



INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE POLPAS CELULÓSICAS DE PINHO E
EUCALIPTO NA HIDRATAÇÃO E COMPORTAMENTO MECÂNICO DE
PASTAS DE CIMENTO

Iolanda Scheibe de Siqueira

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil.

Orientadores: Romildo Dias Toledo Filho
Eduardus Aloysius Bernardus
Koenders

Rio de Janeiro
Março de 2014

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE POLPAS CELULÓSICAS DE PINHO E
EUCALIPTO NA HIDRATAÇÃO E COMPORTAMENTO MECÂNICO DE
PASTAS DE CIMENTO

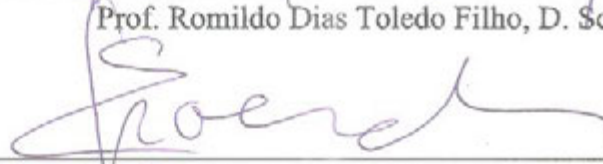
Iolanda Scheibe de Siqueira

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO
LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA
(COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE
DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE
EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA CIVIL.

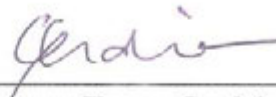
Examinada por:



Prof. Romildo Dias Toledo Filho, D. Sc.



Prof. Eduardus Aloysius Bernardus Koenders, PhD



Prof. Guilherme Chagas Cordeiro, D. Sc.



Prof. Conrado de Souza Rodrigues, D. Sc.



Prof. Paulo Roberto Lopes Lima, D. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

MARÇO DE 2014

Siqueira, Iolanda Scheibe de

Influência da Adição de Polpas Celulósicas de Pinho e Eucalipto na Hidratação e Comportamento Mecânico de Pastas de Cimento / Iolanda Scheibe de Siqueira. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2014.

XIX, 190 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadores: Romildo Dias Toledo Filho

Eduardus Aloysius Bernardus Koenders

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Civil, 2014.

Referências Bibliográficas: p.133-141.

1. Compósitos Cimentícios. 2. Fibras de Celulose. 3. Estudos da Hidratação. 4. Comportamento Reológico 5. Caracterização Mecânica. I. Toledo Filho, Romildo Dias *et al.* II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Civil. III. Título.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço à Deus.

Aos meus pais por compreenderem a importância deste estudo para minha vida e, também por me perdoarem pelos finais de semana que não fui à Macaé para poder ficar aqui e estudar. Além disso, agradeço por todo o incentivo. Obrigada por tudo. Ao meu irmão Fernando, pela amizade e diversos momentos divertidos que tivemos.

Aos meus orientadores Romildo e Eddie, por confiarem na minha capacidade para o desenvolvimento desta pesquisa e me aceitarem como orientada. Obrigada pelo conhecimento compartilhado, pela paciência ilimitada e atenção, e também pelos momentos de iluminação e “brainstorm”.

Ao meu namorado Guilherme pela compreensão, conselhos, apoio, paciência e carinho. Muito obrigada também por estar ao meu lado em todos os momentos virando a noite estudando comigo, me acompanhando aos sábados e feriados para vir a UFRJ, etc.

Agradecimento especial a Dr. Márcia por me ouvir e me ajudar durante os momentos difíceis. Houve um momento em que desistir parecia ser a única saída e ela me mostrou que não.

Agradeço às minhas amigas Meline e Ana Paula, pois sem o apoio e incentivo delas não teria vindo para o Rio fazer o mestrado. Agradeço à elas e as minhas amigas da graduação (Camille, Carol Pichulate, Caroline Pessôa, Larissa e Luiza) por estarem ao meu lado durante todos esses anos e compreenderem minha ausência nesses últimos meses.

Agradeço aos amigos que fiz desde o início desta jornada, Edson, Saulo, Carlos Rossigali, Fabrício, Dimas, Andrielli, Tina, Adriana, Otávio, Thiago Grabois, Emilien, Alex Neves, Eduardo Peldoza, Sandra Carvajal, Jonathan e Nathália, que contribuíram (ou não) com esta pesquisa, mas estiveram ao meu lado sempre. Agradeço especialmente à Camila e Samantha que, além de me ajudarem com questões relacionadas à dissertação, me aconselharam e me ajudaram em muitos momentos difíceis desta jornada.

Aos meus amigos vizinhos de baia Rodolfo, Natasha, Carlos Seruti e Marcela, um agradecimento mais do que especial quanto ao apoio irrestrito que vocês me deram durante

estes anos. À Natasha, agradeço pelas noites de estudo, de sushi, os dialetos amazonenses e os bombons de cupuaçu. Ao Seruti, pelos conselhos, apoios técnicos e companhia para estudos. À Marcela pelos papos “eabeça”, pelo “devido à diversidade de análises desenvolvidas e da contribuição de ambos para a consolidação destas” (final de frase inesquecível) e por ter me salvado diversas vezes. Ao Rodolfo, obrigada pelos momentos de descontração e risadas.

Agradeço aos técnicos do Laboratório de Estruturas que contribuíram para a realização deste trabalho como Eduardo Braga, sr. Júlio, Rodrigo, Rosângela. Um agradecimento em especial ao Renan, ao Clodoaldo e ao Alessandro, pelo apoio técnico e disposição impecável para a realização dos ensaios, e também pelos momentos de descontração que tornaram essa jornada menos cansativa. Ao pessoal da secretaria, Luzidele, Sandra e Paulinho pela simpatia e eficiência.

Agradeço ao Jô, a Luci e a “Skol” pelos cafezinhos, pastéis e pelos papos descontraídos.

À CNPq pelo suporte financeiro.

Obrigada a todos.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE POLPAS CELULÓSICAS DE PINHO E
EUCALIPTO NA HIDRATAÇÃO E COMPORTAMENTO MECÂNICO DE
PASTAS DE CIMENTO

Iolanda Scheibe de Siqueira

Março/2014

Orientadores: Romildo Dias Toledo Filho

Eduardus Aloysius Bernardus Koenders

Programa: Engenharia Civil

O presente trabalho teve como objetivo investigar a influência das fibras de celulose (eucalipto e pinho) na hidratação, no comportamento reológico e mecânico de pastas de cimento. Para tal, foram produzidos compósitos reforçados com fibras de celulose em frações volumétricas de 0,25, 0,50 e 1,0%. A matriz foi composta de cimento CPP-Classe G, sílica ativa, quartzo moído, superplastificante e água. A hidratação foi estudada por meio de ensaios de pulso ultrassônico, calorimetria adiabática, condutividade elétrica e calorimetria isotérmica. A caracterização reológica foi realizada utilizando-se um reômetro com palhetas em cruz (*vane test*) e mesa de consistência padrão. Ensaio de compressão uniaxial foram realizados em cinco idades (3, 7, 28, 90, 180) avaliando assim a evolução da resistência à compressão e módulo de elasticidade com o tempo. Complementando a caracterização mecânica, foram realizados ensaios de flexão em 4 pontos e compressão triaxial. A partir das análises da hidratação, observou-se que a adição de fibras de celulose dificulta as reações de hidratação, reduzindo o calor total de hidratação, aumentando o período de indução e aumentando a condutividade das misturas. Com base nos resultados dos ensaios mecânicos, foi possível notar que as misturas fibrosas tiveram resistência menor que a da referência, porém aumentaram a tenacidade e, para as misturas de maior teor, a ruptura foi dúctil.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

INFLUENCE OF ADDITION OF CELLULOSE PULPS OF PINE AND
EUCALYPTUS IN HYDRATION AND MECHANICAL BEHAVIOUR OF CEMENT
PASTES

Iolanda Scheibe de Siqueira

March/2014

Advisors: Romildo Dias Toledo Filho

Eduardus Aloysius Bernardus Koenders

Department: Civil Engineering

The present study aimed to investigate the influence of cellulose fibers (eucalyptus and pine) on hydration, rheological and mechanical behavior of cement pastes. For this goal, were produced composites reinforced with cellulose fibers in different volumetric fractions: 0, 0.25, 0.50 and 1.0%. The matrix was composed of CPP - Class G cement, silica fume, silica sand, superplasticizer and water. Hydration was studied from tests of ultrasonic pulse, adiabatic calorimetry, electrical conductivity and isothermal calorimetry. The rheological characterization was performed using a rheometer with a vane spindle (vane test) and standard consistency table. Uniaxial compression tests were performed at five ages (3, 7, 28, 90 e 180 days), thus evaluating the evolution of parameters such as compressive strength and modulus of elasticity in time. In order to complete the mechanical characterization, bending tests were performed on 4 points and triaxial compression. From the analysis of hydration, it was observed that the addition of cellulose fibers hinders the hydration reactions, reducing the total heat of hydration, increasing the induction period and increasing the conductivity of the mixtures. Based on the results of the mechanical tests, it was possible to note that the fibrous mixtures has lower strength than the reference, but increased toughness and for mixtures of higher content, the failure was ductile.

ÍNDICE

1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1 <i>Estrutura da Dissertação</i>	2
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1. <i>Matrizes Cimentícias</i>	3
2.1.1. <i>Hidratação do Cimento Portland</i>	3
2.1.1.1. Hidratação da Alita (C ₃ S)	3
2.1.1.2. Hidratação da Belita (βC ₂ S)	6
2.1.1.3. Hidratação do Aluminato, Ferroaluminato e Sulfato.....	6
2.1.2. <i>Uso de Pozolanas em Compósitos Reforçados com Fibras Naturais</i>	7
2.2. <i>Fibras Naturais Vegetais</i>	8
2.2.1. <i>Fibras de Celulose</i>	13
2.2.1.1. Propriedades	14
2.2.1.2. Produção	14
2.3. <i>Compósitos Cimentícios Reforçados com Fibras de Celulose</i>	18
2.3.1. <i>Processos de Hidratação</i>	19
2.3.2. <i>Propriedades Reológicas</i>	20
2.3.3. <i>Propriedades Mecânicas</i>	21
2.3.3.1. Resistência à Compressão	21
2.3.3.2. Resistência à Flexão	22
3. MATERIAIS E MÉTODOS	23
3.1 <i>Métodos para Caracterização dos Materiais</i>	23
3.1.1 <i>Massa Específica</i>	24
3.1.2 <i>Granulometria</i>	24
3.1.3 <i>Composição Química</i>	26
3.1.4 <i>Análises Térmica Diferencial e Termogravimétrica</i>	28
3.1.5 <i>Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura</i>	30
3.1.6 <i>Compatibilidade e Ponto de Saturação</i>	33
3.2 <i>Dosagem, Preparo e Cura das Pastas</i>	35
3.3 <i>Caracterização das Pastas no Estado Fresco</i>	41
3.3.1 <i>Água Livre</i>	41
3.3.2 <i>Reologia</i>	42

3.3.2.1	Índice de Consistência	42
3.3.2.2	Tensão de Escoamento – Vane Test	43
3.4	<i>Estudo da Hidratação das Pastas</i>	48
3.4.1	<i>Determinação da Cinética de Hidratação por Pulso Ultrassônico</i>	48
3.4.2	<i>Ensaio de Elevação Adiabática de Temperatura</i>	50
3.4.3	<i>Estudo da Hidratação por Condutividade Elétrica</i>	53
3.4.4	<i>Ensaio de Calorimetria Isotérmica</i>	56
3.4.5	<i>Resistência à Compressão</i>	60
3.5	<i>Caracterização das Pastas no Estado Endurecido</i>	61
3.5.1	<i>Propriedades Físicas</i>	61
3.5.1.1	Estabilidade	61
3.5.2	<i>Propriedades Mecânicas</i>	62
3.5.2.1	Comportamento sob Compressão Uniaxial	62
3.5.2.2	Comportamento sob Esforços de Compressão Triaxiais.....	64
3.5.2.3	Comportamento sob Esforços de Flexão	67
3.6	<i>Análises Estatísticas dos Ensaios de Caracterização de Pastas</i>	69
4.	APRESENTAÇÕES E ANÁLISE DE RESULTADOS	70
4.1	<i>Propriedades das Pastas no Estado Fresco</i>	70
4.1.1	<i>Água Livre e Estabilidade</i>	70
4.1.2	<i>Reologia</i>	71
4.1.2.1	Índice de Consistência - Espalhamento	71
4.1.2.2	Tensão de Escoamento – Vane test	72
4.2	<i>Estudo da Hidratação das Pastas</i>	76
4.2.1	<i>Determinação da Cinética de Hidratação por Pulso Ultrassônico</i>	76
4.2.2	<i>Estudo da Hidratação por Condutividade Elétrica</i>	78
4.2.3	<i>Ensaio de Elevação Adiabática de Temperatura</i>	81
4.2.4	<i>Ensaio de Calorimetria Isotérmica</i>	86
4.2.5	<i>Resistência à Compressão</i>	89
4.3	<i>Propriedades das Pastas no Estado Endurecido</i>	100
4.3.1	<i>Propriedades Mecânicas</i>	100
4.3.1.1	Comportamento sob Compressão Uniaxial	100
4.3.1.2	Comportamento sob Compressão Triaxial	114
4.3.1.3	Comportamento sob Flexão.....	124

5.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	130
6.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	133
7.	ANEXO A	142
7.1	<i>Propriedades Mecânicas das Pastas</i>	142
7.1.1	<i>Comportamento sob Compressão Uniaxial</i>	142
7.1.1.1	Modo de Ruptura	153
7.1.2	<i>Comportamento sob Compressão Triaxial</i>	159
7.1.2.1	Modo de Ruptura	163
7.1.3	<i>Comportamento sob Flexão</i>	166
8.	ANEXO B	169
8.1	<i>Análises de Variância</i>	169
8.1.1	<i>Índice de Consistência – Espalhamento</i>	169
8.1.2	<i>Propriedades Mecânicas</i>	170
8.1.2.1	Comportamento sob Compressão Uniaxial	170
8.1.2.2	Comportamento sob Compressão Triaxial	186
8.1.2.3	Comportamento sob Flexão	187

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Estrutura da fibra de sisal: (a) seção transversal das fibras mostrando as fibro-células, lúmens e lamela média; (b) zoom da seção transversal e (c) representação esquemática mostrando as diferentes camadas de uma fibro-célula individual (TOLEDO FILHO <i>et al.</i> , 2009).....	9
Figura 2.2 – Representação esquemática da molécula de celulose (SANTOS <i>et al.</i> , 2012).....	10
Figura 2.3 – Açúcares presentes nas hemiceluloses (MORAIS <i>et al.</i> , 2005).....	11
Figura 2.4 – Estrutura parcial da molécula de lignina de uma folhosa, <i>Fagus sylvatica</i> (MOHAN e PITTMAN JR, 2006).....	12
Figura 2.5 – Estruturas de alguns extrativos encontrados em coníferas (MORAIS <i>et al.</i> , 2005).....	13
Figura 2.6 – Feixe de fibras de pinho contendo das duas camadas (tanto de madeira de primavera quanto madeira de verão) (BÉLTRAN, 2011).....	14
Figura 2.7 – Ilustração do processo de produção de papel (RABELO, 2009).....	16
Figura 3.1 - Picnômetro a gás AccuPyc 1340 da Micromeritics®.....	24
Figura 3.2 – Granulômetro a laser Malvern Mastersizer.....	25
Figura 3.3 - Curva granulométrica dos materiais granulares.....	25
Figura 3.4 - Equipamento <i>Shimadzu® Modelo EDX 720 Rayny</i> utilizado para determinação das composições químicas.	26
Figura 3.5 – Análises termogravimétrica e térmica diferencial da fibra de eucalipto....	29
Figura 3.6 – Análises termogravimétrica e térmica diferencial da fibra de pinho.	30
Figura 3.7 - Fibras kraft de eucalipto vistas por microscopia eletrônica de varredura com aumento de 60 vezes. No detalhe, a imagem de uma fibra.	31
Figura 3.8 – Seção transversal das fibras kraft de eucalipto.	31
Figura 3.9 - Fibras kraft de pinho vistas por microscopia eletrônica de varredura com aumento de 60 vezes. No detalhe, a imagem de uma fibra.	32
Figura 3.10 – Seção transversal das fibras kraft de pinho.	33
Figura 3.11 – Ensaio de compatibilidade e ponto de saturação pelo cone Marsh.	34
Figura 3.12 – Ponto de saturação para a mistura de cimento e sílica ativa.	35
Figura 3.13 - Fibras de eucalipto antes da dispersão.....	36
Figura 3.14 – Processo de dispersão das fibras de eucalipto: (a) dispersor ultrassônico <i>Sonics & Materials</i> modelo VCX 750; (b) fibras durante o processo de dispersão; (c) fibras dispersas.	37
Figura 3.15 – Fibra de pinho em forma acartonada.....	38
Figura 3.16 – Processo de dispersão das fibras kraft em água: (a) misturador de palhetas <i>Chandler</i> ; (b) filtração com <i>lycra</i> e (c) sala climatizada a 4°C utilizada para refrigeração.....	38

