2 minutos;

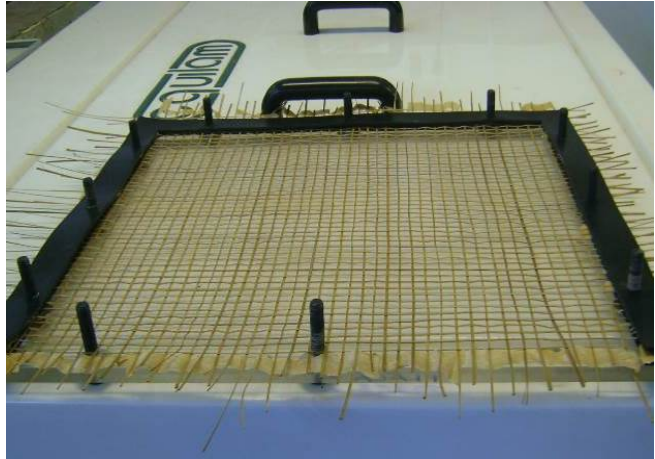
Após este processo, a mistura foi vertida em fôrmas de acrílico (Figura 4.28 (a)) com dimensões de 35 x 35 x 10 mm. A fôrma utilizada na moldagem das placas de compósitos foi confeccionada em acrílico, com contenção lateral em borracha, de modo a impedir a saída de material durante a moldagem, tendo abertura na parte superior e lateralmente fixada nas extremidades por um sistema de parafusos, conforme mostrado na Figura 4.28(a).

Duas telas de fibras de *arumã* foram posicionadas equidistantes à superfície média da placa de modo que elas ocupassem uma posição também simétrica em relação a superfície média do compósito produzido. Essas telas foram fixadas nas extremidades por um sistema de vedação composto por lâmina de borracha e parafusos de fixação de tal modo que permanecesse na posição desejada, vide Figura 4.28(b). As telas foram trançadas com fibras de *arumã* em duas direções formando malhas bidirecionais, conforme pode ser observado na Figura 4.28(b), com espaçamento entre fibras de 5 mm.

Após a produção da argamassa iniciou-se a moldagem do laminado, colocando-se a fôrma na posição vertical e vertendo-se a argamassa pela abertura superior (Figura 4.28(e)). A argamassa por ser autoadensável foi preenchendo gradativamente os espaços vazios até a completa moldagem, sendo em seguida acomodada em embalagem plástica para cura mais eficiente, conforme pode ser observado na Figura 4.28 (f).



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 4.28 – Moldagem dos compósitos (a) forma em acrílico; (b) Colocação das fibras; (c) Fibras posicionadas; (d) Detalhe da forma com as fibras; (e) Colocação da matriz e (f) Compósitos moldados.

Após o término da fase de moldagem, os laminados foram lacrados em sacos plásticos por dois dias à temperatura ambiente. Em seguida, os compósitos foram colocados em um tanque com capacidade de 480 l (Figura 4.29(a)) a 70°C para cura térmica por cinco dias (Figura 4.29 (b)). A finalidade da cura térmica é acelerar as reações químicas e físicas que ocorrem no período de hidratação de uma pasta cimentícia.



(a)



(b)

Figura 4.29 – (a) Banho térmico e (b) Amostras em sacos plástico e temperatura de 70°C.

Passados os cinco dias de cura térmica, as placas de laminados cimentícios (350 x 350 x 10 mm) foram cortadas em serra disco movida por um sistema hidráulico, perfazendo um número de 12 corpos de prova com dimensões aproximadas de 40,00 x 160 x 10 mm (ver Figura 4.30 (a)).

Vale ressaltar que antes de cada ensaio mecânico ou físico, os CP's ficaram imersos em água por 24 horas (Figura 4.30 (b)).



(a)



(b)

Figura 4.30 – Bancada de serra; Corpos-de-prova cortados e imersos em água.

4.6 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DO COMPÓSITO

4.6.1 ENSAIOS DE COMPRESSÃO

O ensaio foi realizado em uma máquina universal, marca EMIC, modelo DL 30000/PC 200 (ver Figura 4.31 (a)), a uma velocidade de deslocamento de 0,1 mm/min. Para realização do ensaio foram moldados seis corpos de prova cilíndricos de argamassa com dimensões de 50 mm de diâmetro por 100 mm de altura, os quais, após cura úmida de 28 dias, Figura 4.31 (b), foram submetidos ao ensaio.

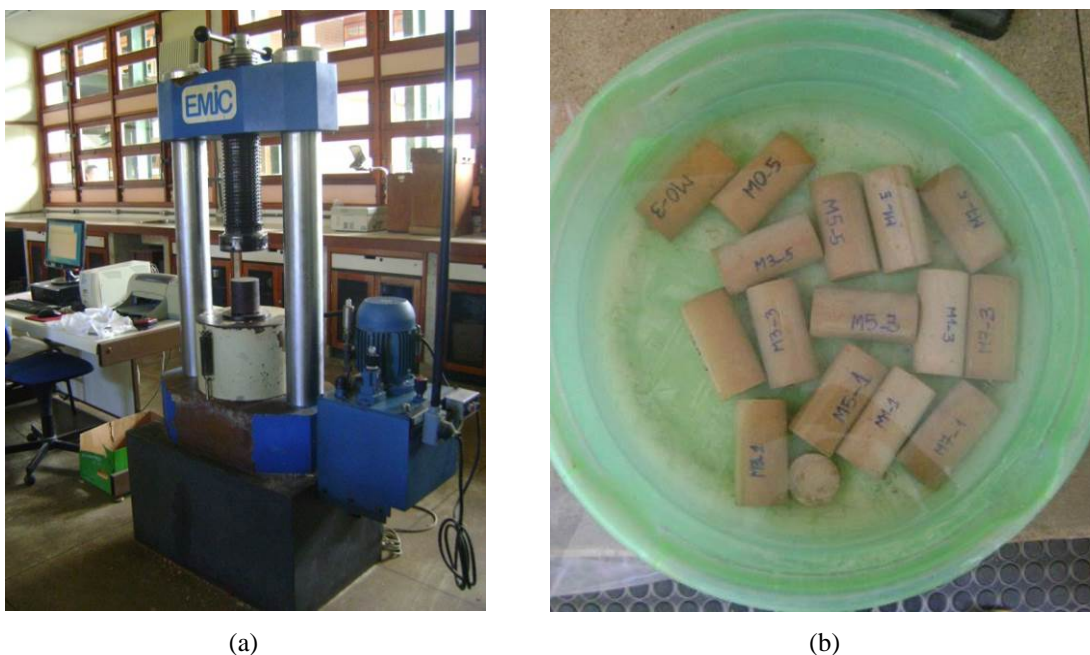


Figura 4.31 - (a) Máquina para ensaio de corpo-de-prova de argamassa à compressão e (b) Cura úmida de corpos-de-prova.

As moldagens dos corpos-de-prova foram realizadas conforme a NBR 7215 (1996). Os deslocamentos e o carregamento aplicado foram obtidos por um sistema de aquisição de dados “TESC”.

4.6.2 ENSAIO DE FLEXÃO EM QUATRO PONTOS

O ensaio foi realizado em uma máquina de ensaios eletromecânica marca EMIC, modelo 30000N, com célula de carga de 1 kN, e velocidade de deslocamento de 1,5 mm/min, com cargas aplicadas a cada 1/3 do vão (45 mm), cujo o comprimento total corresponde a 135 mm. O sistema conta com auxílio de um deflectômetro que fica posicionado na área central e inferior do vão do corpo-de-prova. Para tanto, foram utilizados oito corpos-de-prova com dimensões de 40,00 mm x 19,00 mm x 160,00 mm (largura x espessura x comprimento), cortados em uma bancada de serra com potência SSP - 75. As recomendações previstas na

Rilem Technical Committee 49 TRF – Testing methods for fibre reinforced cement-based composites – 1984 foram aplicadas aos ensaios.

Antes do ensaio, os corpos-de-prova foram imersos em água por 24h. Em seguida cada amostra foi posicionada em um dispositivo de ensaio de quatro pontos montado na máquina de ensaio conforme mostrado na Figura 4.32.

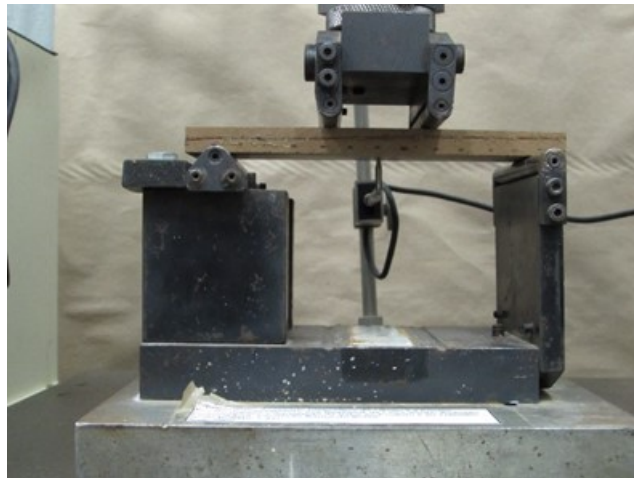


Figura 4.32 — Ensaio de flexão em quatro pontos.

Com os resultados obtidos do ensaio, para cada amostra foram determinados o Módulo elástico (MOE), o Limite de proporcionalidade (LOP), o Módulo de ruptura (MOR) e a Energia específica (EE) de acordo com as expressões 16 a 19.

$$MOR = \frac{P_{\max} \times L_v}{bh^2} \quad (16)$$

$$MOE = \frac{276 \times L_v}{1296 \times b \times h^3} m \quad (17)$$

$$LOP = \frac{P_{lop} \times L_v}{b \times h^2} \quad (18)$$

$$EE = \frac{EA}{b \times h} \quad (19)$$

Onde:

P_{\max} – Força máxima aplicada no corpo-de-prova

L_v – Distância entre os apoios inferiores – 135 mm

b – Largura do corpo-de-prova

h – Espessura do corpo-de-prova

m – Tangente do ângulo da curva linear

P_{lop} – Força máxima atingida antes do corpo-de-prova ultrapassar limite de proporcionalidade

EA – Energia absorvida, obtida pela integral da área sob a curva (força x deflexão)

4.6.3 ENSAIO DE *PULL OUT*

Para o ensaio de *pull out* foram moldados corpos de prova cilíndricos com a mesma matriz empregada para a moldagem das placas. No centro de cada corpo de prova foi colocada uma fibra de *arumã* com comprimento de aproximadamente 50 mm. Os corpos de provas possuíam altura de 25 mm e diâmetro de 10 mm (Figura 4.33 (b)), sendo a moldagem destes realizadas conforme mostrada na Figura 4.33 (a). Este ensaio foi baseado em SILVA *et. al* (2009).



(a)



(b)

Figura 4.33 — (a) Moldagem dos corpos-de-prova para o ensaio de *pull out* e (b) corpos-de-prova.

Os corpos de prova foram moldados em tubos de PVC que eram encaixados em placas de acrílico. Após a inserção das fibras nos tubos, as placas de acrílico eram encaixadas nos tubos e presas. Para evitar que a pasta saísse pelo furo das fibras foram colocadas entre os corpos de prova e as placas de acrílico borracha de vedação.

No processo de moldagem, o furo lateral dos tubos de PVC foram posicionados para cima, de tal forma que possibilitasse a melhor injeção da matriz cimentícia (Figura 4.33 (a)).

Durante a operação da injeção da matriz cimentícia foram produzidas manualmente leves vibrações nos corpos-de-prova para eliminar ao máximo a concentração de bolhas de ar na matriz.

Concluída a etapa da injeção da matriz, os corpos de prova foram colocados em repouso durante 24 horas, sendo em seguida envolvidos por um saco plástico, com intuito de evitar a influência da temperatura ambiente sobre eles, impedindo o surgimento de microfissuras superficiais.

Após os 28 dias de cura os corpos-de-prova foram encaminhados para o ensaio de *pull out*, onde foi utilizado o equipamento MTS *Landmark – Servohydraulic Test System* (Figura 4.34 (a)), com célula de carga de 1 N e velocidade de ensaio 0,50 mm/min. O ensaio foi gerenciado pelo programa *Station Manager* para aquisição dos dados.

Vale ressaltar que a boa acoplagem do corpo-de-prova nas garras do equipamento é fundamental na obtenção de resultados mais precisos (Figura 4.34 (b)). A fibra embutida no corpo-de-prova deve estar posicionada de forma vertical e retilínea, no centro tanto da garra de apoio quanto da de arranque.



a)



(b)

Figura 4.34 – (a) Máquina de ensaio MTS e (b) corpos-de-prova.

4.7 ABSORÇÃO DE ÁGUA/DENSIDADE E POROSIDADE APARENTE

A caracterização física do laminado ocorreu de acordo com procedimentos indicados na ASTM C 948 – 81 (2001). Iniciou com a idade de 8 dias, com a imersão dos corpos-de-prova em água por 24 horas, e mede-se esta massa num intervalo de 2 horas, denominando-a

de massa imersa, ou, absorção de água por imersão (P_i). Os procedimentos de ensaio seguem com a amostra retirada da superfície da água, sendo enxugadas as faces dos corpos-de-prova com uma toalha, e pesa-se, obtendo-se a massa da superfície seca saturada (P_u). Ao término desta fase, os corpos-de-prova foram conduzidos a uma secagem em estufa por 48 h, a uma temperatura de $100 \pm 3^\circ \text{C}$. Decorrido as 48 horas, as amostras são armazenadas em dessecador a fim de ocorrer seu resfriamento sem adquirir umidade externa, e em seguida foram pesados, e adquirindo-se a massa seca (P_s).

Mediante as variáveis obtidas, podem-se determinar as seguintes grandezas:

$$\rho_s = \frac{P_s}{P_u - P_i} \quad (20)$$

$$\rho_{umid} = \frac{P_u}{P_u - P_i} \times \rho_{liq} \quad (21)$$

$$Abs_{\text{água}} = \left(\frac{P_u - P_s}{P_s} \right) \times 100 \quad (22)$$

$$P_{apar} = \frac{P_u - P_s}{P_u - P_i} \times 100 \quad (23)$$

Onde,

ρ_s – Densidade seca – g/cm^3 ;

ρ_{umid} – Densidade úmida – g/cm^3 ;

ρ_{liq} – Densidade do líquido – g/cm^3 ;

$Abs_{\text{água}}$ – Absorção da água – %;

P_{apar} – Porosidade aparente – %;

Ps – Massa seca – g;

Pu – Massa seca saturada – g;

Pi – Massa imersa, ou absorção de água por imersão – g.

4.8 ENVELHECIMENTO ACELERADO

Para avaliar a durabilidade do compósito, com relação às suas propriedades físicas e mecânicas, 14 corpos de prova de cada grupo estudado foram submetidos a 50 ciclos de envelhecimento acelerado de imersão e secagem, após o período de cura térmica. O objetivo dos ciclos é simular a exposição do material a ataques naturais provocados pelos fenômenos climáticos, típicos de países tropicais. Este ensaio foi baseado na norma EN 494 (106).

Os ciclos foram realizados submetendo os corpos de prova a banho automático em estufa conforme programação prévia, sendo utilizado o equipamento da marca MARCONI, modelo MA 035.

Cada ciclo corresponde à imersão dos corpos de prova em água por 170 minutos, seguido por aquecimento até atingir a temperatura de 70°C, por um período de tempo igual. Há um intervalo de 10 minutos entre ciclos.

Ao final do processo os corpos de prova foram retirados e imersos em água a temperatura ambiente durante 24 horas, para em seguida serem submetidos aos ensaios físicos e mecânicos.

A Figura 4.35 (a) mostra os corpos-de-prova prontos para serem imergidos em banho Maria e a Figura 4.35 (b) apresenta os corpos-de-prova no equipamento de banho Maria, que dispõe de bomba para circulação da água e controle automático de temperatura.



(a)



(b)

Figura 4.35 –Ensaio de envelhecimento acelerado por ciclos de molhagem e secagem

4.9 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Para a verificação com maior precisão das fases da matriz cimentícia em estudo, onde fosse possível visualizar a zona de transição pasta/fibra, foi necessária a utilização da técnica da Microscopia Eletrônica de Varredura. Para tanto, vários foram os procedimentos adotados neste ensaio, desde o preparo da amostra até a adequação da técnica apropriada, com o objetivo de alcançar o melhor resultado possível no processo.

O estudo foi realizado em amostras para idades de 3 dias e 28 dias. Essas amostras foram analisadas após a retirada de amostras na região fraturada do compósito no ensaio de flexão, com a coleta da mesma logo após a realização do ensaio mecânico (de acordo com suas idades). Outro aspecto que foi levado em consideração diz respeito a análise das modificações morfológicas na superfície das fibras e nas áreas fraturadas do laminado em estudo, a qual foi realizada por meio de imagens obtidas por MEV.

Após o término do polimento ou dos outros tipos de preparo da amostra, em seguida, suas faces foram metalizadas com ouro ou carbono, um dia antes do ensaio de Microscopia Eletrônica de Varredura pelo Sistema de Energia Dispersiva (EDS). Depois do período de

metalização da amostra, o ensaio foi realizado com a análise da microestrutura deste corpo de prova no ensaio de Microscopia Eletrônica de Varredura pelo Sistema de Energia Dispersiva (EDS), por meio de uma análise quantitativa para identificação dos produtos hidratados na mistura, assim como, verificando as afinidades existentes entre Al/Ca, Ca/Si e outras mais.

Para um estudo mais preciso, fez-se necessário o uso do equipamento Microscópio Eletrônico de Varredura da Marca *LEO* – Modelo 440, com detector *OXFORD*, no Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura, do Laboratório de Química - USP. As imagens eletrônicas foram obtidas nas condições analíticas das amostras anteriormente preparadas, e para tanto, adotaram-se padrões onde ocorram feixes de elétrons com resolução nominal de 20 kV, vácuo de metalização de 10^{-5} bar.

4.10 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Para a análise estatística os fatores delineados no tratamento das fibras com o NaOH foram as concentrações de NaOH [2%; 6%; 10%] e o tempo de exposição [0,5 horas; 1 hora; 2 horas; 4 horas] das fibras com relação ao NaOH. Cabe ressaltar que a concentração de 10% foi utilizada apenas para o tempo de 1 hora, não associada com os demais períodos. A combinação dos níveis dos fatores concentrações de NaOH [%NaOH] e tempo de exposição [Temp], com exceção do tempo de 1 hora, forneceu um planejamento fatorial completo com seis tratamentos distintos, explicitados na Tabela 4.2 -.

Tabela 4.2 - Planejamento fatorial completo

Tratamentos	Fatores	
	%NaOH	Tempo
T1	2%	0,5h
T2	2%	2h
T3	2%	4h
T4	6%	0,5h
T5	6%	2h
T6	6%	4h

Este planejamento foi avaliado por meio da Análise de Variância (ANOVA), considerada ao nível de 5% de significância (α), com o auxílio do software Minitab[®] versão 14.

Para a ANOVA, a hipótese nula (H_0) formulada consistiu na equivalência das médias entre os tratamentos, e da não equivalência como hipótese alternativa (H_1) [(não equivalência de pelo menos duas médias)]. Para tanto, P-valor (probabilidade P) superior ao nível de significância implica em se aceitar H_0 , refutando-a em caso contrário.

Para validação da ANOVA foram testadas a normalidade nas distribuições por propriedade (teste de normalidade de Anderson-Darling [AD]), a homogeneidade das variâncias dos tratamentos (teste de Bartlett [Bt]) e a independência dos resíduos (gráfico de resíduos versus ordem).

Pela formulação das hipóteses dos testes de validação, também avaliados ao nível de 5% de significância, P-valor superior a 5% implica que as distribuições por variável-resposta são normais e que as variâncias dos tratamentos são equivalentes, validando-se assim o modelo de ANOVA. Para o caso da não normalidade em alguma das propriedades investigadas pela ANOVA, a transformada de Johnson foi utilizada.

A análise do planejamento completo pela ANOVA possibilita investigar a influência de cada fator isoladamente em cada propriedade investigada, assim como da significância dos efeitos de interação entre os fatores.

Acusada significância de um fator isolado pela ANOVA, na sequencia utilizou-se do teste de comparações múltiplas de Tukey (teste de contraste) para o agrupamento dos níveis do fator, possibilitando, por propriedade, evidenciar o melhor nível do fator investigado. Do teste de Tukey, em que os agrupamentos são identificados por letras (A, B, C,...). A representa o tratamento de maior valor médio, B o de segundo maior valor médio e assim sucessivamente, e letras iguais implicam tratamentos com médias equivalentes. Para o caso da interação ser significativa, gráficos de interações entre fatores foram utilizados como forma de auxiliar na interpretação destes efeitos.

Como discutido em material e métodos, além do tratamento por NaOH as fibras também foram tratadas com água quente e por hornificação. Estes dois últimos tratamentos foram realizados não se variando fator algum e são independentes um do outro.

Como forma de eleger o melhor tratamento a ser utilizado nas fibras componentes da trama (tecido bidirecional) para uso como elemento de reforço no compósito de matriz cimentícia, assim como de verificar o efeito dos tratamentos com relação às fibras não tratadas (condição de referência - testemunha), o melhor tratamento do planejamento fatorial completo, (Tabela 4.3) juntamente com o tratamento por NaOH a concentração de 10%, por água quente e por hornificação, a ANOVA foi utilizada, e acusada significância por resposta (módulo de elasticidade [MOE_t] e resistência última à tração [f_t]), na sequencia foi-se utilizado novamente o teste de Tukey. Para este estudo e para o anterior (Tabela 4.3) foram utilizadas 10 amostras para cada condição experimental.

Além do módulo de elasticidade (MOE_t) e da resistência última à tração (f_t), variáveis utilizadas como critério na escolha do melhor tratamento das fibras, a variação dimensional das fibras (VD) também foi avaliada. Para esta propriedade, os tratamentos em análise e o número de amostras por tratamento são apresentados na Tabela 4.3. A ANOVA foi utilizada para investigar o efeito de cada tratamento nos valores da variação dimensional.

Tabela 4.3 - Tratamentos investigados na análise da variação dimensional e número de amostras por tratamento.

Tratamentos		No de amostras
T1	Água Quente	9
T2	Hornificação	29
T3	10% de NaOH	24
T4	6% de NaOH a 0,5 horas	10
T5	6% de NAOH a 2 horas	10
T6	6% de NAOH a 4 horas	9

Depois de eleito o tratamento que forneceu os melhores resultados para as propriedades mecânicas, este foi utilizado na confecção do tecido para reforço dos compósitos de matriz cimentícia em conjunto com os materiais fabricados com o uso do tecido feito com as fibras não tratadas (referência) e com fibras tratadas por hornificação.

Os compósitos do melhor tratamento (Tabela 4.2 -) assim como os fabricados segundo o processo de hornificação das fibras, passaram ambos pelo processo de envelhecimento acelerado. Para estes compósitos, a ANOVA foi utilizada para investigar a melhor dentre as condições experimentas elencadas nos valores do módulo de resistência na flexão estática (MOR_f), possibilitando eleger a melhor condição utilizada na fabricação dos materiais assim como de avaliar os efeitos provocados pelo processo de envelhecimento artificial. Para este estudo foram utilizadas 10 amostras para cada condição experimental.

5 RESULTADOS

5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE ARUMÃ

5.1.1 MORFOLOGIA

Do ponto de vista morfológico, o arumã possui haste rígida alongada, em forma de tronco de cone e, apesar de que alguns autores afirmarem que o *Ischnosiphon arouma (aubl) Korn* atinge altura de até 2,5 m, foram encontrados nos trabalhos de coleta em campo exemplares que mediam de 1,00 m a 1,50 m aproximadamente de comprimento, os quais eram jovens ou brotos, enquanto que os adultos chegavam a atingir em torno de 4m, com poucas folhagens ovais no topo da planta, Figura 5.1.



(a)



(b)

Figura 5.1 - a) No topo da planta, observam-se folhagens ovais; b) Haste rígida em forma de tronco de cone alongada

Em seus nichos típicos, a espécie apresenta-se em forma de touceiras. Na idade adulta as folhas atingem dimensões de 0,50 m de comprimento e 0,25 m de largura, respectivamente, conforme mostrado na Figura 5.2.



(a)

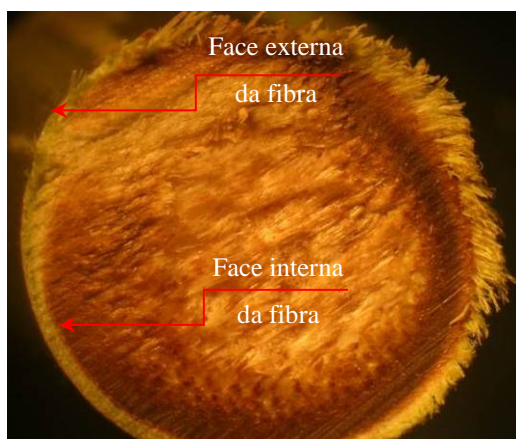


(b)

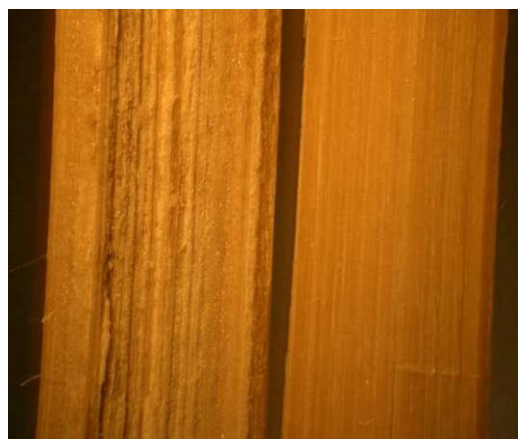
Figura 5.2 - Registros das dimensões da folha do arumã: a) comprimento aproximado de 0,50 m; b) largura de 0,25 m aproximadamente;

A superfície do tecido interno da fibra de *arumã* é constituída de relevos e depressões ou poros, que interligam seus componentes por meio de partículas curtas e desalinhadas (Figura 5.3), bem como, pela lignina e hemiceluloses contidas nas camadas em diferentes proporções.

As imagens da Figura 5.3. apresentam material fibroso interno da planta, com aspecto esponjoso, mais quebradiço, menos dúctil envolvido por partículas mais curtas.



(a)

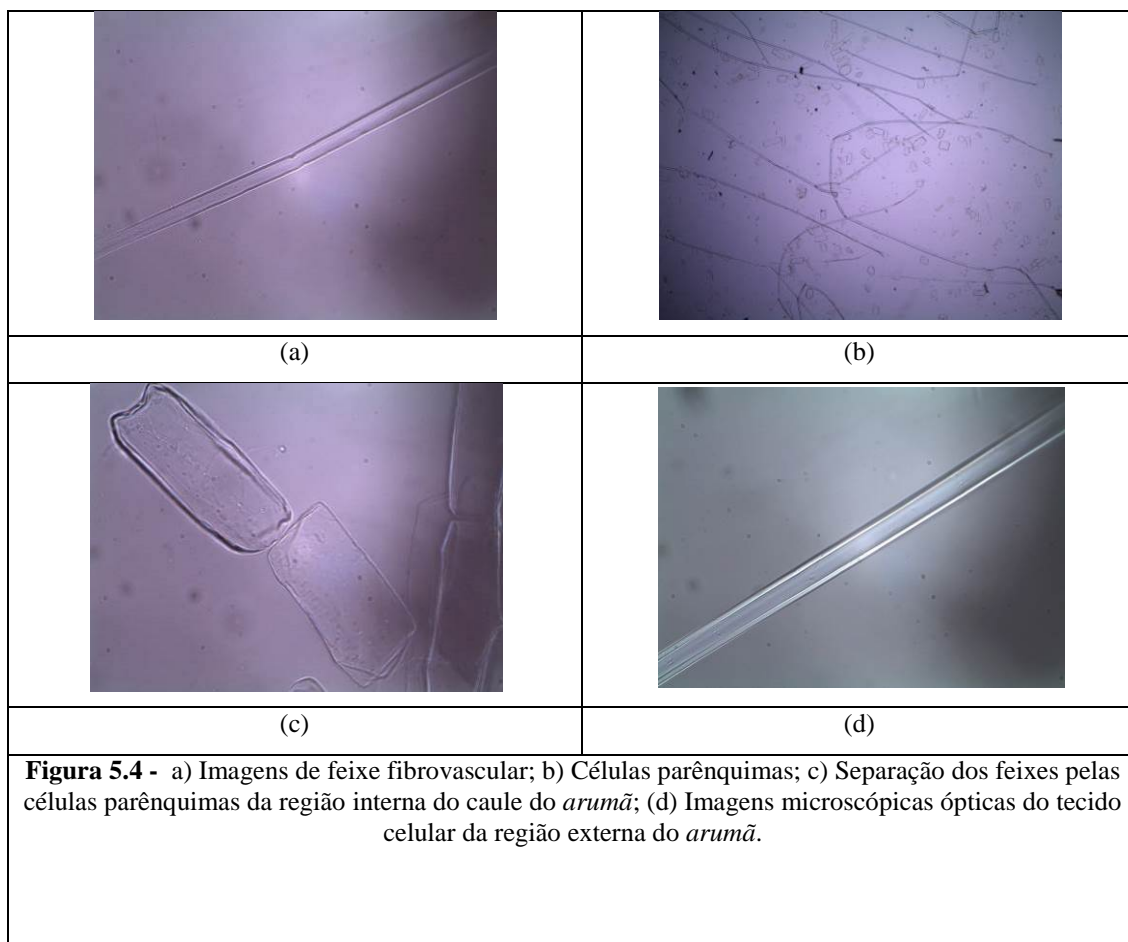


(b)

Figura 5.3 – Imagens das seções do caule do *arumã* – (a) Fibra interna; (b) Fibra externa da planta.

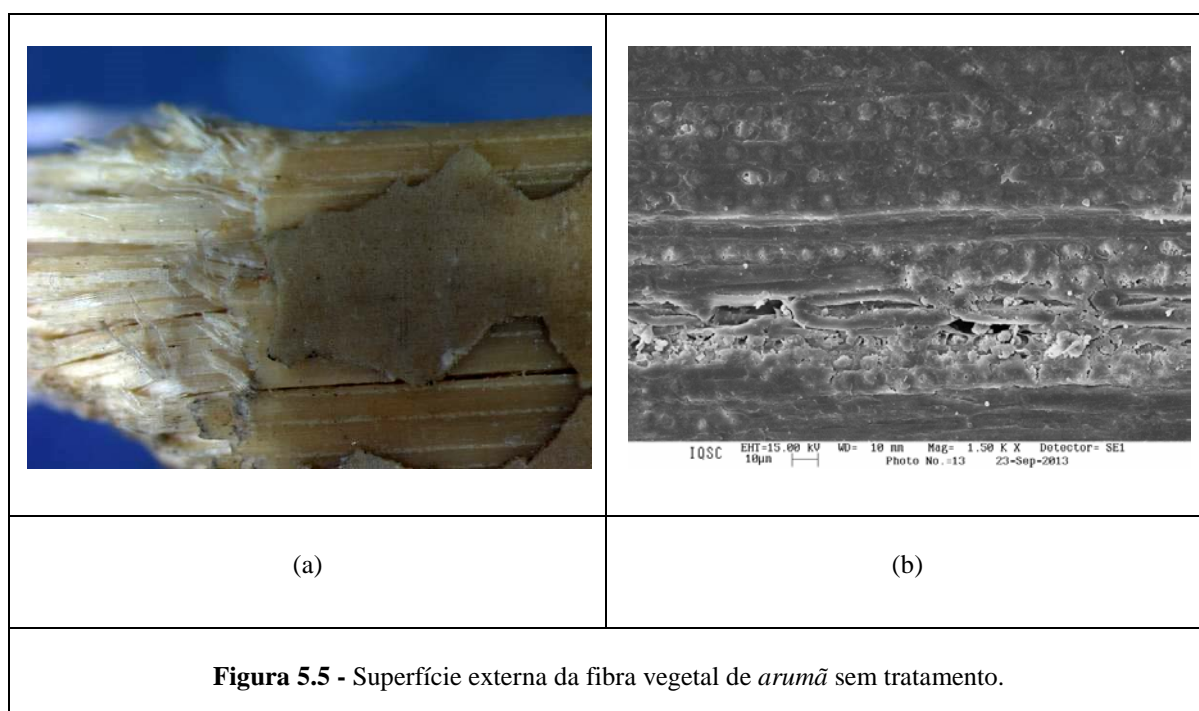
A face externa da fibra de *arumã* refere-se à superfície de contato externo da planta com seu nicho, enquanto que, a face interna fica em contato com a estrutura interna da planta, indicada na Figura 5.3 (a).

As monocotiledôneas apresentam estrutura interna do caule composta majoritariamente de uma faixa periférica de feixes fibrovasculares com a porção fibrosa destacada e feixes fibrovasculares com menor porção fibrosa distribuídos na região interna do caule, circundados e separados entre si por células de parênquimas, que formam o tecido fundamental do caule (Figura 5.4).

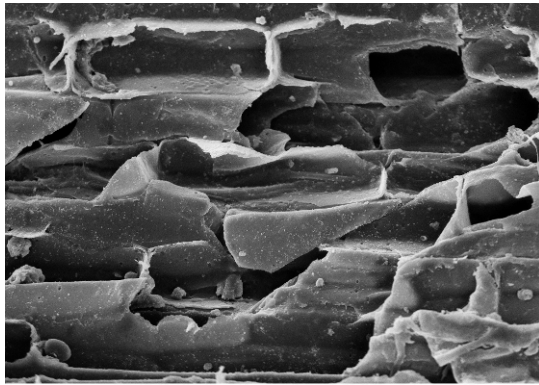


Tratamento na Fibra vegetal de *arumã*

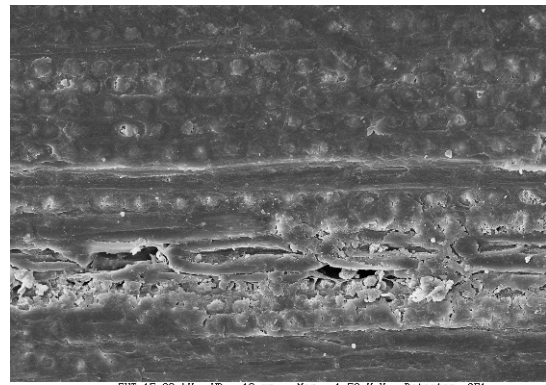
A primeira análise se iniciou com as superfícies das fibras vegetais de *arumã* sem tratamento, que receberam a recobrimento em ouro para ensaio no MEV, as quais apresentaram inicialmente em suas faces depressões típicas de sua formação natural com o aglomeramento de suas microfibrilas e macrofibrilas (fibrilas) que são entrelaçadas por uma matriz amorfa, constituída de polissacarídeos, como pectinas, hemiceluloses e lignina, além da espessa camada protetora de cera, Figura 5.5.



Após os tratamentos recebidos, as faces (interna e externa) apresentaram alterações em suas superfícies, em geral com arraste de alguns componentes principais e acidentais, as Figuras 5.6 as Figura 5.13.

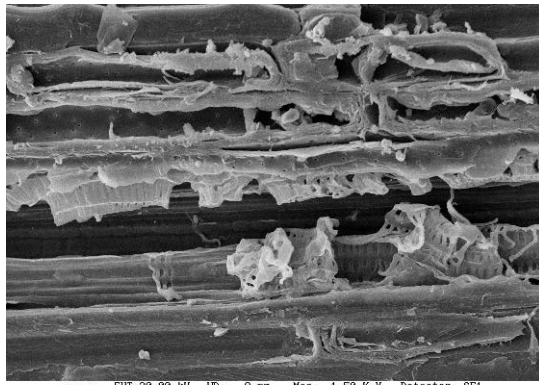


(a)

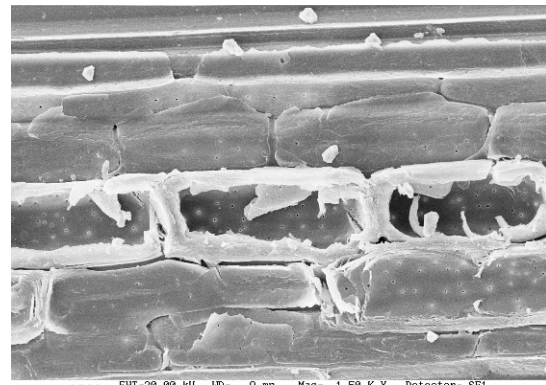


(b)

Figura 5.6 – Fibra *in natura* (a) face interna e (b) face externa.

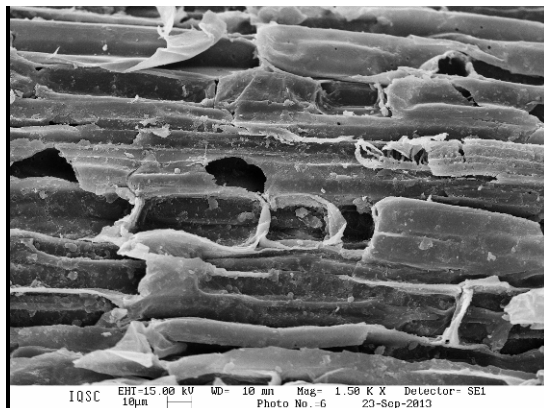


(a)

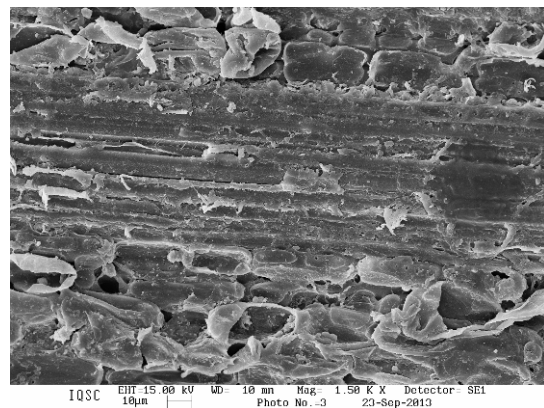


(b)

Figura 5.7 - Fibra tratada com NaOH 10% por 1h (a) face interna e (b) face externa.