Figura 3.17 – Misturador <i>Chandler</i> utilizado para o preparo das misturas.....	40
Figura 3.18 – Câmara de cura dos corpos-de-prova durante as primeiras 24 horas.....	41
Figura 3.19 - Ensaio de água livre.....	42
Figura 3.20 - Ensaio de espalhamento na mesa de consistência padrão.....	43
Figura 3.21 – Reômetro Brookfield modelo DV-III Ultra do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ: (a) conjunto de palhetas em formato de cruz (vane spindle); (b) reômetro com um computador acoplado para aquisição dos dados.....	43
Figura 3.22 – Representação esquemática do funcionamento do reômetro <i>Brookfield</i> modelo <i>DV-III Ultra</i> (adaptado de BROOKFIELD, 2012).....	44
Figura 3.23 – Curva típica tensão de cisalhamento <i>versus</i> tempo (adaptado de BARNES e NGUYEN, 2001).....	45
Figura 3.24 – Equipamento UCA do LabEst.....	48
Figura 3.25 - Curva típica de velocidade do pulso ultrassônico <i>versus</i> tempo de cura..	49
Figura 3.26 – Calorímetros adiabáticos do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ.....	51
Figura 3.27 – Representação de um dos calorímetros adiabáticos: (a) perspectiva; (b) corte esquemático.....	52
Figura 3.28 – Equipamento ConSensor 2.0 com um sensor conectado.....	54
Figura 3.29 – Representação esquemática do ensaio de condutividade: (a) Esquema de ensaio; (b) corte do corpo-de-prova utilizado.....	55
Figura 3.30 – Curva típica da condutividade elétrica <i>versus</i> tempo (modificado de ABO EL-ENEIN <i>et al.</i> , 1995).....	56
Figura 3.31 - Calorímetro <i>TAM Air</i> (<i>TA Instruments</i>) do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ.....	57
Figura 3.32 - Representação do calorímetro isotérmico: (a) corte esquemático; (b) detalhe de um canal do calorímetro (adaptado de TAM AIR, 2014).....	57
Figura 3.33 – Evolução do calor de hidratação do cimento CPP- classe G.....	59
Figura 3.34 - Detalhes do ensaio de estabilidade: (a) Tubos decantadores preenchidos; (b) Moldes no banho térmico; (c) Desmolde dos corpos-de-prova; (d) Marcação para o corte.....	62
Figura 3.35 – Configuração do ensaio de compressão uniaxial.....	63
Figura 3.36 – Ensaio de compressão triaxial: (a) Equipamento Wykeham Farrance com a célula de confinamento; (b) Célula de confinamento; (c) Corpo-de-prova posicionado na célula de confinamento; (d) Detalhe do posicionamento dos extensômetros.....	65
Figura 3.37 – Critério de ruptura de Mohr-Coulomb (ROCHA e AZEVEDO, 2007)...	66
Figura 3.38 - Critério de Mohr-Coulomb: (a) no espaço $\tau \times \sigma$; (b) no espaço $\sigma_1 \times \sigma_3$ (ROCHA e AZEVEDO, 2007).....	67
Figura 3.39 - Configuração dos ensaios de resistência à tração na flexão.....	68

Figura 4.1 – Aspecto da consistência das misturas após o ensaio da mesa de consistência padrão: (a) referência; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50%; (d) EU 1,0%; (e) PI 0,25%; (f) PI 0,50% e (g) PI 1,0%.	71
Figura 4.2 - Evolução do limite de escoamento versus fração volumétrica de fibra.	73
Figura 4.3 - Curvas tensão de cisalhamento versus tempo para as misturas contendo fibras de eucalipto.	74
Figura 4.4 - Curvas tensão de cisalhamento versus tempo para as misturas contendo fibras de pinho.	74
Figura 4.5 – Curvas velocidade do pulso ultrassônico versus tempo de cura em escala logarítmica: (a) misturas contendo fibras de eucalipto e (b) misturas contendo fibras de pinho.	77
Figura 4.6 – Condutividade <i>versus</i> tempo: (a) misturas contendo fibras de eucalipto e (b) misturas contendo fibras de pinho	79
Figura 4.7 – Relação entre condutividade elétrica e velocidade do pulso ultrassônico.	81
Figura 4.8 – Elevação adiabática da temperatura na escala normal: (a) misturas contendo eucalipto e (b) misturas contendo fibras de pinho.	82
Figura 4.9 – Curvas de elevação adiabática com o final obtido através de regressão não linear para as misturas contendo fibras de eucalipto: (a) REF, (b) EU 0,50% e (c) EU 1,0%.	85
Figura 4.10 – Curvas de elevação adiabática com o final obtido através de regressão não linear para as misturas contendo fibras de pinho: (a) REF, (b) PI 0,50% e (c) PI 1,0%.	86
Figura 4.11 – (a) Curvas de liberação de calor para as misturas REF, EU 0,50%, EU 1,0%, PI 0,50% e PI 1,0%; (b) zoom nas primeiras 40 horas para as misturas contendo fibras de eucalipto; (c) zoom nas primeiras 40 horas para as misturas contendo fibras de pinho.	87
Figura 4.12 – Curvas do calor liberado acumulado para as misturas REF, EU 0,50%, EU 1,0%, PI 0,50% e PI 1,0%.	88
Figura 4.13 – Evolução da resistência à compressão das pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50%; (d) EU 1,0%.	90
Figura 4.14 – Evolução da resistência à compressão da pasta de referência e as misturas contendo fibras de eucalipto.	90
Figura 4.15 – Evolução da resistência à compressão das pastas: (a) REF; (b) PI 0,25%; (c) PI 0,50%; (d) PI 1,0%.	92
Figura 4.16 – Evolução da resistência à compressão das pastas contendo fibras de pinho.	92
Figura 4.17 – Evolução do grau de hidratação obtido a partir do fc das pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50%; (d) EU 1,0%.	93
Figura 4.18 – Evolução do grau de hidratação obtido a partir do fc no tempo das pastas contendo fibras de eucalipto.	94
Figura 4.19 – Evolução do grau de hidratação obtido a partir do fc das pastas: (a) REF; (b) PI 0,25%; (c) PI 0,50%; (d) PI 1,0%.	95

Figura 4.20 – Evolução do grau de hidratação obtido a partir do f_c no tempo das pastas contendo fibras de pinho.....	95
Figura 4.21 – Evolução do módulo das pastas com a hidratação: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50%; (d) EU 1,0%.....	97
Figura 4.22 – Evolução dos módulos das pastas contendo fibras de eucalipto com a hidratação.....	98
Figura 4.23 – Evolução do módulo das pastas com a hidratação: (a) REF; (b) PI 0,25%; (c) PI 0,50%; (d) PI 1,0%.....	99
Figura 4.24 – Evolução dos módulos das pastas contendo fibras de pinho com a hidratação.....	99
Figura 4.25 – Curvas típicas tensão-deformação dos traços com fibras de eucalipto: (a) aos 3 dias; (b) aos 7 dias; (c) aos 28 dias; (d) aos 90 dias; e (e) aos 180 dias.	102
Figura 4.26 – Curvas típicas tensão-deformação dos traços com fibras de pinho: (a) aos 3 dias; (b) aos 7 dias; (c) aos 28 dias; e (d) aos 90 dias.	104
Figura 4.27 – Níveis de avaliação do processo de microfissuração da argamassa submetida à esforços de compressão: (a) Tensão <i>versus</i> deformação axial e (b) Tensão <i>versus</i> deformação volumétrica.	110
Figura 4.28 – Efeito do tipo de fibra e fração volumétrica nos valores percentuais da resistência à primeira fissura da matriz aos 28 dias.....	111
Figura 4.29 - Efeito do tipo de fibra e fração volumétrica nos valores percentuais da resistência de coalescência de fissuras da matriz aos 28 dias.....	112
Figura 4.30 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão uniaxial aos 3 dias.....	113
Figura 4.31 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão uniaxial aos 3 dias.....	114
Figura 4.32 - Curvas típicas tensão versus deformações axial para pasta contendo fibras de eucalipto submetida a tensões de confinamento de 0, 4,14 e 8,28 MPa: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.	116
Figura 4.33 - Curvas típicas tensão versus deformações axial para pasta contendo fibras de fibras de pinho submetida a tensões de confinamento de 0, 4,14 e 8,28 MPa: (a) REF; (b) PI 0,25%; (c) PI 0,50% e (d) PI 1,0%.	117
Figura 4.34 - Círculos de Mohr e envoltória de ruptura das pastas com diferentes teores de fibras de eucalipto: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.....	119
Figura 4.35 - Círculos de Mohr e envoltória de ruptura das pastas com diferentes teores de fibras de pinho: : (a) REF; (b) PI 0,25%; (c) PI 0,50% e (d) PI 1,0%.	120
Figura 4.36 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão triaxial com confinamento de 4,14 MPa.....	123
Figura 4.37 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão triaxial com confinamento de 4,14 MPa.....	123
Figura 4.38 – Curvas tensão versus deslocamento para as mistura com diferentes teores de fibras de eucalipto.....	124

Figura 4.39 – Curvas tensão versus deslocamento para as mistura com diferentes teores de fibras de pinho.	124
Figura 4.40 – Modo de ruptura dos corpos-de-prova da mistura de referência.....	126
Figura 4.41 – Modo de ruptura dos corpos-de-prova da mistura EU 0,25%.....	127
Figura 4.42 – Modo de ruptura dos corpos-de-prova da mistura EU 0,50%.....	127
Figura 4.43 – Modo de ruptura dos corpos-de-prova da mistura EU 1,0%.....	127
Figura 4.44 – Modo de ruptura dos corpos-de-prova da mistura PI 0,25%.	128
Figura 4.45 – Modo de ruptura dos corpos-de-prova da mistura PI 0,50%.	128
Figura 4.46 – Modo de ruptura dos corpos-de-prova da mistura PI 1,0%.	128
Figura 7.1 – Curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova ensaiado aos 3 dias de idade para as pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.....	143
Figura 7.2 – Curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova ensaiado aos 3 dias de idade para as pastas: (a) PI 0,25%; (b) PI 0,50% e (c) PI 1,0%.	144
Figura 7.3 – Curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova ensaiado aos 7 dias de idade para as pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.....	146
Figura 7.4 – Curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova ensaiado aos 7 dias de idade para as pastas: (a) PI 0,25%; (b) PI 0,50% e (c) PI 1,0%.	147
Figura 7.5 – Curvas tensão versus deformação uniaxial, deformação lateral e volumétrica de cada corpo-de-prova ensaiado aos 28 dias de idade para as pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.....	148
Figura 7.6 – Curvas tensão versus deformação uniaxial, deformação lateral e volumétrica de cada corpo-de-prova ensaiado aos 28 dias de idade para as pastas: (a) PI 0,25%; (b) PI 0,50% e (c) PI 1,0%.	149
Figura 7.7 – Curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova ensaiado aos 90 dias de idade para as pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.....	151
Figura 7.8 – Curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova ensaiado aos 90 dias de idade para as pastas: (a) PI 0,50% e (b) PI 1,0%.	151
Figura 7.9 – Curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova ensaiado aos 180 dias de idade para as pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.....	153
Figura 7.10 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão uniaxial aos 7 dias.....	154
Figura 7.11 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão uniaxial aos 7 dias.....	154
Figura 7.12 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão uniaxial aos 28 dias.....	155
Figura 7.13 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão uniaxial aos 28 dias.....	156

Figura 7.14 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão uniaxial aos 90 dias.....	157
Figura 7.15 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão uniaxial aos 90 dias.....	157
Figura 7.16 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão uniaxial aos 180 dias.....	158
Figura 7.17 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão uniaxial aos 180 dias.....	159
Figura 7.18 - Curvas tensão versus deformação axial de cada corpo-de-prova ensaiado para as pasta contendo fibras de pinho submetida a tensão de confinamento 4,14 MPa: (a) PI 0,25%; (b) PI 0,50%; e (c) PI 1,0%.	160
Figura 7.19 - Curvas tensão versus deformações axial de cada corpo-de-prova ensaiado para as pasta contendo fibras de eucalipto submetida a tensão de confinamento 8,28 MPa: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.	162
Figura 7.20 - Curvas tensão versus deformação axial de cada corpo-de-prova ensaiado para as pasta contendo fibras de pinho submetida a tensão de confinamento 8,28 MPa: (a) PI 0,25%; e (b) PI 1,0%.	162
Figura 7.21 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão triaxial sem confinamento.....	163
Figura 7.22 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão triaxial sem confinamento.....	164
Figura 7.23 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão triaxial com confinamento de 8,28 MPa.....	165
Figura 7.24 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão triaxial com confinamento de 8,28 MPa.....	165
Figura 7.25 – Curvas carga (força) versus deslocamento de cada corpo-de-prova ensaiado aos para as pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%... ..	167
Figura 7.26 – Curvas carga (força) versus deslocamento de cada corpo-de-prova ensaiado aos para as pastas: (a) PI 0,25%; (b) PI 0,50% e (c) PI 1,0%.	168

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Resumo dos processos de separação dos componentes dos materiais lignocelulósicos.....	15
Tabela 3.1 – Massa específica dos materiais granulares e das fibras.....	24
Tabela 3.2 – Composição química do cimento utilizado.....	27
Tabela 3.3 – Composição química da sílica ativa e da sílica 120#.....	28
Tabela 3.4 – Composição química das fibras kraft branqueada de eucalipto e das fibras kraft não-branqueadas de pinho.....	28
Tabela 3.5 – Composição (kg/m^3) das misturas utilizadas neste trabalho.....	36
Tabela 3.6 – Número das palhetas utilizadas no <i>vane test</i> e o torque máximo obtido...	46
Tabela 3.7 – Valores de <i>YMC</i> e dimensões das palhetas em cruz (adaptado de BROOKFIELD, 2012).	47
Tabela 4.1 – Resultados dos ensaios de estabilidade.....	70
Tabela 4.2 – Resultados de espalhamento.....	72
Tabela 4.3 – Limite de escoamento para as misturas em estudo.....	73
Tabela 4.4 – Ponto A e a inclinação das retas obtidas durante a regressão linear na região intermediária das reações de hidratação.....	76
Tabela 4.5 – Tempo do ponto 1 e ponto 2 para as misturas em estudo.....	79
Tabela 4.6 - Resultados dos testes de elevação adiabática de temperatura para as misturas.....	84
Tabela 4.7 – Valores médios da resistência à compressão e deformação uniaxial correspondente à tensão de pico para as misturas em estudo com idades de 3, 7, 28, 90 e 180 dias.....	105
Tabela 4.8 – Valores médios de módulo de elasticidade para as misturas nas idades de 3, 7, 28, 90, 180 dias e coeficiente de Poisson das misturas na idade de 28 dias.....	106
Tabela 4.9 - Valores médios da resistência de primeira fissura e de coalescência de fissuras e suas respectivas a deformações para as misturas aos 28 dias.....	111
Tabela 4.10 - Propriedades mecânicas sob cargas de compressão triaxial das misturas em estudo.....	121
Tabela 4.11 - Resultados médios de carga de primeira fissura e pós-fissuração e suas respectivas tensões e deslocamentos das pastas reforçadas com fibras de eucalipto e pinho.....	125
Tabela 4.12 - Valores médios do índice de tenacidade de acordo com a norma japonesa.....	129
Tabela 8.1 - Análise de variância do parâmetro de espalhamento para as pastas contendo eucalipto.....	169
Tabela 8.2 - Análise de variância do parâmetro de espalhamento para as pastas contendo pinho.....	170

Tabela 8.3 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 3 dias de idade.	171
Tabela 8.4 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de pinho aos 3 dias de idade.	171
Tabela 8.5 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 7 dias de idade.	172
Tabela 8.6 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de pinho aos 7 dias de idade.	172
Tabela 8.7 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 28 dias de idade.	173
Tabela 8.8 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de pinho aos 28 dias de idade.	173
Tabela 8.9 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 90 dias de idade.	174
Tabela 8.10 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de pinho aos 90 dias de idade.	174
Tabela 8.11 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 180 dias de idade.	175
Tabela 8.12 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 3 dias de idade.	175
Tabela 8.13 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de pinho aos 3 dias de idade.	176
Tabela 8.14 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 7 dias de idade.	176
Tabela 8.15 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de pinho aos 7 dias de idade.	177
Tabela 8.16 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 28 dias de idade.	177
Tabela 8.17 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de pinho aos 28 dias de idade.	178
Tabela 8.18 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 90 dias de idade.	178
Tabela 8.19 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de pinho aos 90 dias de idade.	179
Tabela 8.20 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 180 dias de idade.	179
Tabela 8.21 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 3 dias de idade.	180
Tabela 8.22 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de pinho aos 3 dias de idade.	180
Tabela 8.23 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 7 dias de idade.	181

Tabela 8.24 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de pinho aos 7 dias de idade.	181
Tabela 8.25 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 28 dias de idade.	182
Tabela 8.26 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de pinho aos 28 dias de idade.	182
Tabela 8.27 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 90 dias de idade.	183
Tabela 8.28 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de pinho aos 90 dias de idade.	183
Tabela 8.29 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 180 dias de idade.	184
Tabela 8.30 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de pinho aos 180 dias de idade.	184
Tabela 8.31 - Análise de variância do parâmetro coeficiente de Poisson para as pastas contendo fibras de eucalipto.	185
Tabela 8.32 - Análise de variância do parâmetro coeficiente de Poisson para as pastas contendo fibras de pinho.	185
Tabela 8.33 - Análise de variância do parâmetro resistências à compressão triaxial para as pastas contendo fibras de eucalipto.	186
Tabela 8.34 - Análise de variância do parâmetro resistências à compressão triaxial para as pastas contendo fibras de pinho.	187
Tabela 8.35 - Análise de variância do parâmetro tensão de primeira fissura para as pastas contendo fibras de eucalipto.	188
Tabela 8.36 - Análise de variância do parâmetro tensão de primeira fissura para as pastas contendo fibras de pinho.	188
Tabela 8.37 - Análise de variância do parâmetro deslocamento de primeira fissura para as pastas contendo fibras de eucalipto.	189
Tabela 8.38 - Análise de variância do parâmetro deslocamento de primeira fissura para as pastas contendo fibras de pinho.	189
Tabela 8.39 - Análise de variância do parâmetro índice de tenacidade para as pastas estudadas.	190

1. INTRODUÇÃO

O Brasil é um dos principais produtores de fibras vegetais do mundo. Portanto, buscar novas aplicações para esses materiais que resultem em benefícios sociais e econômicos é de grande importância. Além dos usos tradicionais já dados a essas fibras (ex: fios, cordões, tecidos, papel, papelão) é importante que se busque outras aplicações de larga escala. A indústria da construção civil, pela sua dimensão e descentralização, pode ser um setor econômico que se beneficie do uso dessas fibras. Ademais, como os materiais cimentícios (pastas, argamassas e concretos) são os mais utilizados nessa indústria e apresentam comportamento frágil e baixa resistência à tração, as fibras vegetais podem melhorar o comportamento dos mesmos quando submetidos à tração ou flexão, conferindo-lhes tenacidade e resistência pós-fissuração.

Atualmente, os reforços mais utilizados são as fibras de aço, vidro, polipropileno, PVA (poliálcool vinílico), kevlar e asbestos. Esta última fibra, que comumente era utilizada na fabricação fibrocimentos, tem sido cada vez menos utilizada, uma vez que, por volta dos anos 60, descobriu-se que ela é extremamente prejudicial à saúde humana. A utilização de fibras de origem vegetal tem diversas vantagens, como a sua abundância, o baixo custo e consumo de energia para fabricá-las, e, além disso, é um recurso renovável.

Dentre as fibras vegetais destacam-se as fibras de sisal, juta, curauá, coco que podem ser utilizadas como mono-filamentos, cordões ou tecidos no reforço das matrizes de cimento. As polpas celulósicas também têm sido estudadas visando a substituição das fibras de asbestos na produção de fibrocimento amianto utilizando o processo Hastchek, onde uma lama é produzida e, em seguida, é retirada a água em excesso por meio de aplicação de vácuo e pressão.

As polpas celulósicas também podem ser utilizadas como reforço de pastas de cimento em processos convencionais de pré-mistura (premix). O desenvolvimento de compósitos contendo fibras de celulose através deste método é importante para viabilizar a utilização destes em outras aplicações, que não sejam as contempladas pelos compósitos produzidos pelo método Hastchek. Um exemplo de aplicação seria na indústria do petróleo em que essas pastas poderiam ser uma alternativa às pastas reforçadas com fibras sintéticas de polipropileno.

O presente estudo tem como principais objetivos, avaliar a influência de fibras de celulose na hidratação e no comportamento mecânico de pastas de cimento. Com este intuito, foram produzidos compósitos contendo fibras de eucalipto e pinho nas frações volumétricas de 0,25, 0,50 e 1,0%. A matriz utilizada foi uma pasta de referência com um fator água/materiais cimentícios (a/mc) de 0,55, com 35 % de sílica ativa e 65% de cimento (materiais cimentícios), com relação 1:1 de materiais cimentícios e sílica moída, e 0,3 % de superplastificante. Estas pastas foram então submetidas a testes de caracterização reológica, análise do processo de hidratação utilizando-se ensaios de calorimetria adiabática, calorimetria isotérmica, condutividade elétrica e velocidade ultrassônica, e a caracterização física (estabilidade e água livre) e mecânica (compressão uniaxial e triaxial, e tração na flexão).

1.1 Estrutura da Dissertação

Esta dissertação encontra-se estruturada em oito capítulos, descritos a seguir.

O Capítulo 1 faz uma breve introdução ao tema abordado, apresentando pequena discussão sobre a relevância do tema e os objetivos da pesquisa;

O Capítulo 2 traz a revisão bibliográfica com base na literatura especializada, apresentando discussões sobre a hidratação do cimento portland, a utilização de pozolanas em compósitos com fibras naturais, as características das fibras de celulose e sua produção, e características dos compósitos reforçados com fibras de celulose;

No Capítulo 3 está o programa experimental, onde consta a dosagem das pastas, bem como os procedimentos de mistura e cura das mesmas. São apresentadas também as metodologias e as equações utilizadas durante a realização dos ensaios e análise dos dados obtidos na caracterização das pastas com diferentes teores de fibras;

O Capítulo 4 apresenta os resultados e as discussões dos ensaios realizados no presente trabalho, com as pastas desenvolvidas;

O Capítulo 5 apresenta as conclusões obtidas a partir dos resultados dos diferentes ensaios realizados;

No Capítulo 6 encontra-se a bibliografia utilizada na pesquisa;

Nos Capítulos 7 e 8 encontram-se os anexos.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Matrizes Cimentícias

Neste tópico será apresentada a estrutura da matriz cimentícia, como ela se forma a partir das reações de hidratação e como os produtos de hidratação podem afetar as propriedades do compósito.

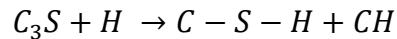
A estrutura das matrizes cimentícias e suas propriedades se desenvolvem, principalmente, como resultado das reações de hidratação do cimento. Assim, é importante entender os mecanismos de hidratação e seus produtos. Por isso, a composição e as características dos compostos do cimento serão descritos no próximo item. Mostram-se também as reações da hidratação de cada um destes compostos e seus produtos, bem como a cinética da hidratação.

2.1.1. Hidratação do Cimento Portland

O cimento Portland é constituído de diversos compostos. Os principais são o silicato tricálcico ou alita (C_3S), silicato dicálcico ou belita (C_2S), aluminato tricálcico (C_3A), ferroaluminato tetracálcico ou ferrita (C_4AF) e gesso ou gipsita ($CaSO_4 \cdot 2 H_2O$) em quantidades variáveis, de acordo com o tipo de cimento. Quando estes componentes entram em contato com a água, reações químicas individuais de hidratação ocorrem tanto em paralelo quanto sucessivamente (ou em uma combinação ainda mais complexa) liberando calor. Por isso, o processo de hidratação é considerado um processo exotérmico de alta complexidade e é necessária a discussão das reações de hidratação de cada um dos componentes do cimento em separado para que se entenda o processo como um todo.

2.1.1.1. Hidratação da Alita (C_3S)

O silicato tricálcico ou alita (C_3S) é o principal e mais importante constituinte do cimento Portland e corresponde de 50 a 70% do mesmo. Além disso, a hidratação da alita é a reação que predomina durante as primeiras horas de hidratação que é o período o qual compreende a pega e o desenvolvimento da resistência inicial da mistura (BULLARD *et al.*, 2011). A reação de hidratação da alita (C_3S) tem como produtos o silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e o hidróxido de cálcio (CH) conforme a Equação 2.1.



Equação 2.1

O processo de hidratação da alita pode ser dividido em quatro períodos. São eles: (i) período de pré-indução ou reação inicial; (ii) período de indução (dormência); (iii) período de aceleração (pós-indução); e (iv) período de desaceleração (ODLER, 1998). A seguir estas etapas serão brevemente descritas.

- Período de Pré-indução

Assim que o C_3S entra em contato com a água, a hidratação começa de forma intensa e imediata, caracterizando-se por uma alta velocidade de liberação de calor. A maior parte desta liberação é devida a dissolução do C_3S (BULLARD *et al.*, 2011). Esta etapa só dura por poucos minutos e o final é caracterizado pela rápida desaceleração da dissolução da alita.

- Período de Indução (Dormência)

Durante o período de indução ou dormência, a velocidade de reação de hidratação se reduz significativamente e se mantém assim durante algumas horas. O mecanismo que leva à redução na taxa de hidratação ainda é motivo de debate e algumas hipóteses foram propostas (TAYLOR, 1990; ODLER, 1998; BULLARD *et al.*, 2011).

Hipótese da barreira metaestável: esta hipótese supõe que a diminuição da velocidade da reação ocorre devido à rápida formação de uma fina camada metaestável contínua de silicato de cálcio hidratado em volta dos grãos anidros de C_3S (JENNINGS e PRATT, 1979). Os autores observaram produtos hidratados através de microscopia eletrônica de transmissão. Esta camada funciona como uma barreira que dificulta a migração da água para a superfície dos grãos não hidratados. Os fatores que fariam com que o período de indução acabasse seriam, então, relacionados a esta barreira. O final estaria ligado com o rompimento da barreira devido à pressão osmótica gerada pela solução presente entre a barreira e o grão de C_3S não hidratado ou, então, devido à imbebição de água (ODLER, 1998).

Hipótese da nucleação do CH: é assumido que, no estágio inicial da reação de hidratação, o sólido do hidróxido de cálcio se dissolve na solução e não consegue precipitar devido ao depósito de íons silicato na superfície dos núcleos de CH

(ODLER, 1998). O período de indução acabaria no momento em que a concentração de CH se encontrasse alta o suficiente para superar tal efeito.

Hipótese da nucleação do C-S-H: a velocidade da reação no período de indução e aceleração é controlada pela nucleação e crescimento do C-S-H formado. O período de indução terminaria, então, quando o crescimento do C-S-H começasse (TAYLOR, 1990).

- Período de Aceleração

Depois de algumas horas a taxa da reação de hidratação eleva-se novamente e de maneira repentina atingindo um máximo dentro de 5-10 horas. Este intervalo é conhecido como o período de aceleração ou pós-indução e está relacionado à nucleação e crescimento do C-S-H (BULLARD *et al.*, 2011). Além disso, também há a precipitação do hidróxido de cálcio (CH).

O Silicato de Cálcio Hidratado (C-S-H): é a fase mais importante de uma pasta hidratada, aonde chega a compor de 50 a 60% do volume de sólidos, determinando assim as propriedades da pasta (MEHTA e MONTEIRO, 2008). Não há uma composição bem definida do C-S-H; a relação C/S varia entre 1,5 a 2,0 e a quantidade de água estrutural pode variar ainda mais (ODLER, 1998). O C-S-H é amorfo ou pobremente cristalino. Ele forma um sólido poroso no qual os poros variam em tamanho de macroscópicos para espaços entre camadas de nanômetros e exhibe características de um gel rígido (TAYLOR, 1990).

Hidróxido de Cálcio (CH), também conhecido como portlandita, $(\text{Ca}(\text{OH})_2)$, ao contrário do C-S-H, tem estequiometria bem definida. Além disso, quando há disponibilidade de espaço, o CH é constituído de camadas fracamente unidas que formam grandes cristais com morfologia prismática hexagonal (MEHTA e MONTEIRO, 2008). O hidróxido de cálcio também é o principal responsável pelo efeito de mineralização das fibras vegetais, o que diminui a durabilidade dos compósitos reforçados com fibras naturais (TOLEDO FILHO *et al.*, 2000, 2003; SILVA *et al.*, 2010; MELO FILHO *et al.*, 2013). No item 2.1.2, será discutido o uso de pozolanas para mitigar os danos, causados pelo CH às fibras vegetais.

- Período de Desaceleração

Ao final do período de aceleração, os menores grãos de C_3S provavelmente já reagiram por completo por dissolução e precipitação, e, durante o período de

desaceleração, os grãos maiores são gradualmente substituídos por C-S-H através de um processo controlado pela difusão (TAYLOR, 1990). Este processo de difusão é caracterizado pela desaceleração gradual da reação.

2.1.1.2. Hidratação da Belita (βC_2S)

O silicato dicálcico ou belita (βC_2S) corresponde de 15 a 30% do cimento Portland (TAYLOR, 1990) e, quando hidratado, também produz silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e hidróxido de cálcio (CH), conforme mostrado na Equação 2.2.



Os mecanismos de hidratação da belita (βC_2S) são similares aos da alita (C_3S), porém a velocidade da hidratação da belita é muito mais lenta. Por isso, a reação de hidratação da belita contribui pouco para o ganho de resistência até os 28 dias (TAYLOR, 1990). Outra diferença entre estes dois silicatos é a quantidade de CH produzido. A hidratação da alita produz mais hidróxido de cálcio que a da belita (MEHTA e MONTEIRO, 2008).

2.1.1.3. Hidratação do Aluminato, Ferroaluminato e Sulfato

O aluminato tricálcico (C_3A) corresponde a 5-10% do cimento Portland e, quando em contato com a água, reage imediatamente. A reação de hidratação do C_3A formam produtos hidratados cristalinos, como C_3AH_6 , C_4AH_{13} e C_2AH_8 , que são produzidos rapidamente, com uma grande liberação de calor (BULLARD *et al.*, 2011). Estas reações sem a presença de sulfato de cálcio podem gerar uma pega indesejável, cedo demais, o que inviabilizaria a utilização do cimento. Para retardar essas reações, adiciona-se, geralmente, gesso ou gipsita ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$).

Na presença de sulfato de cálcio a reação do C_3A é radicalmente alterada, por isso se faz necessária a discussão das reações do aluminato junto com as reações da gipsita. Além disso, as reações de hidratação do ferroaluminato (C_4AF) também serão discutidas aqui, uma vez que, quando este reage com a água na presença de sulfato, gera produtos de composição química diferente, porém, com estruturas cristalinas semelhantes à etringita e ao monossulfato (MEHTA e MONTEIRO, 2008).

A hidratação do C_3A na presença de sulfato é caracterizada por dois momentos de alta liberação de calor. No primeiro momento (até 30 minutos), o principal hidrato

formado é a etringita ($C_6A\bar{S}_3H_{32}$ ou AF_t). Este período de rápida reação é seguido por um período de baixa liberação de calor e a duração deste período varia com a quantidade de sulfato presente (TAYLOR, 1990). Por volta de 24-48 horas, a velocidade da reação aumenta rapidamente novamente devido a nova hidratação do aluminato e ferroaluminato e a etringita se torna instável e é gradualmente convertida em monossulfoaluminato de cálcio ($C_4A\bar{S}_3H_{18}$ ou AF_m). A etringita se cristaliza com o formato de agulhas prismáticas curtas. Já o monossulfato se apresenta em formato de finas placas hexagonais.

O mecanismo que causa a desaceleração das reações do C_3A na presença de sulfatos ainda não é bem conhecido, porém algumas explicações já foram propostas. Uma delas, por exemplo, é a de que a etringita produzida durante os primeiros minutos forma uma camada de difusão em volta das superfícies de C_3A , retardando a reação (BULLARD *et al.*, 2011).

Quanto a hidratação da ferrita (C_4AF), os produtos gerados, como dito anteriormente, são essencialmente similares àqueles formados na hidratação do C_3A . Entretanto, o processo de hidratação da ferrita é mais lento que o do C_3A .

2.1.2. Uso de Pozolanas em Compósitos Reforçados com Fibras Naturais

A matriz cimentícia, com as reações de hidratação em processo, caracteriza-se como um meio alcalino. Isto pode se tornar um problema quando se utiliza fibras naturais vegetais como reforço. Em uma matriz cimentícia, produtos hidratados (principalmente o hidróxido de cálcio) migram para os lúmens (cavidade interna característica das fibras naturais) e superfícies das fibras causando mineralização das mesmas. A mineralização das fibras diminui a durabilidade dos compósitos assim como o ataque alcalino e a variação de volume da fibra devido a sua alta absorção de água (TOLEDO FILHO *et al.*, 2000, 2003; MOHR *et al.*, 2005; SILVA *et al.*, 2010; ARDANUY *et al.*, 2011).

Para evitar a redução na resistência e tenacidade dos compósitos com fibras vegetais, muitas medidas preventivas já foram propostas como, por exemplo: impregnar as fibras com agentes bloqueadores ou repelentes de água (BLANKENHORN *et al.*, 2001; TONOLI *et al.*, 2009; FIDELIS *et al.*, 2014); carbonatação acelerada para redução da alcalinidade da matriz (BENTUR e AKERS, 1989; TOLEDO FILHO *et al.*, 2003; ALMEIDA *et al.*, 2010; TONOLI *et al.*, 2010); e o

uso de pozolanas para a redução da quantidade de hidróxido de cálcio presente na matriz (TOLEDO FILHO *et al.*, 2003; LIMA, 2004; MOHR *et al.*, 2007; MELO FILHO *et al.*, 2013). Sendo esta última, uma técnica muito promissora. Muitas pozolanas podem ser utilizadas para este fim, por exemplo: cinza volante, metacaulinita e sílica ativa. A pozolana utilizada neste trabalho foi a sílica ativa.