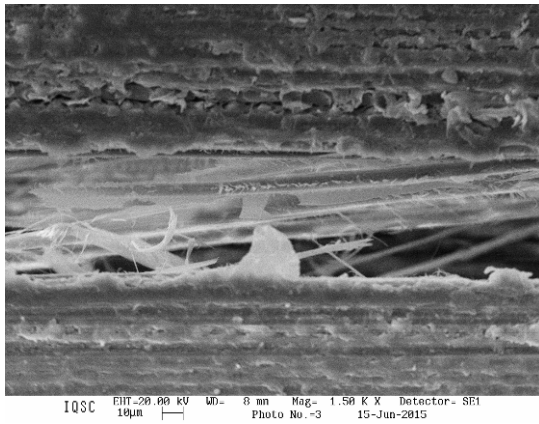


(a)

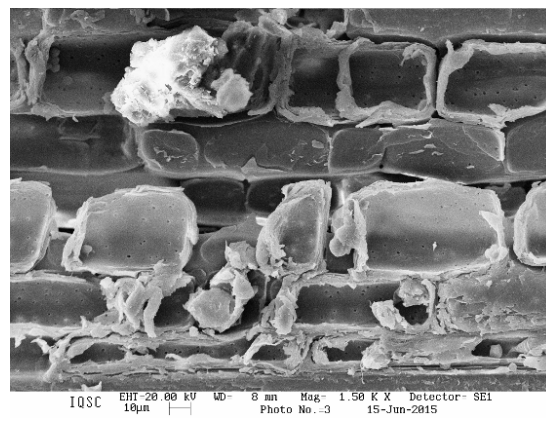


(b)

Figura 5.8 – Fibra tratada com hornificação (a) face interna e (b) face externa.

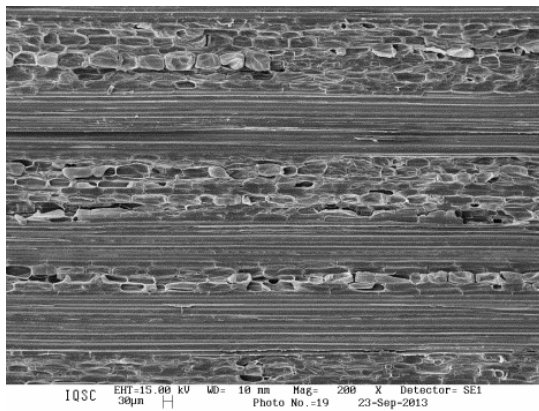


(a)

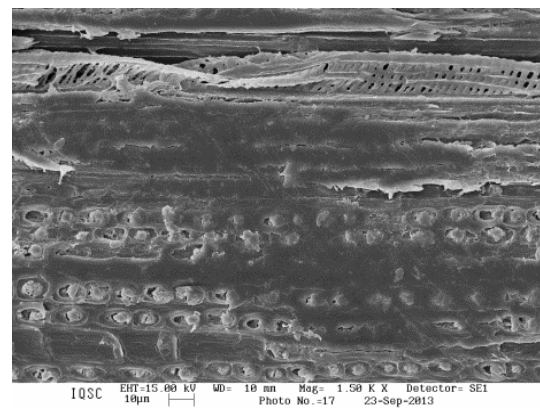


(b)

Figura 5.9 - Fibra tratada com água quente (a) face interna e (b) face externa.

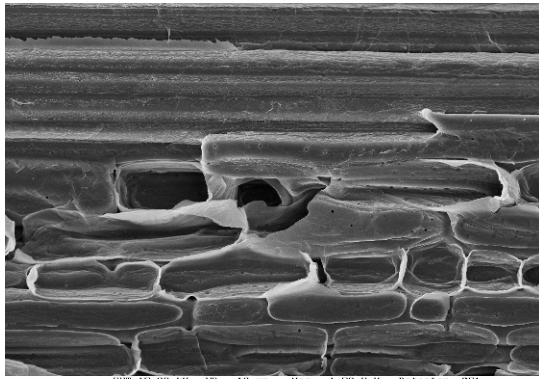


(a)

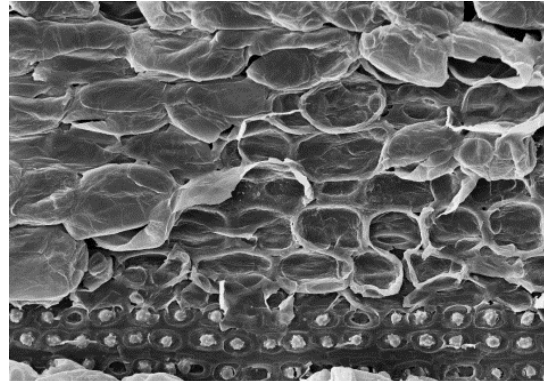


(b)

Figura 5.10 - Fibra tratada com NaOH 2% em 30 min (a) face interna e (b) face externa.

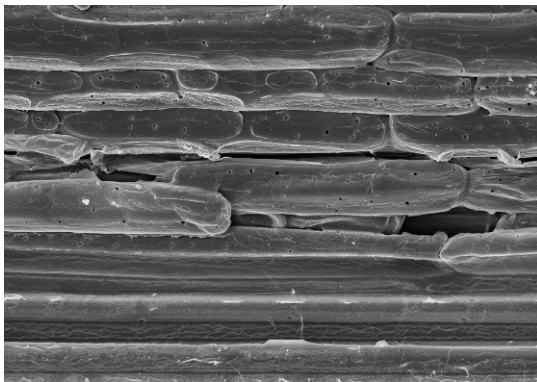


(a)

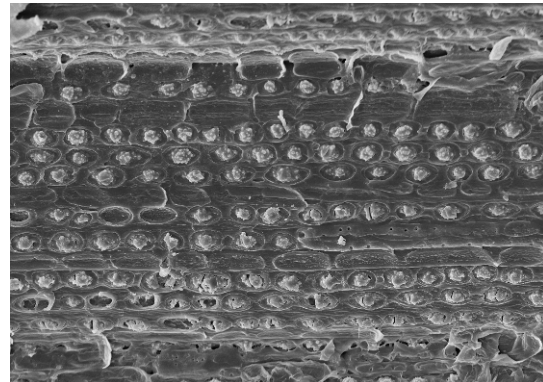


(b)

Figura 5.11 - Fibra tratada com NaOH 2% em 2hs (a) face interna e (b) face externa.

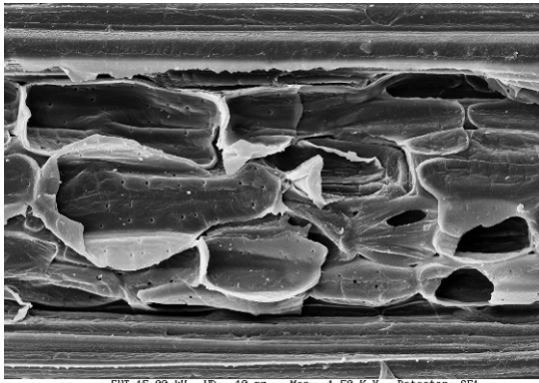


(a)

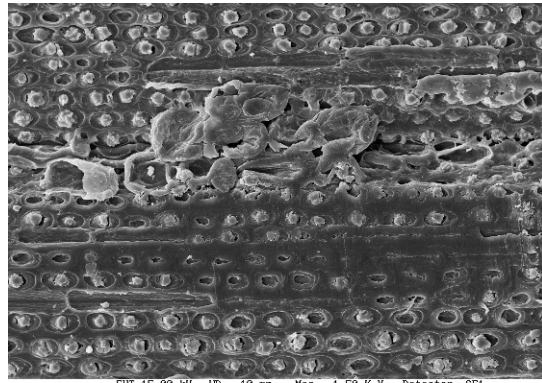


(b)

Figura 5.12 – Fibra tratada com NaOH 2% em 4hs (a) face interna e (b) face externa.

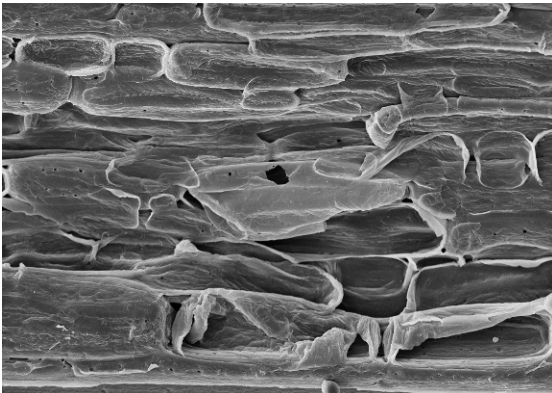


(a)

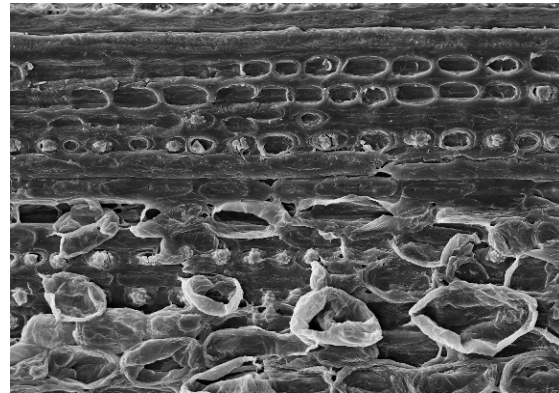


(b)

Figura 5.13 – Fibra tratada com NaOH 6% em 30min (a) face interna e (b) face externa.



(a)



(b)

Figura 5.14 – Fibra tratada com NaOH 6% em 2hs (a) face interna e (b) face externa.

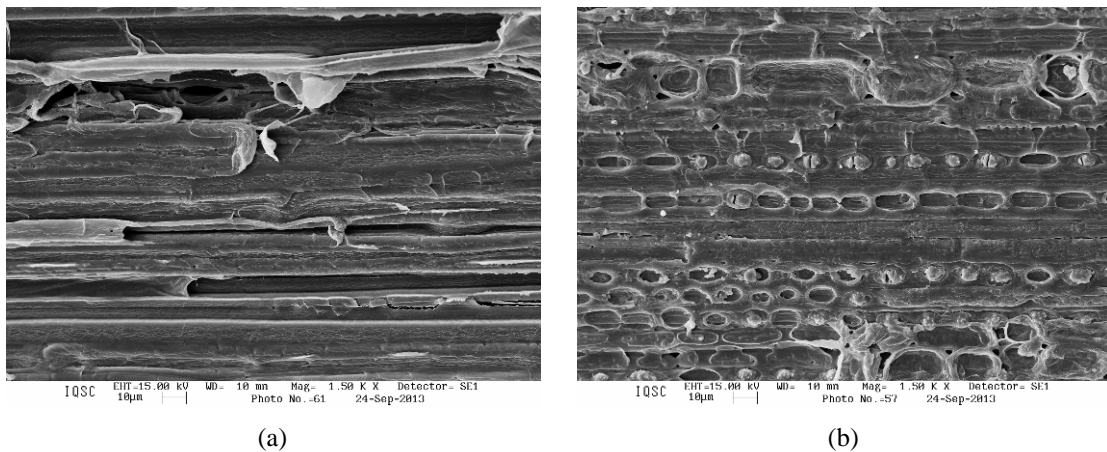


Figura 5.15 – Fibra tratada com NaOH 6% em 4hs (a) face interna e (b) face externa.

De acordo com as imagens do MEV, pode-se observar que os diferentes tratamentos aplicados nas superfícies das fibras de *arumã* provocaram modificações significativas em suas faces, de forma mais acentuada na face interna, onde o silício natural do vegetal foi em grande parte retirado, conforme observado no MEV.

Pode-se observar ainda que os tratamentos produziram uma superfície mais porosa e irregular, com características que podem melhorar a adesão da fibra à matriz. Porém, tal porosidade cria mais espaços nos quais as soluções alcalinas podem se acumular sobre a superfície das fibras tratadas, o que pode ser negativo quanto à durabilidade da fibra, caso haja hidróxido de cálcio livre na matriz cimentícia.

Por outro lado, as imagens da Figura 5.16 (a) revelam claramente uma capa protetora sobre os elementos celulares do vegetal. Trata-se de uma camada cerosa responsável pela proteção externa contra a penetrabilidade da água, como adaptação do vegetal à sazonalidade do movimento das águas decorrente de períodos de cheia e seca dos rios amazônicos, sendo este quadro visível quando a fibra está sem tratamento.

Além disso, também é função da camada protetora evitar a evaporação da água natural da fibra vegetal, trata-se, portanto, de um comportamento hidrofóbico da fibra de *arumã* que possui este sistema de adaptação do vegetal aos períodos sazonais de imersão em água.

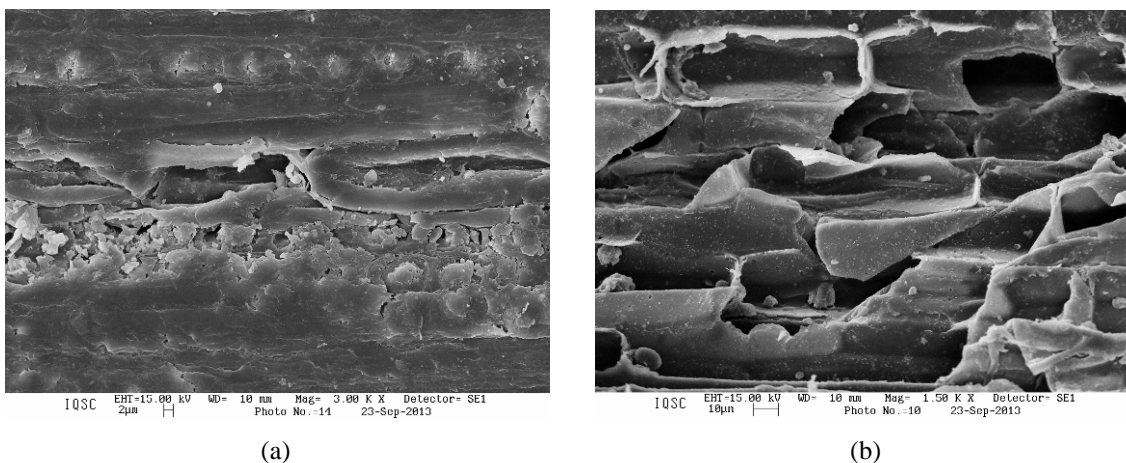


Figura 5.16 – (a) Fibra vegetal de *arumã*, sem tratamento, com face externa coberta por camada de cera;
 (b) Fibra vegetal de *arumã*, sem tratamento, com face interna coberta por camada de cera.

O efeito do tratamento nas faces ficou mais evidente na parte interna da fibra. Este fato deve está associado a menor concentração de lignina “*core*” (a mais resistente à degradação) nesta região.

A lignina “*core*” é componente importante de defesa das fibras vegetais à ataques externos e comumente se concentram nos feixes fibrosos da planta, conforme visto nos cortes histológicos da fibra de *arumã*, em seção transversal na imagem de microscopia de luz na cor avermelhada, Figura 5.17.

Salienta-se que nas fibras vegetais as ligninas podem ser “*core*” ou “*não core*”, sendo esta última de fácil degradação, principalmente por soluções aquosas.

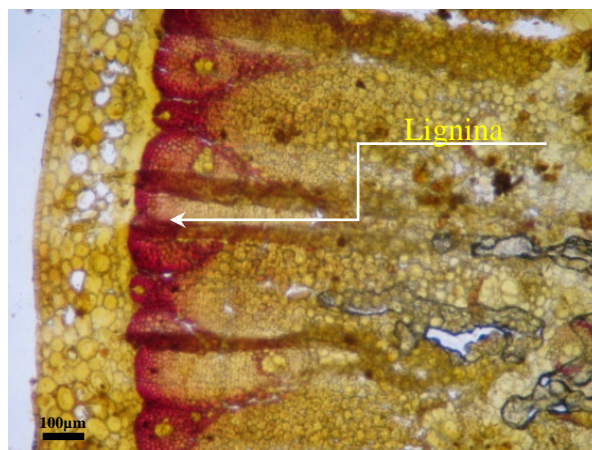


Figura 5.17 - Concentração de lignina no corte transversal do tecido da fibra de *arumã* na cor avermelhada.

Pelo fato da fibra vegetal de *arumã* ter sido submetida a diferentes tratamentos, sejam eles alcalinos, ou a elevadas temperaturas, todos continuam em seus processos soluções aquosas, entretanto, pode-se observar que nenhum foi eficiente na extração da camada protetora (cera) da fibra.

Além da ineficiência na remoção da cera, pode-se observar nas imagens do MEV que a lignina da superfície externa apresentou resistência à degradação diante dos tratamentos adotados, o que pode estar associada a estrutura de lignina “*core*”. Enquanto que na face interna, ocorreu maior degradação da estrutura da fibra, sendo este fato associado a concentração de lignina “*não core*”, ou, menor concentração da lignina “*core*”. Esta degradação está também associada a outro fator, a camada interior que reveste a fibra, sendo esta uma estrutura celular com depressões em forma de escamações em sequências. Deste modo, as fibras após passarem pelos tratamentos apresentaram superfície vulnerável à penetração de organismos externos, conforme pode ser visto na

As Figuras 5.8 (a) e 5.15 (a) geradas pelo MEV apresentam duas imagens de faces internas da fibra de *arumã* para dois tratamentos distintos (hornificação e NaOH 6% - 4h). Pode-se observar que na Figura 5.18 (a), o tratamento de hornificação reduziu drasticamente da fibra de *arumã* os polissacarídeos depositados na parede celular. São visíveis nesta imagem, as microfibrilas de celulosas espiraladas, que são os esqueletos do elemento de vaso, denominados de microfibrilas de celulose em deposição espiral, os quais são formadores da

parede celular do elemento de vaso. Este elemento é o responsável pela captação de água e sais minerais por meio das raízes e por sua condução até as folhas.

A Figura 5.15 (b) exibe o resultado do tratamento com hidróxido de sódio a 6% por 4h, em que se constatou que ocorreu uma redução da camada protetora cerosa em proporções menores. A camada protetora foi parcialmente retirada deixando expostos os elementos celulares que formam o tecido parenquimático.

Ainda na imagem (b) pode-se observar que o tratamento deixou expostos os *stegmatas*, que são células especializadas em armazenar sílica, funciona como recipiente de armazenamento silicoso, comuns nas monocotiledôneas, como o *arumã*. Algumas estruturas silicosas encontram-se vazias, isto pode estar associada a retirada da sílica pelo tratamento, ou, pelo fato do vegetal não ter produzido estruturas silicosas suficientes para preencher todas as *stegmatas*.

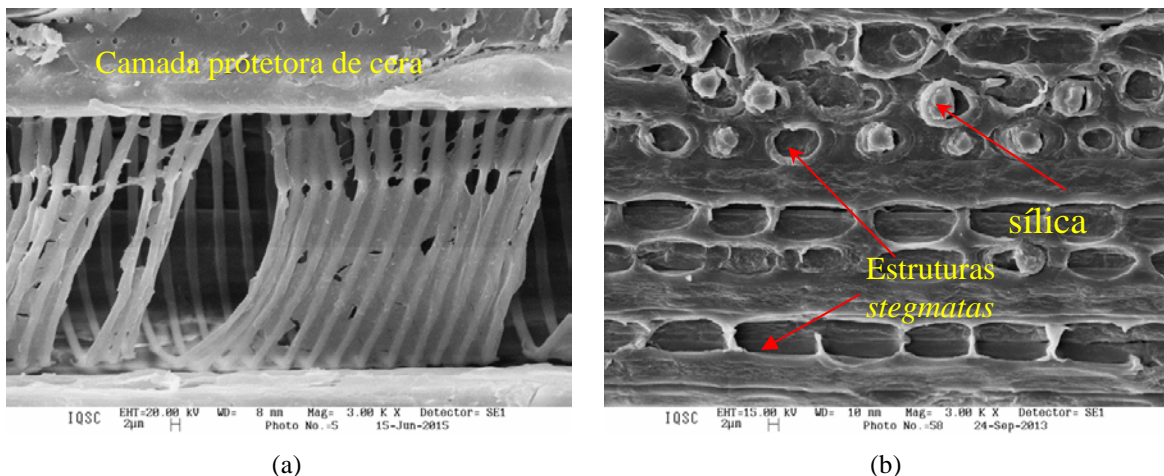


Figura 5.18 - (a) Fibra de *arumã* com tratamento de hornificação; (b) Fibra de *arumã* com tratamento em NaOH 6% - 4h.

A face externa das fibras de *arumã*, em quase todos os tratamentos, sofreram alterações, mas de forma menos severa. Isso se associa ao fato de nesta região ocorrer maior concentração de lignina *core*, que funciona como um cimento natural da planta, envolvendo a grande massa celulósica da fibra, além, também, da camada protetora de cera que a cobre.

A face externa da fibra de *arumã* diante dos tratamentos sofreu superficialmente menores alterações, isto se deve também aos componentes agrupados nesta área que possuem grande resistência à degradação, a lignina *core* e alfa-celulose, Figura 5.19.

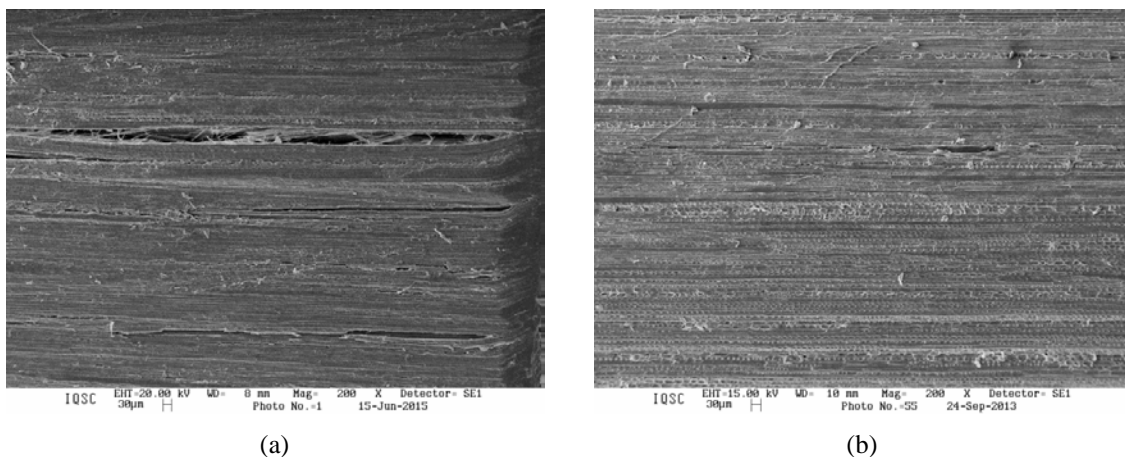


Figura 5.19 – (a) Fibra de *arumã* com tratamento de hornificação; (b) Fibra de *arumã* com tratamento de NaOH 6% - 4h.

Vale ressaltar que todas as fibras, antes de passarem pelos tratamentos programados, receberam uma pré-lavagem realizada em água corrente seguida por secagem em estufa 60° C por 24 h.

As fibras que foram submetidas ao tratamento de água quente passaram por um sistema de condução a altas temperaturas, o que desencadeou dentro da fibra outro processo, denominado de gelatinização do amido.

Foi constatada por cortes histológicos uma grande concentração de amido na estrutura da fibra de *arumã*, polissacarídeo constituído de amilose e amilopectina, 5.20.

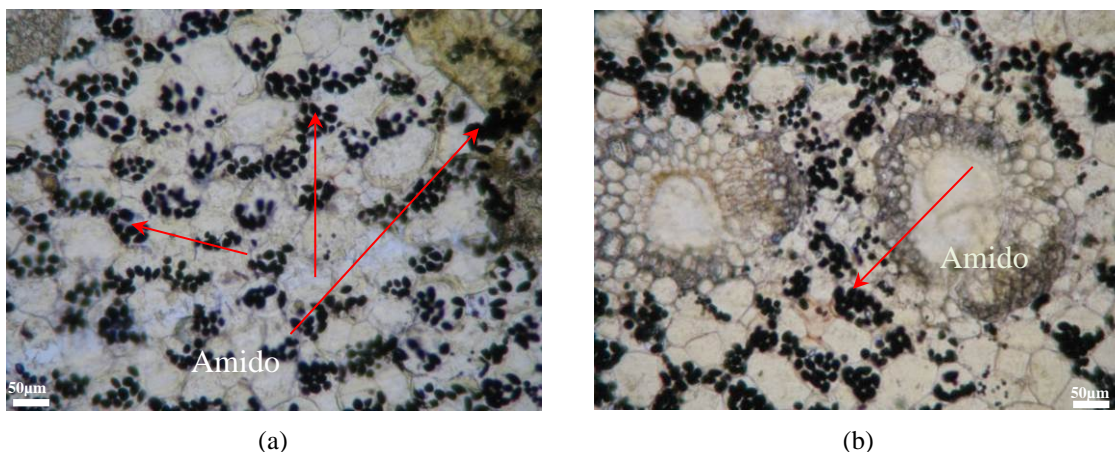


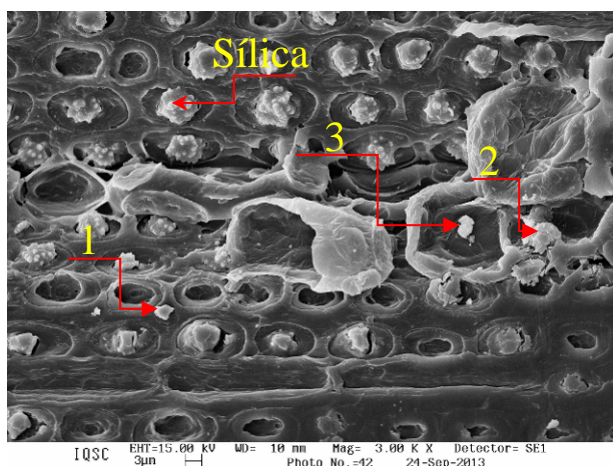
Figura 5.20 – (a) e (b) Concentração de amido na estrutura da fibra de *arumã* (setas vermelhas).

A Tabela 5.1, descreve os elementos identificados nos ensaios de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), com suas respectivas massas atômicas.

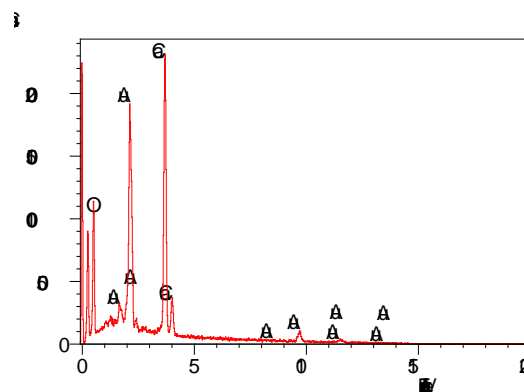
Tabela 5.1 – Massa Atômica dos Elementos Químicos Identificados nos Espectrogramas – Ponto 1 – Tratamento de NaOH 2% - 2h.

Elemento Químico	Massa Atômica (%)	Estrutura
O	17,15	Elemento químico comum às fibras vegetais
S	80,50	Elemento químico comum às fibras vegetais, principalmente nas estruturas stegmatas.
K	2,35	Elemento químico comum às fibras vegetais
Total	100	

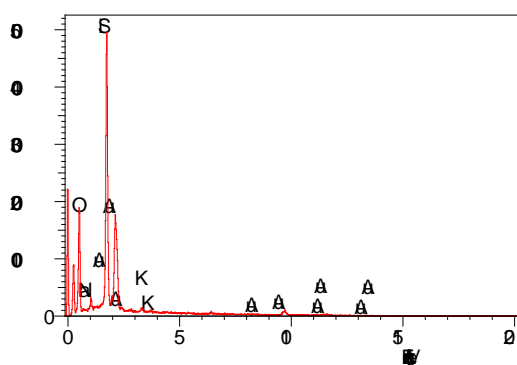
Confirmando a análise estabelecida pelo ensaio de MEV, o elemento indicado na Figura 5.21, Ponto 1, trata-se de um silício dentro de uma célula *stegmata*. O gráfico ao lado da Figura 5.21 identifica alguns elementos químicos presentes nesta estrutura. Em destaque surge o silício, seguido por ouro, potássio e um discreto pico de oxigênio.



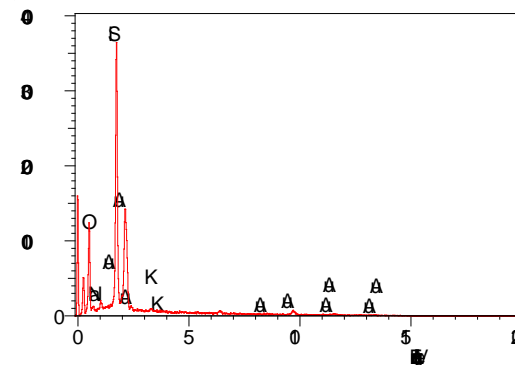
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 5.21 – (a) Imagem da fibra vegetal de *arumã*, auxiliada por suas espectroscopias de energia dispersiva, identificado os elementos químicos presentes na amostra em destaque (b) ponto 1, (c) ponto 2 e (d) ponto 3.

A imagem em destaque na Figura 5.21 (a) refere-se à fibra vegetal de *arumã* com tratamento de NaOH 6% - 30 minutos. Nesta amostra foram selecionados três pontos distintos para análise: ponto 1, Figura 5.21 (b), ponto 2, Figura 5.21 (c) e ponto 3, Figura 5.21 (d). Ficou caracterizado que os três pontos tratam-se do mesmo tipo de estrutura, entretanto, seus picos são de acordo com a concentração do percentual de massa atômica de cada elemento químico.

Os elementos químicos, como ouro e oxigênio, que surgem nos espectrogramas em picos, o primeiro, é oriundo do tipo de recobrimento que foi feito na amostra para ensaio, e o segundo, está associado ao fato de ser elemento químico comum às plantas vegetais.

Pela técnica da Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), foi possível identificar os espectros apresentados na Tabela 5.2, com seus respectivos percentuais de massa atômica.

Tabela 5.2 – Massa Atômica dos Elementos Químicos Identificados nos Espectrogramas – Ponto 1 – Tratamento de NaOH 6% - 30 minutos.

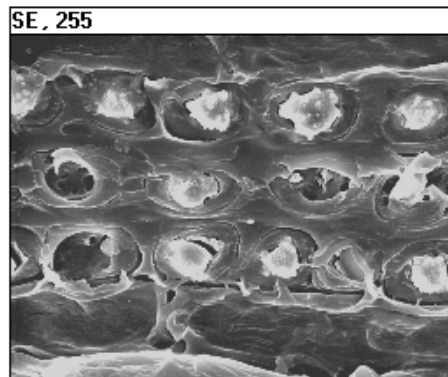
Elemento Químico	Massa Atômica (%)			Estrutura
	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	
O	57,56	40,97	39,52	Elemento químico comum às fibras vegetais
C	26,39	43,50	43,14	Elemento químico comum às fibras vegetais.
Ca	16,05	-	-	Elemento químico comum às fibras vegetais
Na	-	0,87	0,79	Proveniente do tratamento de NaOH
Si	-	14,42	16,35	Elemento químico comum às fibras vegetais, principalmente nas estruturas stegmatas.
K	-	0,24	0,20	Elemento químico comum às fibras vegetais
Total	100	100	100	

Os gráficos identificaram alguns elementos químicos presentes na estrutura da fibra vegetal de *arumã*, nos pontos 2 e 3 com um comportamento bem similar, entretanto, com picos em frequências diferentes. Em ambos os pontos, o destaque aparece para o elemento silício, claramente evidente na imagem captada pelo MEV, Figura 5.21 (a). Picos discretos de potássio e sódio foram identificados nos espectrogramas, sendo este último, resíduo proveniente do tratamento alcalino que ficou depositado mesmo após várias lavagens.

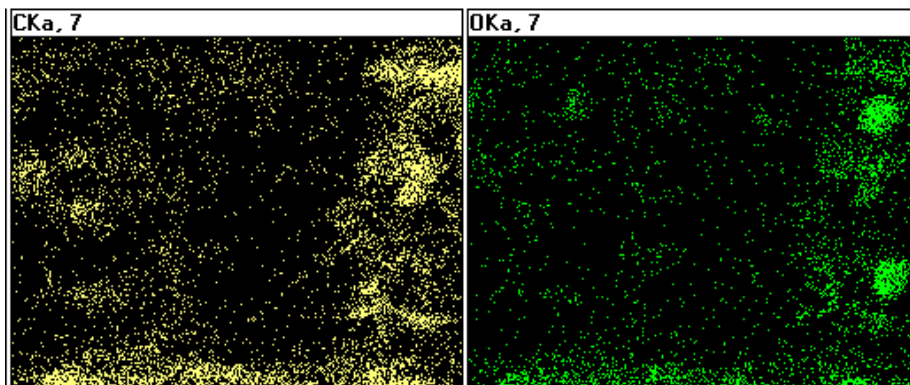
O oxigênio e o potássio são elementos comuns às fibras vegetais, o primeiro com um pico bem expressivo, enquanto o segundo surgiu de forma discreta nos espectrogramas em relação ao quantitativo da massa atômica dos materiais pontuais destacados. O ouro que surge no gráfico deve estar associado, como anteriormente mencionado, ao recobrimento pelo qual a fibra passou previamente.

Os vários picos de ouro presentes no gráfico possivelmente estão associados ao recobrimento realizado na superfície da fibra vegetal de *arumã* para esta análise. A presença de oxigênio e potássio era prevista, pois ambos são elementos presentes em fibras vegetais. O potássio tem influência no desenvolvimento da planta. A presença destes dois elementos se justificam até pela própria estrutura da fibra de *arumã*, composta por celulose, hemiceluloses e lignina, bem como por seus componentes não-estruturais, como água e minerais.

O mapa apresentado na Figura 5.22 mostra, em volume de pigmentação colorida diferenciada, a presença de cada um destes elementos na estrutura da fibra vegetal de *arumã*, identificados nas Figuras 5.22 (b) a (e). A associação das cores ficaram assim estabelecidas: amarelo para o elemento químico do carbono; verde para oxigênio; vermelho para silício e rosa para o potássio. Pode-se observar que há maior concentração de carbono e potássio na estrutura em estudo.

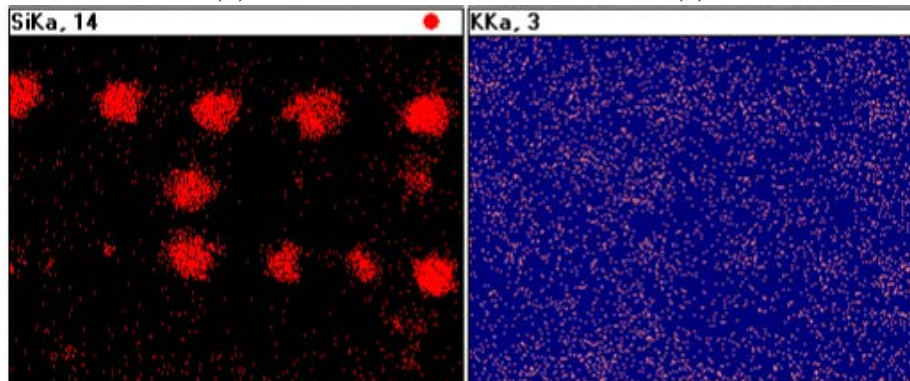


(a)



(b)

(c)



(d)

(e)

Figura 5.22 – (a) Imagem mapeada; (b), (c), (d) e (e) Mapas das espectroscopias de energia dispersiva correlacionando as cores aos elementos químicos presentes na estrutura da fibra de *arumã*.

5.1.2 ÂNGULO MICROFIBRILAR

Chaned *et. al* (1988) e Savastano Jr (2000) relataram que a resistência à tração e o módulo de elasticidade das fibras são inversamente proporcionais ao ângulo das microfibrilas, enquanto que o alongamento máximo de ruptura aumenta com este.

Para as medidas dos ângulos microfibrilares das fibras de *arumã*, tomadas a partir de 2 ângulos com 30 leituras cada, foi obtido o valor médio de $7,37^\circ$, dentro de um intervalo de 5 a 12° .

Agopyam e Savastano Jr (1997) encontraram valores de 8° , 10° - 22° e 30° - 49° para o ângulo microfibrilar na malva, no sisal e no côco, respectivamente. Deste modo, os valores obtidos para as fibras de *arumã* sugerem que estas poderão ter resistência a tração e módulo de elasticidade próximos àqueles referentes as fibras de malva e sisal, que para a segunda propriedade são $17,4$ e $32,90$ GPa, respectivamente, segundo Satyanarayana *et. al* (2007).