A sílica ativa é um subproduto da produção de ligas de silício ou ferrosilício que é caracterizado pelo tamanho pequeno de suas partículas (duas ordens de magnitude mais fina que o cimento) e pela alta atividade pozolânica (TAYLOR, 1990). Ela reage com o CH presente na matriz gerando C-S-H. Como esta reação consome o CH, reduz-se a alcalinidade do meio e evita-se a mineralização.

Quando se usa sílica ativa em grandes quantidades de substituição do cimento Portland (por volta de 30% ou mais de substituição) pode minimizar significativamente a degradação das propriedades dos compósitos (TOLEDO FILHO *et al.*, 2003; MOHR *et al.*, 2007). Assim, neste trabalho, foram utilizados 35% de sílica ativa em substituição ao cimento.

2.2. *Fibras Naturais Vegetais*

As fibras naturais podem ser classificadas em cinco grupos, de acordo com a origem das fibras: fibras oriundas das hastes (linho, cânhamo, etc.); das sementes (algodão, coco, etc.); das folhas (sisal, banana, etc.); da superfície (palhas de cereais, bambu, etc.); e do lenho (eucalipto, pinho, etc.) (FÖRDÖS, 1988). Apesar da diversidade de espécies que podem compor estes grupos, as fibras pertencentes a estes grupos têm similaridades entre si, tanto química quanto estruturalmente.

As diversas espécies de plantas possuem uma microestrutura similar. Elas são constituídas de células fibrosas tubulares, como mostrado na Figura 2.1. Estas fibro-células aparecem conectadas umas as outras pela lamela média (TOLEDO, 1997). A estrutura das fibro-células, por sua vez, é formada por uma parede primária, uma parede secundária e o lúmen (Figura 2.1c). A parede primária é constituída de microfibrilas dispostas de maneira randômica e reticulada. Já a parede secundária é formada por três camadas (S_1 , S_2 e S_3) e, em cada uma delas, as microfibrilas aparecem em padrões ordenados distintos (COUTTS, 1988). O ângulo entre as microfibrilas e o eixo da fibro-célula varia de espécie para espécie, e também entre as camadas. Ao final, o lúmen é a parte mais interna das fibro-células e é definido como uma cavidade oca.

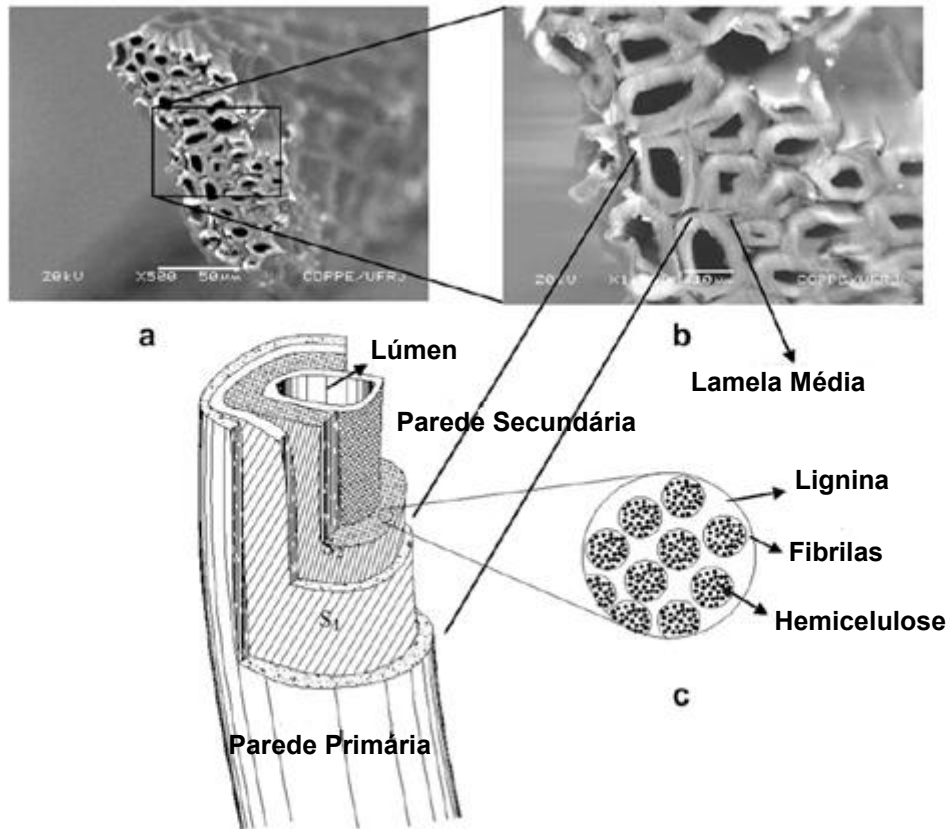


Figura 2.1 – Estrutura da fibra de sisal: **(a)** seção transversal das fibras mostrando as fibro-células, lúmens e lamela média; **(b)** zoom da seção transversal e **(c)** representação esquemática mostrando as diferentes camadas de uma fibro-célula individual (TOLEDO FILHO *et al.*, 2009).

Como as cascas, folhas e caules que as originam são produtos de um processo biológico de crescimento, a composição das fibras naturais são variáveis quantitativamente. As fibras se diferem de espécie para espécie, de árvore para árvore e até de célula para célula de uma mesma árvore. Entretanto, os principais componentes presentes são os mesmos e são os polissacarídeos (celulose e hemicelulose), a lignina, e também um grupo diverso de outras substâncias que são externas à parede celular e que também estão presentes, os extrativos por exemplo. Pelos componentes das fibras definirem, geralmente, as propriedades e características das mesmas, abaixo os principais componentes serão brevemente descritos.

- Celulose

O principal polissacarídeo presente na parede celular é a celulose. A celulose é composta de longas cadeias lineares (alto grau de polimerização) de β 1,4 glucano insolúvel em água, solventes orgânicos comuns e solução aquosa alcalina. O polímero

de celulose pode ser muito longo (até 15.000 unidades de glicose) e, assim, tem uma alta massa molecular (CASTRO, 2009). A Figura 2.2 mostra uma representação esquemática da celulose.

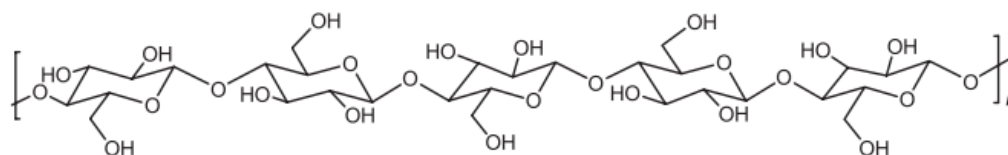


Figura 2.2 – Representação esquemática da molécula de celulose (SANTOS *et al.*, 2012).

As moléculas de celulose tem arranjo fibroso e geralmente variável sendo em certas áreas ordenada, rígida e inflexível (cristalina) e em outras flexível (amorfa). Essas áreas amorfas são responsáveis pela absorção de água e inchamento de moléculas de celulose, já que nas regiões cristalinas a forte rede de ligações de hidrogênio e outras ligações secundárias, impedindo a absorção (CASTRO, 2009; BRITT, 1970).

Conforme a Figura 2.2 mostra, a celulose tem monômeros de glicose ligados uns aos outros uniformemente por toda a cadeia. Por causa da presença de ligações β – glicosídicas, que induz que a cadeia mantenha mais ou menos uma forma estendida, as moléculas de celulose podem ficar alinhadas por longos segmentos, levando a poderosas forças associativas que configuram uma grande resistência (BRITT, 1970). Quando as moléculas se alinham em grandes segmentos, regiões de cristalinidade são evidentes.

- Hemicelulose

A hemicelulose é um grupo de carboidratos poliméricos amorfos que sempre acompanham a celulose, formado por vários tipos de açúcares. Na Figura 2.3 é ilustrada a maioria dos açúcares que compõem as unidades de hemicelulose. São solúveis em álcali, grande parte deles. A molécula de hemicelulose não possui arranjo fibroso e tem grau de polimerização baixo (MORAIS *et al.*, 2005). Outra propriedade da hemicelulose é a capacidade de absorver água, que acaba contribuindo para o inchaço da fibra (CASTRO, 2009).

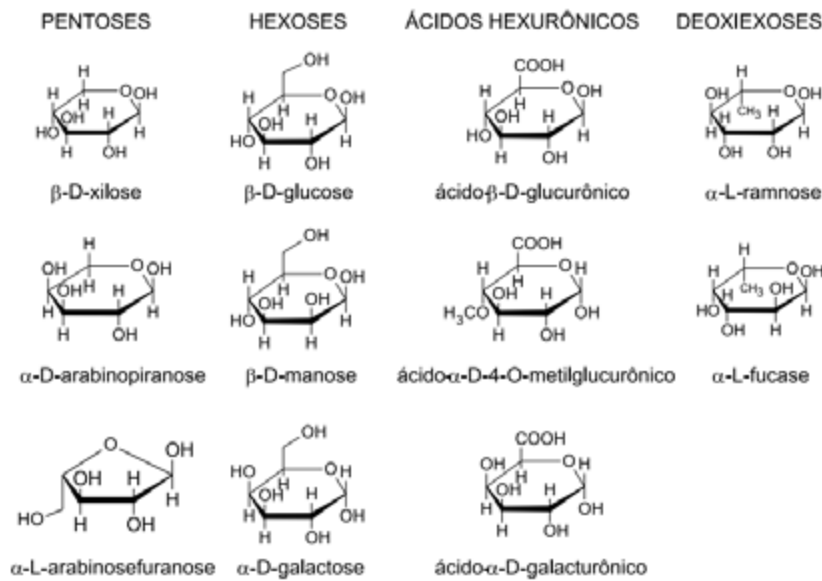


Figura 2.3 – Açúcares presentes nas hemiceluloses (MORAIS *et al.*, 2005).

A combinação e a proporção entre os diferentes componentes encontrados nas hemiceluloses de madeira variam com a espécie e, provavelmente, também de árvore para árvore. Além disso, durante a etapa de cozimento para a produção da polpa, as diferentes hemiceluloses são dramaticamente modificadas, tanto a quantidade quanto posição e estrutura das suas unidades (BRITT, 1970).

- Lignina

É um polímero de estrutura complexa constituído de unidades aromáticas (anéis de benzeno) (FÖRDÖS, 1988). A Figura 2.4 mostra a estrutura parcial de uma molécula de lignina de folhosa (*hardwood*).

A lignina também tem estrutura amorfa assim como a hemicelulose, porém é considerada como um dos materiais mais resistentes da natureza. Ela, na biomassa vegetal, tem papel de ligante entre as microfibrilas e, também, de cobertura e proteção, uma vez que impede a degradação da celulose e da hemicelulose (CASTRO, 2009).

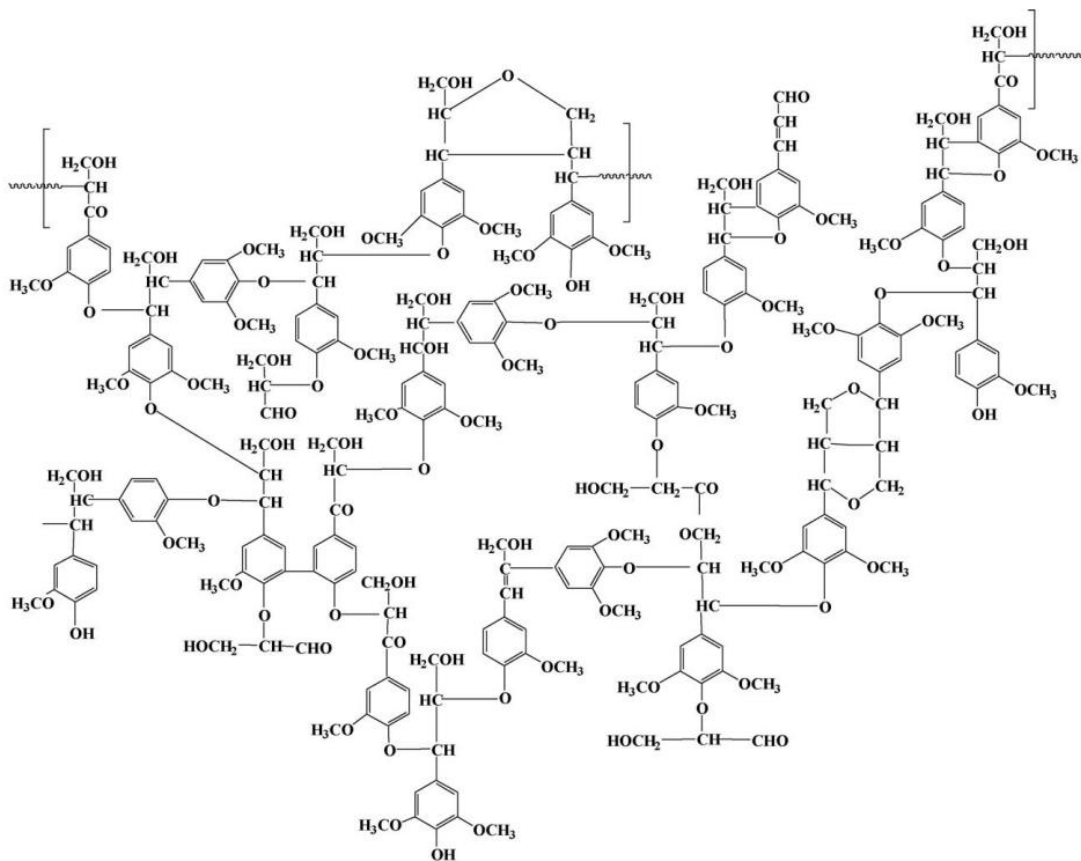


Figura 2.4 – Estrutura parcial da molécula de lignina de uma folhosa, *Fagus sylvatica* (MOHAN e PITTMAN JR, 2006).

- Substâncias Externas à Parede Celular

São substâncias envolvidas no crescimento das células ou que resultam do processo metabólico da planta, mas não fazem parte da parede celular. A maioria são compostos simples, tem baixo peso molecular e são chamados de extrativos. Estes são solúveis em água e outros solventes orgânicos neutros e estão presentes principalmente nas cascas (MORAIS *et al.*, 2005). A Figura 2.5 mostra estruturas de alguns extrativos encontrados em coníferas (*softwood*).

Os extrativos frequentemente afetam a produção das polpas de uma forma negativa. São responsáveis pelo consumo de substâncias químicas necessárias para a polpação, causa de descoloração nas fibras não branqueadas e promove corrosão nos digestores (WASTOWSKI, 2009).

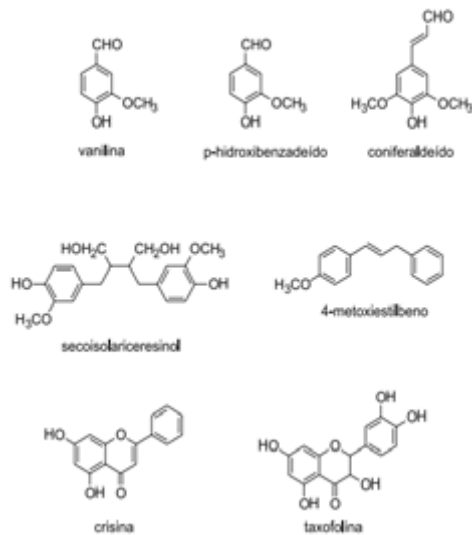


Figura 2.5 – Estruturas de alguns extrativos encontrados em coníferas (MORAIS *et al.*, 2005).

2.2.1. *Fibras de Celulose*

As fibras de celulose são classificadas, basicamente, em dois grupos: coníferas (*softwoods*) e folhosas (*hardwood*). O primeiro grupo geralmente é utilizado para produzir fibras de 2 a 5 mm de comprimento e o segundo grupo, para produzir fibras de 0,5 a 1,5 mm na indústria do papel e celulose. Além de diferenças quanto a comprimento, estes dois grupos também tem diferenças importantes quanto à composição química.

As folhosas geralmente apresentam mais carboidratos e menos lignina que as coníferas. Além disso, a composição da hemicelulose é diferente para ambas. Enquanto as mananas representam a maior parcela da hemicelulose nas coníferas, para as folhosas este componente é a xilana. Apesar das diferenças nas porcentagens dos componentes, a quantidade de extrativos e cinzas das espécies é praticamente o mesmo (BRITT, 1970).

Outras diferenças podem ser encontradas também até entre as fibras extraídas de uma mesma árvore. As árvores crescem em diâmetro através da geração de novas camadas de madeira em seu interior e as características morfológicas destas camadas dependem da estação e condições climáticas do local onde estão. Para as coníferas, durante a primavera é que o crescimento é máximo e, por consequência, as fibro-células desta camada (madeira da primavera ou *earlywood*) são maiores e mais finas que as fibro-células formadas durante períodos de crescimento lento (madeira de verão ou *latewood*) (COUTTS, 1988). A Figura 2.6 mostra um feixe de fibras de conífera que contém fibro-células de ambas as camadas.

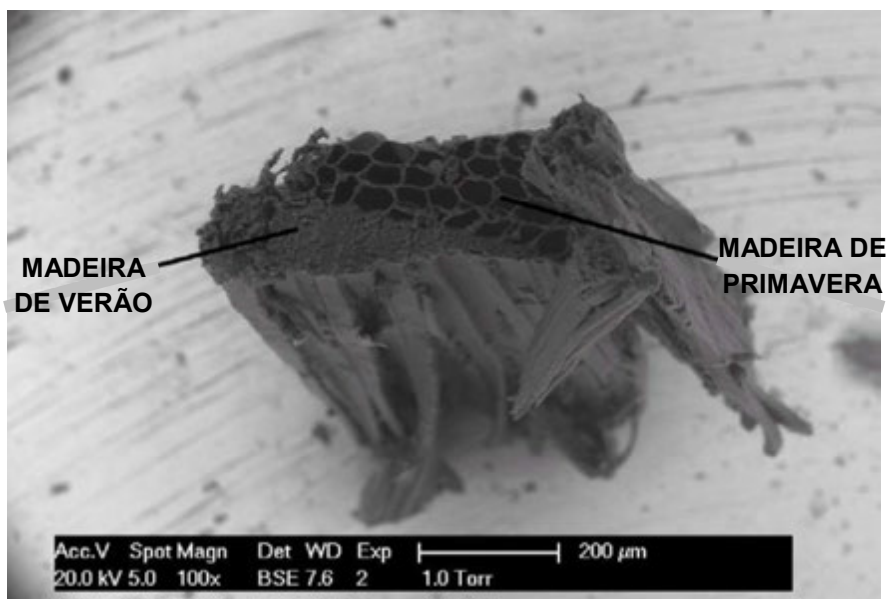


Figura 2.6 – Feixe de fibras de pinho contendo das duas camadas (tanto de madeira de primavera quanto madeira de verão) (BÉLTRAN, 2011).

2.2.1.1. *Propriedades*

A maioria dos estudos iniciais sobre as propriedades das fibras de celulose foram feitos pela indústria do papel e celulose, assim os resultados foram obtidos interpretando dados de testes realizados em folhas de papel ou outros produtos. Existem poucos dados sobre as fibras individuais. Segundo COUTTS (1988), o módulo de elasticidade das fibras individuais separadas por processos químicos pode variar entre 10-100 GPa e a resistência a tração entre 500-1000 MPa, dependendo do ângulo das fibra, condições de umidade da fibra e imperfeições.

2.2.1.2. *Produção*

Como já foi detalhado no início do item 2.2.1, as fibras de celulose são obtidas através principalmente da madeira de árvores como as folhosas e coníferas. Estas madeiras são compostas de diversos componentes além da celulose. É necessário que a madeira passe por um processo de polpação e purificação para a obtenção das fibras.

Existem diversos processos para a separação dos componentes da madeira. Eles podem ser classificados em: processos mecânicos, químicos, semiquímicos e quimimecânicos, físicos e biotecnológicos (CASTRO, 2009). A Tabela 2.1 apresenta os tipos, suas descrições e algumas observações sobre os principais processos de polpação.

Tabela 2.1 – Resumo dos processos de separação dos componentes dos materiais lignocelulósicos.

Tipo de processo de polpação	Breve descrição	Observações
Mecânicos	<ul style="list-style-type: none"> - Polpação mecânica: Uso de energia mecânica somente, sem emprego de substâncias químicas. Utilização de moinhos e extrusora. - Polpação termomecânica (TMP): Tratamento com calor antes da moagem ou refinamento para redução da quantidade de energia gasta. 	<ul style="list-style-type: none"> - O processo mais antigo. Alta eficiência, porém elevado consumo de energia e água o que torna o processo caro. Não há remoção de lignina nem outras substâncias naturais da madeira.
Químicos	<ul style="list-style-type: none"> - Todo processo que combina a madeira e produtos químicos para o cozimento sob determinada pressão e temperatura em grandes digestores contínuos. Classificam-se de acordo com o material químico a ser utilizado: <ul style="list-style-type: none"> Processo à soda: hidróxido de sódio; Processo por sulfato (Kraft): Hidróxido de sódio e sulfeto de sódio; Processo por sulfito: Sulfitos alcalinos; Processo Organosolv: organosulfônicos, solventes orgânicos. 	<ul style="list-style-type: none"> - Reações químicas acontecem quebrando a lignina sem grandes danos às fibras de celulose. Menos energia gasta que para os processos mecânicos. - O hidróxido de sódio é altamente corrosivo e de difícil quebra. Método danoso ao meio ambiente.
Semiquímicos e Quimimecânicos (CMP)	<ul style="list-style-type: none"> - A madeira é pré-tratada quimicamente antes de passar pelo processo mecânico para melhorar a quebra em fibras e reduzir energia requerida durante os processos mecânicos. Podem ser realizadas com qualquer reagente já conhecido. 	<ul style="list-style-type: none"> -As polpas semiquímicas são feitas com rendimento de 65-85% e as quimimecânicas com rendimento de 85-95%.
Físicos	<ul style="list-style-type: none"> - Irradiação de raios gama: Degradação oxidativa da celulose, mas não separa os componentes orgânicos presentes nas fibras. - Tratamento a vapor: Tratamento térmico da madeira através de vapor, rompimento por hidrólise parcial. - Explosão com vapor (steam explosion): Tratamento térmico com rápida descompressão do reator, quebrando as estruturas lignocelulósicas. 	<ul style="list-style-type: none"> - Ineficaz. - Ineficaz. - Boa extração da lignina. Eficaz.
Biotecnológico	<ul style="list-style-type: none"> - Polpação Biológica: Uso de enzimas (fenol-oxidases) produzidas por fungos para a quebra da estrutura da lignina, mas sem danos as fibras de celulose. 	<ul style="list-style-type: none"> - Não implantado em escala industrial, em fase de desenvolvimento experimental. Tempo muito longo de cozimento.

(Fonte: CASTRO, 2009; BRITT, 1970; WASTOWSKI, 2009)

Dos processos descritos na Tabela 2.1, o tipo de processo mais utilizado hoje no Brasil e no mundo é o processo químico. Dentre os processos químicos o mais utilizado é o processo kraft de polpação e em segundo lugar é o processo por sulfito. Historicamente, o processo à soda foi o primeiro processo de polpação química com sucesso, porém foi sendo substituído ao longo dos anos por causar grandes danos ambientais (CASTRO, 2009).

Devido ao processo kraft ser o principal processo de polpação e as fibras utilizadas neste trabalho serem oriundas da polpação kraft, a seguir o processo kraft será brevemente descrito.

- Polpação Kraft

A polpação kraft, assim como qualquer outro processo de polpação químico, é constituído das seguintes etapas: descascamento, picagem, classificação, cozimento, lavagem, deslignificação oxidativa, branqueamento final e recuperação do licor preto (CASTRO, 2009; WASTOWSKI, 2009). A Figura 2.7 mostra as etapas do processo kraft dentro de uma planta de produção de papel.

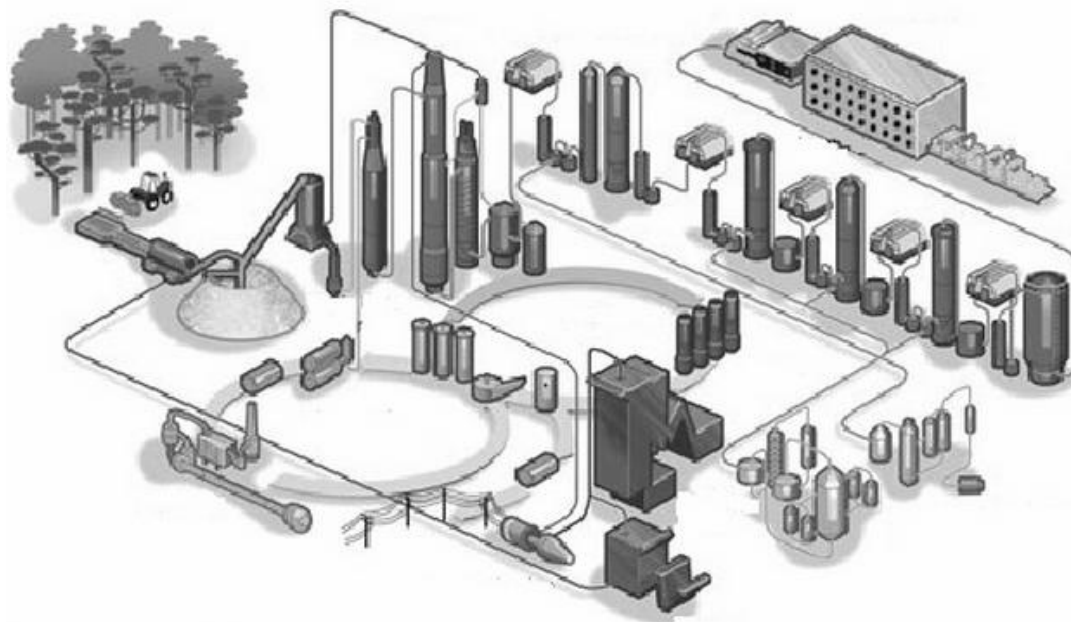


Figura 2.7 – Ilustração do processo de produção de papel (RABELO, 2009).

CASTRO (2009), WASTOWSKI (2009) e BRITT (1970) descrevem em detalhes as etapas da polpação kraft. Neste item as etapas de polpação kraft serão brevemente descritas.

Descascamento A madeira chega à usina de produção de papel de duas maneiras: em grandes toras ou em pedaços oriundos de serraria. As toras são descascadas passando por um tambor descascador ou em um descascador em forma de anel ou, então, um descascado hidráulico. As cascas são retiradas, pois tem baixo teor de fibras e afetam negativamente as propriedades físicas do produto final. Depois de retiradas podem servir de combustível na própria produção da polpa. Para os pedaços vindos de serraria, geralmente, não são necessárias as etapas de descascamento, nem picagem.

Picagem e Classificação Sem as cascas as toras são reduzidas a cavacos mais ou menos do mesmo tamanho. Estes cavacos são selecionados posteriormente para que nenhum cavaco muito grande passe para a etapa de cozimento. A espessura dos cavacos é um parâmetro muito importante já que ele determina a velocidade e profundidade de impregnação das substâncias químicas do cozimento na madeira.

Cozimento É a etapa de cozimento ou digestão da madeira que a maior parte da deslignificação, transformando a madeira em fibras. O cozimento pode acontecer de duas formas: em batelada (descontínuo) ou continuamente (usando um digestor contínuo). No caso descontínuo, os cavacos e o licor branco (solução de hidróxido de sódio e sulfeto de sódio) são colocados em digestores com pressão e temperatura controlados. Quando o nível de deslignificação correto é atingido, a pressão é retirada rapidamente e assim a madeira se desintegra em fibras. Em um digestor contínuo a madeira o licor branco são adicionados continuamente no topo do digestor e a solução vai caindo pelas várias câmaras do digestor por gravidade e no final do mesmo a solução sofre uma diminuição da pressão rapidamente separando as fibras. O grau de deslignificação é caracterizado pelo "número Kappa" e é um importante de qualidade da polpa. Ele está diretamente relacionado com a quantidade de lignina ainda presente na polpa e é o parâmetro para estabelecer o fim do cozimento.

Lavagem A separação do licor preto (produtos químicos que não reagiram e também constituintes da madeira dissolvidos) das fibras é chamada de lavagem das polpas. Esta etapa é necessária para a recuperação dos produtos e assim, eles são adicionados ao licor branco e usados novamente.

Deslignificação Oxidativa e Branqueamento Final A etapa de deslignificação oxidativa nada mais é do que um branqueamento. O branqueamento é definido industrialmente como qualquer processo de retirada de lignina fora do processo de digestão. Há dois branqueamentos, então: a deslignificação oxidativa e o branqueamento final. A deslignificação oxidativa reduz a quantidade de lignina da polpa pela metade e o branqueamento final remove o resto da lignina. A deslignificação trata a polpa com uma solução altamente alcalina de hidróxido de sódio. E depois a polpa é “lavada” novamente antes do processo de branqueamento final. O processo de branqueamento final é feito com, geralmente, dióxido de cloro e outros compostos não clorados.

2.3. *Compósitos Cimentícios Reforçados com Fibras de Celulose*

Quando se trata de compósitos cimentícios com fibras de celulose, é importante distinguir os três grupos de compósitos existentes: um grupo seria o de compósitos produzidos pelo método Hastchek; extrusão; e de pré-mistura (premix). Devido à utilização de métodos diferentes, os compósitos destes três grupos diferem quanto às suas propriedades.

O estudo de matrizes cimentícias reforçadas com fibras de celulose iniciou-se com o intuito de viabilizar a utilização das fibras de celulose em substituição às fibras de asbesto na produção de fibrocimento a partir da década de 70 (RODRIGUES, 2004). A partir deste momento diversos estudos foram feitos para caracterizar estes compósitos e também aumentar a sua durabilidade (MOHR, 2007, TONOLI, 2009; BELTRÁN, 2011; CLARAMUNT, 2011). Estes compósitos são produzidos a partir do processo Hastchek (indústria) e em laboratório por um processo que simula o Hastchek onde é preparada uma lama (*slurry*) seguida da retirada de água em excesso por meio de aplicação de vácuo e pressão (BENTUR e MINDESS, 2007) e por isso podem conter um teor de fibras elevado (10% em massa de cimento ou mais).

Em paralelo, também foram estudados compósitos preparados através do método premix (MOHAMED *et al.*, 2010; HOYOS, 2013), porém a quantidade de trabalhos é relativamente menor. Para estes compósitos o teor máximo de fibras fica limitado pela perda de trabalhabilidade (quando mantida a quantidade de superplastificante constante) e gira em torno de 1,0% em volume.

Devido ao fato de que, neste presente trabalho, utiliza-se o método premix de produção dos compósitos, nos itens a seguir serão discutidas propriedades dos compósitos produzidos por tal método.

2.3.1. *Processos de Hidratação*

As fibras naturais são compostas, como visto no item 2.2.1, de compostos orgânicos como, por exemplo, polissacarídeos. Estas substâncias podem modificar a velocidade das reações de hidratação, ou seja, alterar o processo de hidratação do cimento. Dependendo da composição química e da quantidade de fibras utilizadas, esse efeito pode ser de retardo ou aceleração. Para fibras como sisal, coco, bagaço de cana e juta, foi observado retardo nas reações de hidratação (AGGARWAL e SINGH, 1990; BILBA *et al.*, 2003; CHAKRABORTY *et al.*, 2013). Para as fibras de celulose observam-se os dois tipos de efeito (ARDANUY *et al.*, 2011; HOYOS, 2013).

ARDANUY *et al.* (2011) analisaram a influência das fibras de bambu (com tamanho inferior a 0,2 mm), de pinho kraft não branqueada e de algodão na hidratação da matriz cimentícia. Os resultados obtidos mostraram que houve redução do calor total liberado devido ao uso das fibras de bambu. Já para as fibras de celulose, tanto de pinho quanto de algodão, este calor total liberado aumentou em torno de 10%. Segundo os autores, as mudanças na hidratação dependem da natureza e pureza das fibras. As fibras de bambu tem alto nível de “impurezas” como amido, ceras, etc., levando a mistura a uma redução de calor total liberado. Já as fibras de celulose contêm alto teor de celulose e muito menos impurezas, gerando um aumento no total de calor liberado.

PEREIRA *et al.* (2003) observaram também que não só os compostos classificados como extrativos podem afetar a hidratação. Os autores propuseram que a hemicelulose seria um dos compostos presentes nas fibras que afetam significativamente a hidratação dos grãos de cimento. O mecanismo seria que alguns grupos presentes em hemiceluloses são solúveis em álcali e a fase líquida da pasta poderia dissolvê-las. Por exemplo, os grupos carboxílicos são particularmente bons pontos de adsorção. Assim, haveria menos cátions disponíveis para as reações de hidratação.

HOYOS (2013) realizou ensaios semi-adiabáticos para misturas contendo microfibras cristalinas de celulose e depois, com o cálculo de um coeficiente global de transferência de calor, foram obtidas curvas adiabáticas de elevação de temperatura.

As porcentagens de fibra utilizadas foram de 0, 1, 2 e 3% em relação à massa de cimento. Observou-se que a adição destas fibras reduziu significativamente o total de elevação adiabática. Também foram realizados ensaios com nano e micro polpas de celulose obtidas em laboratório. O resultado também foi de diminuição, porém menos acentuada. As razões para a redução do calor total liberado seriam: os polissacarídeos presentes nas fibras formariam uma camada que impede o contato da água com as partículas não hidratada de cimento; formação de complexos entre os íons do CH na solução e os polissacarídeos, aumentando a solubilidade do CH e diminuindo sua precipitação; e a formação de derivados insolúveis pela interação entre os polissacarídeos e a solução alcalina, estes derivados precipitariam em volta das partículas não hidratadas do cimento.