Além disso, Satyanarayana *et. al* (2007) encontraram para as fibras de *juta*, *rami* e *curauá* valores de 17 , 10 e 13° , respectivamente. Sendo assim, com base nesse parâmetro, a fibra de *arumã* apresenta indícios de potencialmente ser um elemento de reforço para materiais compósitos, uma vez que as fibras anteriormente citadas são comumente empregadas com esta finalidade.

5.1.3 ÂNGULO DE CONTATO

Por meio do software CAM-2008, que auxilia o equipamento KSV CAM101 no captar das leituras dos ângulos formados sobre as superfícies da fibra vegetal de *arumã*, foram obtidos gráficos característicos para os tratamentos empregados na presente pesquisa, os quais são apresentados nas Figuras 5.23 a 5.33, para os tipos de tratamentos.

Fibra Natural

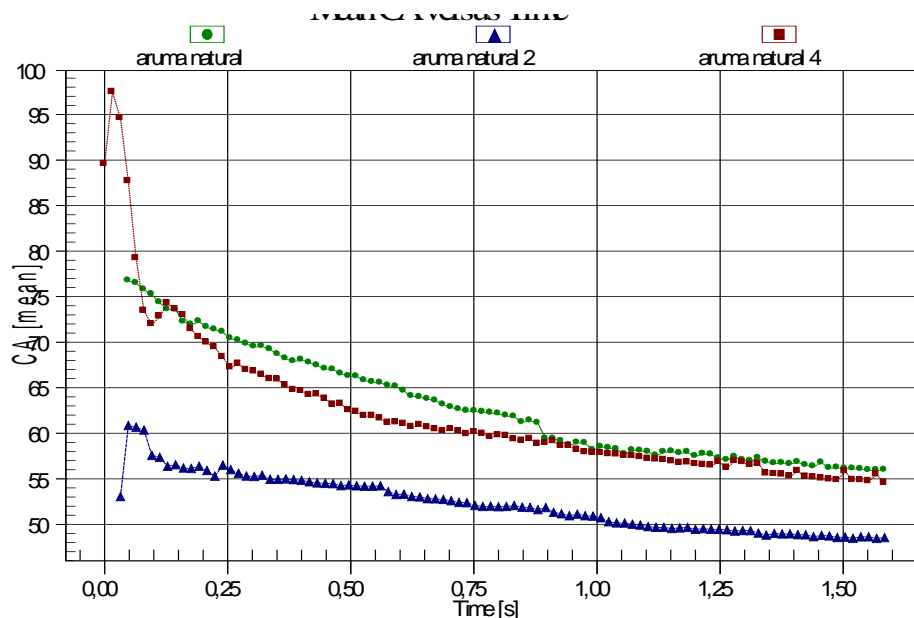


Figura 5.23 – Gráfico ângulo de contato x tempo (s) – fibra de arumã sem tratamento.

Quanto a curva da amostra 2, esta mostrou-se ser de superfície hidrofílica desde o início, atingindo ângulo máximo de contato de aproximadamente $61,5^\circ$.

Água Quente

Para as fibras de *arumã* tratadas em água quente, foram avaliadas 4 amostras, que apresentaram comportamento hidrofóbico com ângulos superiores a 90° , mantiveram-se nesta faixa por todo trajeto realizados em função do tempo, conforme visto na Figura 5.24.

Apesar de apresentar-se com a superfície hidrofóbica, a curva da amostra 4 mostrou-se pouca interativa com a superfície da fibra, denotada por sua curva traçada em quase plano horizontal.

A curva da amostra 1 apresentou-se em picos oscilativos que podem estar associados a uma superfície rugosa, Figura 5.24.

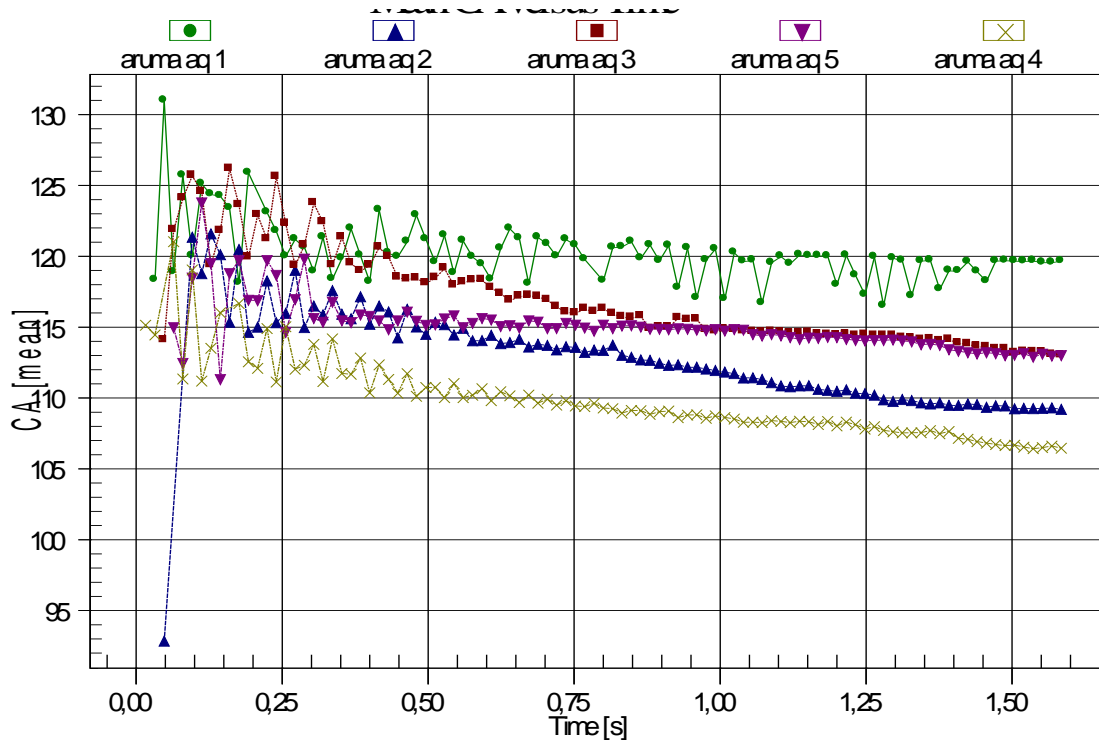


Figura 5.24 – Gráfico ângulo de contato x tempo (s) – fibra de *arumã* – tratamento em água quente.

NaOH 2% - 30 minutos

As curvas de ângulos de contato a partir do tratamento de NaOH 2% - 30 minutos, foram obtidas em 5 amostras, que apresentaram comportamento hidrofílico ao decorrer do processo com ângulos inferiores a 90° , conservaram-se entre as faixas de 83 a 53° nos intervalos de tempo de 0,2 a 6 s, conforme visto na Figura 5.25.

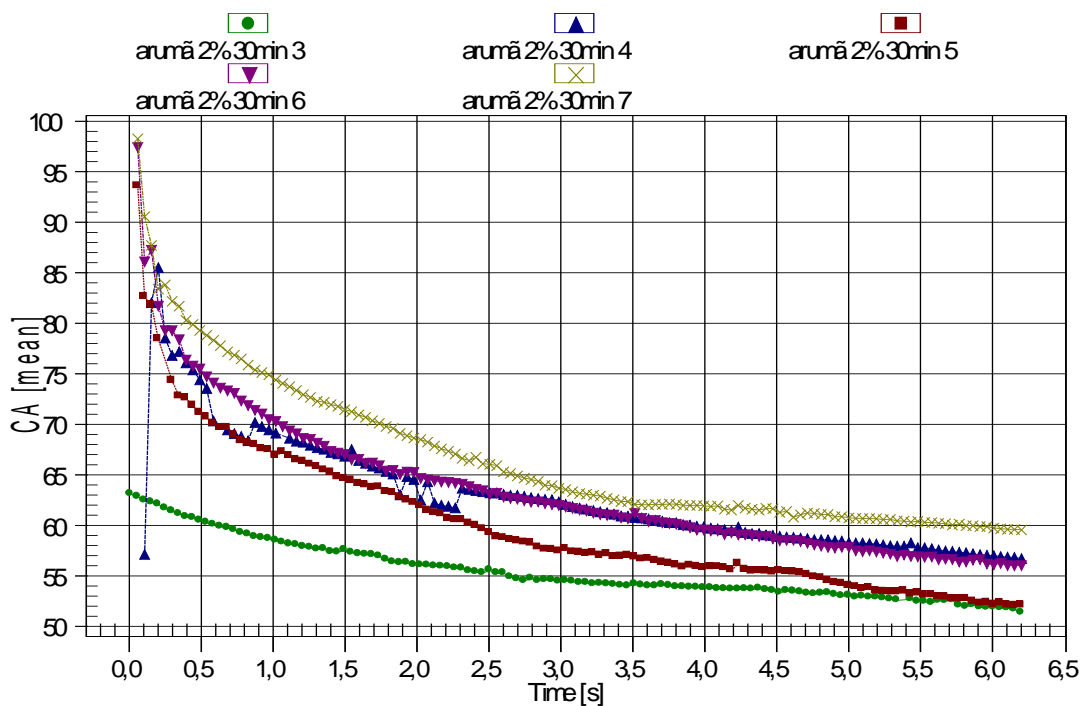


Figura 5.25 – Gráfico ângulo de contato x tempo (s) – fibra de *arumã* – tratamento NaOH 2% - 30 min.

NaOH 2% - 2h

Para o tratamento de NaOH 2% - 2 h, foram obtidas 5 curvas de ângulos de contato quase paralelas, um comportamento anômalo. Ao decorrer de todo o processo apresentaram características hidrofílicas ($\theta < 90^\circ$) nas faixas de tempo de 0,2 a 4 s, Figura 5.26.

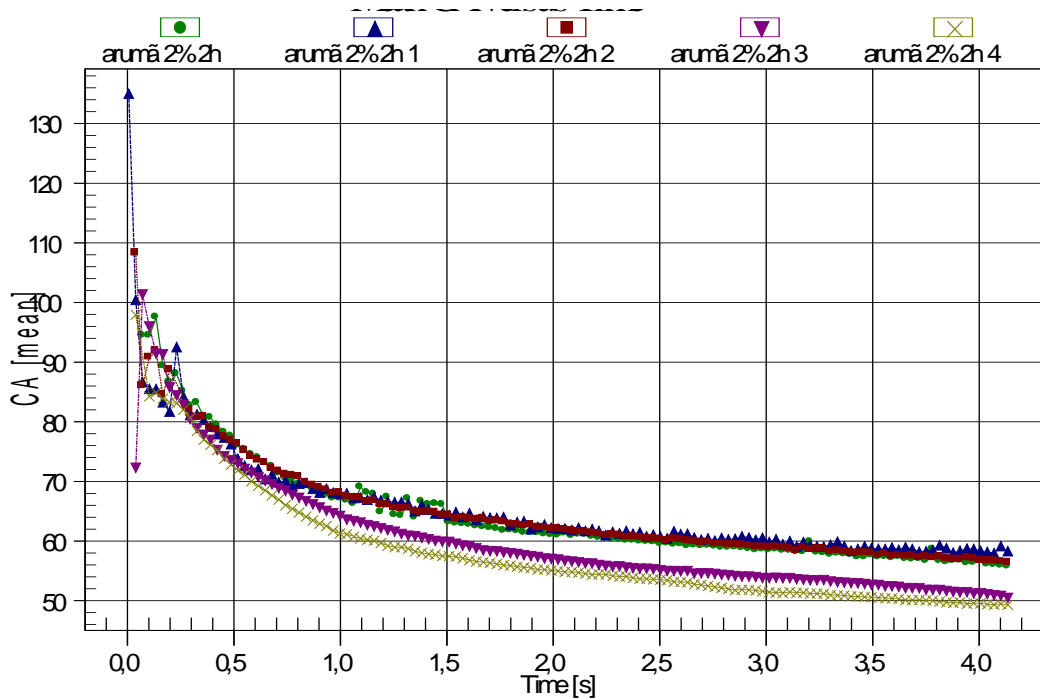


Figura 5.26 – Gráfico ângulo de contato x tempo (s) – fibra de arumã – tratamento NaOH 2% - 2h.

NaOH 2% - 4h

Os ângulos de contato obtidos a partir das curvas das 6 amostras apresentaram comportamento similar ao tratamento de NaOH 2% - 2 h, em cada grupo de 3 curvas mantiveram um paralelismo em um comportamento de molhabilidade da superfície bem idênticos em tempo e forma de absorção, com quase sobreposição das curvas. Com $\theta < 90^\circ$, constatou-se característica hidrofílica de 0,1 a 1,5 s, ou seja, a molhabilidade ocorreu em tempo mais curto do ocorrido ao tratamento de NaOH 2% - 2 h. Este fato pode estar associado ao tratamento de NaOH 2% - 4 h que pode ter deixado a superfície mais rugosa da fibra, Figura 5.27.

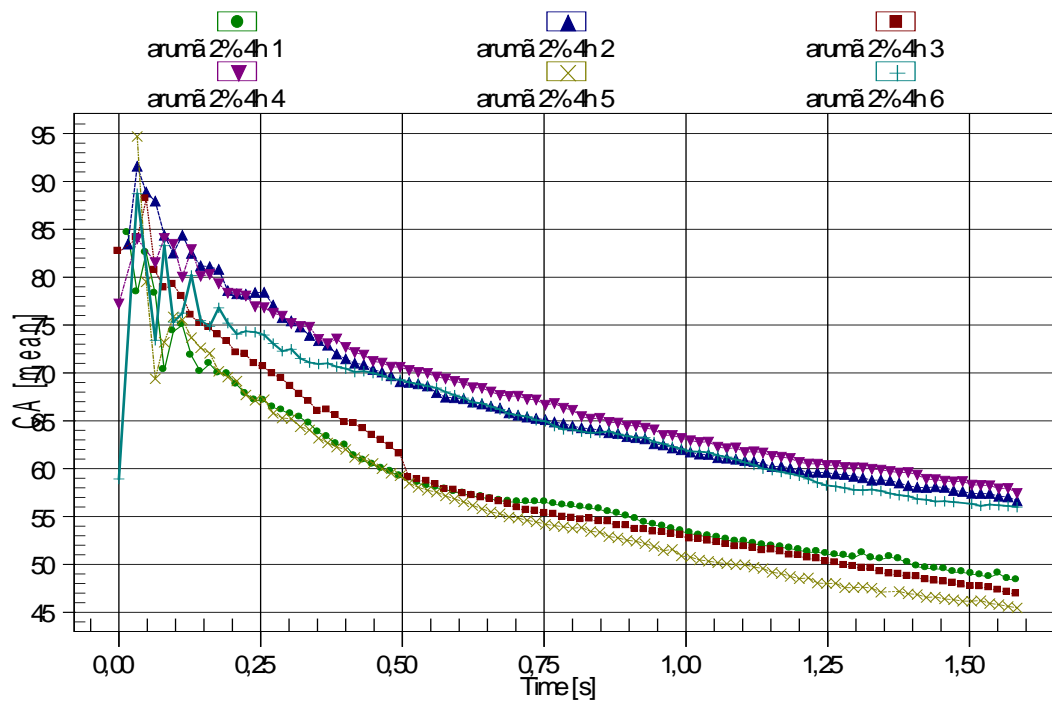


Figura 5.27 - Gráfico ângulo de contato x tempo (s) – fibra de *arumã* – tratamento NaOH 2% - 4h.

NaOH 6% - 30 minutos

As 6 amostras tratadas por NaOH 6% - 30 min, exibiram curvas com certa simetria num paralelismo que apontaram para um comportamento hidrofílico com $\theta < 90^\circ$, em intervalos de tempo de 0,06 a 1,5 s, aproximadamente. Picos oscilantes surgiram no início do processo, fato que deve estar associado à superfície mais rugosa da região da fibra, Figura 5.28.

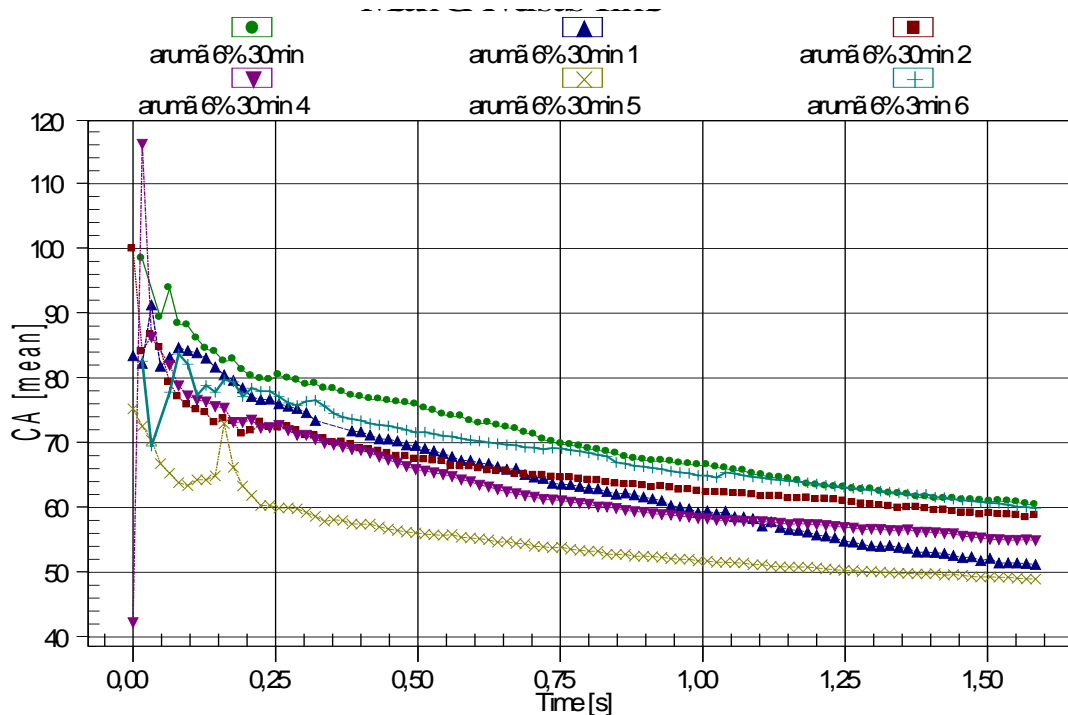


Figura 5.28 - Gráfico ângulo de contato x tempo (s) – fibra de *arumã* – tratamento NaOH 6% - 30 minutos.

NaOH 6% - 2h

Para as 5 amostras com tratamento de NaOH 6% - 2h, o comportamento foi similar aos das curvas do NaOH 6% - 30 minutos, apresentaram-se como hidrofílicas com $\theta < 90^\circ$ em quase mesmo tempo de absorção da água pela superfície rugosa. A curva 1 exibiu performance diferente das demais, entretanto, com características hidrofílicas, Figura 5.29.

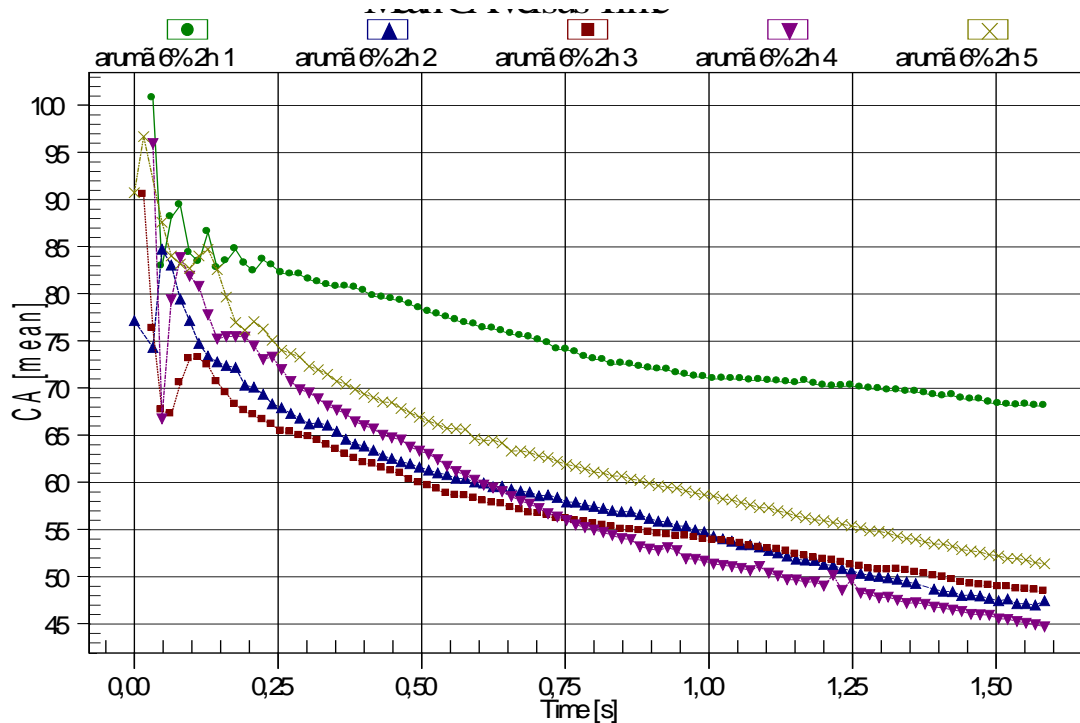


Figura 5.29 – Gráfico ângulo de contato x tempo (s) – fibra de *arumã* –. tratamento NaOH 6% - 2h

NaOH 6% - 4h

Inicialmente as 5 amostras apresentaram um quadro de curvas não comum, com oscilações iniciais e decrescentes que ao atingirem o tempo de 1,5 s, na faixa entre 70° a 85°, características comuns a materiais hidrofílicos ($\theta < 90^\circ$), Figura 5.30. Vale ressaltar que, neste grupo de curvas, o comportamento ficou distinto entre elas.

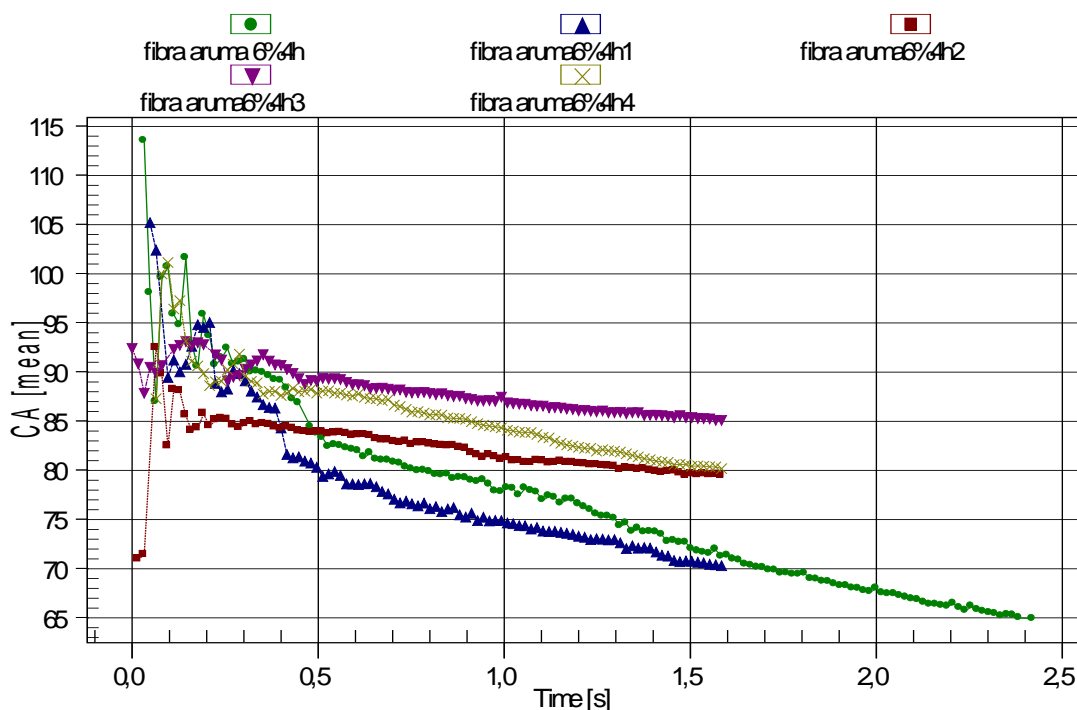


Figura 5.30 – Gráfico ângulo de contato x tempo (s) – fibra de *arumã* – tratamento NaOH 6% - 4h

Dos gráficos do ângulo de contato para cada um dos tipos de tratamentos analisados, pode-se concluir que o único tratamento que transformou a superfície da fibra natural de hidrofílica em hidrofóbica, foi o tratamento com água quente à temperatura de 80° C.

5.1.4 ANÁLISE DA VARIAÇÃO DIMENSIONAL

Conforme os procedimentos mencionados no planejamento experimental, foi realizado o ensaio para avaliar a variação dimensional, cujos resultados estão resumidos na Tabela 5.3.

Tabela 5.3 -Resultados do ensaio de variação dimensional das fibras tratadas.

Tipo de tratamento	Variação Dimensional (%)		
	Média	DV	CV
HORNIFICAÇÃO	42,99	14,24	33,14
NaOH - 6% - 30 min	42,71	23,66	55,39
NaOH - 6% - 2h	46,70	19,19	41,09
NaOH - 6% - 4h	37,36	19,69	52,70
NaOH - 10% - 1h	45,91	14,31	31,17

De acordo com os valores apresentados na Tabela 5.3, observa-se que estatisticamente os tratamentos produziram resultados equivalentes. Dos tratamentos com NaOH, aquele com 6% - 4h foi o que apresentou o melhor valor médio, porém, com dispersão característica comum a todos os tratamentos. As amostras com tratamento do tipo água quente apresentaram problemas técnicos, não sendo possível o aproveitamento de um número de amostras que pudesse ser representativo para o ensaio.

5.1.5 ANATOMIA DO ARUMÃ

Na Tabela 5.4 são apresentados os valores referentes às dimensões anatômicas das fibras individualizadas do arumã em fitas, enquanto o gráfico expressa os valores médios das dimensões anatômicas do material macerado do *arumã* em fitas Figura 5.31.

Tabela 5.4 – Dimensões do arumã em fitas

Dimensões	Intervalo	Média ± Desv Padrão
Comprimento (mm)	1,19 - 3,13	1,94 ± 0,32
Diâmetro total (µm)	8,46 - 25,77	16,33 ± 1,29
Diâmetro do lúmen (µm)	1,31 - 18,40	8,38 ± 1,51

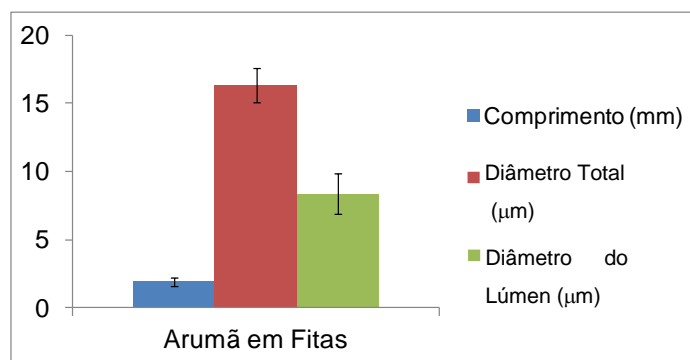


Figura 5.31 –Valores médios das características anatômicas da planta *arumã* em fitas.

A partir das características anatômicas obtidas, foram determinados os parâmetros anatômicos do material macerado do *arumã* em fitas, resumidos na Tabela 5.5.

Tabela 5.5 – Parâmetros anatômicos do material macerado – *arumã* em fitas.

Parâmetros anatômicos	Intervalo	Média ± Desv Padrão
Espessura da parede (µm)	2,49 - 5,84	3,97 ± 0,93
Coefficiente de rigidez (%)	13,67 - 75,49	48,59 ± 8,88
Índice de Runkel	0,33 - 6,42	1,66 ± 0,61
Fração parede (%)	24,51 - 86,32	51,41±8,88

O gráfico da Figura 5.32 **Erro! Fonte de referência não encontrada.** expressa os valores médios dos parâmetros característicos do material macerado do *arumã* em fitas, indicados com seu desvio padrão.

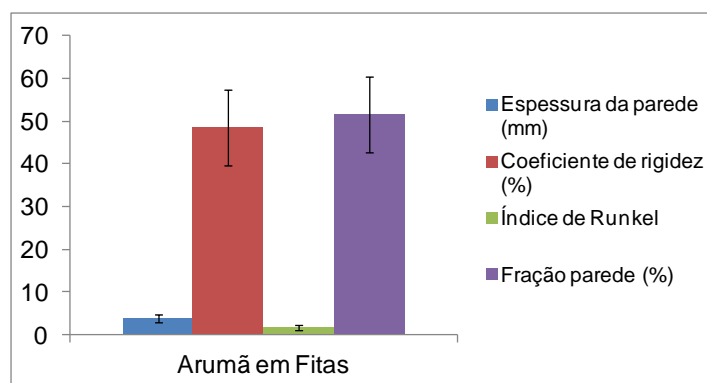


Figura 5.32 – Parâmetros médios com seus respectivos desvios padrões da planta *arumã* em fitas

Segundo Fonseca (2012), do ponto de vista anatômico da *jacitara*, os parâmetros de coeficiente de rigidez, fração parede e índice de Runkel apresentaram resultados contrários ao seu emprego na produção de papel, mas poderia ter potencial para sua aplicação como reforço em compósito.

Os parâmetros obtidos para a *jacitara* apresentaram os seguintes valores: Coeficiente de rigidez $53,0 \pm 14,8$; Fração parede de $43,4 \pm 14,8$ e Índice de Runkel de $1,1 \pm 0,9$ (FONSECA, 2013).

Conforme pode ser observado, as fibras do *arumã* em fitas apresentam, assim com a *jacitara*, propriedades mais adequadas à sua utilização como reforço em compósitos, visto que os valores médios encontrados no coeficiente de rigidez, índice de Runkel e fração parede indicam isto.

Os mesmos procedimentos foram adotados para amostras extraídas da planta *in natura* (região externa, meio e interna do colmo), ou seja, na totalidade do conjunto das regiões distintas da planta *arumã*, sendo obtidas as características anatômicas mostradas na Tabela 5.6.

Tabela 5.6 – Dimensões anatômicas – *arumã* “*in natura*”.

Dimensões	Região	Intervalo	Média ± Desv. Padrão
Diâmetro Total (μm)	Externa	11,81 - 31,31	$20,13 \pm 1,22$
	Meio	9,15 - 28,97	$15,71 \pm 0,13$
	Interna	9,19 - 29,91	$16,61 \pm 2,28$
Diâmetro do Lúmen (μm)	Externa	4,32 - 24,97	$13,19 \pm 0,34$
	Meio	3,05 - 22,67	$9,62 \pm 1,26$
	Interna	2,66 - 23,91	$10,32 \pm 1,47$
Comprimento (mm)	Externa	1,45 - 5,61	$2,75 \pm 0,67$
	Meio	1,57 - 4,47	$3,01 \pm 0,12$
	Interna	1,64 - 5,31	$2,85 \pm 0,54$

O gráfico abaixo mostra os valores médios das dimensões anatômicas da planta de *arumã* “*in natura*” (Figura 5.33)

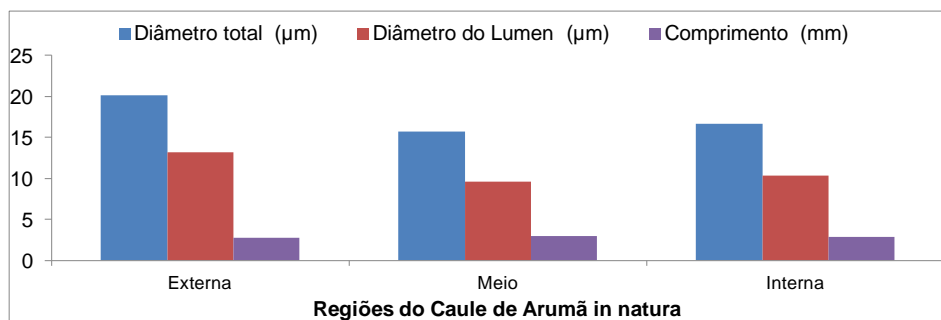


Figura 5.33 – Valores médios das características anatômicas da planta arumã in natura.

Os parâmetros anatômicos do material da planta *arumã* “in natura” estão resumidos na Tabela 5.7, conforme podem ser observados, valores corroboram com àqueles obtidos na metodologia adotada com as fitas do *arumã*, reafirmando desta forma, que as características anatômicas da planta apontam para uma potencial utilização como reforço em compósitos.

Tabela 5.7 – Parâmetros anatômicos do *arumã* “in natura”.

Parâmetros anatômicos	Região	Intervalo	Média ± Desv Padrão
Espessura da parede (µm)	Externa	2,14 - 6,16	3,47 ± 0,24
	Meio	1,85 - 4,36	3,04 ± 0,59
	Interna	1,80 - 4,62	3,15 ± 0,41
Coeficiente de rigidez (%)	Externa	31,98 - 82,02	63,39 ± 4,18
	Meio	30,79 - 81,27	58,26 ± 9,27
	Interna	26,66 - 80,87	58,19 ± 2,66
Índice de Runkel	Externa	0,22 - 2,30	0,70 ± 0,18
	Meio	0,23 - 3,02	0,94 ± 0,53
	Interna	0,24 - 4,20	1,05 ± 0,53
Fração parede (%)	Externa	17,98 - 68,02	36,61 ± 4,18
	Meio	18,73 - 69,20	41,73 ± 9,27
	Interna	19,13 - 73,34	41,81 ± 2,66

O gráfico apresentado na Figura 5.34. abaixo delinea os parâmetros anatômicos da planta de *arumã* “*in natura*”.

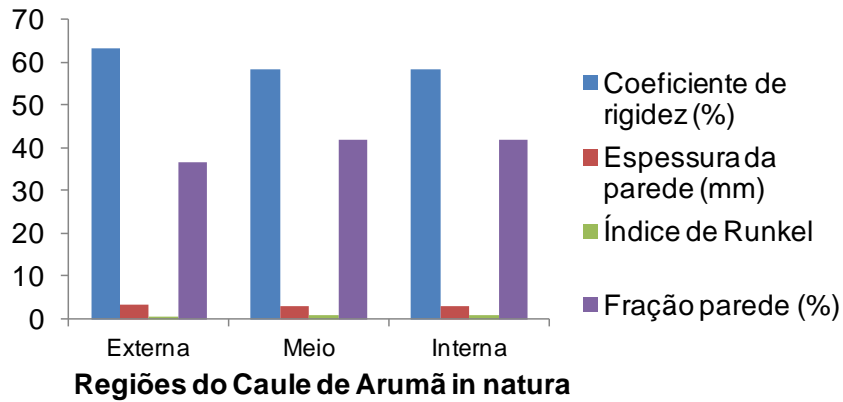


Figura 5.34 – Parâmetros médios com seus respectivos desvios padrões da planta *arumã* “*in natura*”.

5.1.6 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DIRETA

Conforme os procedimentos estabelecidos em materiais e métodos, foram realizados os ensaios de tração direta nas amostras de fibras para cada tratamento estabelecido, sendo obtidos os gráficos semelhantes ao gráfico característico apresentado na Figura 5.35, o qual representa a resposta em termos de tensão por deformação específica para amostra de uma fibra de *arumã* sem tratamento.

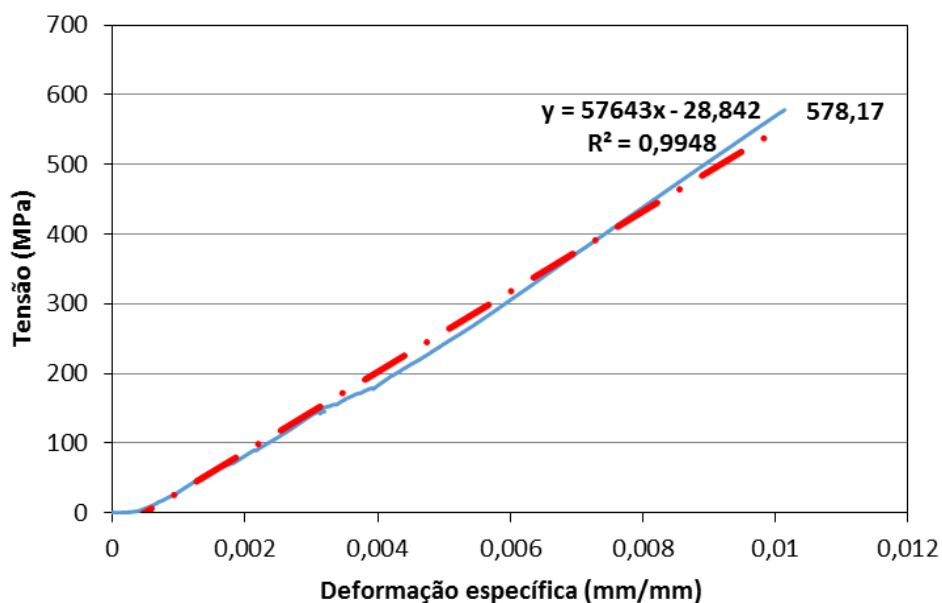


Figura 5.35 – Gráfico característico para o ensaio de tração direta nas fibras de *arumã*.