2.3.2. *Propriedades Reológicas*

A utilização de fibras em materiais cimentícios, normalmente, tem a tendência de reduzir a trabalhabilidade da mistura. A trabalhabilidade da mistura fresca está fortemente relacionada com a fração volumétrica e a relação de aspecto (l/d) das fibras utilizadas. Com as fibras naturais isso não é diferente, porém há mais um fator que afeta a trabalhabilidade: a absorção de água das fibras (TOLEDO, 1997). E as fibras de celulose possuem um alto caráter hidrofílico (TONOLI, 2009). Com o objetivo de mitigar esta perda de trabalhabilidade, geralmente, utiliza-se aditivos superplastificantes.

HOYOS (2013) observou a influência das microfibras cristalinas de celulose (comercial) e micro e nano fibras de celulose oriundas da madeira na trabalhabilidade das misturas através de ensaios de consistência e, a partir dos espalhamentos obtidos, calculou o limite de escoamento. Os teores utilizados foram de 0 a 3% em massa de cimento para as microfibras cristalinas e de 0 a 0,4% das micro e nano fibras. Notou-se que, para o maior teor de microfibras cristalinas, o valor do limite de escoamento aumentou 2,6 vezes em relação à referência. Já para as micro e nano fibras o limite de escoamento aumentou exponencialmente com o aumento no teor de fibras. A autora afirma que este efeito é devido à habilidade dos grupos hidroxila (OH^-) livres presentes nas microfibras de interagir através de ligações de hidrogênio com os produtos hidratados.

KACI *et al.* (2011) estudaram o efeito das fibras de celulose nas propriedades reológicas de misturas contendo cimento Portland, areia fina, fillers e aditivos. De maneira similar aos resultados de HOYOS (2013), eles também observaram que o

aumento da tensão de escoamento com a aumento das fibras aconteceu de maneira não-linear.

NILSSON e SARGENIUS (2011) obtiveram propriedades reológicas de argamassas contendo até 3kg de fibras de celulose por m³ com auxílio de um viscosímetro. Foi observado que a adição de fibras mudou drasticamente os valores de limite de escoamento e viscosidade plástica. Para a mistura com maior teor de fibra, o limite de escoamento foi de 738 Pa contrastando com o valor do limite para a referência de 62 Pa. Com relação à viscosidade plástica, a diferença foi entre 0,9 Pa.s para a referência e 8,3 Pa.s para o teor de 3kg/m³.

2.3.3. *Propriedades Mecânicas*

2.3.3.1. *Resistência à Compressão*

A presença de fibras naturais em compósitos cimentícios, geralmente, reduz a resistência à compressão (TOLEDO FILHO, 1997; LIMA, 2004; RAMAKRISHNA e SUNDARARAJAN, 2005) e para as fibras de celulose esta tendência também é observada (LIN *et al.*, 1994; BLANKENHORN *et al.*, 2001; PEHANICH *et al.*, 2004).

LIN *et al.* (1994) pesquisaram a compatibilidade entre alguns tipos de cimento e fibras de folhosas, fibras recicladas de jornal e fibras kraft recicladas de papel. Os teores de fibra utilizados foram de 4,24% da massa total da mistura. Os compósitos foram ensaiados aos 28 dias e observou-se que a adição das fibras reduziu drasticamente a resistência à compressão. A redução foi de pelo menos 48%. Entre as misturas fibrosas, a que obteve maior resistência foi aquela contendo fibras de folhosas.

BLANKENHORN *et al.* (2001) investigaram o efeito do tratamento das fibras de celulose nas propriedades de compósitos cimentícios. Apesar do aumento da resistência à compressão dos compósitos contendo as fibras tratadas em relação àqueles que continham fibras não tratadas, ambos os tipos de compósito obtiveram redução de resistência à compressão quando comparados com a referência.

PEHANICH *et al.* (2004) também avaliaram tratamentos para as fibras de celulose em compósitos cimentícios, porém com silicato de sódio, silicato de potássio e silano. De forma similar, também não foram obtidas melhoras com relação à resistência à compressão.

2.3.3.2. Resistência à Flexão

O comportamento de compósitos submetidos a esforços de flexão é influenciado pelo tipo, teor e comprimento das fibras, bem como pela aderência fibra-matriz. Para os compósitos contendo fibras de celulose, tanto um aumento quanto uma diminuição na resistência à flexão é observada. Entretanto, para ambos os casos são observados que a ruptura dos compósitos não é frágil e há um aumento na tenacidade.

Nos estudos de LIN *et al.* (1994), BLANKENHORN *et al.* (2001) e PEHANICH *et al.*, 2004, observou-se tanto um aumento na resistência à flexão quanto na tenacidade quando se utilizam fibras de celulose. Entretanto, o método de produção dos compósitos foi por meio do método Hastchek, possibilitando o uso de 5% em fração volumétrica de fibras.

HOYOS *et al.* (2013) obtiveram resultados de resistência a compressão e flexão para pastas contendo microfibras cristalinas de celulose em teores de 0 e 3% em massa de cimento. A adição de fibras reduziu a resistência à flexão em 13%, respectivamente, quando comparada com a referência, e também foi observada ruptura frágil.

BÉLTRAN (2011) avaliou, dentre outros aspectos, a influência de fibras de coníferas no comportamento de compósitos submetidos à flexão. Para compósitos contendo 2% (em volume) de fibras de coníferas de 3 diferentes espécies, observou-se diminuição da resistência à flexão e a abertura de apenas uma fissura, mas a ruptura não foi completamente frágil. A abertura desta única fissura continuou aumentando com o aumento da carga aplicada. Em um segundo momento, a autora conseguiu obter compósitos com múltipla fissuração somente com uma fração volumétrica de 5% e uma matriz com resistência mais baixa.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão descritas as propriedades dos materiais utilizados na produção das pastas estudadas e a metodologias empregadas na caracterização destes, os procedimentos adotados para produção e cura das pastas e os métodos utilizados para realização dos ensaios no estado fresco e no estado endurecido.

3.1 *Métodos para Caracterização dos Materiais*

Foram utilizados os seguintes materiais para a produção das pastas e compósitos: (i) Cimento Portland classe G; (ii) Sílica ativa; (iii) Quartzo moído chamado comercialmente de sílica 120#; (iv) Microfibras de celulose oriundas de pinho da espécie *Pinus Radiata*; (v) Microfibras de celulose extraídas de eucalipto; (vi) Aditivo superplastificante de terceira geração a base de éter carboxílico Glenium 51, (vii) água deionizada.

O cimento utilizado no presente trabalho foi o cimento CPP – classe G da marca Holcim, já a sílica ativa e o quartzo moído (sílica 120#) foram fornecidos pela marca Silmix e Mineração Jundú, respectivamente. O quartzo moído é chamado comercialmente de sílica 120#, pois foi classificado na peneira ABNT 120 (BALTHAR, 2010).

As fibras de celulose utilizadas foram as de eucalipto e pinho extraídas pelo método de polpação kraft, porém somente a fibra de eucalipto é branqueada. As fibras de eucalipto foram fornecidas pela empresa Suzano. O comprimento das fibras, segundo a empresa, foi de 0,8 mm. A umidade in natura das fibras é de 8,8 % (dado obtido seguindo a ASTM C642 – 97). Já as fibras de pinho foram da espécie *Pinus Radiata*. A polpa foi fornecida pela empresa Arauco. O comprimento das fibras, segundo a empresa, era de 4 mm. A umidade in natura das fibras é de 8,3 % (dado obtido seguindo a ASTM C642 – 97).

O aditivo superplastificante escolhido foi o Glenium 51 de terceira geração a base de éter carboxílico. Conforme dados fornecidos pelos fabricantes do produto, o material apresenta 29,8% de sólidos e massa específica de 1,07 g/cm.

A água proveniente da rede de abastecimento da cidade do Rio de Janeiro passou por um processo de deionização antes de sua utilização neste trabalho.

3.1.1 *Massa Específica*

A massa específica dos materiais granulares e das fibras foram determinados por ensaios realizados em *Picnômetro a Gás AccuPyc 1340 (Micromeritics®)* do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ (Figura 3.1). O ensaio é baseado na obtenção do volume de uma massa conhecida da amostra através da variação de pressão do gás em um volume previamente calibrado. A massa específica média de cada material foi realizada a partir de 05 (cinco) repetições.



Figura 3.1 - Picnômetro a gás AccuPyc 1340 da Micromeritics®.

Os valores de massa específica obtidos para o cimento, a sílica ativa, o quartzo moído, as fibras de eucalipto e pinho são apresentados na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Massa específica dos materiais granulares e das fibras.

Material	Massa Específica (g/cm³)
Cimento CPP-classe G	3,26
Sílica Ativa	2,41
Sílica 120#	2,68
Fibras de Eucalipto	1,68
Fibras de Pinho	1,60

3.1.2 *Granulometria*

As distribuições granulométricas do cimento e da sílica 120# foram obtidas por meio de ensaio de granulometria a laser realizado no equipamento *Malvern Mastersizer®* do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ (Figura 3.2). O cimento foi disperso em álcool etílico absoluto P.A. por ser inerte e não reagir quimicamente com o cimento durante a realização do ensaio. O meio suspensor utilizado para o ensaio da sílica 120# foi a água deionizada. Em ambos os ensaios a

velocidade de agitação foi de 1500 rpm e o tempo de dispersão de 5 min. A quantidade de material foi estabelecida de modo que o nível de obscuração alcançasse um valor entre 10 e 20%.

A distribuição granulométrica da sílica ativa foi obtida pelo ensaio de sedigrafia realizado em *Sedigraph 5100 da Micrometrics®* do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM).

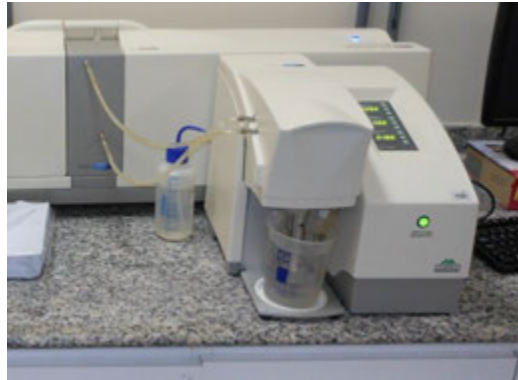


Figura 3.2 – Granulômetro a laser Malvern Mastersizer.

As distribuições granulométricas do cimento, da sílica ativa e do quartzo moído são apresentadas na Figura 3.3. A curva granulométrica da sílica ativa foi obtida por BALTHAR (2010). O tamanho médio das partículas (D_{50}) do cimento, da sílica ativa e do quartzo moído foi de 19,44 μm , 0,4 μm e 130 μm , respectivamente. Além disso, o cimento apresentou um D_{90} de 56,24 μm , a sílica ativa um D_{90} de 6 μm e o quartzo moído um D_{90} de 193 μm .

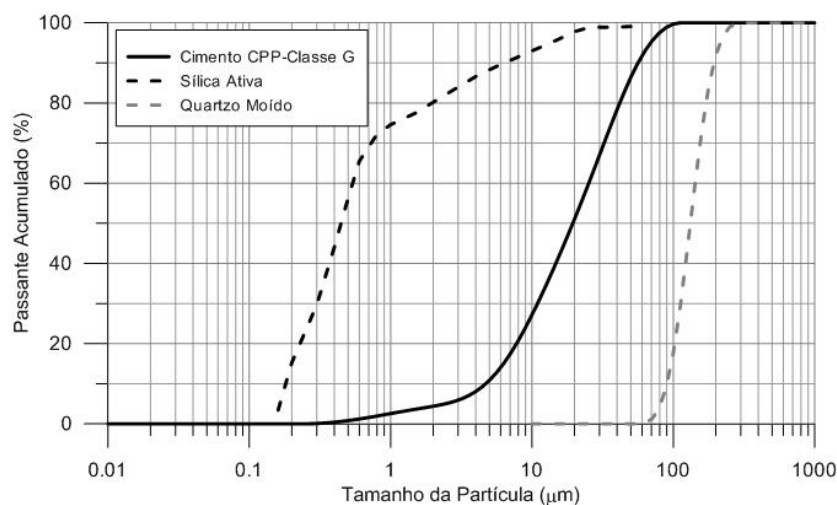


Figura 3.3 - Curva granulométrica dos materiais granulares.

3.1.3 Composição Química

As composições químicas da sílica 120# e da sílica ativa foram determinadas através de análise semi-quantitativa por espectroscopia por fluorescência de energia dispersiva de raios-X em equipamento *Shimadzu®*, modelo *EDX 720 Rayny*, do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ (Figura 3.4). Todos os elementos na faixa do Ti ao U e do C ao SC foram pesquisados e os resultados são dados em percentuais dos óxidos SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , K_2O , SO_3 , MnO , SrO , TiO_2 , CuO e P_2O_5 .



Figura 3.4 - Equipamento *Shimadzu®* Modelo *EDX 720 Rayny* utilizado para determinação das composições químicas.

A composição química do cimento CPP classe G foi feita pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT) em São Paulo. As porcentagens dos óxidos foram determinadas também através de análise semi-quantitativa por espectroscopia por fluorescência de energia dispersiva de raios-X.

As composições químicas das fibras de eucalipto e pinho foram realizadas no Laboratório de Celulose e Papel da Universidade Federal de Viçosa (UFV). As amostras das fibras foram preparadas de acordo com o procedimento padrão da *Technical Association of the Pulp and Paper Industry (Tappi)*, T 257 cm-85. O teor de extrativos foi determinado de acordo com o procedimento padrão da *Technical Association of the Pulp and Paper Industry (Tappi)*, T 264 cm-97. Já os teores de celulose e hemicelulose foram calculados utilizando-se procedimentos matemáticos descritos por WALLIS *et al.* (1996) e também os teores dos açúcares individuais. Os teores de glicanas, xilanas, mananas, arabinanas e galactanas foram determinados de acordo com o procedimento descrito na mesma referência acima, por cromatografia líquida de alto desempenho, HPAEC, utilizando equipamento DIONEX, equipado com

detector PAD (detecção por amperometria pulsada). O teor de lignina foi obtido conforme os procedimentos da *Technical Association of the Pulp and Paper Industry (Tappi)*, *Useful method UM 250* e *Technical Association of the Pulp and Paper Industry (Tappi)*, *T 222 om-98*.

A Tabela 3.2 apresenta o resultado da composição química do cimento. A composição química demonstrou que o cimento é composto predominantemente pelo óxido de cálcio (63,5%) e dióxido de silício (20,9%). Utilizou-se o cimento CPP- classe G devido ao fato deste cimento não conter adições minerais, ou seja, é o mais puro que os demais cimentos.

Tabela 3.2 – Composição química do cimento utilizado.

Determinações	Composição (%)
Perda ao fogo (PF)	1,26
Anidrido silícico (SiO ₂)	20,9
Óxido de alumínio (Al ₂ O ₃)	4,32
Óxido férrico (Fe ₂ O ₃)	5,05
Óxido de cálcio (CaO)	63,5
Óxido de magnésio (MgO)	1,60
Anidrido sulfúrico (SO ₃)	2,29
Óxido de sódio (Na ₂ O)	0,26
Óxido de potássio (K ₂ O)	0,65
Sulfeto (S ²⁻)	não detectado
Óxido de cálcio livre (CaO)	2,60
Resíduo insolúvel (RI)	0,34
Anidrido carbônico (CO ₂)	0,58
Equivalente alcalino (em Na ₂ O)*	0,68
Material carbonático (em CaCO ₃)**	1,32

* Equivalente alcalino (em Na₂O) = % Na₂O + 0,658 x %K₂O.

** Teor calculado estequiometricamente por meio do resultado de ensaio do anidrido carbônico (CaCO₃ = % CO₂ x 2,27).

As composições químicas da sílica ativa e da sílica 120# são apresentadas na Tabela 3.3. Observa-se que os dois materiais são compostos principalmente por dióxido de silício (95,41% para a sílica ativa e 95,47% para a sílica 120#).

Tabela 3.3 – Composição química da sílica ativa e da sílica 120#.

Composto Químico	Sílica Ativa	Sílica 120#
	Composição (%)	
SiO ₂	95,41	95,47
SO ₃	1,67	1,66
P ₂ O ₅	0,99	1,31
Al ₂ O ₃	-	1,02
K ₂ O	0,91	-
CaO	0,85	0,36
Fe ₂ O ₃	0,09	0,14
MnO	0,03	0,03
CuO	-	0,01
Outros	0,05	-

A composição química das fibras de eucalipto e pinho é mostrada na Tabela 3.4. Embora a análise termogravimétrica não indique a presença de hemicelulose, através da composição química (ver item 3.1.4) é possível observar que há hemicelulose em ambas as fibras. As coníferas, geralmente, apresentam maior teor de lignina e hemicelulose que as fibras de folhosas (BÉLTRAN, 2011). As fibras de eucalipto apresentaram teor de celulose de 84,5%, 15,5% de hemicelulose e nenhuma lignina. Sendo este último valor já esperado, uma vez que as fibras, além de terem passado por um processo químico de polpação, elas foram branqueadas. Por sua vez, as fibras de pinho, por serem não-branqueadas, apresentaram lignina e extrativos.

Tabela 3.4 – Composição química das fibras kraft branqueada de eucalipto e das fibras kraft não-branqueadas de pinho.