Tendo em vista que a curva característica tensão por deformação obtida no ensaio de tração direta da fibra de *arumã* ajusta-se perfeitamente a uma reta, Figura 5.35, observa-se que esta fibra apresenta um comportamento linear, com tensão diretamente proporcional a deformação; tal comportamento também foi observado por Oliveira (2013) para as fibras de juta e de malva, duas fibras características da região Amazônica.

Na Tabela 5.8 são apresentados os valores obtidos no ensaio de tração direta para as amostras de fibras de *arumã* considerando a fibra sem tratamento e com os diversos tratamentos definidos no procedimento experimental.

Em termos de valores médios, observa-se que as fibras tratadas apresentaram uma redução no valor do MOE quando comparado com aquele obtido para a fibra sem tratamento, sendo o mais significativo para o tratamento com água quente (redução de 40%) e a menor redução para o tratamento com NaOH a 6% por 4 h (aproximadamente 25%).

Tabela 5.8 – Valores obtidos no ensaio de tração direta para amostras de fibras de *arumã* sem e com tratamento.

Tratamento	MOE (GPa)				Ft (MPa)			
	Média	CV (%)	Min.	Máx.	Média	CV (%)	Min.	Máx.
2% de NaOH a 0,5 h	18,35	2,58	13,47	22,60	316,12	15,54	213,25	391,47
2% de NaOH a 2 h	18,39	13,15	14,73	22,94	276,00	19,28	152,09	330,66
2% de NaOH a 4 h	16,70	26,38	6,22	21,84	280,43	31,14	83,16	398,77
6% de NaOH a 0,5 h	18,37	13,19	14,38	22,62	300,36	18,54	169,32	378,29
6% de NaOH a 2 h	17,76	13,82	14,48	21,45	315,75	22,38	211,66	428,61
6% de NaOH a 4 h	19,22	16,19	10,77	21,66	301,38	22,38	186,45	406,48
10% de NaOH a 1 h	16,76	41,86	9,09	32,80	336,07	43,11	196,43	703,94
Água quente	15,45	12,47	12,04	18,53	302,71	22,18	212,79	418,36
Hornificação	18,00	9,40	15,34	20,24	398,11	16,52	285,94	480,83
Sem tratamento	25,74	39,86	12,56	57,64	380,83	31,58	143,83	640,77

Comportamento semelhante é observado para o f_t , com exceção do tratamento de hornificação que apresentou um acréscimo de aproximadamente 5%, sendo a redução mais significativa para o tratamento de NaOH a 2% por 2h (cerca de 28%) e a menor redução, em torno de 12%, para o tratamento de NaOH a 10% por 1h.

Para a fibra sem tratamento, Oliveira (2013) obteve valores médios para as fibras de juta e de malva de 24,80 e 30,93 GPa para o MOE e de 405,33 e 391,47 para o f_t , respectivamente. Tais valores são próximos àqueles obtidos para a fibra de *arumã* (25,74 para o MOE e 380,83 para o f_t).

Com relação à validação estatística, a Figura 5.36 apresenta os resultados da ANOVA (e validação) do planejamento fatorial completo referente aos seis tratamentos experimentais

delineados, e as Figuras 5.36 e 5.37 ilustram os resultados dos testes de validação da ANOVA para ambas as propriedades mecânicas.

Tabela 5.9 – Resultados da ANOVA do planejamento fatorial completo.

Propriedades	Validação ANOVA		%NaOH	Temp	%NaOH×Temp
	AD	BT			
MOE _t	0,542	0,335	0,413	0,910	0,220
f _t	0,237	0,351	0,391	0,704	0,419

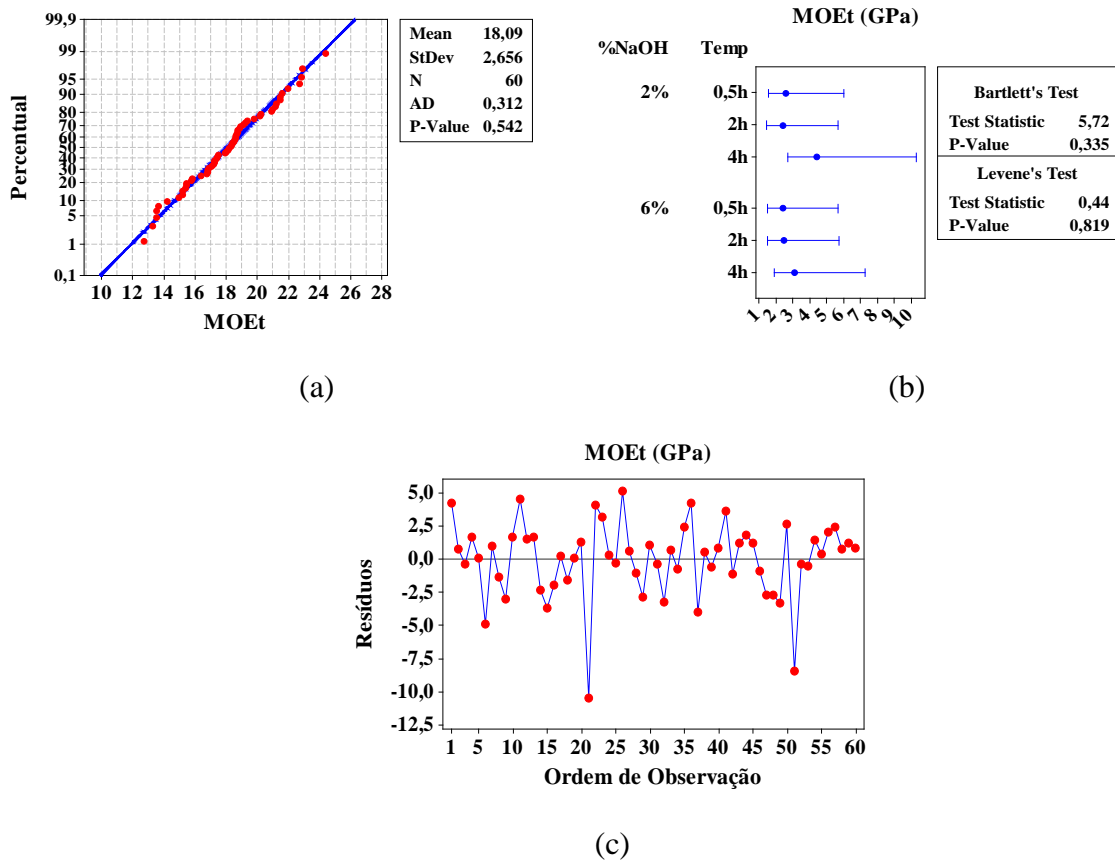


Figura 5.36 – Resultados do teste de normalidade (a), de homogeneidade de variâncias (b) e independência dos resíduos (c) para módulo de elasticidade à tração (MOEt) das fibras.

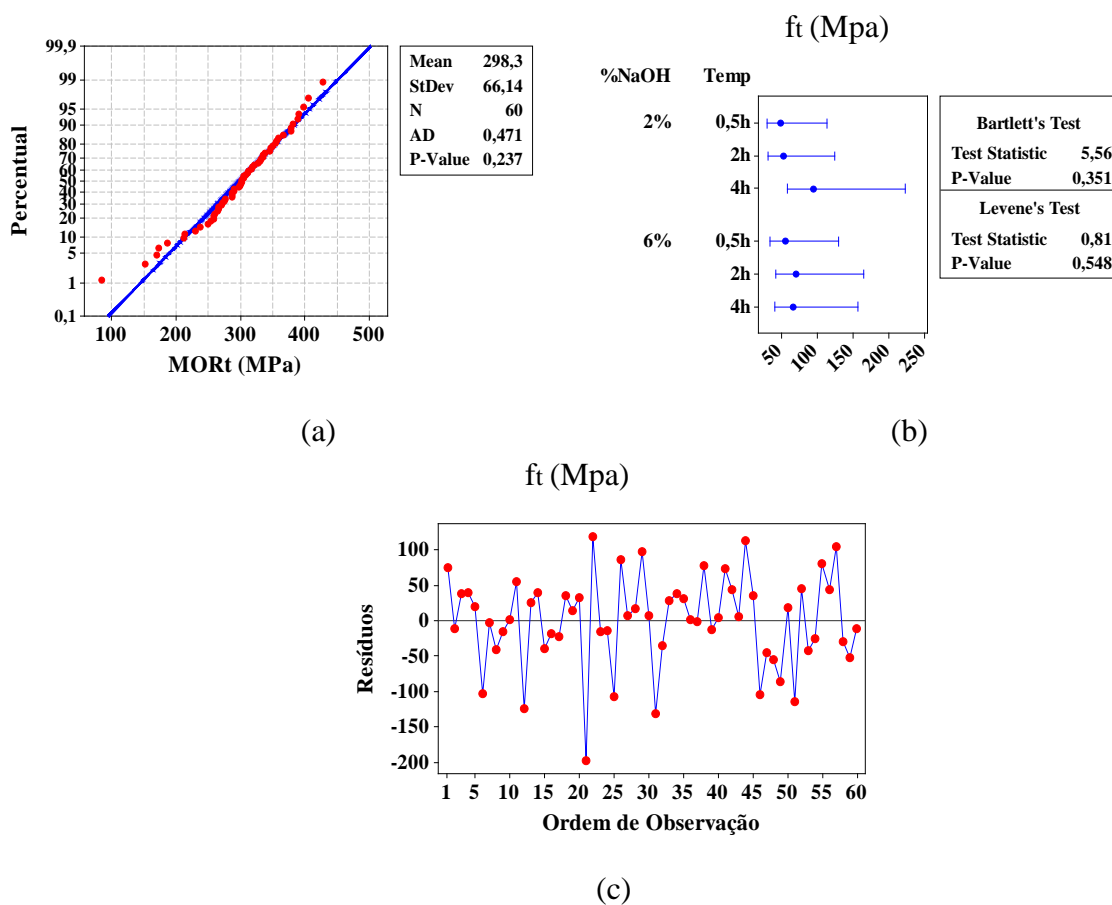


Figura 5.37 - Resultados do teste de normalidade (a), de homogeneidade de variâncias (b) e independência dos resíduos (c) para módulo de resistência à tração (f) das fibras.

Como os P-valores dos testes de validação da ANOVA (Tabela 5.9) foram superiores a 5% para ambas as propriedades, a ANOVA foi então validada. Os resultados da análise de variância revelaram que os fatores isolados (%NaOH; Temp) e a interação entre ambos (%NaOH×Temp) não foram significativos nos valores das propriedades de resistência e de rigidez das fibras, implicando em resultados equivalentes nas duas respostas para os seis tratamentos. Cabe destacar que este resultado é importante, pois o tratamento, que consiste em modificar superfície da fibra com o objetivo de melhorar a sua adesão com a fase matriz, não minorou as propriedades mecânicas das fibras, mesmo na concentração de 6% de NaOH.

Os tratamentos das fibras T4, T5 e T6 (6% de NaOH a 0,50; 2 e 4 horas) foram testados em conjunto com os provenientes do uso de 10% de NaOH a 1 hora de exposição,

água quente e hornificação, sendo investigados os valores da variação dimensional. Os resultados (P-valores) dos testes de normalidade e de homogeneidade de variâncias sobre as variações dimensionais foram iguais a 0,638 (Anderson-Darling) e 0,062 (Bartlett), respectivamente, validado o modelo da ANOVA. O P-valor da ANOVA sobre a VD foi igual a 0,724, implicando na equivalência de resultados nas seis condições experimentais avaliadas.

Sendo os resultados equivalentes nas seis condições experimentais avaliadas, para reduzir o número de compósitos cimentícios reforçados pelas fibras tratadas a serem produzidos no decorrer da pesquisa, optou-se por eleger dois tipos de tratamentos para as fibras tratadas que seriam empregadas com reforço.

O primeiro tratamento escolhido estaria entre aqueles que empregaram uma solução de NaOH, para tanto, foram observados os resultados obtidos por Sedan *et. al* (2008), os quais analisaram compósitos cimentícios reforçados por fibras de cânhamo tratadas com NaOH e com $AlCl_3$.

O tratamento com a solução de NaOH remove alguma hemicelulose, graxas e impurezas da superfície da fibra. A superfície da fibra é quimicamente mais homogênea. Também, observa-se que o tratamento com NaOH tende a deixar a superfície da fibra mais rugosa, com conseqüente melhoramento global do processo de transferência de carga na interface (SEDAN *et. al.*, 2008).

Essas mudanças na morfologia e na composição química das fibras participantes melhoraram o contato entre as fibras e a matriz, reforçando as propriedades mecânicas dos compósitos (SEDAN *et. al.*, 2008).

Sedan *et. al.* (2008) concluíram que uma resistência à tração ótima da fibra é obtida para uma concentração de 6%, resultando em uma superfície da fibra de cânhamo mais limpa.

Deste modo, considerando os resultados obtidos nesta pesquisa e aqueles obtidos para as fibras de cânhamo (SEDAN *et. al.*, 2008), optou-se por escolher o tratamento com solução de NaOH a 6% para as fibras tratadas com este tipo de solução.

O segundo tipo de tratamento escolhido para as fibras tratadas foi o de hornificação, pois observando-se valores médios apresentados na Tabela 5.8, este tratamento foi o único que apresentou resultados melhores para a *ft* e similares aos tratamentos com NaOH para o MOE.

Outras considerações devem ser mencionadas com relação à opção por tratamentos. Como exemplo, com relação ao ângulo de contato, que apesar da fibra vegetal de *arumã* com tratamento de água quente ter sido a única que sofreu transformação da estrutura hidrofílica para hidrofóbica (pelo fenômeno de gelatinização), este grupo de fibras não foi selecionado para acompanhamento final do estudo. Por questões de bom senso, a caracterização do processo de gelatinização necessitava de atividades extras ao cronograma de planejamento, o que impossibilitou que este fenômeno fosse investigado de forma mais detalhada.

Foi verificado, pela análise da microestrutura, que dos dois grupos de tratamentos escolhidos, nenhum apresentou boa interface na zona de transição, pelos mesmos motivos mencionados anteriormente, a camada protetora da fibra, que funcionou como uma parede de isolamento da fibra, impossibilitou a ligação fibra/matriz.

5.1.7 ANÁLISE QUÍMICA

Conforme a Tabela 5.10, os resultados quantitativos dos componentes químicos mostram que o percentual encontrado de celulose na amostra da fibra externa foi de 59,30%, sendo este parâmetro um indicativo de que a fibra apresenta característica para um bom desempenho mecânico, conforme concluiu Oliveira (2013), que em seu estudo, obteve valores próximos para as fibras de juta e malva. Isto vem corroborar com os resultados obtidos para os ensaios de tração direta, ângulo microfibrilar, ângulo de contato e os parâmetros anatômicos anteriormente apresentados.

O percentual encontrado de lignina e hemiceluloses não está fora dos resultados obtidos em outros estudos com fibras vegetais, porém, estes componentes devem ser levados em consideração, uma vez que, em contato com os componentes cimentantes do compósito, são atacados pelo hidróxido de cálcio reduzindo a durabilidade da fibra.

Tabela 5.10 – Caracterização dos componentes químicos da fibra de *arumã*.

Valores determinados pela análise química							
Espécie	Região	Componentes químicos (%)					
		Extrativos Totais	Lignina insolúvel	Cinzas	Holocelulose	Celulose	Hemiceluloses
<i>Arumã</i> branco	Interna	36,55	21,76	2,23	48,24	29,63	18,62
	Externa	2,72	23,34	0,35	88,45	59,30	29,14

Segundo Garcia Hortal (2007), as fibras vegetais de origem não lenhosa contêm holocelulose (celulose somada às hemiceluloses) superior a 79% e menos lignina do que as fibras de espécies madeireiras.

O percentual encontrado de holocelulose perfaz um valor de 88,45%, indicativo de que a fibra de *arumã* não se trata de espécie lenhosa.

Com relação aos percentuais que perfazem valores acima de 100%, o resultado está respaldado pelo fato de ser um procedimento por análise separada para cada componente da fibra, o qual não utiliza a mesma amostra para determinação de todos os componentes.

Em estudos com outras fibras vegetais, diversos autores obtiveram resultados relativos às propriedades dos componentes químicos. A variabilidade dos componentes químicos nas fibras vegetais são fenômenos comuns de decorrerem, mesmo quando as amostras são obtidas de mesmo nicho, ou da mesma planta, e da mesma haste estudada. Constatou-se que as características químicas das fibras de *arumã* não estão fora dos padrões já conhecidos e obtidos para outras fibras empregadas como elementos de reforço, conforme pode ser observado pelos valores apresentados na Tabela 5.11.

Tabela 5.11 – Componentes químicos de fibras vegetais.

Fibras	Algodão	Juta	Linho	Rami	Sisal
Celulose	82,7	64,4	64,1	68,6	65,8
Hemiceluloses	5,7	12,0	16,7	13,1	12,0
Pectina	5,7	0,2	1,8	1,9	0,8
Lignina	—	11,8	2,0	0,6	9,9
Solubilidade em água	1,0	1,1	3,9	5,5	1,2
Cera	0,6	0,5	1,5	0,3	0,3
Água	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0

Fonte: Bledzki, A. K.; Gassan, J., 1999.

5.1.8 DENSIDADE POR PICNOMETRIA

Para o ensaio de densidade por picnometria a gás Hélio realizado em uma amostra da fibra de *arumã*, com oito leituras, foi obtido um valor médio para massa específica de $1,606 \pm 0,002 \text{ g/cm}^3$. Este valor é próximo ao obtido por Santos (2013) para a fibra de *curauá* empregando a mesma técnica e cujo valor médio foi de $1,43 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$.

5.1.9 DIFRAÇÃO SCAN

Nas amostras semicristalinas, o padrão de difração em vermelho representa os calculados para a celulose, apresentados no gráfico da Figura 5.38 das amostras do *arumã* branco interno e externo. A curva em linha contínua azul delinea os picos obtidos para amostra da fibra externa do *arumã* branco.

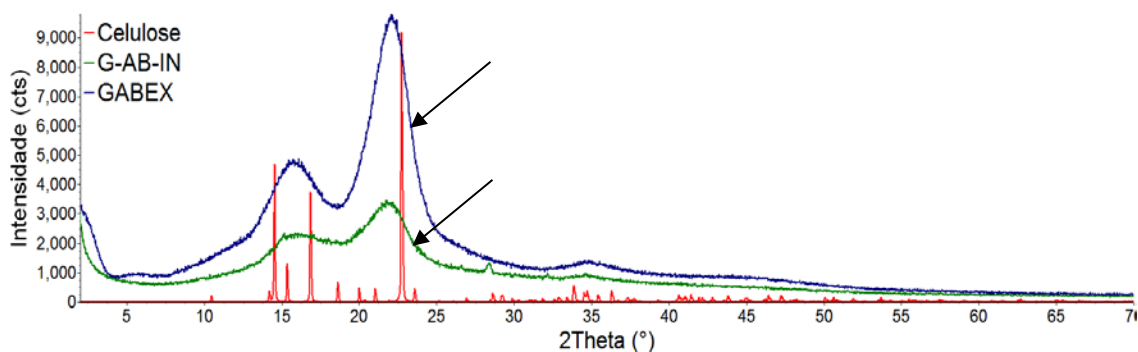


Figura 5.38 - Resultados da Difração Scan do *arumã* branco externo – linha contínua azul e interno linha contínua verde.

Refinando os resultados pelo método de Rietveld, observa-se que a celulose apresenta uma estrutura cristalina, com tamanho médio de cristalito pequeno. Na amostra do *arumã* branco interno existe um pico em $28,9^\circ 2\theta$, que não pôde ser identificado (Figura 5.38).

Para a amostra do *arumã* branco externo todos os picos foram coincidentes com a estrutura cristalina da celulose, destacando-se as presenças nos pontos a $15,9^\circ 2\theta$ e a $23,6^\circ 2\theta$, conforme Figura 5.38.

A Tabela 5.12 apresenta o resultado obtido a partir do refinamento da amostra do *arumã* branco extraído de sua estrutura externa.

Tabela 5.12 – Refinamento da amostra da fibra externa do *arumã* branco.

Análise Quantitativa - Arumã Branco (Interno e Externo)			
Fases	Fórmula	CCDC	Quantitativo (%)
Celulose - CSD_CIF_JINROO 01	$C_6H_{10}O_5$	810597	78,25

Na maioria das amostras da fibra externa analisadas o percentual de sólidos cristalinos constituído pela fase celulose foi de aproximadamente 78%, conforme o que sugere o valor apresentado na Tabela 5.12. Este percentual é significativamente superior aquele obtido na análise química, cerca de 32%. Sendo portanto, um indicador de elevado teor de celulose da fibra de *arumã*, o que se traduz no potencial dessa fibra como reforço.

5.1.10 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICAS DA FIBRA DE ARUMÃ

A Figura 5.39 apresenta os resultados da análise térmica na forma de gráficos por meio das técnicas de TG/DTG da fibra vegetal de *arumã* branco, complementada pela Tabela 5.13, que apresenta os resultados das perdas de massa obtidas na base seca.

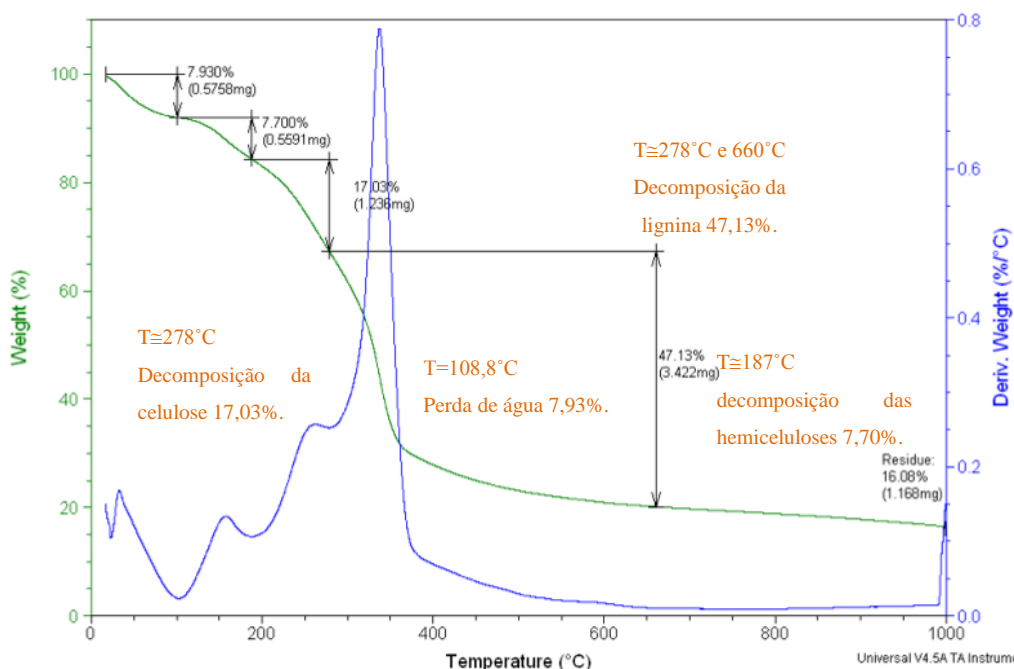


Figura 5.39 – Análise termogravimétrica – fibra externa do *arumã* branco

Tabela 5.13 – Análise termogravimétrica – fibra externa do *arumã* branco.

Intervalo de Temperatura (° C)	Perda de Massa %; (mg)
Perda 1 - 100,8 a 187,8	8,360 % (0,5589 mg)
Perda 2 - 187,8 a 278,6	18,50 % (1,236 mg)
Perda 3 - 278,6 a 660,8	51,19 % (3,422 mg)
Residuo - 998,8	17,47 % (1,168 mg)

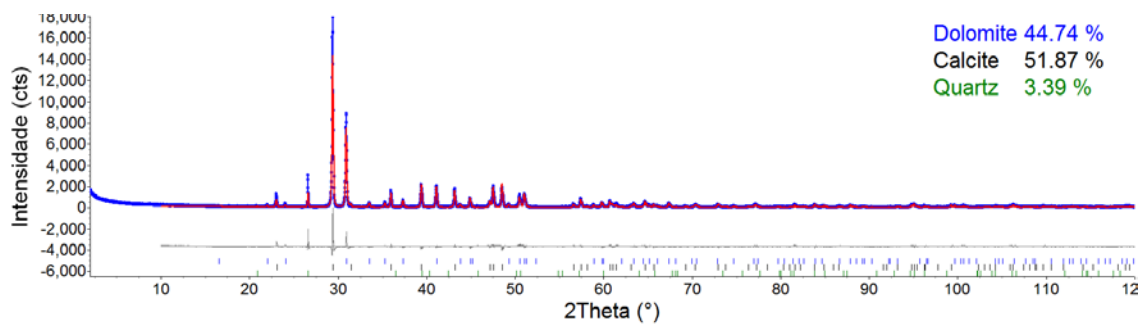
Conforme os gráficos da Figura 4.40, as transformações ocorreram em três estágios, observadas por meio da curva TG, onde até a temperatura de 108,8°C ocorreu perda de massa de 7,93%, atribuída à evaporação da água presente na fibra. A partir dessa mesma temperatura até 187,08°C ocorreu perda de 7,70%, provavelmente devida a despolimerização das hemiceluloses da fibra. Em aproximadamente 278°C ocorreu a decomposição da celulose, com perda de 17,03%. Entre as temperaturas de 278°C e 660,8°C verificou-se uma perda de massa da lignina de 47,13%.

Levando-se em consideração que a massa inicial foi de 6,6852 mg, ao atingir a temperatura máxima de 998,8°C restaram 16,08% de substâncias.

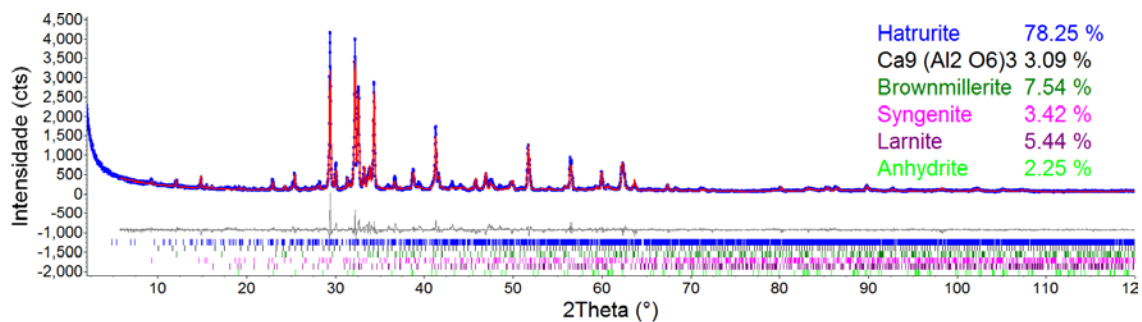
5.2 CARACTERIZAÇÃO DOS COMPONENTES DA MATRIZ

5.2.1 DIFRAÇÃO SCAN

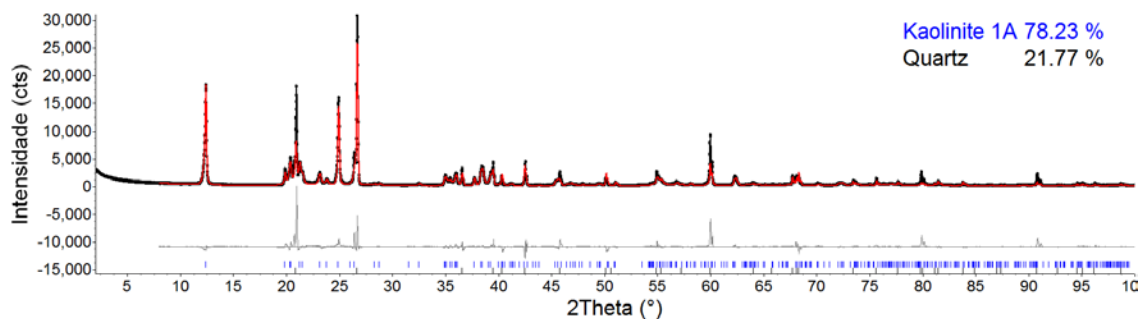
Pelo ensaio de Difração de Raios X agrupado ao método de Rietveld foi possível avaliar as amostras de calcário, cimento e metacaulinita a partir dos gráficos apresentados na Figura 5.40.



(a)



(b)



(c)

Figura 5.40 – Resultados da Difração Scan do (a) calcário, (b) cimento e (c) metacaulinita.

A partir dos resultados da difração de Raios X – SCAN com o auxílio dos procedimentos do método de Rietveld foi possível localizar a presença das fases – quartzo, dolomita e calcita na amostra de calcário (Figura 5.40 (a)), em percentuais de 3,39%, 44,74 e 51,87% respectivamente (Tabela 5.14).

Dos valores apresentados na Tabela 5.14, obtidos a partir do refinamento da amostra do calcário, observa-se o elevado percentual de calcita $\text{Ca}(\text{CO}_3)$, comum neste tipo de material.

A calcita possui boa clivagem romboédrica, ou seja, tem rompimentos que permitem às suas partículas admitirem 3 direções e 6 faces ao decorrer de planos preferenciais que são gerenciados pela estrutura cristalina e ligações químicas, tem dureza igual a 3 na escala de Mohs (GALEMBECK e SIMÃO, 2010).

Tabela 5.14 – Refinamento da amostra do calcário.

Análise Quantitativa - Calcário			
Fases	Fórmula	ICSD	Quantitativo (%)
Dolomita	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$	10404	44,74
Calcita	$\text{Ca}(\text{CO}_3)$	8869	51,87
Quartzo	SiO_2	79634	3,39

A dolomita ($\text{CaCO}_3\text{MgCO}_3$) é outra fase expressiva na amostra de calcário, com um percentual de 44,74%. Esta fase possui boas características físicas com faces curvadas e dureza de 3,5 a 4,0 (Escala de Mohs), tem clivagem perfeita, com ângulo de $73^\circ 45'$ (MACHADO, 2013). Sua composição química basicamente é constituída de carbonato de cálcio e magnésio.

O calcário em estudo tem elevado teor de pureza possuindo um percentual de impureza baixo (quartzo – 3,39%) em relação aos seus componentes essenciais, calcita e dolomita. Sendo um material cristalino no compósito pode contribuir como *filler* na matriz.

Com relação à amostra analisada do cimento *Portland* CPV ARI, foram confirmadas as presenças das fases – Hatrurite, Brownmillerite, Syngenite, Larnite e Anhydrite (Figura 5.40 (b)), com percentuais de 78,25%, 7,54%, 3,42%, 5,44% e 2,25%, respectivamente (Tabela 4.15).

Da Tabela 5.15, observa-se que há uma grande concentração de Hatrurite, mineral que em sua composição tem maior concentração de cálcio ($\text{Ca} \cong 53\%$ dos $\text{CaO} \cong 74\%$), Silício ($\text{Si} \cong 12\%$ dos $\text{SiO}_2 \cong 26\%$) e Oxigênio 35%; tendo esta como característica física uma dureza equivalente a 6 (Escala de Mohs).

Tabela 5.15 – Refinamento da amostra do cimento Portland CPV ARI.

Análise Quantitativa - Cimento <i>Portland</i> CPV ARI			
Fases	Fórmula	ICSD	Quantitativo (%)
Hatrurite	$\text{Ca}_3(\text{SiO}_4)\text{O}$	64759	78,25
	$\text{Ca}_9(\text{Al}_2\text{O}_6)_3$	1841	3,09
Brownmillerite	$\text{Ca}_2(\text{AlFeO}_5)$	27112	7,54
Syngenite	$\text{K}_2\text{Ca}(\text{SO}_4)_2(\text{H}_2\text{O})$	157072	3,42
Larnite	$\text{Ca}_2(\text{SiO}_4)$	963	5,44
Anhydrite	$\text{Ca}(\text{SO}_4)$	1956	2,25

5.2.2 DENSIDADE POR PICNOMETRIA

Foram obtidas para o ensaio de densidade por picnometria a gás Hélio, realizado em amostras do cimento, calcário e da metacaulinita, com cinco leituras para cada amostra as seguintes densidades médias:

Cimento = $3,10 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$;

Calcário = $2,81 \pm 0,05 \text{ g/cm}^3$;

Metacaulinita = $2,66 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$.

Os valores para a massa específica são consistentes com aqueles informados por literaturas que abordam estes tipos de compósitos.

5.2.3 INFRAVERMELHO

Os espectros na região do infravermelho foram realizados nas amostras em destaque na sequência, foram caracterizados pela técnica de espectroscopia de infravermelho com a transformada de Fourier. O objetivo é realizar análise qualitativa por meio do espectro de cada amostrada estudada.

5.2.3.1 CALCÁRIO

No espectro infravermelho impurezas orgânicas na composição rochosa, ainda que sejam pequenas, influem na reflectância, decrescendo-a, diminui o valor da profundidade da banda em análise, influenciando assim, no resultado do ensaio da amostra.

Para a amostra de calcário na banda 1434 cm^{-1} foi identificado o deslocamento da principal feição de absorção dos calcários oolíticos, dos espectros de 1797 cm^{-1} a 2518 cm^{-1} foi observado a presença de minerais primários de dolomita e calcita, ligação de Al – OH, além da identificação da banda de carbonato (Figura 5.41).

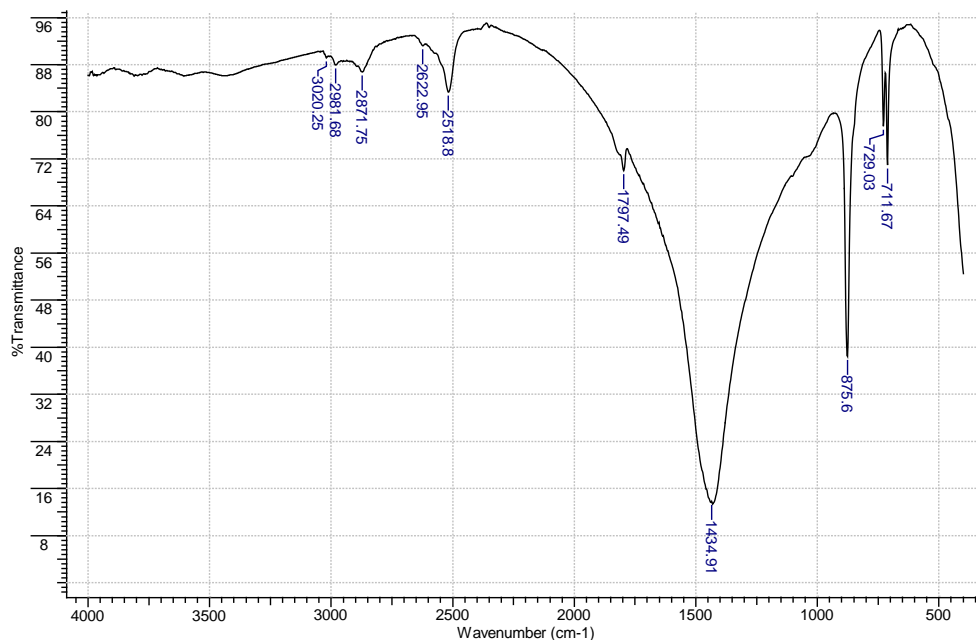


Figura 5.41 - Espectros de absorção de Infravermelho – calcário.

5.2.3.2 CIMENTO PORTLAND CPV ARI

Para o espectro do cimento *Portland* CPV ARI foi registrado a presença aluminato de cálcio C_3A nas bandas 657 cm^{-1} e 457 cm^{-1} ; silicatos de cálcio C_3S nas bandas 877 cm^{-1} , 528 cm^{-1} e 597 cm^{-1} ; materiais carbonáticos nos espectros de 3317 cm^{-1} , 3390 cm^{-1} , 3635 cm^{-1} , 1797 cm^{-1} , 1429 cm^{-1} , 1191 cm^{-1} , 1137 cm^{-1} , 1124 cm^{-1} , 1103 cm^{-1} , 927 cm^{-1} e 601 cm^{-1} (Figura 5.42).

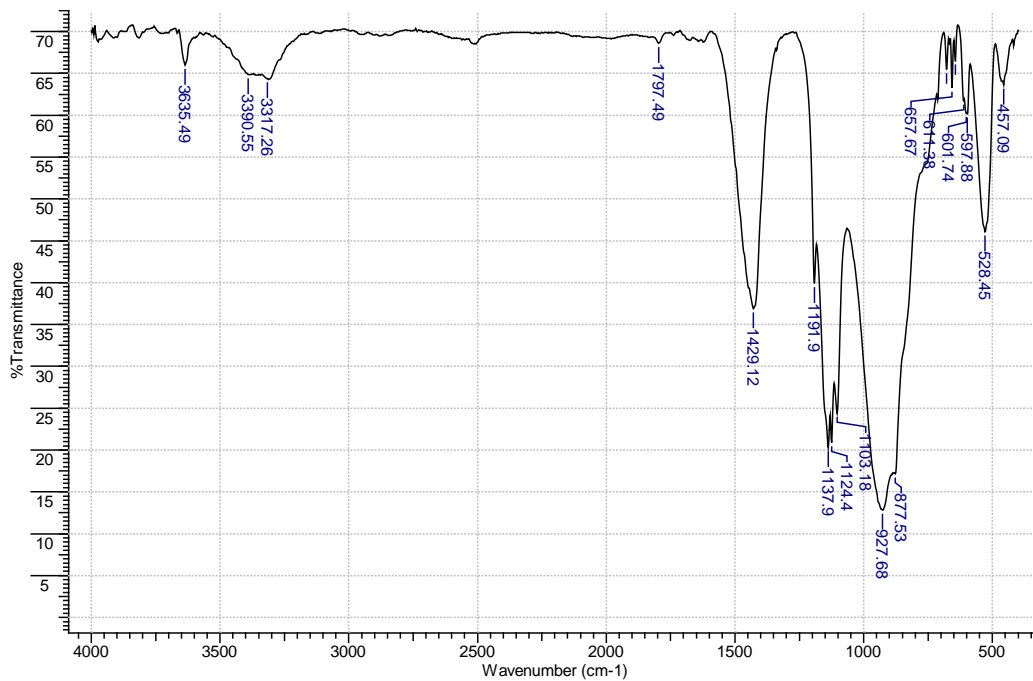


Figura 5.42 - Espectros de absorção de Infravermelho – cimento *Portland CPV ARI*.