Composto	Fibras de Eucalipto	Fibras de Pinho
	Composição (%)	
Celulose	84,5	77,1
Hemicelulose	15,5	18,89
Lignina Total	ND	3,87
Extrativo Total	ND	0,14

3.1.4 Análises Térmica Diferencial e Termogravimétrica

As análises térmica diferencial (DTA) e termogravimétrica (TG) das fibras foram realizadas no equipamento SDT Q600 da TA Instruments® do Laboratório de

Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ. O procedimento e as condições de ensaio são descritas a seguir:

- Inicialmente, foi pesada uma quantidade de aproximadamente de 10 mg de amostra em um cadinho de platina e o cadinho foi colocado no equipamento;
- A amostra foi aquecida até 35 °C e esta temperatura foi mantida por 1 hora com a finalidade de eliminar a água livre presente na amostra;
- Após a isoterma, a amostra foi submetida a um aquecimento sob a taxa de 10 °C/min até a temperatura de 1000 °C.

Deve-se ressaltar que todas as análises foram feitas sob uma atmosfera inerte (N₂) com um fluxo máximo de nitrogênio de 100 ml/min e os resultados das análises foram expressos em porcentagem de massa calcinada do cimento.

A Figura 3.5 mostra as análises termogravimétrica e térmica diferencial da fibra de eucalipto. Na curva DTG, observa-se um pico inicial entre 60 e 100 °C, que corresponde à vaporização da água presente na amostra, e também um pico que ocorre a cerca de 360°C, devido à decomposição da celulose. Outra decomposição também era esperada por volta de 310 °C que estaria relacionada principalmente com a volatilização da hemicelulose, porém isso não ocorre. Isto deve ser atribuído ao fato da fibra ter passado por processo químico de polpação, e, assim, ter todos ou parte dos componentes da hemicelulose modificados. Ao final, a lignina é o componente mais resistente a degradação. Ela se estende até altas temperaturas, não havendo assim um pico de decomposição característico (BARNETO *et al.*, 2011; HOYOS, 2013).

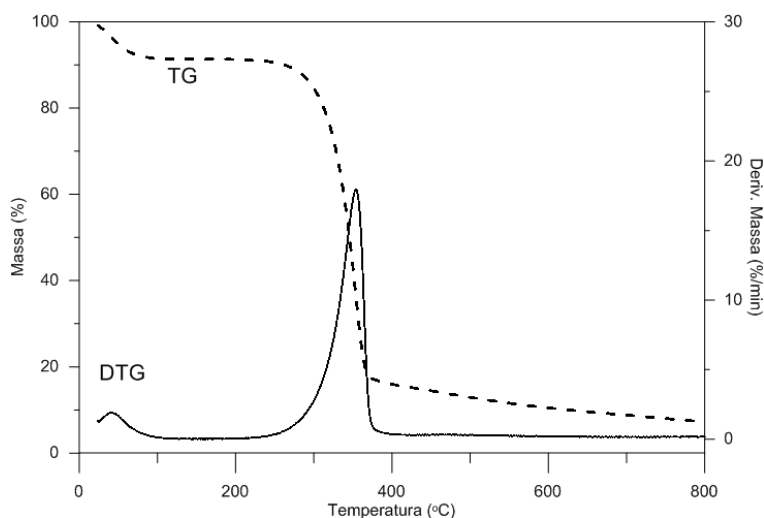


Figura 3.5 – Análises termogravimétrica e térmica diferencial da fibra de eucalipto.

A Figura 3.6 mostra as análises termogravimétrica e térmica diferencial da fibra de pinho. O ressalto na perda de massa correspondente principalmente a volatilização da hemicelulose também não é observada para essa polpa. De forma análoga às fibras de eucalipto, o principal pico aparece em torno de 360°C, que é devido, principalmente, à volatilização da celulose.

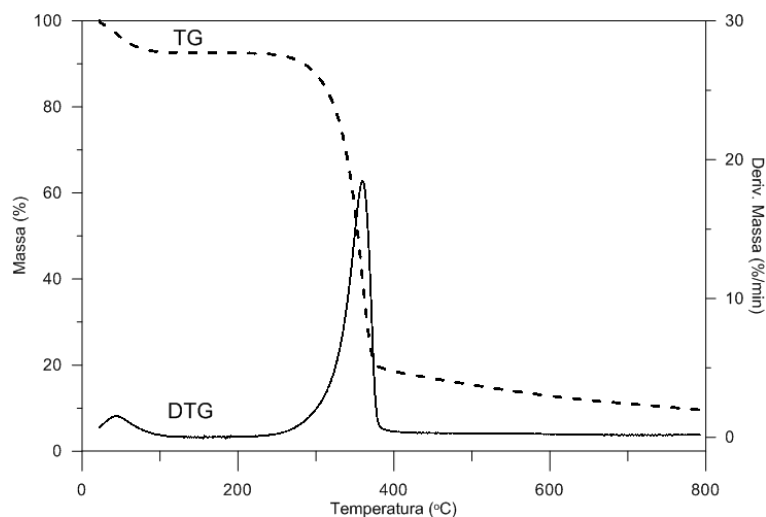


Figura 3.6 – Análises termogravimétrica e térmica diferencial da fibra de pinho.

3.1.5 *Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura*

As imagens da seção transversal e da morfologia das fibras foram obtidas em microscópio eletrônico de varredura JEOL® JSM-6460 LV com captação de sinais de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, do Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica e Microanálise (LABMIC) do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (COPPE/UFRJ). As imagens foram obtidas por elétrons secundários e o feixe de elétrons principal foi gerado a partir de filamento de tungstênio operando a 20 kV. As amostras foram aderidas por adesivo de carbono em porta-amostras e recobertas com fina camada de ouro através de um metalizador.

O diâmetro equivalente médio das fibras de eucalipto foi determinado por imagens de microscopia eletrônica de varredura das seções transversais das fibras com 10 medições aleatórias. A partir destas imagens, a área da seção (que é oval, vide Figura 3.8) foi obtida e calculou-se o diâmetro de uma circunferência equivalente com mesma área. O valor médio obtido para o diâmetro equivalente foi de $9 \pm 2 \mu\text{m}$. A Figura 3.7 mostra as fibras vistas no microscópio eletrônico com aumento de 60 vezes e, no detalhe, a imagem de uma fibra.

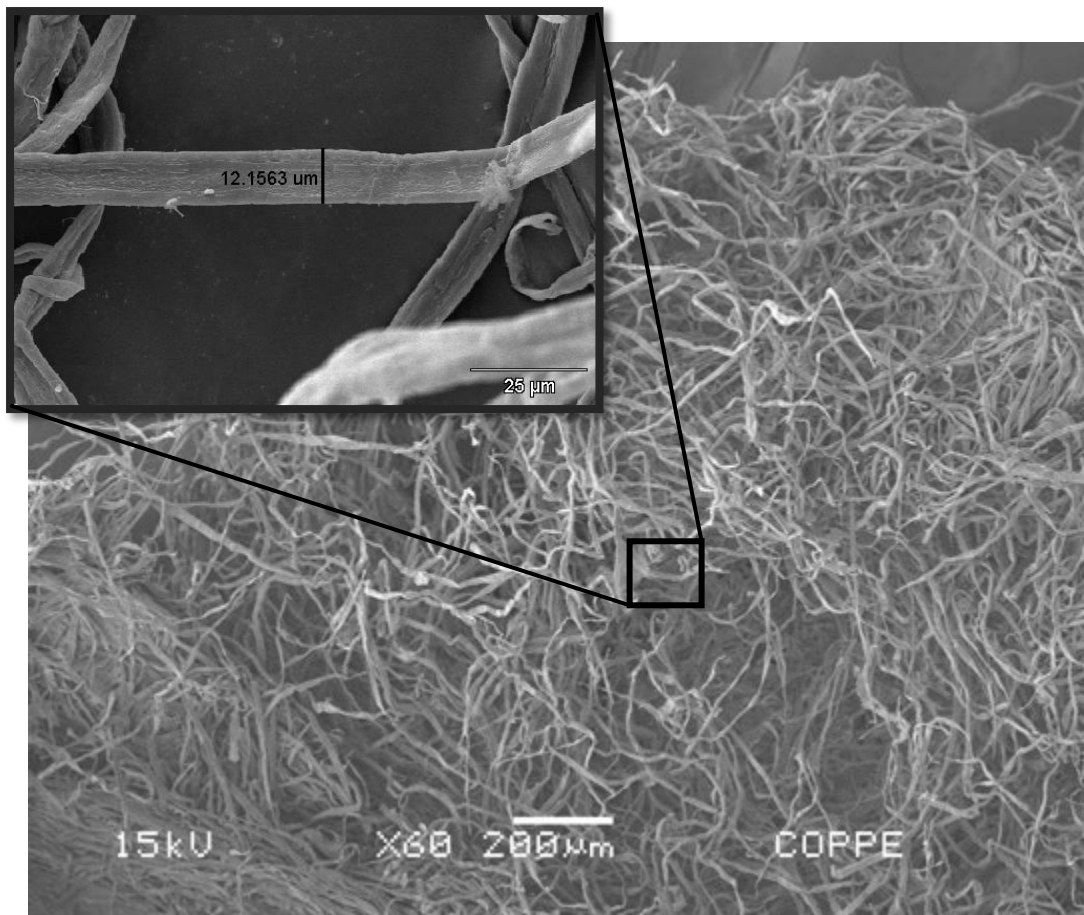


Figura 3.7 - Fibras kraft de eucalipto vistas por microscopia eletrônica de varredura com aumento de 60 vezes. No detalhe, a imagem de uma fibra.

Na Figura 3.8, pode-se observar a seção transversal da fibra de eucalipto. A fibra de eucalipto possui forma tubular com uma cavidade interna oca, isto é o lúmen, uma característica típica das fibras vegetais, seção transversal ovalada e parede espessa.

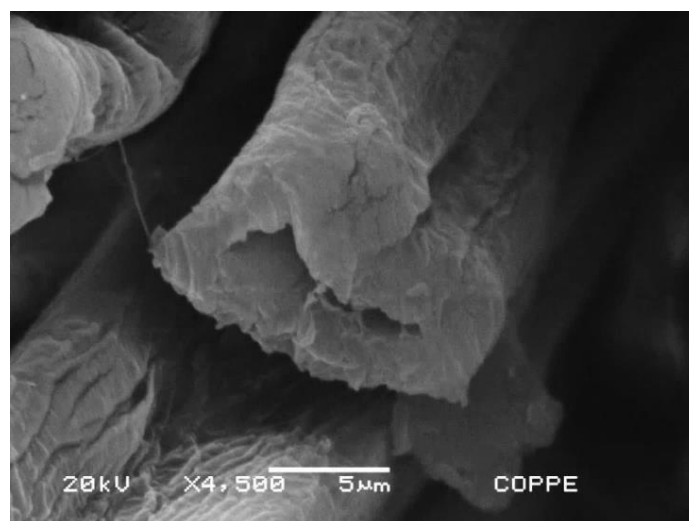


Figura 3.8 – Seção transversal das fibras kraft de eucalipto.

O diâmetro equivalente médio das fibras de pinho foi determinado por imagens de microscopia eletrônica de varredura com 20 medições aleatórias e de maneira similar ao diâmetro das fibras de eucalipto. O valor médio obtido para o diâmetro equivalente foi de $20 \pm 3 \mu\text{m}$. A Figura 3.9 mostra as fibras vistas no microscópio eletrônico com aumento de 60 vezes e, no detalhe, a imagem de uma fibra.

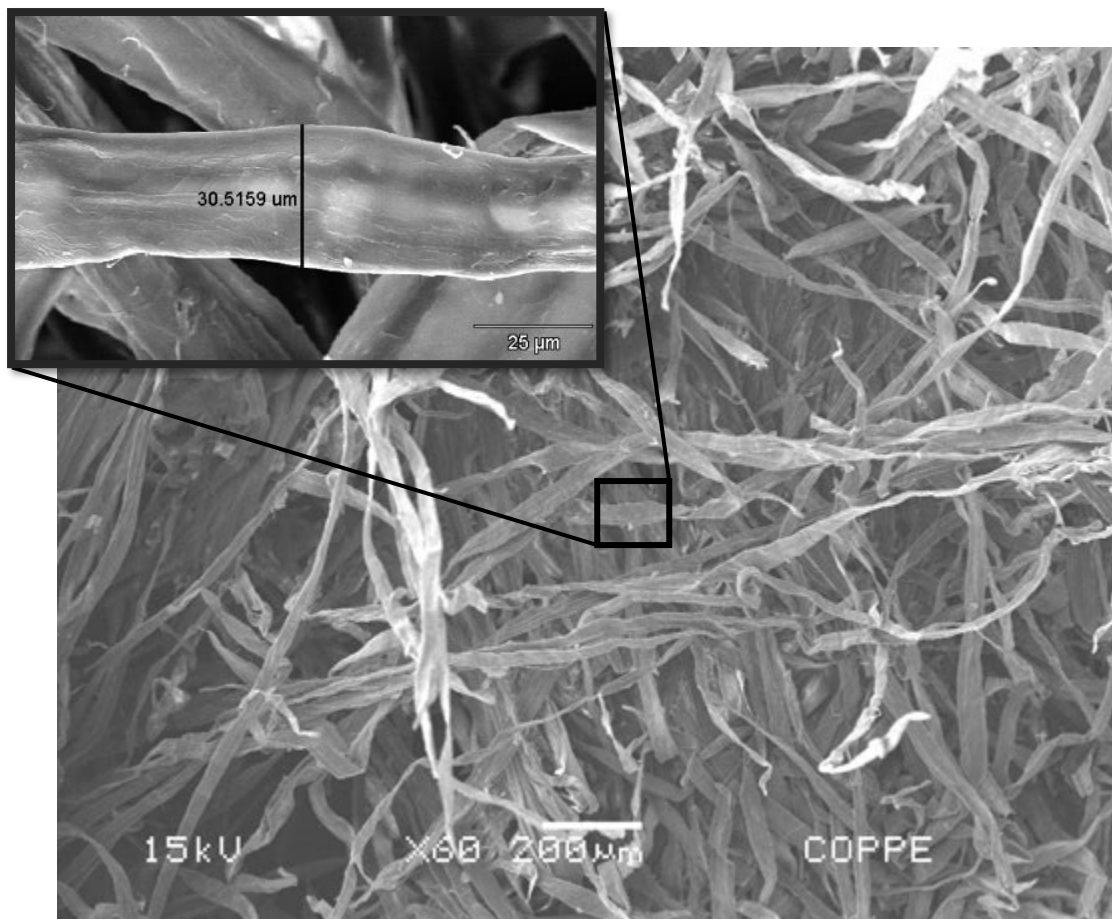


Figura 3.9 - Fibras kraft de pinho vistas por microscopia eletrônica de varredura com aumento de 60 vezes. No detalhe, a imagem de uma fibra.

Na Figura 3.10, mostra-se a seção transversal da fibra de pinho. A fibra de pinho, assim com a de eucalipto, possui forma tubular com uma cavidade interna oca, um único lúmen, seção transversal oval e uma parede espessa.

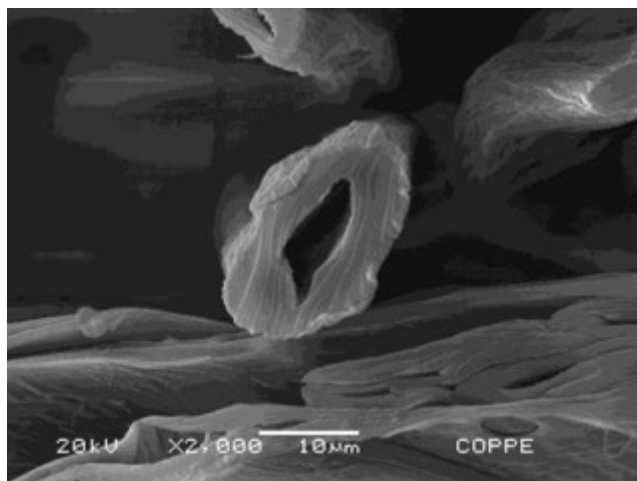


Figura 3.10 – Seção transversal das fibras kraft de pinho.

3.1.6 *Compatibilidade e Ponto de Saturação*

A compatibilidade e o ponto de saturação do cimento com o superplastificante (SP) foram determinados a partir do escoamento das pastas em cone de *Marsh* (Figura 3.11). O ensaio consiste em registrar o tempo necessário para uma pasta de cimento escoar e preencher uma proveta de 1000 ml, através de um cone com abertura de 5 mm de diâmetro. A mesma pasta é utilizada nos tempos de escoamento de 10, 30 e 60 minutos, a contar do início do contato da água/superplastificante com o cimento. Todas as misturas foram realizadas com um misturador mecânico e as relações água/cimento foram de 0,45.

As porcentagens de superplastificante (SP) utilizadas foram 0,20; 0,25; 0,30; 0,35 e 0,4% (porcentagem do teor de sólidos do superplastificante em relação à massa de materiais cimentícios — cimento mais sílica ativa).