5.2.3.3 METACAULINITA

O espectro da amostra apresenta na banda 3465 cm^{-1} com a presença de hidroxilas (O-H), que constituem a caulinita. As bandas 1091 cm^{-1} e 1101 cm^{-1} mostram a conversão da caulinita para metacaulinita, registradas na fase anterior com supressão da caulinita e sua substituição por bandas largas. O processo de calcinação a 600° C induz ao rompimento da estrutura cristalina da caulinita transformando-a em metacaulinita. Características da zeólita foram identificadas na banda 460 cm^{-1} . A deformação de SiO foi detectada no espectro 811 cm^{-1} (Figura 5.43).

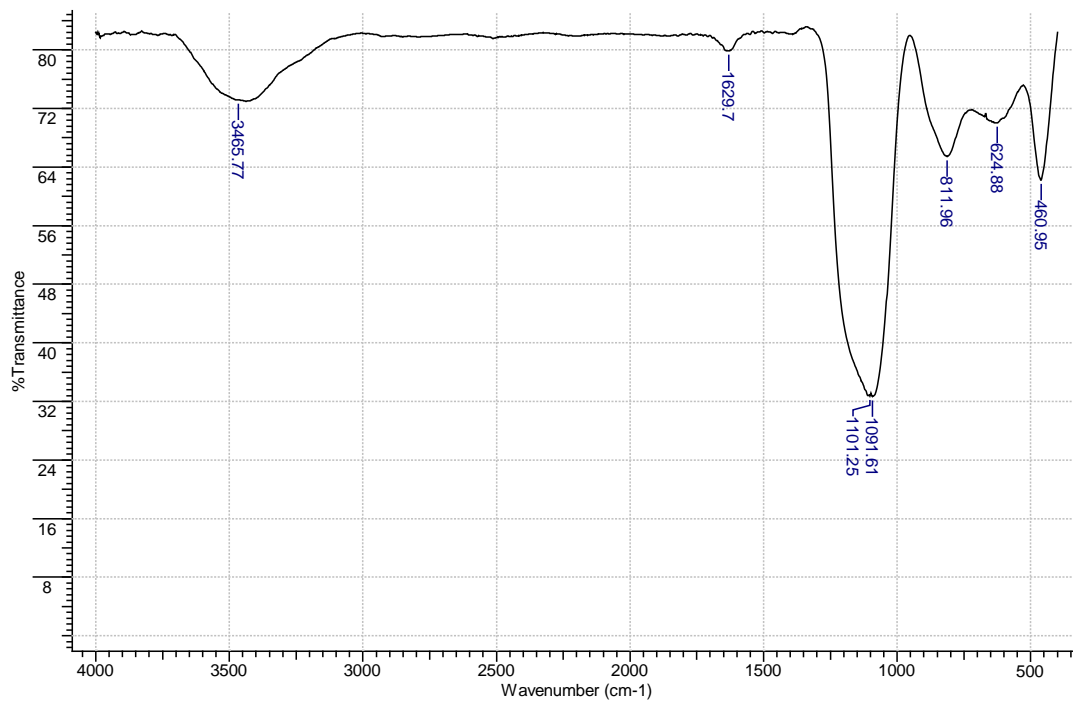
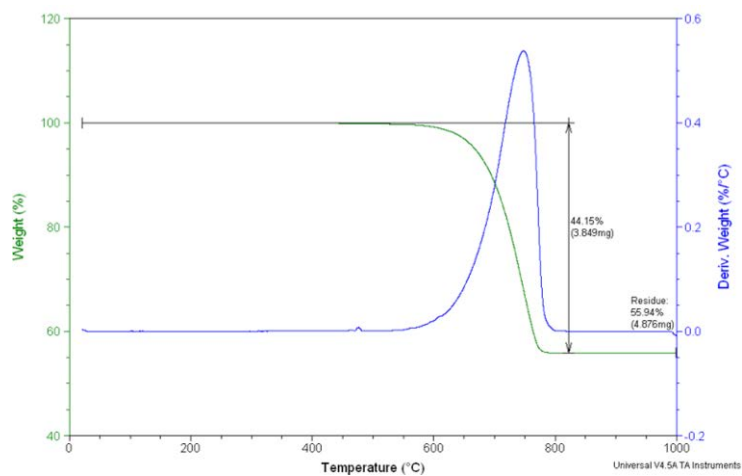


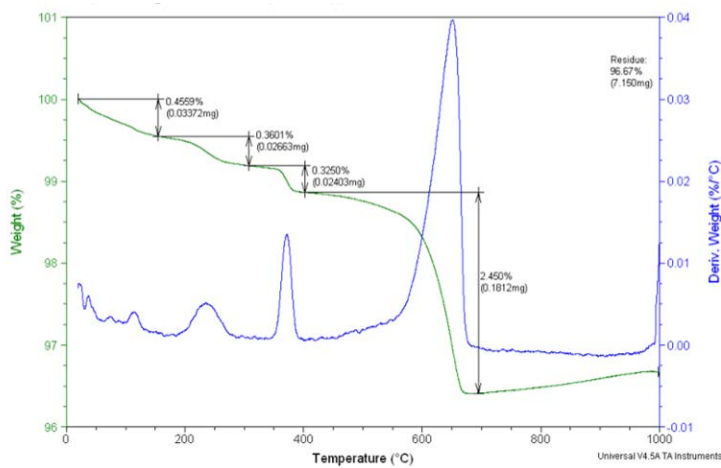
Figura 5.43 - Espectros de absorção de Infravermelho – metacaulinita.

5.2.4 TERMOGRAVIMETRIA

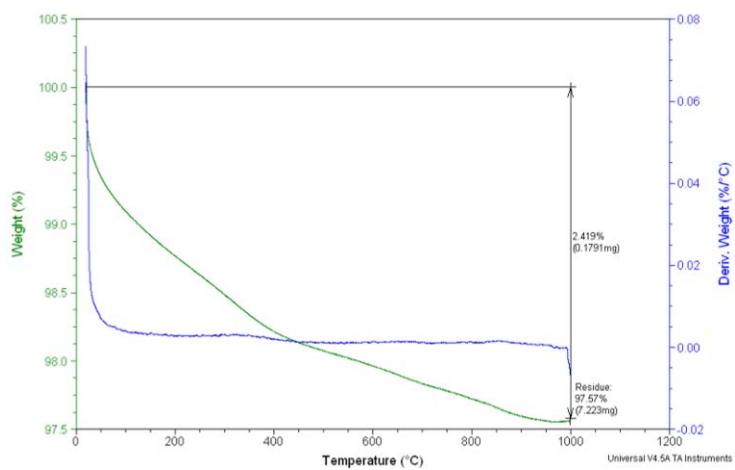
Na Figura 5.44 é possível observar as curvas de termogravimetria do calcário, cimento e metacaulinita.



(a)



(b)



(c)

Figura 5.44 - Análise termogravimétrica – (a) Calcário, (b) Cimento e (c) metacaulinita.

Na análise termogravimétrica foi identificada, para a amostra a amostra de calcário, Figura 5.44(a), uma perda inicial a 100° C, devida a redução da umidade da amostra. Em aproximadamente 480° C, há uma perda de massa do carbonato de magnésio em conjunto com a redução do gás carbônico, que se prolonga próximo a 800° C, e a 822° C ocorre a decomposição do carbonato de cálcio e a eliminação do gás carbônico. O estágio final ocorre com a temperatura acima de 990° C, onde a perda de massa residual perfaz um total de aproximadamente 56%. Tais intervalos identificados nas curvas estão registrados na Tabela 5.16.

Tabela 5.16 – Perdas das amostras na base seca

Intervalo de Temperatura (° C)	Perda de Massa %; (mg)
Perda 1 - 100,00 a 822,30	44,15 % (3,848 mg)
Resíduo - 999,9	55,94 % (4,876 mg)

Para a amostra de cimento *Portland* CPV ARI foram observados nos gráficos da Figura 5.44 (b) picos a 155° C, relacionados à perda de água livre. De 155°C até aproximadamente 402° C ocorreu a decomposição da gipsita, da etringita e singenita (KOSMTKA *et al.*, 2002). Entre 402° C e 672° C houve a degradação da portlandita Ca(OH)₂, pontuando um pico exotérmico. As perdas da massa na base seca nos intervalos de temperaturas são apresentadas na Tabela 5.17, onde observa-se que a massa residual ficou em torno de 96%.

Tabela 5.17–Perdas das amostras na base seca – Cimento CPV ARI.

Intervalo de Temperatura (° C)	Perda de Massa %; (mg)
Perda 1 - 99,5 a 155,00	0,1410 % (0,01040 mg)
Perda 2 - 155,00 a 307,60	0,3609 % (0,02661 mg)
Perda 3 - 307,60 a 402,20	0,3262 % (0,02405 mg)
Perda 4 - 402,20 a 672,80	2,457 % (0,1811 mg)
Resíduo - 998,8	96,97 % (7,149 mg)

Em relação a metacaulinita a caracterização termogravimétrica, a partir da análise na curva DTG apresentada na Figura 5.44(c), apontou uma perda de umidade a partir de aproximadamente 101° C, onde a partir desta temperatura até um valor em torno de 958° C

houve perda de massa correspondente a desidroxilação da caulinita. Ao final do processo a perda da massa residual ficou próxima de 98% (Tabela 5.18).

Tabela 5.18 – Perdas das amostras na base seca – metacaulinita.

Intervalo de Temperatura (° C)	Perda de Massa %; (mg)
Perda 1 - 101,5 a 958,2	1,547 % (0,1135 mg)
Perda 2 - 998,0	98,46 % (7,223 mg)

5.2.5 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X

Calcário

Para a amostra do calcário foram obtidos na caracterização química, percentuais significativos de cálcio e magnésio da ordem de 52,12% e 2,986 %, respectivamente (Tabela 5.19). Este resultado confirma o que foi observado no ensaio de difração de Raios X agrupado ao método de Rietveld, em que as fases dominantes no calcário são a Dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) com 44,74% e Calcita ($\text{Ca}(\text{CO}_3)$) com 51,87%, portanto, com magnésio presente na primeira fase e o cálcio presente nas duas fases.

Tabela 5.19 – Caracterização química do calcário.

Caracterização Química - Calcário			
Elemento Químico	Quantitativo (%)	Elemento Químico	Quantitativo (%)
Mg	2,986	Mn	0,066
Al	0,176	Fe	0,371
Si	0,585	Sr	0,121
P	0,089	Zr	0,000
K	0,000	Ag	0,126
Ca	52,121	In	0,512
Ti	0,033	Ba	0,029
V	0,005	Eu	0,000
Cr	0,003	Lu	0,002

Cimento *Portland V* - ARI

Conforme observado na Tabela 5.20, os elementos químicos com percentuais mais significativos foram o cálcio, o ferro e o silício, com 52,06%, 2,52% e 2,35%. O primeiro e o último fazem parte da composição da fase Hatrurite, que compõe 78,25% do cimento, enquanto que o ferro é um elemento presente na composição da fase Brownmillerite (7,54%), confirmando os resultados obtidos pela difração de Raios X com o método de Rietveld.

Tabela 5.20 – Caracterização química do cimento CP V.

Caracterização Química - Cimento <i>Portland CPV ARI</i>			
Elemento Químico	Quantitativo (%)	Elemento Químico	Quantitativo (%)
Mg	0,285	Cu	0,003
Al	0,97	Zn	0,013
Si	5593	Rb	0,006
S	2,348	Sr	0,207
K	0,639	Y	0,003
Ca	52,058	Zr	0,003
Ti	0,184	Ru	0,000
V	0,025	Ag	0,088
Cr	0,006	In	1335
Mn	0,085	Ba	0,055
Fe	2,52	Eu	0,009
Ni	0,005	Yb	0,001
		Re	0,000

Metacaulinita

A identificação dos compostos orgânicos presentes na amostra da metacaulinita, tanto no ensaio de caracterização química (Tabela 5.21) como com a contribuição dos ensaios de Difração de Raios X e Raman foram complementares em informações.

O processo de preparo da metacaulinita deu-se com o procedimento de calcinação prévio, onde pelas curvas da TG/DTG, pode-se observar que ocorreu elevado grau de desidroxilação caulinita a partir de 101 °C a 958 °C, conduzido assim, a ausência residual caulínica. Com a ausência caulinita fica confirmada a condição amorfa da amostra pela (ASTM – C 618). Na situação específica, a amostra pozolânica encontra-se nas condições

ideais de reagir com o hidróxido de cálcio, assegurando ao compósito melhor resistência mecânica. Na Tabela 5.21, os teores dos elementos químicos mais expressivos notadamente Silício, Alumínio e Titânio, atingiram 21,656 %, 13,636% e 2,181%, respectivamente.

Tabela 5.21– Caracterização química da Metacaulinita

Caracterização Química - Metacaulinita			
Elemento Químico	Quantitativo (%)	Elemento Químico	Quantitativo (%)
Al	13,636	Sr	0,006
Si	21,656	Y	0,005
P	0,148	Zr	0,177
S	0,000	Nb	0,006
K	0,026	Ru	0,000
Ca	0,077	Ag	0,134
Sc	0,000	In	0,000
Ti	2,181	Eu	0,016
V	0,034	Hf	0,008
Cr	0,018	Re	0,000
Mn	0,009	Ir	0,000
Fe	7667	Tl	0,000
Ni	0,002	Pb	0,003
Cu	0,004	Th	0,006
Zn	0,005		
Ga	0,008		
As	0,002		

Désir *et. al* (2001) apresentaram a composição química da metacaulinita produzida a partir de material argiloso calcinado entre as temperaturas de 500 °C a 650 °C (Tabela 5.22).

Tabela 5.22 - Composição química para metacaulinita (DÉSIR *et. al*, 2001).

Composição Química	Teor (% em massa)
Dióxido de silício (SiO ₂)	57,03
Óxido de alumínio (Al ₂ O ₃)	36,98
Óxido de ferro (Fe ₂ O ₃)	3,92
Óxido de cálcio (CaO)	0,35
Óxido de magnésio (MgO)	0,7
Trióxido de enxofre (SO ₃)	0,25
Óxido de sódio (Na ₂ O)	0,08
Óxido de potássio (K ₂ O)	0,69

5.3 INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE FIBRAS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS COMPÓSITOS

5.3.1 TERMOGRAVIMETRIA DA PASTA

A Figura 5.45 apresenta os gráficos relativos ao ensaio de Termogravimetria referente a pasta com 1 dia de cura.

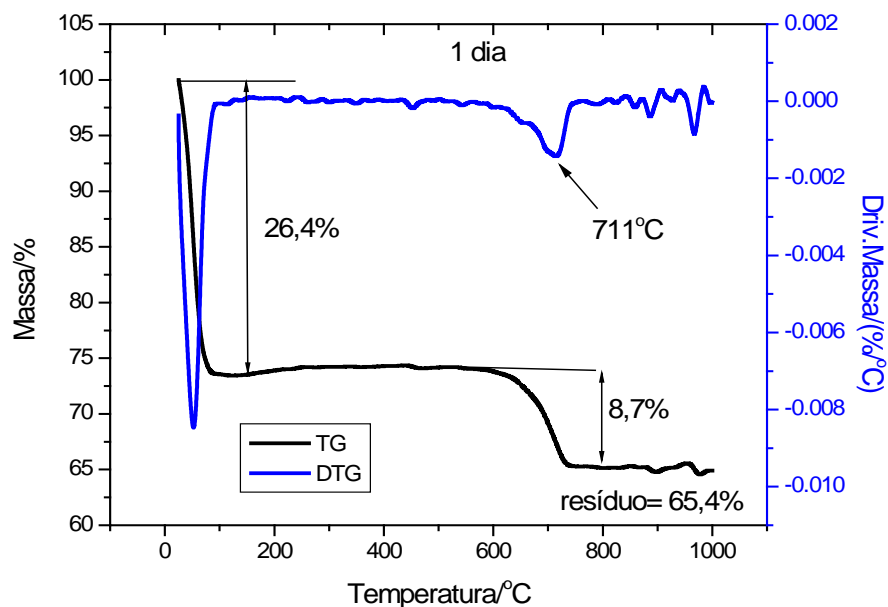


Figura 5.45 –Análise termogravimétrica da pasta com 1 dia

Dos gráficos apresentados na Figura 5.45, para a primeira idade da pasta cimentícia observa-se um primeiro pico a 65°C, relacionado à perda inicial de umidade, com perda de massa de aproximadamente 26%, seguida de outras perdas ao longo do tempo que estão associadas ao processo de acomodação do sistema.

No intervalo de temperatura de aproximadamente 100 a 450°C, ocorreram suaves e sucessivos picos, que se referem a uma pequena parcela de óxido de cálcio (CaO) que recebe um acréscimo de massa ao longo desse intervalo, tendo em vista que o CaO existente é oriundo do que sobrou da portlandita (CaOH)₂ ou do hidróxido de cálcio (CH), ou seja, nesta

idade inicial da pasta ocorre a formação do CH e do C-S-H. Dentro desta mesma faixa de temperatura há ainda a perda de massa do superplastificante utilizado na pasta, que ocorre a partir de 140°C. Todos estes fenômenos ocorridos são comuns a esta fase de hidratação de pastas cimentícias.

A partir da faixa de 711°C foi registrado um decréscimo de densidade, seguida pela formação de um novo composto, o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), que ao longo do tempo foi consumindo o hidróxido de cálcio. Esta perda de massa equivale a aproximadamente a 8%, dentro do intervalo de 711 a 780°C. Finalmente, após esta faixa, resta apenas a parte residual.

Na Figura 5.46 são apresentados os gráficos relativos ao ensaio de Termogravimetria da pasta com 28 dia de cura.

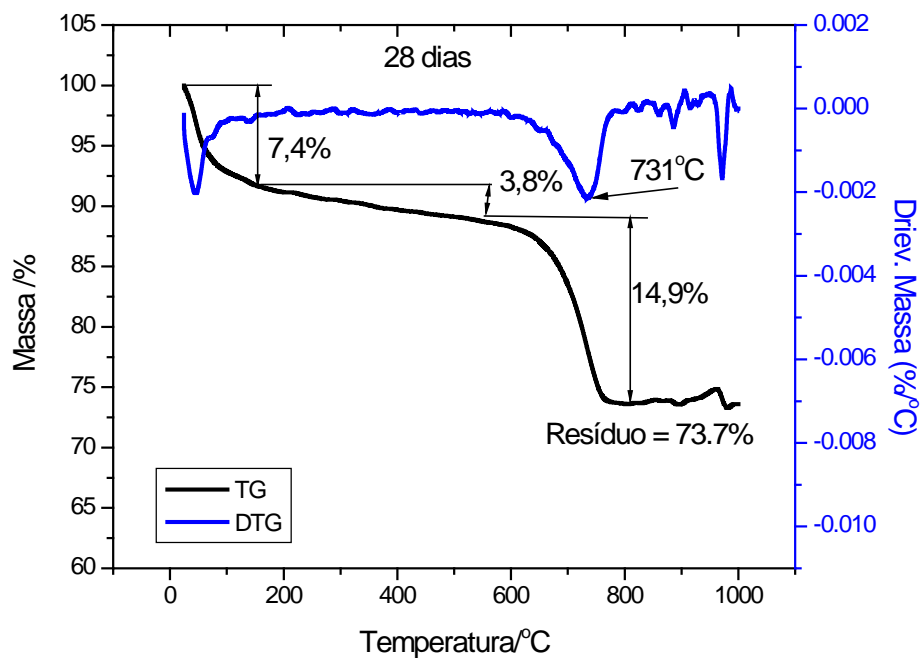


Figura 5.46 - Análise termogravimétrica da pasta com 28 dia

Como no ensaio anterior, o primeiro pico a 45°C é resultado de uma perda residual de umidade da pasta, em torno de 7%. Aproximadamente 3% de massa é perdida no intervalo de temperatura compreendido entre 80°C e 600°C, em que ocorrem vários picos decorrentes do

crescimento dos íons Ca^{2+} , o qual cessa quando ocorre a sua saturação e a precipitação da portlandita $(\text{CaOH})_2$. Com essa perda de massa ou consumo de $(\text{CaOH})_2$, há a formação expressiva de C-S-H, registrada à temperatura de 731°C com perda de massa de aproximadamente 14%, conforme identificada no gráfico.

Comparando-se os resultados obtidos no ensaio de Termogravimetria para as amostras de pasta nas idades de 1 dia e 28 dia, observa-se que o volume de massa perdida e transformada em C-S-H de uma idade para outra foi praticamente o dobro, com os picos iniciais de hidratação ocorrendo de forma alternada em transformações endotérmicas e exotérmicas, as quais concentraram-se na formação do C-S-H e no consumo do $(\text{CaOH})_2$, sendo portanto, faixas evolutivas do composto C-S-H, motivo pelo qual houve uma diferença de perda de massa expressiva.

5.3.2 Absorção de Água/ Densidade e porosidade Aparente – Laminado Cimentício

As matrizes cimentícias apresentam características peculiares em seu estado fresco, na relação água/cimento, provocadas pelos componentes aditivos e elementos de reforço, que são expressas por sua tensão superficial exercida sobre cada elemento, definindo o volume de absorção de água.

Neste período, dentro desta microestrutura, as fases se definem, os cristais se precipitam, como, o caso dos hidróxidos de cálcio e etringita, tornando a matriz vulnerável ao surgimento de microfissuras, e a fibra, exposta aos ataques alcalinos. Todos estes fenômenos são controlados pelas propriedades químicas e físicas de cada componente. Em especial, a absorção, densidade e porosidade, estão correlacionadas nos aspectos físicos observados neste ensaio.

Os valores apresentados na Tabela 5.23, indicam que os tratamentos não alteraram de forma significativa as características do compósito produzido com fibras sem tratamento, em especial a absorção, o que para esta última propriedade pode ser um indicativo de que ambos os tratamentos não produziram a alteração desejada de tornar a fibra mais hidrofílica. Esta

suspeita também encontra respaldo nos resultados observados pelo pequeno aumento do volume de vazios e da densidade, em torno de 5,5% e 9,8%, respectivamente, com uma pequena diminuição da absorção, em torno de 4%, todos para o compósito com fibras tratadas com NaOH a 6% e período de imersão de 4h, sendo estas as maiores diferenças observadas nos valores médios.

Tabela 5.23 - Parâmetros físicos dos compósitos reforçados com fibras de *arumã*.

Tipo de compósito	EA^(*)	Absorção (%)	Densidade (g/cm³)	Volume de vazios (%)
Fibras sem tratamento	NÃO	22,73±0,11	1,516±0,014	34,46±0,32
Fibras tratadas com NaOH - 6% - 4h	NÃO	21,85±0,25	1,540±0,022	33,64±0,39
	SIM	21,85±1,46	1,665±0,013	36,37±2,25
Fibras tratadas com hornificação	NÃO	22,40±0,64	1,603±0,012	35,91±0,96
	SIM	22,40±0,64	1,603±0,012	35,91±0,76

(*) EA – Envelhecimento acelerado.

5.3.3 COMPORTAMENTO DE ARRANCAMENTO

Conforme os resultados obtidos nos ensaios de arrancamento, foi possível traçar os gráficos da força pelo deslocamento da fibra medidos para cada corpo de prova, cujo gráfico característico é apresentado na Figura 5.47.

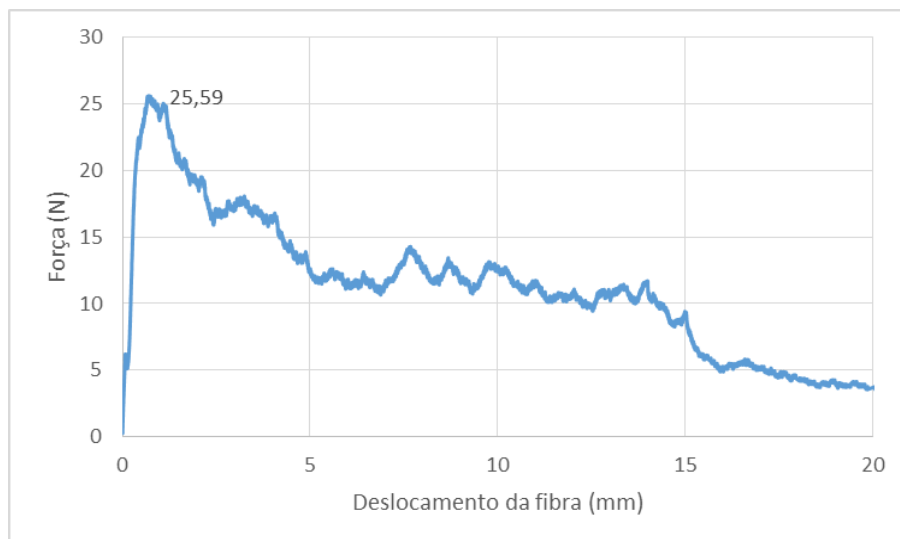


Figura 5.47 - Gráfico da força pelo deslocamento da fibra de *arumã* obtida no ensaio de arrancamento.

O gráfico característico para o ensaio de arrancamento das fibras de *arumã* apresenta configuração semelhante àquela apresentada pelo gráfico obtido por (SILVA *et. al.*, 2009) para o mesmo tipo de ensaio, porém com fibras de sisal, conforme pode ser observado na Figura 5.48.

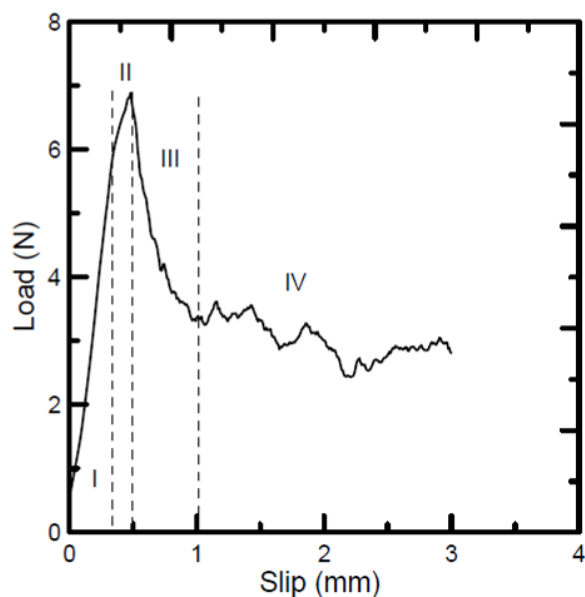


Figura 5.48 – Gráfico força x deslocamento obtido por Silva *et. al.*, (2009) em ensaio de arrancamento para fibra de sisal. Fonte: Silva *et. al.*, (2009).

Para quantificar o ensaio de arrancamento, de modo que fosse possível avaliar de forma comparativa os diversos tratamentos superficiais das fibras de *arumã*, definiu-se uma resistência adesional.

Semelhante ao adotado por Silva *et. al*, (2009) a resistência adesional foi definida como sendo a força máxima obtida no ensaio de arrancamento dividida pela área superficial de contato fibra/matriz, representando desta forma a tensão máxima para qual a fibra começa a se deslocar dentro da matriz cimentícia em que está imersa (região II da Figura 5.48).

Deve-se observar que até então, o deslocamento apresentado pela fibra foi devido à deformação elástica na fibra, identificado pela região I da Figura 5.48, na qual o comportamento é aproximadamente linear.

Muito embora, a interface fibra/matriz ainda ofereça resistência ao deslocamento interno da fibra, representada pela região IV da Figura 5.48, após uma queda abrupta no valor da força, esta não foi considerada na avaliação do tratamento, tendo em vista que a finalidade dos tratamentos empregados tinham por objetivo a melhoria da adesão fibra/matriz, portanto, melhor representada pelo valor da força máxima.

Como complemento da avaliação dos resultados qualitativos, acrescenta-se que a força que surge na região IV, refere-se tão somente as forças de atrito que surgem durante o deslocamento da fibra no interior da matriz devida a irregularidades tanto da superfície da fibra quanto da própria matriz cimentícia.

De posse dos valores máximos da força obtidos no ensaio de arrancamento para cada conjunto fibra/matriz com as respectivas áreas da interface foi possível determinar o valor médio da resistência adesional considerando o tipo de tratamento, conforme apresentado na Tabela 5.24.

Tabela 5.24 – Valores médios para a resistência adesional.

Tratamento	Resistência Adesional (MPa)		
	Média	DV	CV (%)
Água Quente	0,18	0,10	55,55
Hornificação	0,20	0,16	80,00
NaOH - 6% - 30 min.	0,19	0,15	78,94
NaOH - 6% - 2h	0,15	0,09	60,00
NaOH - 6% - 4h	0,23	0,26	113,04
NaOH - 10% - 1h	0,21	0,13	61,90

Dos valores apresentados na Tabela 5.24, observa-se que o alto valor do desvio padrão apresentado para o ensaio com as fibras, considerando cada tipo de tratamento, indica que o ensaio de arrancamento de fibras imersas em matriz cimentícia, conforme proposto no procedimento experimental, é um tipo de ensaio muito sensível as condições de ensaio de cada amostra, tais como:

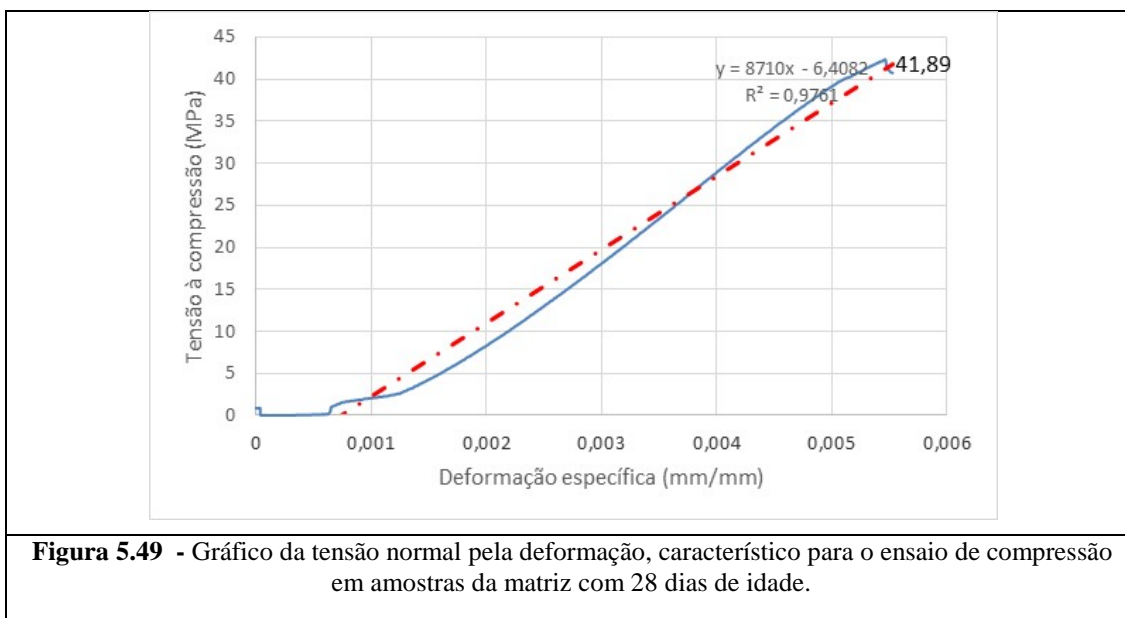
1. Posicionamento correto de cada fibra no centro do corpo de prova cilíndrico cimentício, devendo este estar perfeitamente na vertical;
2. Posicionamento correto do corpo de prova no dispositivo de ensaio da máquina, de modo que o carregamento seja aplicado com a fibra exatamente na posição vertical, evitando que haja alguma excentricidade entre a linha de aplicação da carga e o eixo da fibra;
3. Fixação correta da extremidade da fibra nas garras da máquina de ensaio de modo a evitar que haja escorregamento durante a aplicação do carregamento.

Todos esses fatores influenciam de modo decisivo no comportamento mecânico do conjunto fibra/matriz durante o ensaio, porém, por se tratar de uma análise comparativa entre os diversos tratamentos e levando-se em consideração que todas as amostras estavam sujeitas as mesmas condições de ensaio, dos valores da Tabela 5.24 e considerando a grande dispersão

de resultados, representada pelo desvio padrão, conclui-se que não houve diferença significativa entre os tratamentos com relação à resistência adesional das fibras ensaiadas.

5.3.4 COMPRESSÃO UNIAXIAL/MATRIZ CIMENTÍCA

O ensaio de compressão foi realizado apenas na matriz cimentícia. Na Figura 5.49 é apresentada uma curva tensão por deformação específica típica daquelas que foram obtidas para todas as amostras submetidas ao ensaio de resistência à compressão executado com 28 dias de idade.



Com os gráficos obtidos para cada amostra ensaiada foi possível determinar os valores máximos para a tensão de compressão (σ_m) e para deformação específica (ϵ_m), além do módulo de elasticidade (MOE), os quais são apresentados na Tabela 5.25, juntamente com os parâmetros de variação.

Tabela 5.25 – Propriedades mecânicas da matriz cimentícia submetida à compressão.

Parâmetro	Média	DV	CV (%)
σ_m (MPa)	33,41	12,00	35,92
ε_m	0,00551	0,00003	0,52
E (GPa)	7,68	1,46	18,97

5.3.5 FLEXÃO EM QUATRO PONTOS

Os resultados para o ensaio de flexão em quatro pontos foram dispostos em gráficos de tensão por deslocamento vertical no meio do vão, os quais apresentaram curvas semelhantes àquela mostrada na Figura 5.50.

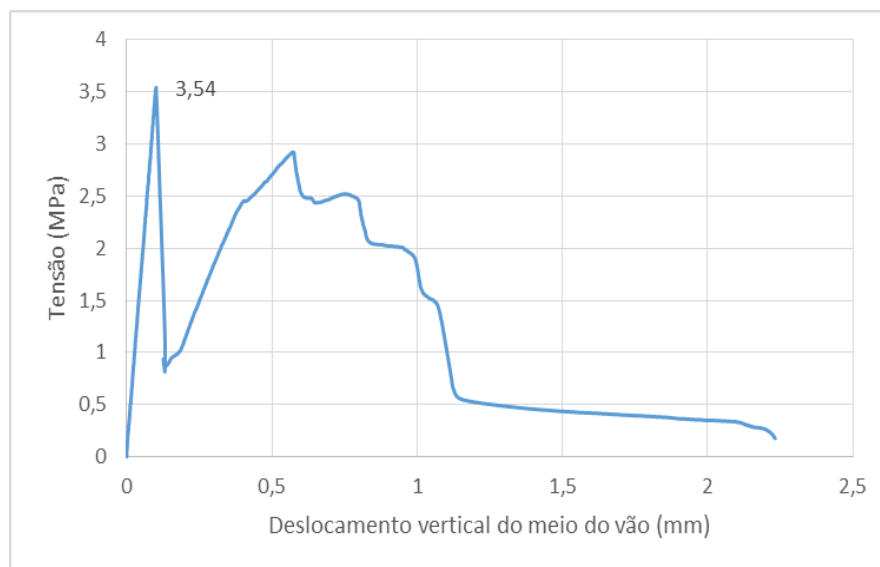


Figura 5.50 - Gráfico da tensão pelo deslocamento no centro do vão para a amostra sob flexão em quatro pontos para compósito cimentício reforçado com fibra de *arumã*.

Com relação ao comportamento do compósito em termos da resposta da tensão por deslocamento no meio do vão, conforme a Figura 5.50, pode-se compará-lo ao obtido por LIMA (2004).

LIMA (2004) realizou ensaios de flexão em quatro pontos em placas espessas de laminados cimentícios reforçados por fibra longa de sisal, variando o volume de fibras no compósito. Os gráficos característicos obtidos por LIMA (2004) para um volume de 3% (P3C2) e 6% (P6C2) de fibras são apresentados nas Figuras 5.51 e 5.52.

Conforme se pode observar comparando os gráficos das Figuras 5.51 e 5.52, a resposta para o compósito cimentício reforçado com fibras de *arumã* (Figura 5.50). O gráfico para as fibras de *arumã* assemelha-se àquele apresentado para o compósito com reforço de 3% de fibras longas de sisal (P3C2 nas Figuras 5.51 e Figura 5.52), o qual é caracterizado por uma única fissura. Entretanto, o compósito com reforço de 6% de fibras longas de sisal (P6C2 na Figura 5.51), apresenta um comportamento de múltiplas fissuras.

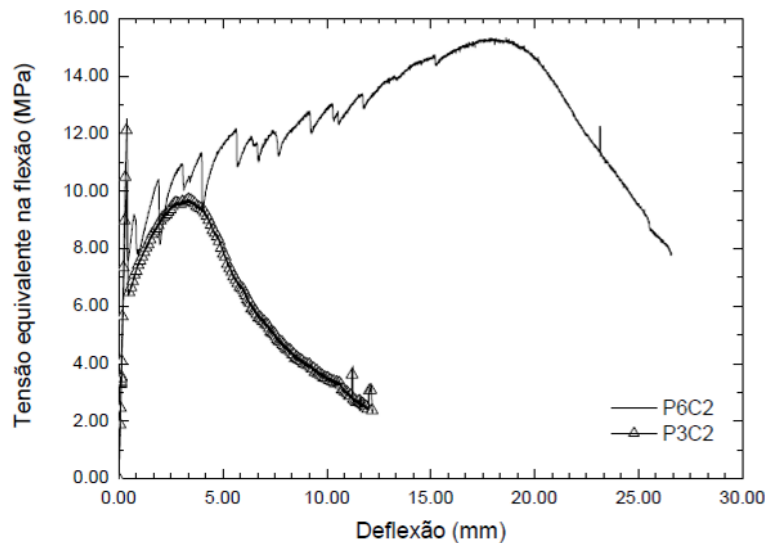


Figura 5.51 – Influência do volume de fibra no comportamento tensão-deflexão dos laminados sob flexão.

Fonte: LIMA (2004).

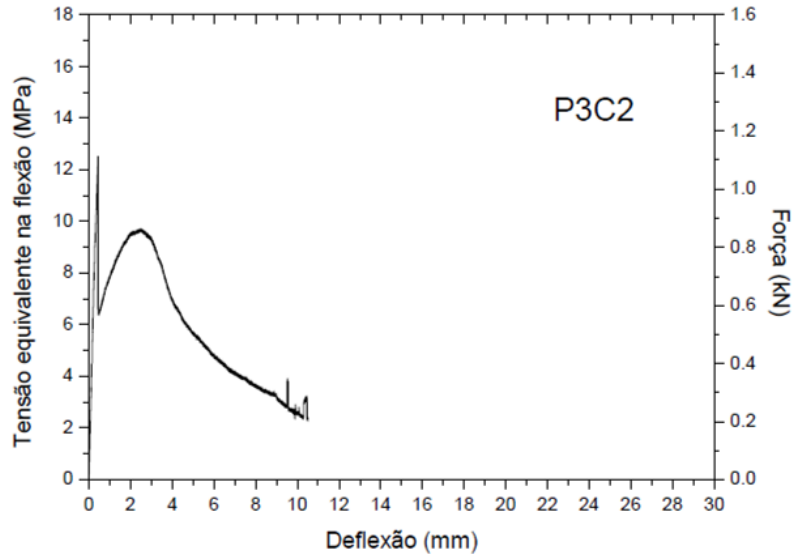


Figura 5.52 – Curva típica tensão-deflexão para placa espessa P3C2. Fonte: LIMA (2004).

Segundo Bentur e Mindess (2007), para que haja múltipla fissura é preciso que o volume de fibra seja suficiente para mobilizar tensões maiores que a tensão de fissura do compósito, sendo este volume denominado de volume crítico de fibras.

Sendo assim, observa-se que o compósito reforçado por fibras de *arumã* apresenta comportamento de um compósito com o volume de fibras abaixo do volume crítico, como aquele reforçado com 3% de fibras longas de sisal. Portanto, é de se esperar que ambos os compósitos apresentem estado de fissuração dominado por uma única fissura que deverá aparecer no terço médio da placa sob flexão.

Isto é confirmado pela Figura 5.53, na qual é apresentada a forma de ruptura da placa cimentícia reforçada por fibras de *arumã* no ensaio de flexão em quatro pontos. Percebe-se nessa figura uma única fissura dominante localizada no terço médio da placa, local onde ocorrem as maiores tensões normais.

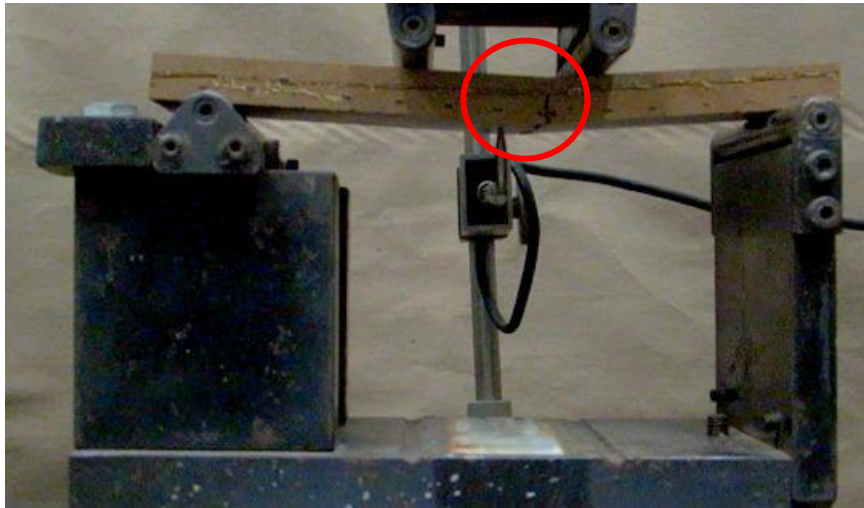


Figura 5.53 – Forma de ruptura de uma amostra de compósito sob flexão em quatro pontos.

No entanto, as telas com fibras de *arumã* foram tecidas com cerca de 176 fibras com comprimento de 350 mm e seção transversal média de 2,5 x 0,8 mm, o que produz um volume de 123.200 mm³. Considerando que as placas possuem dimensões 350 x 350 x 10 mm, com um volume de 1.225.000 mm³, o percentual de fibras de *arumã* no compósito produzido está em torno de 10%.

Marques (2009) obteve em compósitos cimentícios reforçados com fibras de *arumã*, empregando um volume de fibras de 10%, porém com uma matriz empregando areia.

Além disso, Marques (2009) observou que as amostras do compósito reforçado com fibras de *arumã* submetidas ao ensaio de flexão apresentaram estado de múltiplas fissuras, com uma distribuição de tensões eficiente na interface fibra/matriz.

Sendo assim, faz-se necessária uma análise do comportamento da matriz, uma vez que tomando como base o trabalho de Marques (2009), o volume de fibras, em torno de 10%, não estaria abaixo do volume crítico, sugerindo que o problema pode não estar no volume de fibras e sim na própria matriz cimentícia ou na interface fibra/matriz.

Com relação aos tratamentos, analisando-se os valores médios apresentados na Tabela 5.26, observa-se que para compósitos *sem envelhecimento artificial* em fibras tratadas e não

tratadas, não houve diferença em termos dos módulos de resistência. Indicando que os tratamentos não influenciaram no comportamento do compósito sob flexão.

Tabela 5.26–Resultado dos ensaios de flexão em quatro pontos dos compósitos cimentícios reforçados com fibras de *arumã* com e sem envelhecimento artificial.

Tipo de compósito	MOR (MPa)							
	Sem envelhecimento				Com envelhecimento			
	Média	CV (%)	Min.	Máx.	Média	CV (%)	Min.	Máx.
Fibras tratadas com 6% NaOH - 4h	2,64	19,20	1,95	3,37	0,69	43,10	0,10	1,14
Fibras tratadas com hornificação	2,72	28,88	1,57	3,72	0,70	48,87	0,24	1,21
Fibras sem tratamento	2,63	19,48	1,95	3,37	(*)			

(*) Ensaio não realizado para amostras desse tipo de compósito.

Por outro lado, após cinquenta ciclos de molhagem e secagem, os quais representaram o envelhecimento artificial, foi observada queda acentuada no módulo de resistência para ambos os tratamentos, em torno de 75%, indicando que houve degradação efetiva das fibras tratadas.

Com relação à avaliação estatística, a Tabela 5.27 apresenta os resultados da ANOVA para as respostas em termos do módulo de resistência para os compósitos reforçados com fibras tratadas após o ensaio de envelhecimento artificial.

Tabela 5.27– Resultados da ANOVA do MOR_f dos compósitos feitos com fibras tratadas, não tratadas e com as fibras tratadas após o ensaio de envelhecimento artificial.

Propriedades	Validação ANOVA		ANOVA
	AD	BT	
MOR _f	0,282	0,074	0,000

Os P-valores superiores a 5% encontrados dos testes de Anderson-Darling e de Bartlett para o MOR_f (Tabela 5.27) validam o modelo de ANOVA. Da análise de variância, as condições experimentais testadas influenciaram de forma significativa nos valores do módulo

de resistência na flexão. Os agrupamentos (Ag) juntamente com as médias (\bar{x}) do teste de Tukey do fator condição experimental são apresentados na Tabela 5.28.

Tabela 5.28– Resultados do teste de Tukey para avaliação do efeito do tratamento das fibras e do envelhecimento acelerado nas propriedades mecânicas dos compósitos.

Propriedades	Estatística	Condições experimentais				
		FNT	Ho	Ho-Env	T6	T6-Env
MOR _f	Ag	A	A	B	A	B
	Média (MPa)	2,63	2,72	0,72	2,64	0,69

Da Tabela 5.28, os resultados do MOR_f dos compósitos com as fibras tratadas (T6; hornificação) e não tratadas (FNT) apresentaram resultados estatisticamente equivalentes, e assim como esperado, houve redução significativa nos valores do módulo de resistência na flexão estática dos materiais não envelhecidos para os envelhecidos, reduções estas de 74% para os materiais fabricados com fibras tratadas por hornificação e também de 74% para os compósitos feitos com o uso do tratamento T6.

5.4 MATRIZ/COMPÓSITO CIMENTÍCIO

O desempenho mecânico e a durabilidade do compósito são diretamente proporcionais à interface fibra/matriz. Para que esta relação possa acontecer adequadamente, ela terá que estar associada a outros fenômenos decorrentes da hidratação de uma pasta cimentícia, dentre eles a formação abundante de silicato de cálcio hidratado (C-S-H), enquanto que, a de cristais, como o hidróxido de cálcio (Ca(OH)₂) ou portlandita (CH), deve ser enfraquecida no processo.

A formação de cristais nesta área é inapropriada, tendo em vista que são elementos que possuem planos de clivagens preferenciais de acordo com suas estruturas atômicas, podendo portanto, tornarem-se frágeis paralelamente aos planos e transmitirem esta característica para a interface da matriz cimentícia.

Diversos processos são estudados para evitar que o Ca(OH)_2 permaneça ou se propague dentro da pasta, dentre vários há a adição de materiais pozolânicos que possuem, entre outras características, consumir o hidróxido de cálcio da matriz cimentícia.

Como visto, a produção de compósito cimentício requer uma avaliação prévia de seus componentes, com análises da microestrutura e simulações das propriedades resultantes do conjunto. Sabe-se que o desempenho mecânico do compósito é regido pela combinação de seus componentes.

Para tanto, o estudo empregou técnicas de análises por MEV e EDS, com o intuito de investigar as ligações da estrutura por meio dos fenômenos físicoquímicos da pasta com o elemento de reforço, em geral gerados pelos elementos químicos presentes na matriz cimentícia durante o período de hidratação. Os efeitos destes fenômenos se refletem diretamente nas propriedades mecânicas da matriz cimentícia, tornando, portanto, essa análise uma ferramenta importante da fase deste trabalho.

Essas técnicas foram aplicadas nos dois grupos de compósitos reforçados com fibra vegetal de *arumã*, sendo um grupo tratado com solução de hidróxido com teor de 6% por 4 horas, e o outro grupo, recebeu tratamento de hornificação, em 10 ciclos de molhagem e secagem. Além desses dois compósitos investigados, também a matriz cimentícia *sem o elemento de reforço* vegetal foi analisada.

5.4.1 MATRIZ CIMENTÍCIA – SEM ELEMENTO DE REFORÇO

A pasta cimentícia foi investigada com a idade de 3 dias. Para sua análise foram utilizados os quocientes de massas atômicas obtidos a partir dos espectrogramas por EDS, Figura 5.54.

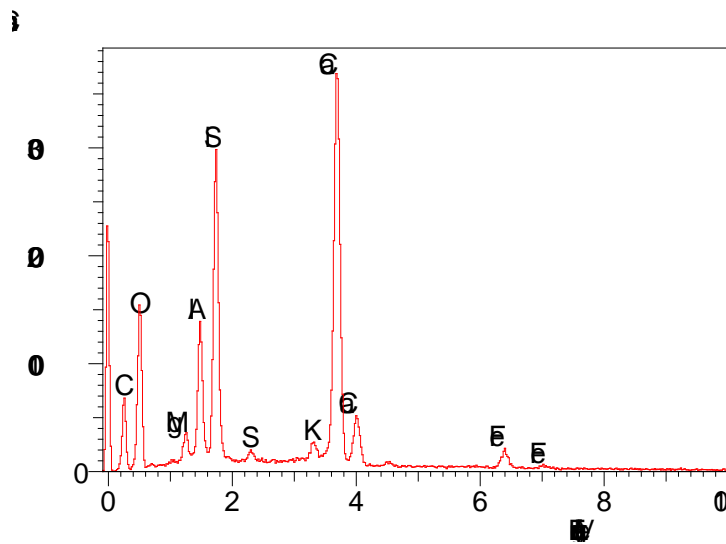


Figura 5.54 - Espectroscopias de energia dispersiva, identificado os elementos químicos presente na matriz cimentícia – idade de 3 dias

Para a identificação de algumas fases, fez-se uso de algumas relações entre os elementos químicos identificados pelos espectros obtidos pela análise semiquantitativa por EDS, Tabela 5.29. Essas relações que envolvem os elementos químicos identificados em espectros são oriundas de bancos de dados e avaliados por (TRIGO, 2012).

Tabela 5.29 – Quocientes de massas atômicas

Fases	Relações		
C-S-H	$0,8 < \text{Ca/Si} < 2,5$	$(\text{Al} + \text{Fe})/\text{Ca} < 0,2$	
CH	$\text{Ca/Si} > 10$	$(\text{Al} + \text{Fe})/\text{Ca} < 0,4$	$\text{S/Ca} < 0,04$
Afm	$\text{Ca/Si} > 4$	$(\text{Al} + \text{Fe})/\text{Ca} > 4$	$\text{S/Ca} > 0,15$

As massas atômicas obtidas a partir dos espectros da pasta cimentícia, descritos na Tabela 4.29, contribuíram na identificação das fases, apresentadas na Tabela 5.30.

Tabela 5.30 – Massas atômicas dos elementos químicos presentes na pasta cimentícia.

Elemento Químico	Mg	Al	Ca	Si	S	K	Fe	Total
Massa Atômica (%)	3,24	13,30	44,85	31,99	1,07	1,78	3,77	100

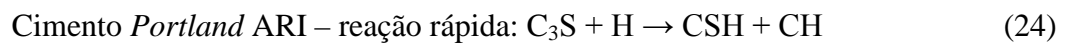
A partir das informações obtidas foram identificadas as fases cimentícias da pasta em estudo, Tabela 5.31. A formação destes compostos químicos é bem característica nesta fase inicial de hidratação, tendo em vista que esta matriz tem em sua composição, materiais cimentícios suplementares, especificamente, a metacaulinita, que possui forma de sílica vítrea reativa e, entrando em contato com as moléculas de água reagem com cal (hidróxido de cálcio), formando o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), Tabela 5.31.

Tabela 5.31 – Identificação das fases.

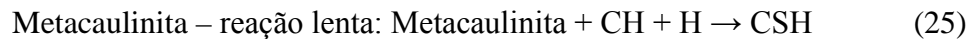
Ca/Si	(Al + Fe)/Ca	Fases
1,40	0,02	C-S-H
	0,38	CH

Esta afirmação pode ser constatada nos ensaios de TG, na idade inicial e em 28 dias, em que em intervalos surgem picos de perdas de massa de CH e formação do C-S-H, fenômenos estes que se prolongam por dias, com o aumento consubstancial do silicato de cálcio hidratado que consomem a Portlandita (CH).

Este fato está associado, também, ao tipo de cimento utilizado, Cimento *Portland V* – ARI, que possui reação de hidratação rápida e formando em grande velocidade compostos químicos como, C-S-H e CH, conforme descrito na Equação 24.



Segundo a ASTM C 150 (ASTM, 2005), o cimento Portland V é especificado como material de grande resistência aos sulfatos, entretanto, o cimento Portland V – ARI, no ensaio de infravermelho apresenta uma pequena banda de aluminato de cálcio (C_3A), e largas bandas de silicatos de cálcio (C_2S), quadro favorável para a maior produção de CH. Contudo, para evitar a combinação do CH com os íons sulfatos, projetou-se a dosagem da matriz com a adição de material pozolânico, a metacaulinita, que possui reação lenta e taxa de liberação de calor menor, e produz C-S-H, conforme visto na Equação 25.



O que era previsível se confirmou, o consumo do hidróxido de cálcio (CH) pelo composto C-S-H, observado em intervalos de perdas de massas no ensaio de termogravimetria das pastas em idade inicial e final de hidratação. Fato gerado pela adição de material pozolânico na pasta cimentícia.

Este processo de transformação química e física foi importante para a matriz cimentícia, diminuindo a alcalinidade do sistema e rendendo à pasta melhores propriedades mecânicas e químicas em ambientes ácidos, além de agregar à matriz cimentícia maior resistência à fissuração térmica. A contribuição do cimento ARI está compreendida na adição de alta resistência mecânica que agrega à pasta em seus primeiros dias.

Esta relação é fundamental especificamente para este tipo de compósito, tendo em vista que se trata de uma matriz reforçada por fibras vegetais, que necessitam estar protegidas em ambiente alcalino para garantir maior durabilidade ao conjunto fibra+matriz cimentícia.

Sendo assim, no gráfico da Figura 5.55, é possível afirmar que os picos de Ca e Si referem-se à presença dominante de portlandita e C-S-H.

Para o mapeamento foi utilizado uma região micrométrica desta matriz cimentícia, onde pode-se observar a concentração de elementos químicos por associação de cores pigmentadas, assim distribuída: marron - magnésio(Mg); verde – alumínio (Al); azul – sílica (Si); Cinza – Sulfato (S); verde musgo – potássio (K); vermelho – cálcio (Ca) e Rosa – Ferro (Fe), Figura 5.55.

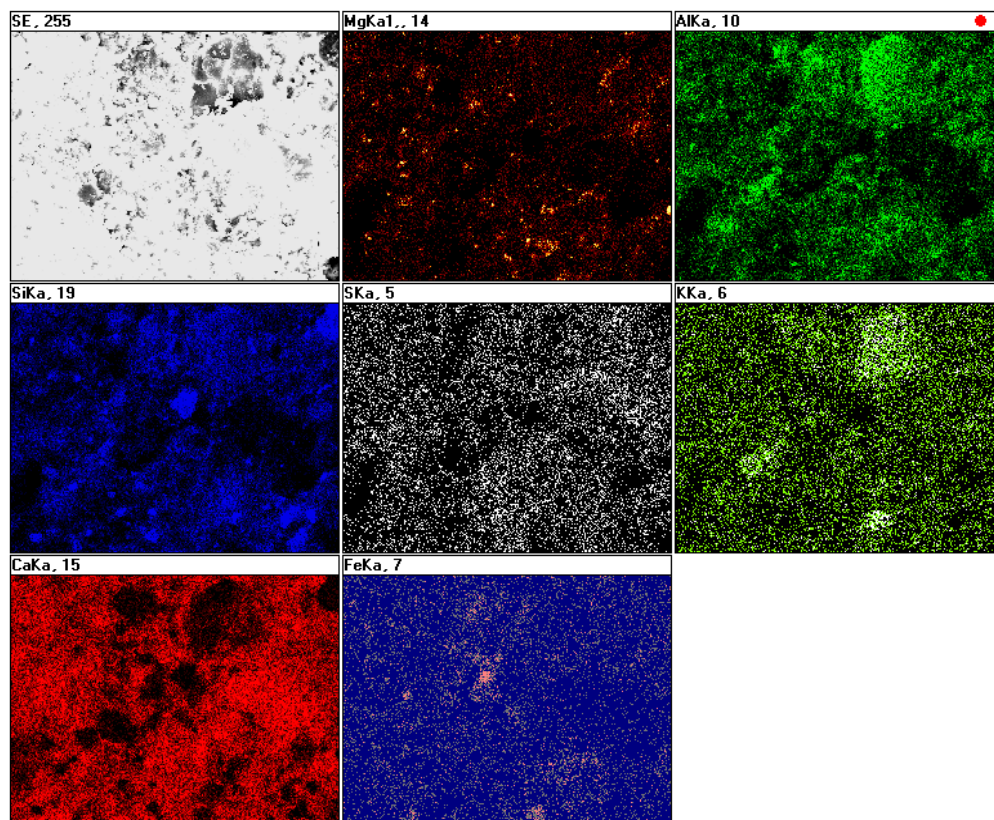


Figura 5.55 – Mapeamento da matriz cimentícia – Idade de 3 dias.

Constatou-se que nesta região há maior concentração de silício e cálcio, proveniente dos principais materiais constituintes da pasta, conforme composição química:

- Argila calcinada (metacaulinita), composta por 13,64% de Al, 21,66% de Si e 7,67% de Fe do volume de massa.
- Calcário formado com 52,12% de Ca de seu volume de massa.
- Cimento Portland V – ARI, com 52,06% de Ca e 5,59% de Si de seu volume de massa.

A correlação entre os dois ensaios (composição química e mapeamento) confirmam a estimativa apontada pelo mapeamento realizado na matriz cimentícia diante da relação criada no ensaio cor *versus* elemento químico, Figura 4.57.

As micrografias obtidas por EDS da mesma pasta cimentícia identificou por meio dos espectrogramas o percentual de massa atômica concentrados em específica região. Essas imagens estão apresentadas com seus respectivos espectrogramas indicando os elementos presentes em cada imagem, Figura 5.56.

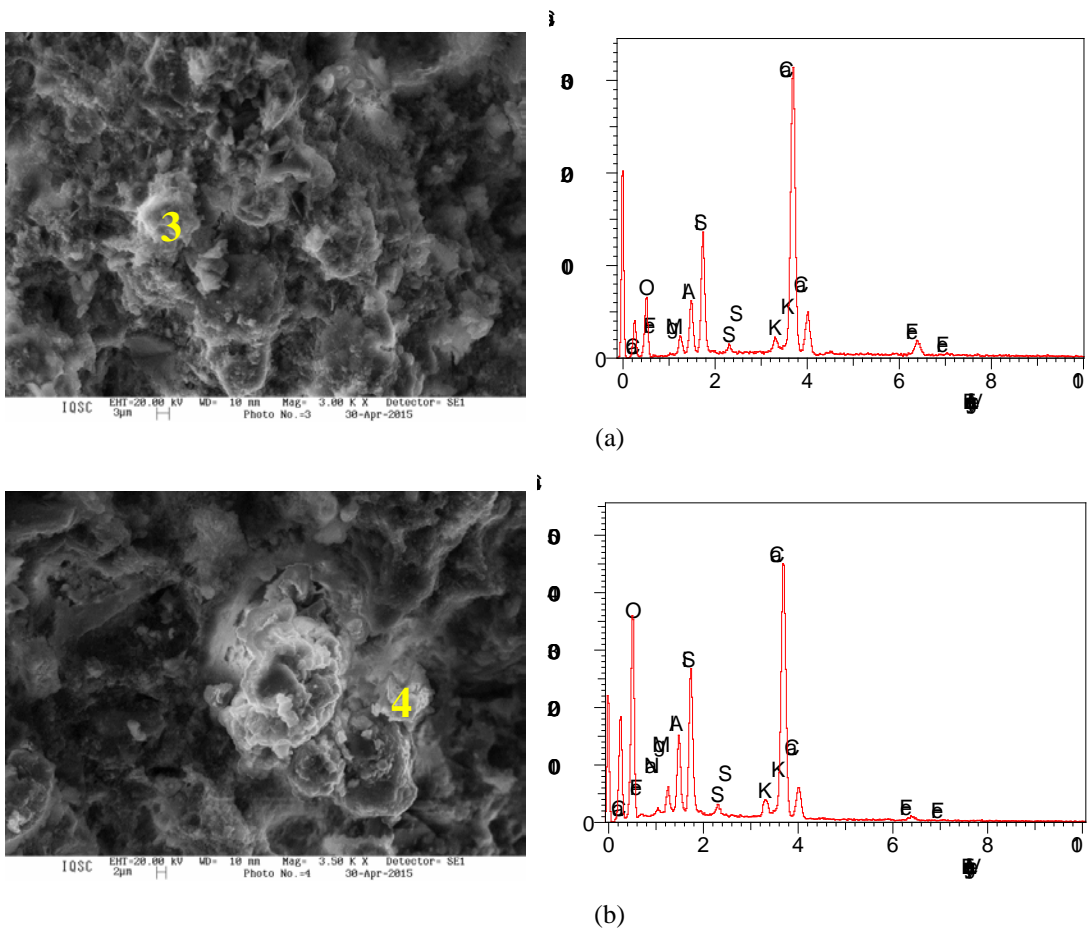


Figura 5.56 – (a), (b) - Micrografias com identificação de elementos químicos por EDS.

A partir das massas atômicas dos elementos químicos identificadas por seus respectivos espectros (Tabela 5.32 e 5.33), de forma pontual compostos como CH e C-S-H foram identificados por meio das relações descritas na Tabela 5.31, aqui novamente repetida.

Tabela 5.32 – Massa atômica dos elementos químicos identificados nos espectrogramas pontuais – imagem 03 e 04.

Elemento Químico	O	Mg	Al	Ca	Na	Si	S	K	Fe	Total
Imagem 03	64,44	1,64	3,69	19,61	-	7,65	0,44	0,74	1,79	100
Imagem 04	79,27	1,18	2,91	9,83	0,42	5,20	0,33	0,59	0,27	100

Tabela 5.33 – Massas atômicas dos elementos químicos presentes na pasta cimentícia.

Elemento Químico	Mg	Al	Ca	Si	S	K	Fe	Total
Massa Atômica (%)	3,24	13,30	44,85	31,99	1,07	1,78	3,77	100

A pasta ao completar a idade de 28 dias foi submetida a ensaios mecânicos e, a partir desta etapa, amostras fraturadas foram analisadas por micrografias eletrônicas a seguir apresentadas.

A utilização do calcário na matriz cimentícia teve o objetivo de adicionar-lhes mais resistência e durabilidade, densificando a pasta, evitando assim, a maior incidência de poros. Entretanto, pode-se observar, em algumas regiões da pasta, um volume de poros grande e próximos, com tamanhos médios que variam de 25,35 μ - 123,14 μ , Figura 5.57.

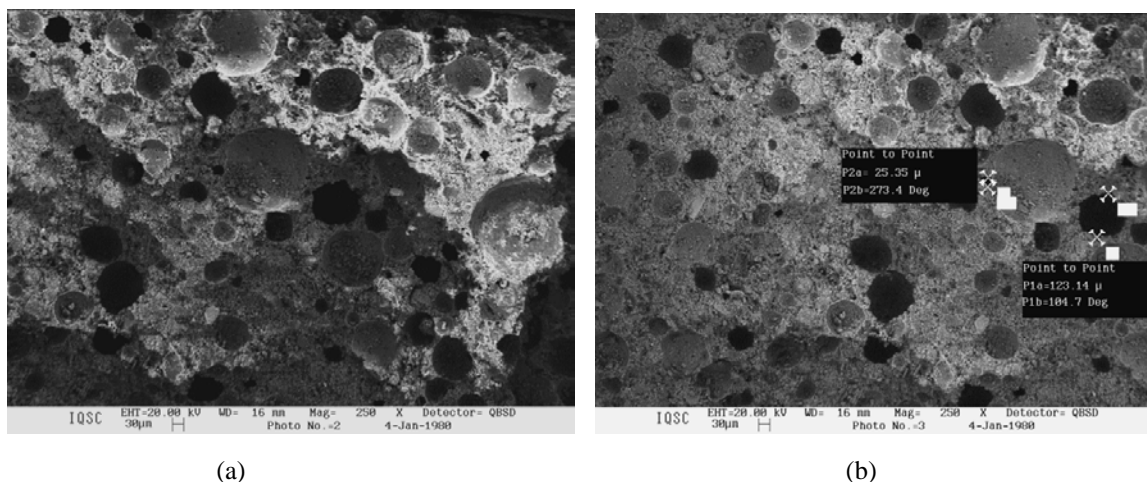


Figura 5.57 – (a), (b) - Micrografias da pasta com regiões porosas.

A concentração de poros em uma matriz poderia ser um fator de preocupação, pois, porosidade associa-se a fragilidade da matriz em interfaces. Entretanto, não se deve esquecer que micrografias de pastas correspondem à regiões específicas em escala micrométrica e, em geral, oriundas de uma fratura, ou melhor, da própria região de fratura, que analogamente está associada a área mais frágil do compósito, ou por interferência de poros existentes ou por incompatibilidades de materiais ali unificados.

Sendo assim, as áreas não são tão representativas diante do volume da pasta. Outro fator importante, que pode está associado a este volume de poros, pode ser a incompatibilidade do superplastificante Glenium 51 – policarboxilato com matéria-prima da matriz. O Glenium possui estrutura molecular complexa, tem faixa limitada de compatibilidade com outras matérias, podendo incorporar bolhas de ar, provocadas por gases, (MARTIN, 2005).

5.4.2 COMPÓSITO REFORÇADO COM FIBRA TRATADA DE ARUMÃ

Após os ensaios mecânicos realizados aos 28 dias de idade, os compósitos fraturados foram submetidos a análise por micrografia eletrônicas e algumas considerações foram feitas. Para esta fase do estudo, a análise foi realizada em duas fases, na primeira fase foram analisados os compósitos com as fibras tratadas tanto com o NaOH 6% - 4h quanto com o processo de Hornificação empregando cura convencional, e a segunda avaliou os compósitos

reforçados com as fibras que receberam os mesmos tratamentos, porém, que foram submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado em 50 ciclos.

5.4.2.1 COMPÓSITO COM TRATAMENTO DE NAOH 6% - 4H - SEM ENVELHECIMENTO

Algumas regiões na interface fibra/matriz apresentaram-se sem grandes afinidades, isto deve-se a vários fatores, porosidade incidentes na zona de transição que interferiram de forma negativa na adesão entre os dois materiais distintos, Figura 5.59.

Foi constatado que o tamanho médio dos poros variavam de $67,55 \mu$ - $136,77 \mu$, onde a influência destes vãos por penetração de ar, fragilizaram algumas áreas da matriz, conforme visto na Figura 5.58, que mostra alguns lastros de fissuras, indicados pela seta vermelha.

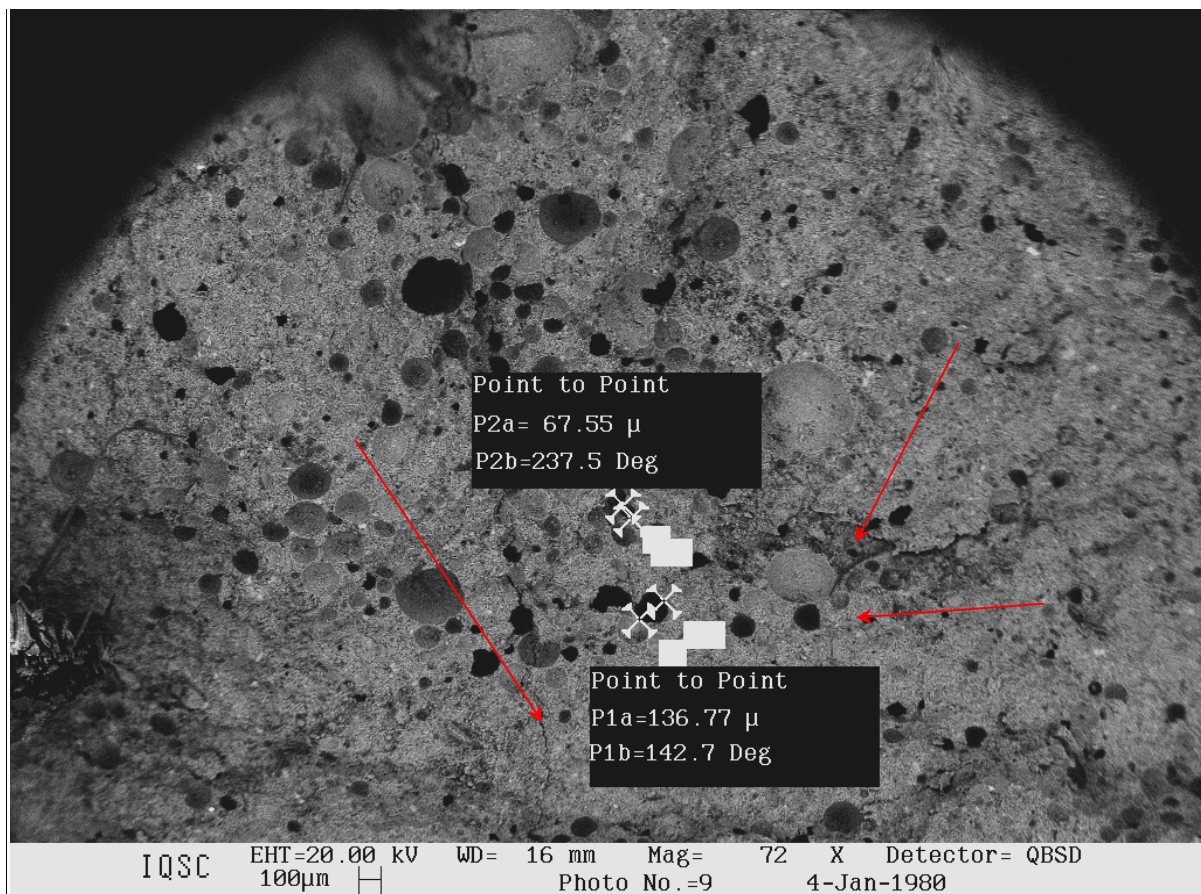


Figura 5.58 – Microfissuras provenientes da região porosa.

A influência destes vazios, também interferiram na zona de transição, conforme visto na Figura 5.60 (b), com a faces de adesões irregulares provenientes da concentração de poros.

Outro fato importante foi a variação dimensional que a fibra sofreu, mesmo após o tratamento de NaOH 6% - 4h, ocasionando folga em torno da fibra, dificultando deste modo a adesão com a matriz.

Ficou bem nítido na micrografia a pouca afinidade que a matriz teve com o elemento de reforço, visto na superfície da fibra mostrada na Figura 5.59(a), com a possibilidade de estar associada a camada protetora de cera e demais componentes que em volume expressivo permaneceram na superfície da fibra mesmo após tratamento de NaOH 6% - 4h. Este fato relacionado ao resultado físico da fibra em relação à matriz se repetiu nas imagens das Figuras 5.61 (a) e (b).

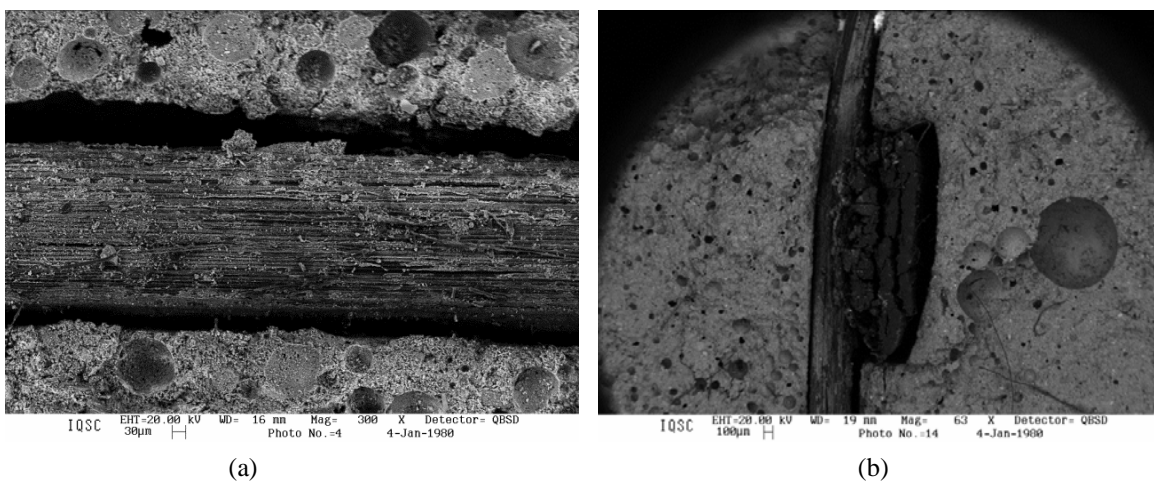


Figura 5.59 - (a) e (b) – Ocorrência de variação dimensional, após a idade de 28 dias – tratamento NaOH 6% - 4h.

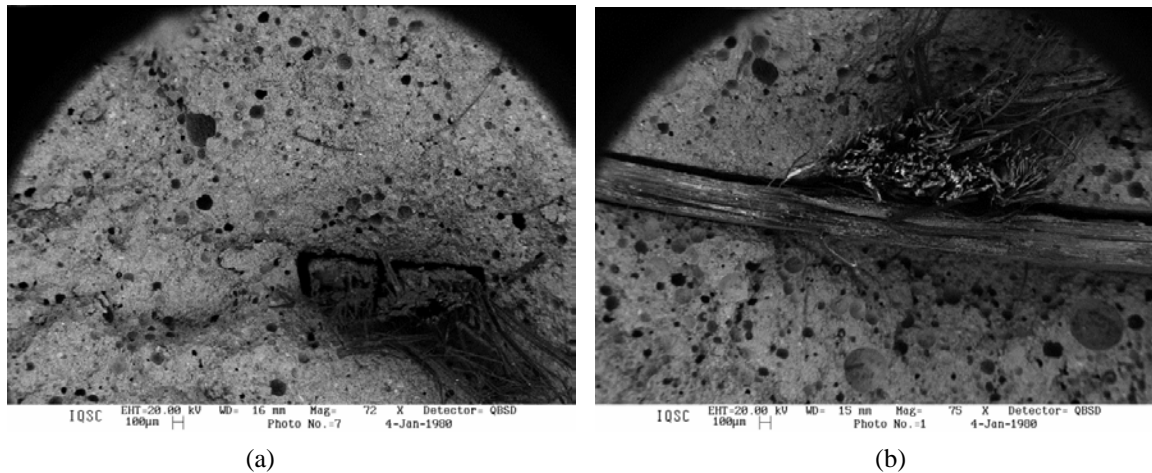


Figura 5.60 - (a) e (b) – Ocorrência da variação dimensional e soltura das macrofibrilas.

As micrografias das Figuras 5.61(a) e (b) apresentam a linha de transpasse entre fibras em direções diferentes, onde observa-se que as fibras na direção perpendicular ao plano da seção sofreram ações do tratamento de NaOH 6% - 4h, com a nítida soltura de suas macrofibrilas.

5.4.2.2 COMPÓSITO COM TRATAMENTO DE NAOH 6% - 4H – APÓS ENSAIO DE ENVELHECIMENTO

A superfície de contato da matriz que deveria estar aderida à superfície da fibra ficou comprometida, tendo em vista que esta se apresentou não regular, muito provavelmente devido a variação dimensional da fibra em decorrência da absorção durante o processo de cura térmica e de envelhecimento. As trincas foram provocadas por esta falta de ligação entre os materiais, conforme pode ser visto na Figura 5.61, seta vermelha e quadro amarelo.

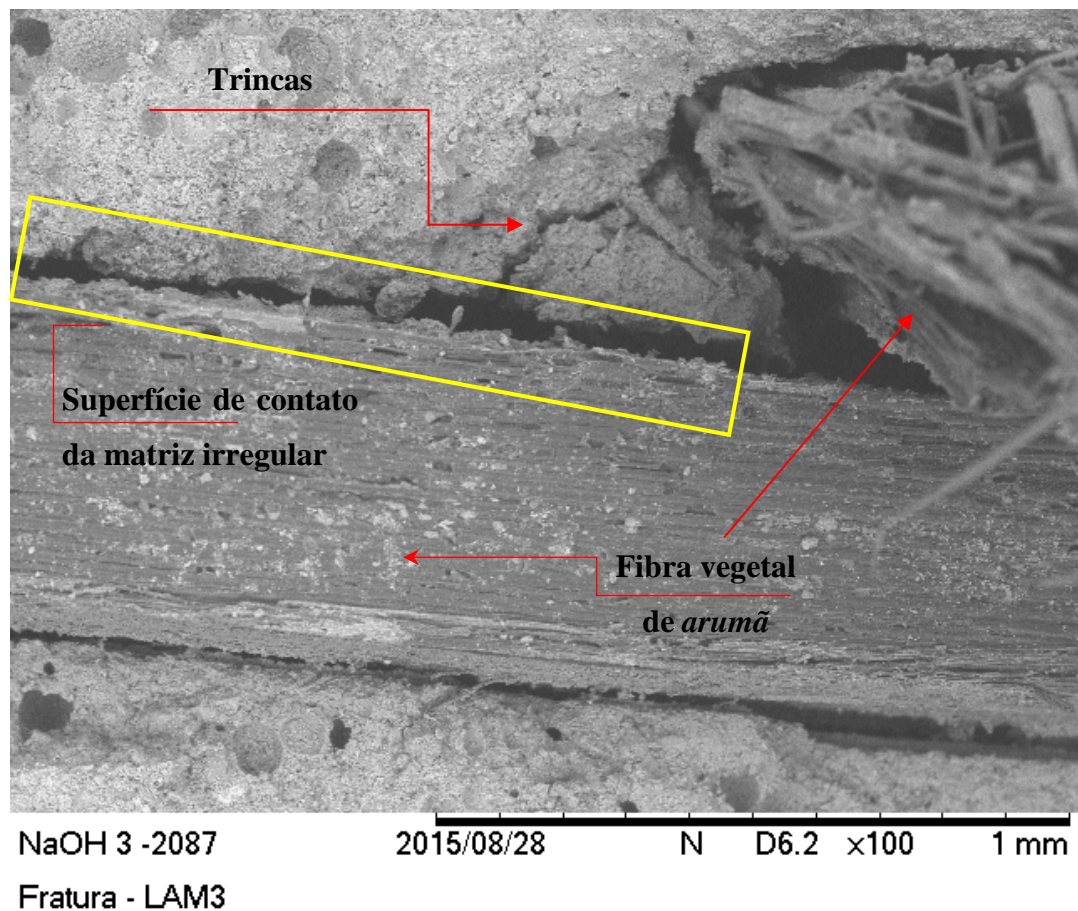


Figura 5.61 – Trincas na região de interface.

5.4.2.3 COMPÓSITO REFORÇADO COM FIBRA VEGETAL DE ARUMÃ TRATADA POR HORNIFICAÇÃO SEM ENVELHECIMENTO

Nos mesmos padrões da análise da microestrutura, o comportamento resultante do compósito reforçado com fibras tratadas com o processo de hornificação não foi diferente daquele com as fibras que receberam tratamento de NaOH 6% - 4h, apresentando as mesmas causas-efeitos.

O tratamento de hornificação não foi suficiente para remover expressivamente a camada protetora da fibra de *arumã*, a qual funciona como um isolante entre as fases (vegetal e cimentícia).

Na micrografia mostrada na Figura 5.62 (a), observa-se claramente a variação dimensional da fibra ocorrida após tratamento, sendo possível perceber suas macrofibrilas soltas e desalinhadas.

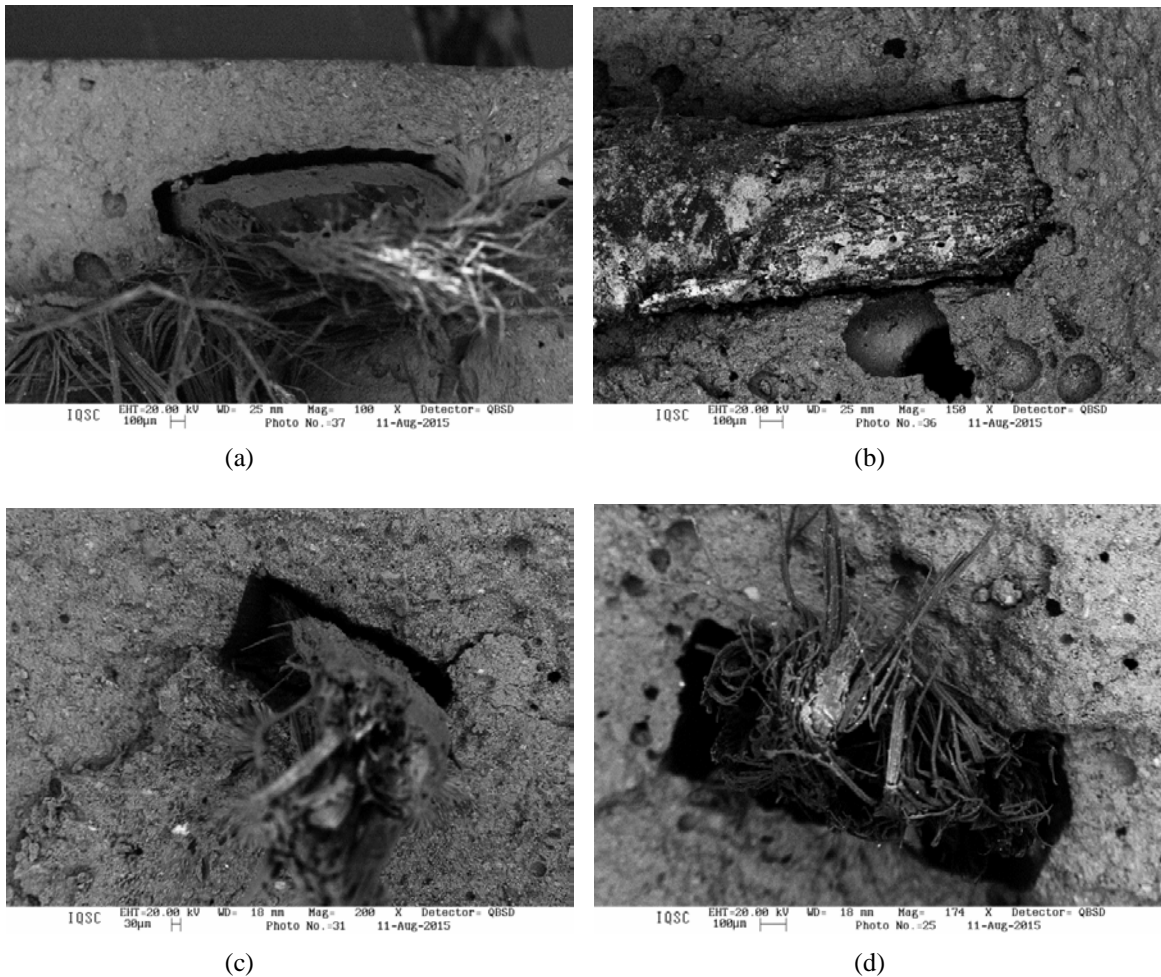


Figura 5.62 - (a) – Ocorrência de variação dimensional da fibra vegetal de *arumã*; (b) espaços vazios na interface fibra/matriz; (c) e (d) danos físicos e mecânicos tanto na fibra, como na matriz cimentícia .

A micrografia da Figura 5.63 (b) mostra a variação dimensional da fibra, poros na área de transição fibra/matriz, além de parte da fibra rompida. Nas Figuras 5.63(c) e (d), observa-se tanto nas fibras quanto na matriz grandes danos, sendo que na primeira, há desfibrilamento da fibra, proveniente do arrancamento produzido pelos processos de ensaios mecânicos, enquanto que a matriz, apresenta microfissuras em torno da ligação das fases distintas. Fica claro, portanto, que a fibra e a matriz cimentícia não trabalharam em conjunto.

5.4.2.4 COMPÓSITO COM TRATAMENTO DE HORNIFICAÇÃO – APÓS ENSAIO DE ENVELHECIMENTO

A micrografia da Figura 5.63 apresenta com grande nitidez a superfície da fibra vegetal de *arumã* envolta por sua camada protetora, que mediante ensaio de envelhecimento, sofreu poucos danos, entretanto, não permitindo uma ligação eficiente da fibra com a matriz cimentícia. A fibra fica quase que totalmente isolada.

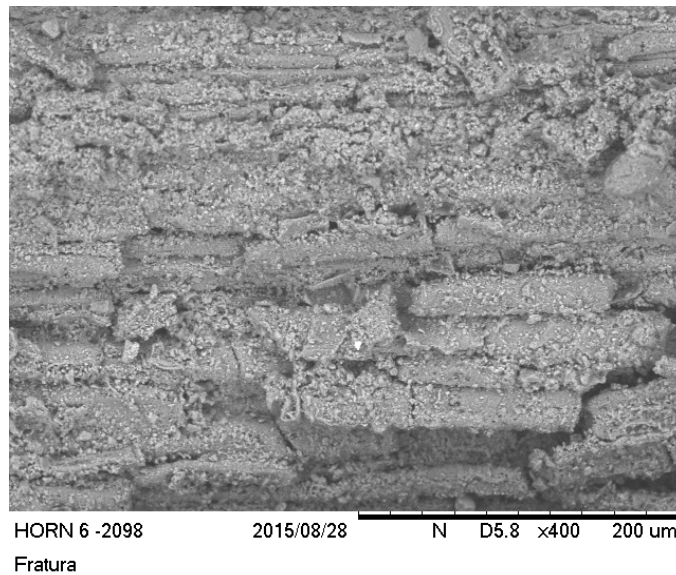


Figura 5.63 – Camada protetora da fibra vegetal isolando a ligação fibra/matriz.

Em alguns casos, a variação dimensional foi grande criando grandes espaços entre os materiais, Figura 5.64 (a) e (b), o que não foi benéfico para o conjunto, pois, além de não agregar resistência, também diminuiu a durabilidade, tendo em vista que este vazio poderia servir de depósito de soluções danosas a fibra, possibilitando a penetração de umidade externa e servindo de um ambiente ideal para ataques de microorganismos, conduzindo o material a uma degradação precoce.

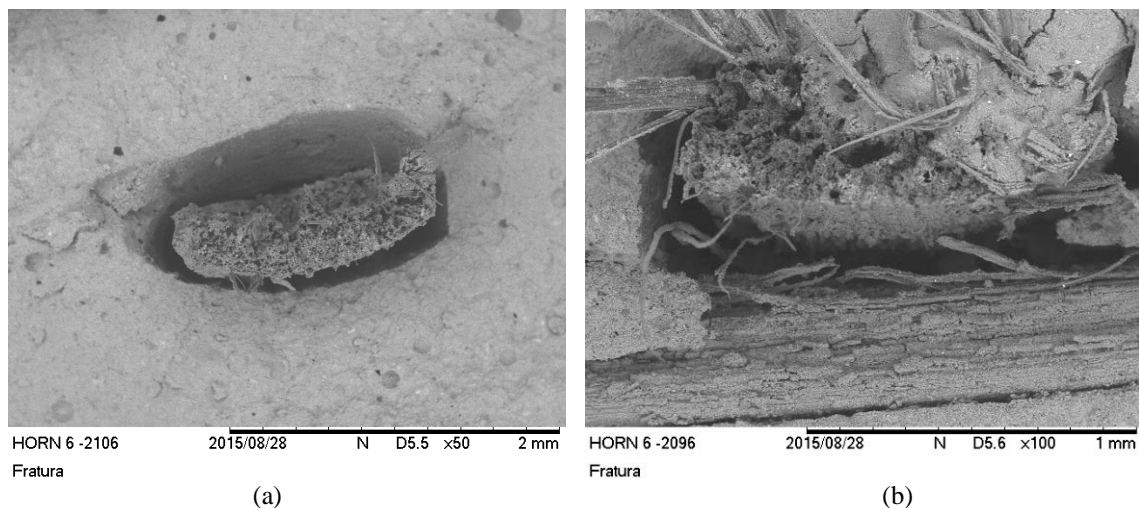


Figura 5.64 - (a) – Ocorrência de variação dimensional da fibra vegetal de *arumã*; (b) espaços vazios na interface fibra/matriz.

5.4.3 CONCLUSÃO DA ANÁLISE MATRIZ/COMPÓSITO

Em ambos tratamentos, não houve um resultado satisfatório, tendo em vista que a camada protetora natural da fibra pouco foi abalada, o que não foi benéfico para o compósito, uma vez que esse material é constituído por polissacarídeos e extrativos, materiais que não são compatíveis com cimentícios.

Curiosamente a planta desenvolveu este sistema de proteção, em virtude de seus nichos naturais concentrarem-se em capoeiras e igapós de forma sazonal, onde durante 6 meses ficam submersas parcialmente, e os outros 6 meses ficam em capoeiras, ou seja, em condições totalmente adversas. Ainda assim, a planta se mantém resistente por conta de sua camada protetora. O rio que corta esses igapós é o Rio Negro, que possui em média o pH das águas de 5,01, meio ácido (MARQUES, 2009).

O mecanismo da camada protetora da fibra acabou interferindo na eficiência dos tratamentos, cuja finalidade foi deixá-las com superfícies mais porosas e transformá-las em hidrofóbicas ou menos hidrofílicas. Fora este fator, há outra situação a considerar, aquela da própria camada não ter afinidade com a matriz cimentícia, impedindo assim o trabalho em conjunto dos materiais.

O fato da fibra vegetal de *arumã* absorver mais umidade no período de 28 dias após moldagem era esperado, uma vez que, pelo ensaio de medida do ângulo de contato, o único grupo de fibras com tratamentos, que transformou a fibra vegetal em hidrofóbica, foi o grupo com tratamento de água quente. Processo este mencionado neste trabalho, o qual pode estar correlacionado com a concentração de amidos na fibra vegetal de *arumã*, que em tratamentos com água quente consegue evitar a absorção de água por conta de estado de inchaço, proveniente da gelatinização dos amidos.

Entretanto, este grupo não fez parte da análise do estudo das fibras tratadas e submetidas ao ensaio de envelhecimento acelerado, sendo apenas avaliado os grupos de hornificação e NaOH 6% - 4h.

Ressalta-se, porém, que a variação dimensional da fibra já havia si manifestado antes do ensaio de envelhecimento, conforme análise de resultados do presente estudo na parte de microestrutura, sendo portanto, este o fator principal do problema estabelecido.

Entretanto, não se pode deixar de avaliar as circunstâncias que envolvem o ensaio de envelhecimento acelerado, que em ciclos de molhagem e secagem, reintroduz toda a interferência da água junto à matriz por meio de suas moléculas que novamente interagem com os componentes e compostos químicos da pasta. Este processo acaba exercendo internamente uma espécie de lixiviação de anidros, CH da pasta, formando uma espécie de calda, que envolve cobrindo parcialmente a fibra vegetal de *arumã*, conforme visto na Figura 5.65, porém, sem grande interferência no comportamento da mesma.

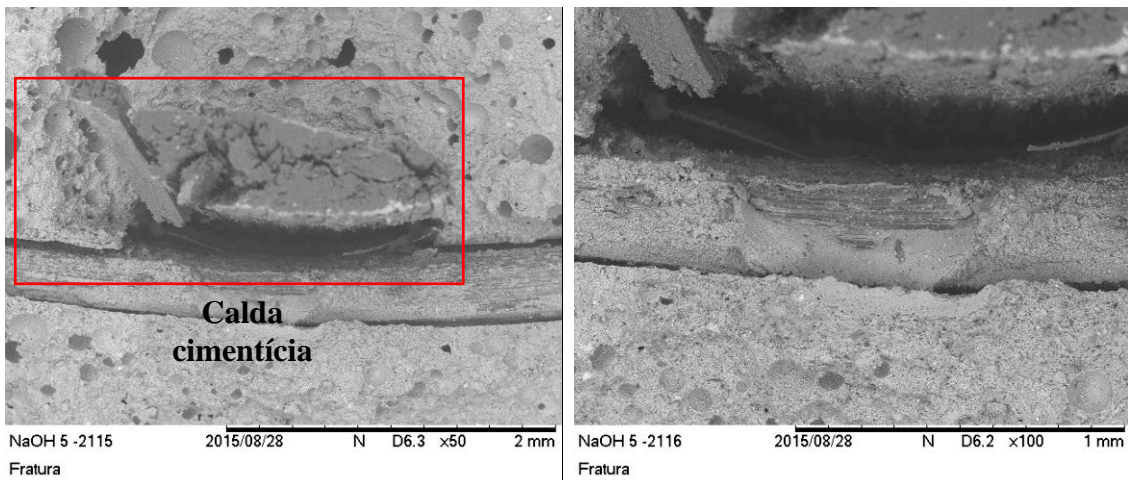


Figura 5.65 – (a) Fibra de *arumã* envolvida por calda cimentícia; (b) Detalhe da micrografia, em maior amplitude.

Em alguns casos esta calda penetrou na fibra acarretando, além da desestruturação de suas macrofibrilas, danos a própria fibra, o que já ocorria desde os tratamentos, comprometendo sua estrutura física e mecânica, Figura 5.66.

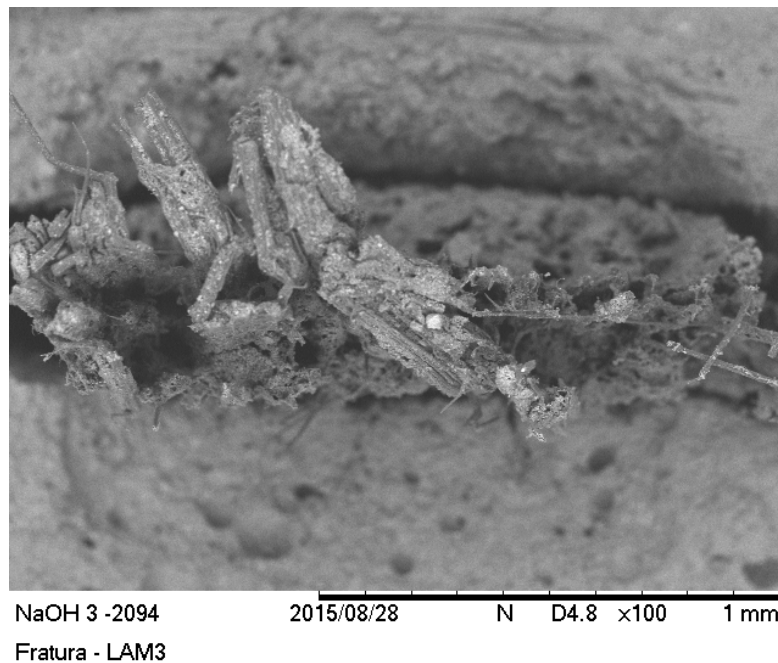


Figura 5.66 – Fibra de *arumã* envolvida por calda cimentícia, com estrutura física e mecânica comprometida.

Deste modo, a questão levantada quando da análise do comportamento do compósito durante os ensaios de flexão, o qual exibiu um comportamento frágil pode ter sua causa provável não no teor de fibras que poderia estar abaixo do volume crítico, mas sim, primeiro, devido a própria natureza hidrofílica da fibra, não modificada pelos tratamentos, a qual apresentou grande variação volumétrica; e segundo a pouca modificação superficial da fibra pelos tratamentos. Tais fatores contribuíram de forma decisiva para pouca eficiência da ligação fibra/matriz.

6 CONCLUSÕES

6.1 CONCLUSÕES

O presente trabalho apresentou um estudo da viabilidade técnica da utilização da fibra vegetal de *arumã* (*Ischnosiphon polyphyllus*) como reforço de compósitos cimentícios estruturais, analisando-se as suas propriedades físicas e mecânicas, além de sua durabilidade. Para tanto, foram realizados ensaios de caracterização química, física e mecânica tanto do compósito quanto dos seus elementos constituintes, de modo a fornecer informações que pudessem responder a grande questão: o compósito cimentício reforçado com telas bidimensionais de *arumã* produzidos na pesquisa apresentada neste trabalho possui características físicas e mecânicas, além de durável, que o tornam tecnicamente viável?

De modo a responder a principal questão levantada no presente estudo, é necessário tecer algumas observações a respeito do comportamento do material de reforço, as fibras, bem como do compósito resultante da combinação da matriz cimentícia com as fibras vegetais de *arumã*, o que é feito nos dois itens seguintes.

6.1.1 DAS FIBRAS DE ARUMÃ

A caracterização morfológica, anatômica, química, física e mecânica apontaram que a fibra de *arumã* possui um grande potencial como elemento de reforço para compósitos cimentícios Portland. Tal conclusão está baseada na comparação dos diversos parâmetros obtidos nos ensaios de caracterização com os obtidos para outras fibras cuja aplicação de reforço a matriz cimentícia já foi estudada por diversos pesquisadores, como é o caso da juta, malva e curauá, que são fibras vegetais muito comuns de serem encontradas na Amazônia.

Apesar dos resultados obtidos nos ensaios de caracterização das fibras apresentarem indicadores muito favoráveis para aplicação pretendida, sua natureza hidrofílica comprovada nos ensaios físicos de caracterização, comum às fibras vegetais, torna-se uma grande barreira para isto.

Para contornar o problema da absorção da fibra, a qual implica em sua variação dimensional, com consequências muito danosas para o compósito, foi realizado um estudo de diversos tratamentos que possibilitassem mudar a sua natureza hidrofílica para a mais hidrofóbica possível. Para tanto, foram selecionados tratamentos superficiais com água quente, hornificação e com solução de NaOH. Tais ensaios foram escolhidos por envolverem processos simples e com base em diversos estudos apresentados que mostraram a eficiência destes.

Daqueles avaliados no presente estudo foram elencados dois tratamentos, o de hornificação e outro com uma solução de NaOH a 6% com período de imersão das fibras de 4h. A motivação para essa escolha foi o resultado obtido em termos de valores médios dos ensaios de caracterização mecânica, no que se refere à resistência à flexão e o módulo de elasticidade, levando-se em consideração que a função do compósito produzido é de ser aplicado como elemento estrutural.

Verificou-se que ambos os tratamentos não apresentaram resultados satisfatórios, um vez que, conforme observado em imagens de microgravuras, a camada protetora natural da fibra pouco foi alterada, devido esta ser um material constituído por polissacarídeos e extrativos, materiais que não são compatíveis com cimentícios.

Interessante salientar que esta camada é um sistema que a planta desenvolveu para sua proteção, em virtude de seus nichos naturais concentrarem-se em capoeiras e igapós de forma sazonal, onde durante um período de seis meses esta fica parcialmente submersa em água cujo pH está em torno de 5,01, e o período restante em capoeira, cujas as condições são totalmente adversas. Portanto, uma característica muito peculiar a este tipo de planta que não foi observada em nenhuma outra planta na literatura consultada durante esta pesquisa.

Este mecanismo da camada protetora da fibra acabou interferindo de forma decisiva na eficiência dos tratamentos, cuja finalidade de deixar sua superfície mais porosa acabou não sendo cumprida. Fora este fator, há outra situação a considerar, aquela da própria camada não ter afinidade com a matriz cimentícia, impedindo assim, que fibra e matriz pudessem trabalhar em conjunto.

Conforme o ensaio de medida do ângulo de contato, o único grupo de fibras com tratamentos, que transformou a fibra vegetal em hidrofóbica foi o grupo com tratamento de água quente. Isto pode estar correlacionado com a concentração de amidos na fibra vegetal de *arumã*, que em tratamentos com água quente conseguiu evitar a absorção de água por conta de estado de inchaço, proveniente da gelatinização dos amídeos. Este fenômeno de inchaço observado na fibra após o tratamento fez com que surgisse a preocupação de que isto poderia influenciar de forma negativa a adesão da fibra a matriz, levando a escolha de outros processos de tratamentos.

Deste modo, conclui-se que apesar de sua natureza hidrofílica, a fibra de *arumã* possui, conforme os resultados observados, principalmente em relação as suas propriedades mecânicas, características semelhantes as principais fibras vegetais empregadas como reforço à matriz cimentícia, tais como, a juta, a malva, o curauá, o sisal e o rami, sendo as três primeiras, fibras da região amazônica industrialmente beneficiadas. Sendo assim, um tratamento superficial da fibra de *arumã* que resolva o problema da adesão fibra/matriz é fundamental para a produção de um compósito que possa exibir excelentes características, aproveitando o grande potencial de reforço que esta fibra possa produzir.

6.1.2 DOS COMPÓSITOS REFORÇADOS COM AS FIBRAS DE ARUMÃ

A análise dos resultados apresentados pelo ensaio de caracterização mecânica do compósito reforçado com as telas bidimensionais de *arumã* já mostrava que estas não tinham sido eficientes como sistema de reforço da matriz cimentícia.

O comportamento apresentado pelo compósito reforçado com as fibras durante o ensaio de flexão em quatro pontos foi caracterizado por um estado de fissuração dominado por uma única fissura, diferente daquele de multifissuras esperado para um compósito deste tipo, mostrando que não houve uma distribuição eficiente das tensões internas no compósito.

Isto lançou dúvidas se o teor de fibras no compósito estava abaixo daquele necessário para a ocorrência do estado de multifissuração, que indicaria uma distribuição de tensões mais

eficiente ao longo do compósito. Porém, o cálculo do volume de fibras utilizadas na produção do compósito apresentou um valor em torno de 10%, o que segundo a literatura consultada indicava que este teor deveria estar acima do crítico.

Uma luz sobre a questão foi lançada quando dos resultados obtidos para o módulo de resistência no ensaio de flexão em quatro pontos para os compósitos após o ensaio de envelhecimento acelerado, onde estes apresentavam valores em torno de 75% menores do que aqueles obtidos para os compósitos que não foram submetidos a este processo, indicando, desta forma, que houve degradação das fibras.

Com as imagens de microgravuras obtidas pelo MVE de amostras retiradas da região de fratura do compósito, após o ensaio de flexão, foi possível observar que realmente houve degradação das fibras imersas na matriz cimentícia. Além disso, foi possível observar espaços vazios entre a superfície das fibras e a matriz cimentícia, indicando que as fibras sofreram variação dimensional durante os ciclos de secagem e molhagem no processo de envelhecimento acelerado.

Os inúmeros espaços vazios observados pelas imagens de microgravuras mostraram que não houve adesão eficiente da superfície da fibra com a matriz, o que traz como consequência imediata uma diminuição na efetiva transferência de tensões entre fibra e matriz.

Deste modo, a variação dimensional das fibras no compósito trouxe de imediato redução das características mecânicas do compósito com a consequente diminuição principalmente de sua resistência mecânica e ductilidade. Além disso, compromete a longo prazo a consequente diminuição da durabilidade do compósito.

Quanto aos espaços vazios, acrescenta-se que nas circunstâncias que envolvem o ensaio de envelhecimento acelerado, os repetidos ciclos de molhagem e secagem, reintroduzem toda a interferência da água junto à matriz por meio de suas moléculas que novamente interagem com os componentes e compostos químicos da pasta. Este processo pode ter exercido internamente uma espécie de lixiviação de anidros, CH da pasta, formando uma solução, que envolveu e cobriu parcialmente a fibra vegetal de *arumã*, que em alguns casos penetrou na

fibra acarretando a desestruturação do arranjo das microfibrilas e danos a própria fibra, com consequente comprometimento de sua estrutura física e de suas propriedades mecânicas.

Sendo assim, a questão levantada quando da análise do comportamento do compósito durante os ensaios de flexão, o qual exibiu um comportamento mais frágil do que o esperado, pode ter sua causa provável não no teor de fibras que poderia estar abaixo do volume crítico, mas sim, primeiro, devido a própria natureza hidrofílica da fibra, não modificada pelos tratamentos, a qual apresentou grande variação volumétrica; e segundo a pouca modificação superficial da fibra pelos tratamentos. Tais fatores contribuíram de forma decisiva para pouca eficiência da ligação fibra/matriz.

Quanto à grande questão da viabilidade técnica do compósito cimentício reforçado com fibras de *arumã*, com relação às suas propriedades físicas e mecânicas, o estudo aponta que nesta fase do desenvolvimento do compósito este apresenta um grande problema a ser resolvido, a questão da natureza fortemente hidrofílica da fibra, o que ocasiona um impacto negativo determinante nas propriedades avaliadas. Muito embora possa parecer que, considerando os tratamentos superficiais utilizados na presente pesquisa, o compósito seja tecnicamente inviável, principalmente no aspecto da durabilidade, deve-se salientar que as fibras de *arumã* apresentam um grande potencial como elemento de reforço para matriz cimentícia, sendo assim, com um tratamento mais adequado, resolvendo-se o problema da adesão/fibra é de se esperar que o compósito cimentício reforçado com tela de fibra de *arumã* se torne tecnicamente viável.

6.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para prosseguimento da pesquisa apresentada neste trabalho, algumas sugestões podem ser feitas, tais como:

- Estudar outros processos de tratamento superficiais nas fibras de *arumã* para melhorar a interface fibra/matriz;
- Estudar processos e/ou materiais que reduzam a absorção da fibra e minimizem a sua variação dimensional;
- Utilizar outras formulações de adições na produção de uma matriz cimentícia que reduza a probabilidade de absorção da fibra;
- Estudar a camada protetora da fibra de *arumã* de modo a buscar soluções técnicas que permitam sua remoção e conseqüentemente possibilite melhorar a adesão desta fibra à matriz cimentícia.
- Estudar a aplicação da fibra de *arumã* em outros tipos de matrizes.

REFERÊNCIAS

AMERICAN CONCRETE INSTITUTE - ACI COMMITTEE **318-08**: Building Code Requirements for structural concrete and commentary, p.473, ISBN: 9780870312649, 2008.

AMERICAN SOCIETY TESTING MATERIALS - **ASTM C 150** (ASTM, 2005) - Standard specification for *Portland* cement1. Designation: C 150 – 05, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12653/92**: Materiais pozolânicos – Especificação. Rio de Janeiro, 1992.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5739**: Ensaio de compressão de corpos-de-prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 1994.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA TÉCNICA DE CELULOSE E PAPEL - ABTCP. **Normas Técnicas ABCP**. São Paulo, 1974.

ASSOCIAÇÃO DE NORMAS BRASILEIRAS – NBR 11578/1991 – **Cimento Portland. Especificação.**

ASSOCIAÇÃO DE NORMAS BRASILEIRAS – NBR 5733/1991 – **Cimento Portland de Alta Resistência Inicial.**

ASSOCIAÇÃO DE NORMAS BRASILEIRAS – NBR 7211/2009 – **Agregados para Concreto.**

ASSOCIAÇÃO DE NORMAS BRASILEIRAS – NBR 7215/1996 – **Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão.**

ADAMIAN, Rupen et al. **Novos Materiais – Tecnologia e Aspectos Econômicos**. [S.I.: s.n.], Rio de Janeiro: COOPE/UFRJ, 2008.

AFROUGHSAKET, V.; OZBAKKALOGLU, T. Mechanical and Durability Properties of High-Strength Concrete Containing Steel and Polypropylene Fibers. **Construction and Building Materials** 94 (2015), 73-82, 2015.

AGOPYAN V, SAVASTANO JR, **Uso de materiais alternativos a base de fibras vegetais na construção civil: experiência brasileira**. Trabalho apresentado ao In Seminário Iberoamericano 1997 de Materiais Fibrorreforzados, 1, y Reunión Proyecto PIP VIII. 5 Cyted, 3; Cali, 1987. Memórias. Cali. Univesidade de Vale, (1997) pag 23 – 40 (artículo 03).

ALMEIDA, E. F. S.; TONOLI, G. H. D.; SANTOS, S. F.; SAVASTANO, H. Jr. Carbonatação Acelerada Efetuada nas Primeiras Idades em Compósitos Cimentícios

Reforçados com Polpas Celulósicas. **Associação Nacional de Tecnologia do Ambiente Construído**, v. 10, n. 4, p. 233-246, ISSN 1678-8621. Porto Alegre, 2010.

ALVES, J. D. **Influência das fibras nas propriedades do concreto**. Trabalho apresentado ao Instituto Brasileiro do Concreto, 18º Jornada Sul-Americana de Engenharia Estrutural. Salvador, 1976.

Introdução à Biologia Vegetal. **Apostila de morfologia vegetal** -Disciplina Biologia I, Universidade de São Paulo – Instituto de Física de São Carlos – Licenciatura em Ciências Exatas, p. 1-3. São Carlos – São Paulo, 2002.

ARAÚJO, J. C.; MOREIRA, E. L.; MORAES, V. C. A.; ANDRADE, M. C.; PEREIRA, F. R.; ASSIS, J. T. Análise microestrutural com o refinamento de Rietveld de amostras de BaTiO_3 produzidas pela síntese de reação no estado sólido. Trabalho apresentado ao **X Encontro de Modelagem Computacional**, ISBN 978-85-85769-35-2. Nova Friburgo, Rio de Janeiro – Brasil, 2007.

ARAÚJO, R. R. **Fenologia e Morfologia de Plantas e Biometria de Frutos e Sementes de Muricizeiro (Byrsonima Verbascifolia (L.) Rich.) do Tabuleiro Costeiro de Alagoas**. Dissertação de Mestrado em Agronomia do Programa de Pós-graduação da Universidade Rural do Semi-Árido. Mossoró, RN–Brasil, 2009.

ARDANUY, M.; ANTUNES, M.; VELASCO, J. I. Vegetable Fibres from Agricultural Residues as Thermo-Mechanical Reinforcement in Recycled Polypropylene-Based Green Foams. **Waste Management** 32 (2012), 256 - 263, 2012.

ARDANUY, M.; CLARAMUNT, J.; TOLEDO FILHO, R. M. Cellulosic Fiber Reinforced Cement-Based Composites: A Review of Recent Research. **Construction and Building Materials**, 79 (2015) 115-128, 2015.

ARTE BANIWA - **Extração da fibra de arumã** - www.artebaniwa.org.br – 22/10/15.

ASHBY, M.F. Materials selection in mechanical design. **Perga - mon Press**, Oxford, **P. 245**, 1992.

ASTM – AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERILS. ASTM C 125 – **Standard Terminology Relating to Concrete and Concrete Aggregates**. 2007.

ASTM – AMERICAN SOCIETY TESTING MATERIALS – **Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete** - C 618 – 05. In: Annual Book of ASTM Standards, Concrete and Aggregates, vol. 04.02. 2005.

ASTM – AMERICAN SOCIETY TESTING MATERIALS. ASTM D 1107 -56 – **Solubility of Alcohol – Benzene**, 1979.

ASTM – AMERICAN SOCIETY TESTING MATERIALS. ASTM C 948 - 81 – **Standard Test Method for – Dry an Wet Bulk Density, Water Absorption, and Apparent Porosity of Thin Sections of Glass-Fiber Reinforced Concrete.** 2001.

ASTM – AMERICAN SOCIETY TESTING MATERIALS. ASTM D 1105 – **Standard Test Method for Preparation of Extractive-Free Wood.** Annual Book of ASTM Standards: Wood. Philadelphia: 1994. V.0410, p. 185-186.

ASTM – AMERICAN SOCIETY TESTING MATERIALS. ASTM D 1106 -56. **Lignin,** 1977.

ASTM – AMERICAN SOCIETY TESTING MATERIALS. ASTM D 1110 -56. **Solubility in Hot Water,** 1977.

ASTM – AMERICAN SOCIETY TESTING MATERILS. ASTM G 154 - 06 – **Standard Practice for Operating Fluorescent Light Apparatus for UV Exposure of Nonmetallic Materials.** 2006.

ASTM D 790 -96a. **Standart Test Method for Tensile Properties of Plastics.** Unless the material specifications state otherwise, procedure A is used for determining flexural properties, especially flexural modulus. Philadelphia, 1990.

BALLESTEROS, J. E. M. **Compósitos cimentícios reforçados com polpa celulósica tratada por hornificação para aplicação em construções rurais.** Dissertação de mestrado – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo – Pirassununga, SP, 2014.

BENTUR, A.; MINDESS, S. **Fibre reinforced cimentitious composites.** Second Edition, CRC Press Taylor & Francis Group, Cap. 2–4, ISBN: 9780415250481, 2007, p. 624.

BLEDZKI, A. K.; GASSAN, J. Composites Reinforced with Cellulose Based Fibres. **Progress in polymer science**, v. 24, n. 2, p. 221-274, 1999.

BOGOEVA-GACEVA, G. AVELLA, M., MALINCONICO, M.,BUZAROVSKA, A., GROZDANOV, A., GENTILE, G., ERRICO, M.E. Natural Fiber Composites, **Polymer Composite**, v. 28, n. 1, PP. 98 – 107, 2007.

BOWYER, J. L.; SHMULSKY, R.; HAYGREEN, J. G. Forest products and wood science: an introduction. 4th ed. Iowa: **Iowa State University**, 554 p., 2003.

BRANDÃO, J. H. **Análise Experimental e Numérica de Cascas de Concreto de Ultra-Alto Desempenho Reforçado com Fibras.** Tese de Doutorado, Programas de Pós-Graduação de Engenharia da Universidade Federal do Rio de Janeiro – UFRJ, RJ, 2005.

BYUNG-WAN, J.; CHAKRABORTY, S.; WON YOON, K. A Hypothetical Model Based on Effectiveness of Combined Alkali and Polymer Latex Modified Jute Fibre in Controlling the

Setting and Hydration Behaviour of Cement. **Construction and Building Materials** 68 (2014) 1-9, 2014.

CALISTER, WILLIAM D. Jr. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 5ª. Edição. LTC Editora. Rio de Janeiro, 2.000.

CARDOSO, P. H. M. **Efeito do Tratamento Alcalino/Mecânico de Fibras de Curauá nas Propriedades dos Laminados Compósitos de Matriz Epóxi**. Dissertação de mestrado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2013.

CASSAGNABÈRE, F.; MOURET, M.; ESCADEILLAS, G.; BROILLIARD, P.; BERTRAND, A. Metakaolin, a Solution for the Precast Industry to Limit the Clinker Content in Concrete: Mechanical Aspects. **Construction and Building Materials** 24 (2010), 1109 - 1118, 2010.

CEZAR, D. S. **Características de Durabilidade de Concretos com Cinza Volante e Cinza de Casca de Arroz com e sem Beneficiamento**. Dissertação de mestrado, Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil – Universidade Federal de Santa Maria – Centro de Tecnologia, RS, Brasil, 2011.

CHANDRAMOHAN, D.; MARIMUTHU K. A Review on Natural Fibers. **Int J Res Ver Appl – Sci**, Agosto de 2011; 8(2).

CHAND, N., TIWARY, R. K., ROGHATI P. K. Bibliography: Resource Structure Properties of Natural Cellulosic Fibres. **Journal of Materials Science**, 23(2), 1988.

CHANG, L.; FRIEDRICH, K. Enhancement Effect of Nanoparticles on the Sliding Wear of Short Fiber-Reinforced Polymer Composites: A Critical Discussion of Wear Mechanisms. **Tribol Int**; 43:2355–64, 2010.

CHEUNG H.; HO, M.; LAU, K.; CARDONA, F.; HUI, D. Natural Fibre-Reinforced Composites for Bioengineering and Environmental Engineering Applications. **Compos part B: Eng October**, 2009. ISSN: 1359-8368:655-63, 2009.

Climate Change 2007: Synthesis Report. **Intergovernmental Panel on Climate Change. Climate Change 4th**. Assessment Report: 2007, Geneva, Switzerland, 2007, pp. 104.

CODISPOTI, R.; OLIVEIRA, D. V.; OLIVITO, R. S.; LOURENÇO, P. B.; FRANGUEIRO, R. Mechanical Performance of Natural Fiber-Reinforced Composites for the Strengthening of Masonry. **Composites – Part B 77** (2015) 74-83, 2015.

COIMBRA, M. A.; LIBARDI, W.; MORELLI, R. M. **Desenvolvimento de resíduo pozolânico da indústria cerâmica**. Instituto de Ciência e Tecnologia em Resíduos e Desenvolvimento Sustentável – ICTR – NISAM – USP – Núcleo de Informações em Saúde Ambiental da USP. Trabalho apresentado ao Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia em Resíduos e Desenvolvimento Sustentável, Florianópolis-Santa Catarina, 2004.

CONCEIÇÃO, V. G. B. **Análise Quantitativa de Paracetamol por Espectroscopia Raman Dispersiva**. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Biomédica, São José dos Campos, SP, 2.009.

CORREIA, E. A. S. **Compósitos de Matriz Geopolimérica Reforçados com Fibras Vegetais de Abacaxi e de Sisal**. Tese de Doutorado, Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica – Centro de Tecnologia - Universidade Federal de Paraíba. 2011.

CORREIA, V. C.; ALVES, J. D.; COSTA, C. J. Avaliação do Biocreto com Fibras Mineralizadas de Bambu. **A Construção em Goiás**. Ano XL – 2008, n° 494, p. 4 – 9.

COSTA, J. P. Técnicas não Tradicionais de Reabilitação Estrutural do Betão Armado. Seminário apresentado a **Ordem dos Engenheiros – Grêmio do Patrimônio** – Lisboa, 2013.

COSTA, L. B. F.; NEUMANN, R. **Quantificação de fases minerais e de amorfos por difração de raios x, método de refinamento de espectro multifásico total (método de Rietveld)**. Trabalho apresentado na XV Jornada de Iniciação Científica, Rio de Janeiro – RJ, 2007.

COURARD, L.; MICHEL, F. Limestone Fillers Cement Based Composites: Effects of Blast Furnace Slags on Fresh and Hardened Properties. **Construction and Building Materials** 51 (2014), 439 - 445, 2014.

DAMINELI, B. L. **Conceitos para Formulação de Concretos com Baixo Consumo de Ligantes: Controle Reológico, Empacotamento e Dispersão de Partículas**. Tese de doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, 2013.

DAWOOD, E.T.; RAMLI, M. Development of High Strength Flowable Mortar with Hybrid Fiber. **Constr. Build. Mater.** 24 (6) (2010) 1043–1050, 2010.

DE JULIO, M.; DI BERNARDO, L.; NEVES, E. F. A. **Remoção de substâncias húmicas de água por meio do reagente de fenton e da flotação por ar dissolvido**. Trabalho apresentado ao 23° Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental – Campo Grande/MS, 2005.

DEDAVID, B. A; GOMES, C. i.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura – aplicações e preparação de amostras – materiais poliméricos, metálicos e semicondutores**. Trabalho apresentado ao Centro de microscopia eletrônica e microanálise (CEMM) do IDEIA - Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul – PUC – RS, 2007.

DEL MENEZZI, CHS.; DE CASTRO, VG.; DE SOUZA,MR. Production and Properties of a Medium Density Wood-Cement Boards Produced With Oriented Strands and Silica Fume. **Maderas: Cienc Tecnol**; 9(2): 105-15, 2007.

DÉSIR, J. M.; ALEXANDRE, J.; CASTRO, A. M. **Estudo da Atividade Pozolânica da Metacaulinita**. Trabalho apresentado ao 45º Congresso Brasileiro de Cerâmica, n. 0200801, Florianópolis, SC, 2001.

DITTENBER, D. B.; GANGARAO, H. V. S. Critical Review of Recent Publications on Use of Natural Composites in Infrastructure. **Compos Part A**, 43(8):1419–29, 2012.

DONATELLO, S.; TYRER, M.; CHEESEMAN, C. R. **Comparison** of Test Methods to Assess Pozzolanic Activity. **Cement & Concrete Composites**, 32 (2010) 121-127. London, London, 2010.

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

FARUK, O.; AIN, M. S. Biofiber Reinforced Polymer Composites for Structural Applications. In: Uddin, Nasim, editor. **Woodhead publishing series in civil and structural engineering**. Woodhead Publishing British; 2013. p. 18-53 [Developments in Fiber-Reinforced Polymer (FRP) Composites for Civil Engineering].

FERREIRA, RM. Service-Life Design of Concrete Structures in Marine Environments: A Probabilistic Based Approach. **VDM Verlag Dr. Muller Aktiengesellschaft & Co. KG**; 2009 [ISBN-13: 978-3639167108].

FERREIRA, S. R.; LIMA, p. r. l.; SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D. Influência de ciclos molhagem-secagem em fibras de sisal sobre a aderência com matrizes de cimento *Portland*. **Revista Matéria**; ISSN 1517 – 7076, pp. 1024-1034, 2012.

FILHO, N. T. A.; DANTAS, C. P.; LEAL, A. F.; BARBOSA, N. P.; SILVA, C. G.; ALEXANDRE, M. V. Resistência Mecânica de Compósitos Cimentícios Leves Utilizando Resíduos Industriais e Fibras de Sisal. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.16, n. 8, p. 894-902. Campina Grande, PB – Brasil, 2012.

FONSECA, A. S. **Caracterização Tecnológica das Fibras do Estipe de *Desmoncus Polyacanthos Mart.*** Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia da Madeira, Área de Concentração em Madeira como Matéria-Prima, Universidade Federal de Lavras – UFLA, Lavras-MG, 2012.

FONSECA, A. S.; MORI, F. A.; TONOLI, G. H. D.; SAVASTANO JUNIOR, H.; FERRARI, D. L.; MIRANDA, I. P. A. Properties of na Amazonian Vegetable Fiber as a Potential Reinforcing Material. **Industrial Crops and Products**, 47, p. 43-50, 2013.

GALEMBECK, T. M. B.; SIMÃO, J. S. Noções básicas para a classificação de minerais e rochas – divisibilidade, tenacidade, propriedades organolépticas (tato, sabor, odor). **Apostila de aula** – Universidade do Estado de São Paulo – UNESP, 2010.

GANGULY, P.; POOLE, W. J. Influence of Reinforcement Arrangement on the Local Reinforcement Stresses in Composites Materials. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, 52 (2004), 1355-1377. 2004.

GARCIA HORTAL, J. A., **Fibras Papeleras**. Universitat Politècnica de Catalunya - UPC, Barcelona, 2007, 243 p.

GODA, K.; SREEKALA, M. S.; GOMES, A.; KAJI, T.; OHGI, J. Improvement of plant based natural fibers for toughening green composites – Effect of load application during mercerization of ramie fibers. **Composites: Part A**, v.37, 2006, pp.2213 – 2220.

GOMES, A., GODA, K., OHGI, J., Effects of Alkali Treatment to Reinforcements on Tensile Properties of Curauá Fiber Green Composites. **JSME – International Journal, series A**, v.47, n. 4, 2004, pp.541 – 546.

GONÇALVES, J. P., **Desenvolvimento de materiais utilizando argila calcinada como substitutivo parcial do cimento Portland**. Trabalho apresentado ao Seminário de Tese de Doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 2005.

HALYARDI & SANCHEZ. **Procedimentos e Métodos para Determinação de Teor de Celulose**. 1975.

HAMOUDA T.; SEYAM, A. F. M; PETERS, K. Evaluation of the Integrity of 3D Orthogonal Woven Composites with Embedded PolymerOptical Fibers. **Composites Part B**, 78 (2015), 79-85, 2015.

HASSAN, A. A. A.; LACHEMI, M.; KHANDAKER HOSSAIN, K. M. A. Effect of Metakaolin and Silica Fume on the Durability of Self-Consolidating Concrete. **Cem. Conc. Compos**, 24 (3), 801 – 807, 2012.

HOLANDA, E. B. N. **Morfologia e propriedades mecânicas da fibra de sisal unidirecional e em sobreposição de compósito com resina epóxi**. Dissertação de mestrado do Programa de Pós-graduação em engenharia mecânica – Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Rio Grande do Norte, 2013.

HOPPE FILHO, J. **Sistemas Cimento, Cinza Volante e Cal Hidratada: Mecanismo de Hidratação, Microestrutura e Carbonatação de Concreto**. Tese de doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo/SP, 2008.

HUMPHREYS, K.; MAHASENAN, M. Substudy 8: Climate Change. In: Battelle. **Toward a Sustainable Cement Industry**, 34p., (WBCSD Report), 2002.

HUMPHREYS, M. F. **The use of polymer composites in construction**. Trabalho apresentado In: International conference on smart and sustainable built environment, Brisbane, Australia; November 2003.

HWANG, C. L.; CHANDRA, S. The Use of Rice Husk Ash in Concrete. **Waste Materials Used in Concrete Manufacturing, Library of Congress Catalog Card Number: 96-12577, ISBN: 0-8155-1393-3, New Jersey, USA.1975.**

INTERNATIONAL ASSOCIATION OF WOOD ANATOMISTS BULLETIN. **IAWA list of microscopic features for hardwood identification.** N. s. 10: 219 - 232.

JENSEN, W.A. **Botanical histochemistry: principles and practice.** San Francisco: W. H. Freeman, 1962. 408 p.

JOHANSEN, D.A. **Plant Microtechnique.** New York: MacGraw-Hill, 1940. 533p.

KELSEY, K. E. A critical review of the relationship between the shrinkage and structure of wood. **C.S.I.R.O. Division of Forest Products, Tech. Paper n° 28, 1963.**

KENNEDY, PHILLIPS, WILLIAMS. **Wood and cellulosics: Industrial utilization biotechnology structure and properties.** New York: Published by Ellis Horwood, ISBN 10: 0470208848/ISBN 13: 9780470208847, 1987.

KOSMATKA, S. H.; KERKHOFF, B.; PARANESE, W. C. Design and Control of Concrete Mixtures. **7th edition, Cement Association of Canada, Ottawa, Ontario, Canada, 368 pages, 2002.**

KUMAGAI, S.; KURUMATANI, N. Asbestos Fiber Concentration in the Area Surrounding a Former Asbestos Cement Plant and Excess Mesothelioma Deaths in Residents. **Am J Ind Med** 2009; 52:790-8.

LAWLER, J.S. **Hybrid fiber reinforcement in mortar and concrete.** PhD thesis - Department of Civil Engineering, North Western University, Evanston, IL, pp. 231, 2001.

LEÃO, R. M. **Tratamento superficial de fibra de coco e aplicação em materiais compósitos como reforço do polipropileno.** Dissertação de mestrado do departamento de engenharia mecânica – Faculdade de tecnologia – Universidade de Brasília. Brasília, 2012.

LEE AWC. Physical and Mechanical Properties of Cement Bonded Southern Pine Excelsior. **For Prod J**, 34(4):30-4, 1984.

LENEY, L. A technique for measuring fibril angle using polarised light. **Wood Fibre**, Washington, v. 13, p. 13–16, 1981.

LIMA, P. R. L., **Análise teórica e experimental de compósitos reforçados com fibras de sisal.** Tese de doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 2004.

LIU, W.; XIE, T.; QIU, R.; FAN, M. N - Methylol acrylamide grafting bamboo fibers and their composites. **Composites Science and Technology**, 117 (2015), 100–106, 2015.

LOBÃO, M. Silveira; PEREIRA, K. R. Mendes. **Tecnologia da Madeira – Propriedades Físicas e Mecânicas da Madeira**. Universidade Federal do Acre, Departamento de Ciências Agrárias - Rio Branco-AC, 2005. 44p. (série tecnologia da madeira; V.1, n 1).

MACE, M.E.; HOWELL, C.R. Histological and identification of condensed tannin precursor in roots of cotton seedlings. **Canadian Journal of Botany**. v.52, p.2423-2426. <http://www.nrcresearchpress.com/doi/abs/10.1139/b74-314>, journal Code=cjb1, 1974.

MACHADO, C. X. B. **Caracterização mecânica de compósitos de matriz cimentícia contendo resíduos de construção e demolição (RCD) reforçados com fibras de sisal**. Dissertação de mestrado – Universidade Técnico Lisboa, 2014.

MACHADO, F. B. **UC – Geologia Geral - Minerais**. Material Didático – Universidade Federal de São Paulo – UNIFESP, 2013.

MARQUES, M. G. SANTOS. **Caracterização das Propriedades da Fibra Vegetal de Arumã Para Aplicação como Reforço à Matriz Cimentícia**. Dissertação de mestrado em engenharia civil - PPGEC/UFAM, Manaus/AM, 2009.

MARTIN, J. F. M. **Aditivos para concreto**. In: **Isaia, G. C. (Ed). concreto: ensino, pesquisas e realizações**. INSTITUTO BRASILEIRO DE CONCRETO, p. 381-397. v. 1. São Paulo, 2005.

MARTINEZ-REY, J.; ALAVEZ-RAMÍRES, R.; MONTES-GÁRCIA, P.; JIMÉNEZ-QUERO, V. Mineralogical effect on the pozzolanic reactivity of a Mexican lacustrine soil. **Construction and Building Materials** 24, 2650–2657, 2010.

MEHTA, P.K. Natural Pozzolan. In: **Supplementary Cementing Materials**. Ottawa: V. M. Malhotra. 1987. 427p.

MEHTA, P.K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concrete: Microstructure, Properties, and Materials. Second Edition, McGraw-Hill Companies**, p. 548, New York, USA, 1993.

MEI, L. V.; ZHENG, F.; WANG, Q.; WANG, T.; LIANG, Y. Friction and wear behaviors of carbon and aramid fibers reinforced polyimide composites in simulated space environment. **Tribology International** 92 (2015) 246-254, 2015.

MELO FILHO, J. A. **Desenvolvimento e Caracterização de Laminados Cimentícios Reforçados com Fibras Longas de Sisal**. Dissertação de mestrado em engenharia civil - PEC/COPPE/UFRJ Rio de Janeiro, 2005.

MELO FILHO, J. A. **Durabilidade química e térmica e comportamento mecânico de compósitos de alto desempenho reforçados com fibras de sisal**. Tese de doutorado em engenharia civil - PEC/COPPE/UFRJ Rio de Janeiro, 2012.

MERLINI, CLAUDIA; SOLDI, V.; BARRA, GUILHERME M. O. Influence of fiber surface treatment and length on physico-chemical properties of short random banana fiber- reinforced castor oil polyurethane composites. **Polymer Testing**, pp.833 – 840, 2011.

MIELLENZ, R. C., WHITTE, L. P., GLANTZ, O. J. Effect of calcinations on natural pozzolans; ASTM, **Special Technical Publication** 99:43-91; 1950.

MOBASSHER, B.; LI, C.Y. Mechanical properties of hybrid cement-based composites. **ACI Mater. J.** 93 (3) (1996) 284–292, 1996.

MOLAZEMHOSSEINI, A.; TOURANI, H.; KHAVANDI, A.; YEKTA, B. E. Tribological performance of PEEK based hybrid composites reinforced with short carbon fibers and nano-silica. **Wear** 2013; 303:397–404, 2013.

MOON, J. H.; SHUL, Y. G.; HONG, S. Y.; CHOI, Y. S.; KIM, H. T. A study on UV-curable adhesives for optical pick-up: II. Silane coupling agent effect. **International Journal of Adhesion and Adhesives**, v. 25, 2005, p.534-542.

MOREIRA, M. S. Estratégia e implantação do sistema de gestão ambiental – modelo ISO 14000. Nova Lima – Minas Gerais: **INDG Tecnologia e Serviços LTDA**, 2006.

MONTANHEIRO, T.J., YAMAMOTO, J.K., KIHARA, Y., “Características e propriedades pozolânicas de arenitos opalinos da Serra de Itaqueri, SP”. **Revista do Instituto Geológico**, v. 23, n. 1, pp. 13-24, Jun. 2002.

MOTHÉ, C. G.; ARAUJO, C. R. Caracterização térmica e mecânica de compósitos de poliuretano com fibras de *curauá*. **Polímeros: Ciência E Tecnologia**, Vol. 14, Nº 4, P. 274-278, 2004.

MOURA, M. F. S. F.; MORAIS, A. B.; MAGALHÃES, A. G. **Materiais compósitos – materiais, fabrico e comportamento mecânico**. Engebook – conteúdos de engenharia e gestão, editora: Publindustria, ISBN: 9789728953003, Porto-Portugal, 2009, p382.

NABI SAHEB, D.; JOG, J. P. Natural fiber polymer composites: a review. **Advances in polymer technology**, Vol. 18, Nº 4, P. 351-363, 1999.

NAJIMI, M.; SOBHANI, J.; AHMADI, B; SHEKARCHI, M. An experimental study on durability properties of concrete containing zeolite as a highly reactive natural pozzolan. **Constr. Build, Master** 35, 1023-1033; 2012.

NEVILLE, A. M. Properties of concrete. **Fourth Edition John Wiley & Sons, Inc.**, pp. 884, New York, USA, 1996.

NITA, C.; JOHN, V. M. Materiais pozolânicos: O metacaulim e a sílica ativa. Departamento de Engenharia de Construção Civil - Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, ISSN 0103-9830, BT/PCC/451, 13 P. São Paulo – EPUSP, 2007.

O'BRIEN, T. P.; MCCULLY, M.E. **The study of plant structure: principles and selected methods**. PUBLISHER: Termarcaphi; 1st edition, ISBN-10: 0959417400, ISBN-13: 978-0959417401, 1981, 357 p.

OLIVEIRA, I. R. CABRAL. **Propriedades mecânicas, físicas e químicas de compósitos cimentícios reforçados com fibras longas de juta e de malva**. Dissertação de mestrado em engenharia civil - PPGEC/UFAM, Manaus/AM, 2013.

OLIVITO, R.S.; CEVALLOS, O.A.; CARROZZINI, A. Development of durable cementitious composites using sisal and flax fabrics for reinforcement of masonry structures. **Materials and Design** 57 (2014), 258-268, 2014.

ORIOLO, M.; PERA, J. Pozzolanic activity of metakaolin under microwave treatment. **Cement Concrete Res.** v. 25, n.2, p. 265-270, 1995.

PACCOLA, R. R.; DORIVAL NETO, P.; CODA, H. B. Geometrical non-linear analysis of fiber reinforced elastic solids considering debonding. **Composite Structures** 133 (2015), 343-357, 2015.

PARDINI, L. C.; NETO, F. L. **Compósitos estruturais – ciência e tecnologia**. Editora Edgard Blucher, p. 142. São Paulo, 2006.

PARDINI, L. CLAUDIO; NETO, F. LEVY. **Compósitos estruturais – ciência e tecnologia**. EDITORA EDGARD BLUCHER, editora Edgar Blucher, ISBN: 8521203977, 2006, p. 336.

PAREDES, Y. D. R. A. **Desenvolvimento e caracterização de dispositivos fosforescentes baseados em compostos orgânicos de baixo peso molecular**. Tese de doutorado pelo Programa de Pós-Graduação em Física da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro – PUC – RJ, 2012.

PAVIA, D. L.; LAMPMAN, G. M.; KRIZ, G. S.; YAN, J. R. **Introdução à espectroscopia**. Tradução da 4ª edição norte-americana, ISBN-10: 8522107084, ISBN-13: 9788522107087, São Paulo: Cengage Learning, 2010, 716 p., p. 15 e 17.

PAYÁ, J.; BORRACHERO, M. V.; MONZÓ, J.; PERIS-MORA, E.; AMAHJOUR, F. Enhanced conductivity measurement techniques for evaluation of fly ash pozzolanic activity. **Cement and concrete research**, 31 (2001) 41 – 49, 2000.

PAYÁ, J.; MONZÓ, J.; BORRACHERO, M. V.; MELLADO, A.; ORDONEZ, L. M. Determination of amorphous silica in rice husk ash by a rapid analytical method. **Cement and Concrete Research**, v. 31, p. 227-231, 2001.

PEREIRA, C. L. **Aproveitamento do Resíduo do Côco Verde Para Produção de Compósitos Destinados à Construção Rural**. Tese de doutorado em engenharia de Alimentos – área de Concentração: Qualidade e Produtividade Animal/USP/ Pirassununga, 2012.

PERLOT, C.; ROUGEAU, P.; DEHAUDT, S. Slurry of metakaolin combined with limestone addition for self-compacted concrete. application for precast industry. **Cement & Concrete Composites** 44 (2013), 50–57, 2013.

PIMENTEL, L. L.; BERALDO, A. L.; SAVASTANO, Jr., H. **Avaliação de compósitos polpa celulósica – cimento modificado por polímero**. Trabalho apresentado ao XXXII Congresso de Engenharia Agrícola, Goiânia – Go, 2003.

PROGRAMA DAS NAÇÕES UNIDAS PARA O DESENVOLVIMENTO - PNUD - **Relatório do desenvolvimento humano**, 2013.

QUIROGA, A.; MARZOCCHI, V.; RINTOUL, I. Influence of wood treatments on mechanical properties of wood-cement composites and of populus euroamericana wood fibers. **Composites Part B** 84 (2016) 25-32, 2016.

RAMAKRISHNA, G.; SUNDARARAJAN, T.; KOTHANDARAMAN, S. Evaluation of durability of natural fibre reinforced cement mortar composite – a new approach. **ARPJ Journal of Engineering and Applied Sciences**, v. 5, n. 6, ISSN 1819-6608. Pondicherry, India, 2010.

RAY, D.; SARKAR, B. K.; BOSE, N. R. Impact fatigue behaviour of vinylester resin matrix composites reinforced with alkali treated jute fibers. **Composites Part A**, v. 33, p. 233-241, 2002.

RIBEIRO, A. O.; MORI, F. A.; MENDES, L. M. Características das dimensões das fibras e análise do ângulo microfibrilar de toona ciliata cultivada em diferentes localidades. **Floresta**, v. 41, n. 1, p. 47-56, Curitiba, 2011.

RILEM TECHNICAL COMMITTEE – TRF – **Testing methods for fibre reinforced cement-based composites** – 49, 1984.

ROWELL, R. The Chemistry of Solid Wood. **Advances in Chemistry** 207. Washington, DC: American Chemical Society, 1984.

SÁ, J.C. **Efeito das variáveis laboratoriais protéticas na adesão da porcelana com ligas de níquel-cromo.** Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2006.

SALAZAR, V. L. P.; LEÃO, A. L. Biodegradação das fibras de côco e de sisal aplicadas na indústria automotiva. **Revista Energia na Agricultura**, Botucatu, v. 21, n. 2, p. 99 -133, 2006.

SAMPAIO, J. A.; ALMEIDA, S. L. M. **Agrominerais – calcário - dolomito.** Rochas e Minerais Industriais, Centro de Tecnologia Mineral – CETEM/MCT, Rio de Janeiro/RJ, cap. 16, 2013.

SANTOS, C. O. P. **Aplicações do método de Rietveld e potencialidades do método de scarlett - madsen.** Manual do Instituto de Química - UNESP. São Paulo - SP, Brasil, 2009.

SANTOS, C. S.; SANTOS, P. M. C. **Determinação de teores de fluidificantes em concretos com adição e metacaulim.** Trabalho apresentado ao 48º Congresso Brasileiro do Concreto. Rio de Janeiro - RJ, Brasil, 2006.

SANTOS, F. R. S. **Desenvolvimento e Aplicação de Compósitos à Base de Matriz Polimérica Reforçado com Fibras de *Curauá (Ananás Erectifolius)* e Resíduos de Madeiras Amazônicas.** Dissertação de mestrado em engenharia civil - PPGEC/UFAM, Manaus/AM, 2013.

SATYANARAYANA, K. G. GUIMARAES, J. L.; WYPYCH, F.; Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I; Souce, production, morphology, properties and applications. **Composites**; Part A, V. 38, p. 1694 – 1709, 2007.

SATYANARAYANA, K.G. Biodegradable polymer composites based on brazilian lignocellulosic. **Revista Matéria**, ISSN 1517-7076, v. 15, n. 2, pp. 088-095, 2010.

SAVASTANO, H. Jr.; DANTAS, F. A. S; AGOPYAN, V. Materiais reforçados com fibras: correlação entre a zona de transição fibra-matriz e as propriedades mecânicas. São Paulo, **IPT / PINI**, 1994. 56p. (publicação IPT 2158 – Boletim 67).

SAVASTANO, H. Jr.; PIMENTEL, L. L. Viabilidade do aproveitamento de resíduos de fibras vegetais para fins de obtenção de material de construção. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 4, n.1, p.103-110. Campina Grande, PB, 2000.

SAVASTANO, H. Jr. **Materiais a base de cimento reforçados com fibra vegetal: reciclagem de resíduos para a construção de baixo custo.** Tese de Livre Docência, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, 2000.

SECRETARIA EXECUTIVA DO MINISTÉRIO DOS TRANSPORTES – Agência Nacional de Transportes Aquaviários - ANTAQ. Bacia Amazônica. **Banco de informações e mapas dos transportes**, 2009.

SENHADJI, Y.; ESCADEILLAS, G.; MOULI, M.; KHELAFI, H.; BENOSMAN. Influence of natural pozzolan, silica fume and limestone fine on strength, acid resistance and microstructure of mortar. **Powder Technology** 254 (2014), 314-323, 2014.

SEDAN, D.; PAGNOUX, C.; SMITH, A.; CHOTARD, T. Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/matirx interaction. **Ceramic Society**, v. 28, 183-192, 2008.

SEVERINGHAUS N. FILLERS, FILTERS AND ABSORBENTS IN INDUSTRIAL MINERALS AND ROCKS. In: Lefond SJ, editor, 5th Ed. New York: American Institute of Mining. **Metallurgical and Petroleum Engineers Inc.** 1983; p. 243-57, 1983.

SHCHEIBE, A. S. **Produção e caracterização de embalagem biodegradável de amido de mandioca e fibras usando a técnica de tape-casting**. Dissertação de mestrado pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos – Área de Concentração: Desenvolvimento de Processos na Indústria de Alimentos, Florianópolis –SC, 2012.

SILVA, F. A.; MOBASHER, B.; TOLEDO FILHO, R. D. Bond mechanisms in sisal fibre e reinforced cement composites. **Proceedings of the 11 th international conference on Non-conventional materials and technologies – NOCMAT 2009**. p.2-4.

SILVEIRA, F. A. O. Anatomia vegetal. **Apostila de aula** – Faculdade de ciências de Curvelo – Departamento de Ciências Biológicas – Curvelo, 26 p., 2004.

SNELLINGS, R.; SALZE, A.; SCRIVENER, K. L. Use of x-ray diffraction to quantify amorphous supplementary cementitious materials in anhydrous and hydrated blended cements. **Cement and Concrete Research** 64 (2014), 89 - 98 – Laboratory of Construction Materials, Institute of Materials, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL), Switzerland, 2014.

STAEHLE ROGER, W. Engineering with advanced and new materials. **Materials Science and Engineering** A198, 245-256, Minneapolis, MN, USA, 1995.

STEIGLEDER, A. P. **Estudo Morfológico da Planta *Salvinia Molesta*: Uma Contribuição para a Biônica e o Design de Produto**. Dissertação de Mestrado em Design – Programa de Pós-Graduação em Design. Universidade Federal do Rio Grande do Sul - RS, 2010.

STERN, N. **Stern Review on Economics of Climate Change**. ISBN: 9780521700801. Cambridge University Press: 2006, 576 p.

TAMALONG, F. N.; WANGAARD, F. F.; KELLOGG, K. Strength and stiffness of hardwood fibers. **Tappi**, 50(2): 68-72, 1967.

THOMAZ, E. C. S. Escória de alto forno – parte I - fabricação – **Notas de aula**. Instituto Militar de Engenharia – IME, 51 p. Rio de Janeiro, 2012.

THONGSANITGAM, P.; WONGKEO, W.; CHAIPANICH, A.; POON, C. S. Heat of hydration of *Portland* high-calcium fly ash cement incorporating limestone powder: effect of limestone particle size. **Construction and Building Materials** 66 (2014), 410-417, 2014.

TOLÊDO FILHO, R.D. Materiais compósitos reforçados com fibras naturais vegetais. In: TOLÊDO FILHO, R.D.; NASCIMENTO, J.W.B.; GHAVAMI, K. (coord.). **Materiais não convencionais para construções rurais**. Campina Grande, PB: UFPB/SBEA, 1997. cap. 2, p. 49-82.

TOMCZAK, F. **Estudos sobre a Estrutura e Propriedades de Fibras de Côco e Curauá do Brasil**. Tese de Doutorado – Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais – PIPE, Setor de Tecnologia – Área de Concentração: Engenharia e Ciência dos Materiais – Universidade Federal do Paraná, 2010.

TONOLI, G. H. D.; FILHO, U. P. R.; SAVASTANO, H. Jr.; BRAS, J.; BELGACEM, M. N.; LAHR, F. A. R. Cellulose modified fibres in cement based composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 40, Issue 12, p. 2046-2053. 2009.

TORGAL, F. P.; JALALI, S. Cementitious building materials reinforced with vegetable fibres: a review. **Construction and Building Materials** 25. p. 575-581, 2011.

TRIGO, A. P. M. **Estudo da dopagem de agregados para finalidade de uso em concretos estruturais**. Tese de doutorado – Programa de Pós-graduação – Escola de Engenharia de São Carlos, 2012.

UNITED STATES GEOLOGICAL SURVEY (USGS). **Coal and Combustion Production Statistics**. Disponível em : <<http://minerals.usgs.gov/ds/2005/140>>, 2010.

VEIGA, K. K. **Desempenho do Cimento Portland Branco com Escória de Alto-Forno e Ativador Químico Frente ao Ataque por Sulfato de Sódio** – Dissertação de Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, área de Concentração em Construção Civil e Preservação Ambiental – Universidade Federal de Santa Maria - UFSM. Rio Grande do Sul, 2011.

WANG, J.; CHEN, B.; LIU, N.; HAN, G.; YAN, F. Combined effects of fiber/matrix interface and water absorption on the tribological behaviors of water-lubricated polytetrafluoroethylene-based composites reinforced with carbon and basalt fibers. **Compos Part A-Appl Sci Manuf** 2014;59:85–92, 2014.

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

WEI, K.; LV, C.; CHEN, M.; ZHOU, X.; DAI, Z.; SHEN, D. Development and performance evaluation of a new thermal insulation material from rice straw using high frequency hot-pressing. **Energy and Buildings** **87**, 116-122, 2015.

WHEELER, E.A.; BAAS, P.; GASSON, P.E. (Ed.). **IWA list of microscopic features for hardwood identification**. In: IAWA COMMITTEE Bull. Leiden, v.10, n.3, p.219-332, 1989.

WILD, S.; KHATIB, J. M. Portlandite consumption in metakaolin cement pastes and mortars. **Cement Concrete Res.** v. 27, n. 1, p. 137-146, 1997.

YAN, L. B. Effect of alkali treatment on vibration characteristics and mechanical properties of natural fabric reinforced composites. **J Reinf Plast Compos**, 31(12):887–96, 2013.

YAN, L. B.; CHOUW, N.; JAYARAMAN, K. Flax fibre and its composites – a review. **Compos B**, 56:296–317, 2014.

YAN, L.B.; CHOUW, N.; JAYARAMAN, K. Effect of uv and water spraying on the mechanical properties of flax fabric reinforced polymer composites used for civil engineering applications. **Materials and Design**, 71 (2015) 17-25, 2015.

YAN, L.B.; CHOUW, N.; YUAN, X. W. Improving the mechanical properties of natural fibre fabric reinforced epoxy composites by alkali treatment. **J Reinf Plast Compos**, 31(6):425–37, 2012.

YANG, K.H. Test on concrete reinforced with hybrid or monolithic steel and polyvinyl alcohol fibers. **ACI Mater. J.** 108 (6) (2011), 664–672, 2011.

YAO, W.; LI, J.; WU, K. Mechanical properties of hybrid fiber-reinforced concrete at low fiber volume fraction. **Cem. Concr. Res.** 33 (1) (2003), 27–30, 2003.

YU, Q.; CHEN, P.; WANG, L. Degradation in mechanical and physical properties of carbon fiber/bismaleimide composite subjected to proton irradiation in a space environment. **Nucl Instrum Methods Phys Res Sect B**; 298:42–6, 2013.

ZAMPALONI, M.; POURBOGHRAAT, F.; YANKOVICH, AS; RODGERS, BN; MOORE, J.; DRZAL, LT. Kenaf natural fiber reinforced polypropylene composites: a discussion on manufacturing problems and solutions. **Compos Part A: Appl Sci Manuf June**; 38(6). ISSN; 1359-835X:1569-80, 2007.

ZANG, Z. J.; WANG, Y. S.; DENG, Q.Y.; WANG, S. L.; HE, T. Surface modification of carbon fiber via electron-beam irradiation grafting. **Surf Interface**; 45:913–8, 2013.