O procedimento de mistura e medição segue os seguintes passos:

- Pesagem da água e do SP no copo do misturador com o auxílio de balança de precisão de 0,01 g;
- Para o primeiro ponto de escoamento, mistura-se por 10 s a água e o superplastificante e adicionar o cimento em um tempo de até 50 s;
- Após o tempo de 1 min e 30 s, contados a partir do contato da água com o cimento, o misturador é desligado durante 15 s, para limpeza da parede do copo. A seguir mistura-se novamente até completar 8 min;
- Completados 8 min de mistura, a pasta é posta em descanso por 1 min, para posterior mistura durante 30 s. Em seguida, é vertida no cone

Marsh dentro do tempo de 30 s restantes, ou seja, até completar 10 min;

- A pasta é escoada pela abertura do funil ao completar 10 min, sendo medido o tempo para preencher a proveta de 1000 ml. Ao final do processo o material volta ao recipiente e permanece em descanso até o próximo tempo de escoamento;
- Para o ponto de escoamento de 30 min, o material em repouso é misturado 1 min antes de atingir seu tempo, de forma a ser dividido em 30 s de mistura e 30 s para verter o material no cone e iniciar seu escoamento durante determinado período de tempo para completar a proveta de 1000 ml. Da mesma forma procede-se com o tempo de escoamento de 60 min.

Ao final do ensaio foram gerados os gráficos do tempo de escoamento *versus* dosagem de SP, no qual se verifica a compatibilidade entre o cimento e o SP, além do ponto de saturação.



Figura 3.11 – Ensaio de compatibilidade e ponto de saturação pelo cone Marsh.

A Figura 3.12 apresenta os resultados do ensaio de compatibilidade entre os materiais cimentícios (cimento + sílica ativa) e o superplastificante Glenium 51. Nota-se que o tempo de escoamento diminuiu com o aumento no teor de superplastificante para os intervalos de tempo estudados, até um teor de superplastificante de 0,3%. Após este valor não houve mudanças significativas no tempo de escoamento. Os resultados indicam que existe compatibilidade entre os materiais cimentícios e o superplastificante e que o ponto de saturação é de 0,3%.

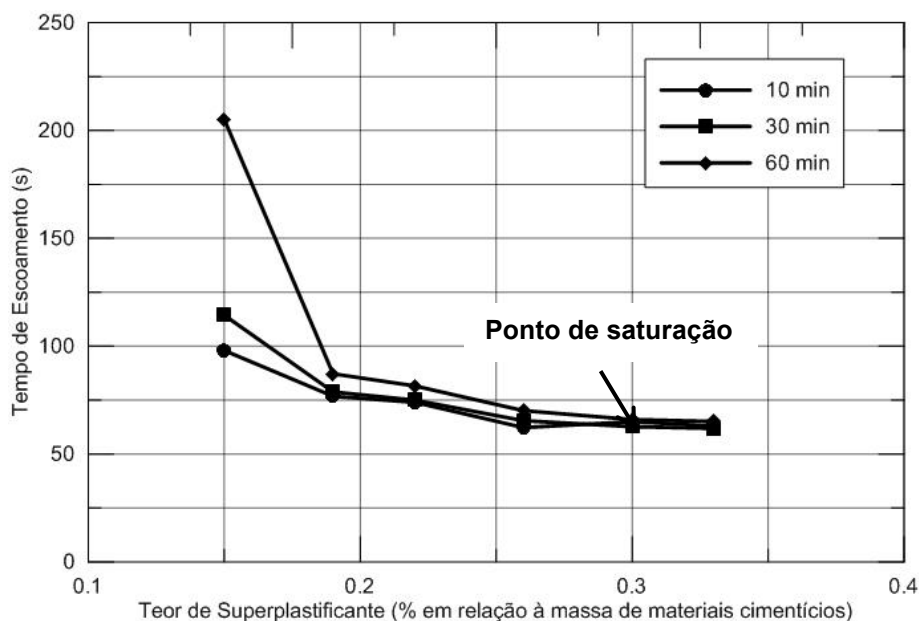


Figura 3.12 – Ponto de saturação para a mistura de cimento e sílica ativa.

3.2 *Dosagem, Preparo e Cura das Pastas*

A composição dos compósitos produzidos neste trabalho é apresentada na Tabela 3.5. Foram utilizados dois tipos de fibra de celulose: eucalipto (EU) e pinho (PI). As frações volumétricas de fibras utilizadas foram de 0,25, 0,50 e 1,0%. Os materiais cimentícios utilizados foram a sílica ativa (SA) e o cimento (C) nas porcentagens de 35% e 65% da massa total de materiais cimentícios, respectivamente, conforme foi explicado no item 2.1.2. Para todas as misturas o teor de superplastificante (SP) foi o mesmo com o intuito de que não houvesse interferência nas curvas dos ensaios de calorimetria adiabática e isotérmica. O valor foi o determinado pelos ensaios de compatibilidade e ponto de saturação (item 3.1.4) que é igual a 0,3% em relação à massa de materiais cimentícios (C+SA). A relação água/materiais cimentícios (w/mc) foi de 0,55.

Utilizou-se também um agregado fino, quartzo moído (A), numa relação 1:1 com os materiais cimentícios. Foi necessário utilizar um agregado, pois se não fosse assim o consumo de cimento por m^3 seria alto (em torno de 800 kg), por consequência o total de elevação adiabática seria muito elevado também, indo muito além da limitação dos calorímetros adiabáticos (temperatura de ebulição da água). Além disso, seria também provável a ocorrência de problemas com retração devido à falta de agregado.

Tabela 3.5 – Composição (kg/m³) das misturas utilizadas neste trabalho.

Mistura	C	SA	A	w	SP	EU	PI
REF	511,0	275,1	786,1	432,3	2,36	-	-
EU 0,25%	509,7	274,4	784,1	431,3	2,35	4,2	-
EU 0,50%	508,4	273,7	782,1	430,2	2,35	8,4	-
EU 1,0%	505,9	272,4	778,2	428,0	2,33	16,8	-
PI 0,25%	509,7	274,4	784,1	431,3	2,35	-	4,0
PI 0,50%	508,4	273,7	782,1	430,2	2,35	-	8,0
PI 1,0%	505,9	272,4	778,2	428,0	2,33	-	16,0

As fibras de eucalipto foram fornecidas em forma de flocos aglomerados (Figura 3.13). Assim, foi necessário submetê-las a um processo de dispersão antes de introduzi-las nas misturas. Para isso, utilizou-se o dispersor ultrassônico para dispersar as fibras de eucalipto. O procedimento de dispersão adotado foi semelhante ao descrito em KONSTA-GDOUTOS *et al.*(2010), porém não foi utilizado nenhuma substância surfactante no processo.



Figura 3.13 - Fibras de eucalipto antes da dispersão.

Visando a melhor dispersão das fibras, optou-se, em um primeiro momento, dispersar as fibras com a quantidade total de água da mistura e, antes de iniciar o procedimento de mistura, verter a solução no copo do misturador. Todavia, para a fração mais alta de fibras (1%), ao adicionar os materiais secos, a mistura com uma aparência muito “seca” e não foi possível concluir o procedimento. Assim, optou-se por separar a maior quantidade possível de água da mistura para dispersão das fibras, mas permitindo também que, com a quantidade restante de água, haja uma boa homogeneização da pasta antes da adição das fibras. As quantidades foram de 75 ml e 200 ml para um volume de pasta de 600 ml e 1.600 ml, respectivamente.

O procedimento de dispersão segue os seguintes passos:

- Pesagem da quantidade de fibras de eucalipto em um bécker com capacidade de 250 ml, adicionando logo em seguida a quantidade de água reservada correspondente da mistura;
- Após a adição da água, o bécker foi colocado no dispersor ultrassônico *Sonics & Materials*® modelo VCX750 do Laboratório de Estruturas da COPPE/UFRJ e levantado até que o nível da solução coincida com a linha indicada no equipamento (Figura 3.14b);
- O equipamento é ligado e programado para que a solução seja submetida a três minutos de sonicação com um ciclo de 20s ligado/20s desligado para evitar superaquecimento do material. A amplitude utilizada foi de 50%;
- Inicializa-se o processo de dispersão. Ao final, o aspecto das fibras dispersas é mostrado na Figura 3.14c.

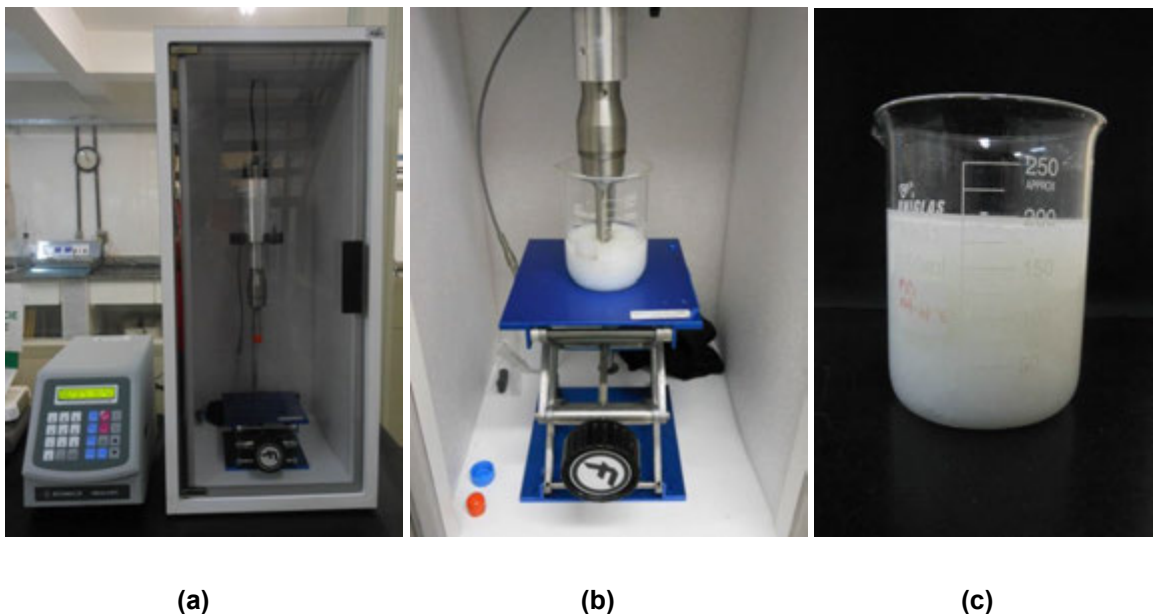


Figura 3.14 – Processo de dispersão das fibras de eucalipto: **(a)** dispersor ultrassônico *Sonics & Materials* modelo VCX 750; **(b)** fibras durante o processo de dispersão; **(c)** fibras dispersas.

As fibras kraft de pinho foram fornecidas em forma acartonada como mostra a Figura 3.15. Assim como as fibras de eucalipto, antes de adicioná-las em misturas foi preciso dispersá-las. Para isso, dispersaram-se as fibras de forma semelhante ao processo de dispersão brevemente descrito em SILVA (2002). Entretanto, para a

filtração das fibras, não foi utilizada vácuo conforme procedeu o autor em sua pesquisa.



Figura 3.15 – Fibra de pinho em forma acartonada.

As fibras foram adicionadas à água, numa concentração aproximada de 2% em massa, no misturador de palhetas *Chandler* com capacidade de 1 litro do Laboratório de Estruturas da COPPE/UFRJ. Foram misturadas com uma velocidade em torno de 4000 rpm por 5 minutos. A seguir, as fibras foram filtradas com um tecido feito de elastano (*lycra*®) e pesadas para determinação da quantidade de água retida pelas fibras. A quantidade de água retida pelas fibras foi em torno de 550% em relação a massa de fibras utilizadas no início do processo. No final, as fibras foram refrigeradas num recipiente fechado na sala climatizada à 4 ± 2 °C. A Figura 3.16 mostra os equipamentos e ilustra os procedimentos realizados.

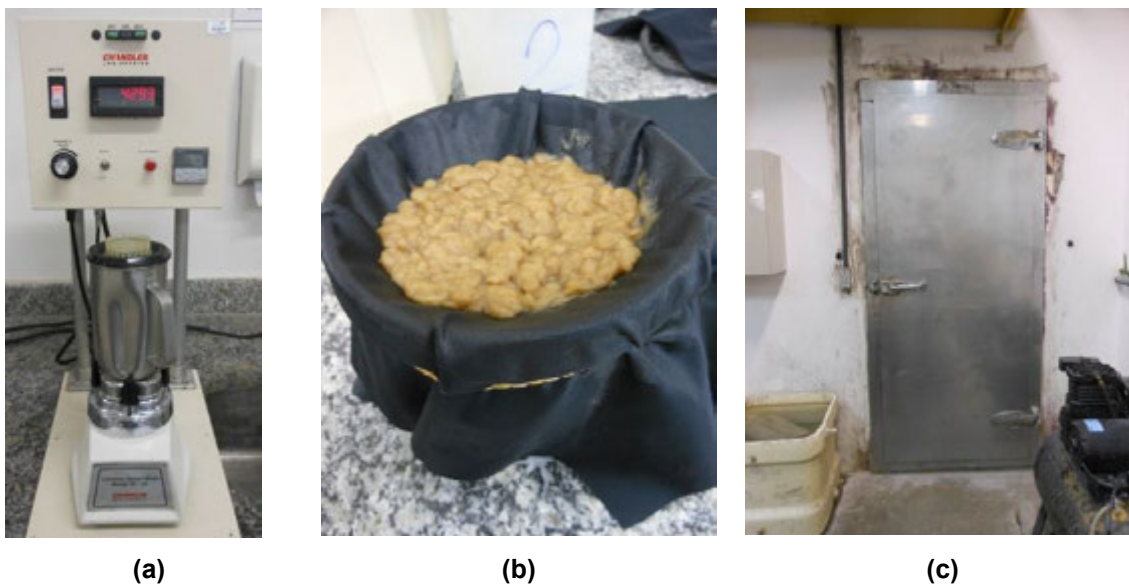


Figura 3.16 – Processo de dispersão das fibras kraft em água: **(a)** misturador de palhetas *Chandler*; **(b)** filtração com *lycra* e **(c)** sala climatizada a 4°C utilizada para refrigeração.

O procedimento de preparo das pastas foi feito com auxílio do misturador de palhetas *Chandler* com capacidade de 3 litros do Laboratório de Estruturas da COPPE/UFRJ (ver Figura 3.17) e consistiu em:

- Pesagem e homogeneização dos materiais pulverulentos em um saco plástico. Para o preparo das pastas fibrosas, as fibras de eucalipto foram pesadas separadamente em um bécker e, na sequência, foi adicionada a água reservada para a dispersão das fibras, conforme já descrito. Para as pastas contendo fibras de pinho foram retiradas da câmara de 4°C as fibras já dispersas e pesadas também em um recipiente a parte;
- Pesagem do superplastificante no copo do misturador, adicionando em seguida a água;
- Agitação da água de mistura (água e aditivo) em velocidade de 3800 rpm durante 10 segundos;
- Adição da mistura seca aos líquidos com auxílio de um funil e uma espátula em um tempo de até 2 minutos, para volumes de pasta iguais ou inferiores a 600 ml, mantendo a velocidade igual a 3800 rpm. Para volumes maiores que 600 ml, adição dos materiais foi em um tempo de até 2 minutos e 30 segundos. Após este tempo, o misturador é desligado durante um minuto e 30 segundos, para limpeza da parede do copo;
- Agitação da pasta por 4 minutos com a velocidade constante de 2400 rpm. Na metade deste tempo, pausa de um minuto para uma nova limpeza da parede do copo e, para as pastas fibrosas, verificação do estado de dispersão das fibras. Para as pastas fibrosas a adição das fibras ocorre nos primeiros 2 minutos.



Figura 3.17 – Misturador *Chandler* utilizado para o preparo das misturas.

Ressalta-se que, para volumes de pasta maiores de 600 ml, manteve-se o tempo de mistura e pausas, porém velocidades maiores foram usadas com a finalidade de se manter constante a energia de mistura a qual, para o procedimento adotado nesta pesquisa, equivale a 3,5 kJ/kg de pasta. Para o cálculo da energia de mistura, foi utilizada a equação desenvolvida por VORKINN e SANDERS (1993). Tal equação permite a determinação da energia de mistura/massa de mistura em função da rotação e do tempo de mistura em cada rotação e ela é apresentada a seguir.

$$\frac{E}{M} = \frac{k}{V} \times \sum \left[\left(\frac{2 \times \pi \times rpm}{60} \right)^2 \times t \right] \quad \text{Equação 3.1}$$

Onde:

E é a energia de mistura, em quilojoules (kJ);

M é a massa da pasta, em quilogramas (kg);

K é uma constante determinada experimentalmente, que é igual a $6,1 \times 10^{-8}$;

V é o volume de pasta, em litros (l);

t é o tempo de mistura, em segundos (s).

Para realizar os ensaios mecânicos, como compressão uniaxial, triaxial e flexão, foram moldados corpos-de-prova e o procedimento de moldagem é descrito a seguir.

As misturas, após o seu preparo, foram vertidas nos moldes em duas camadas de pasta. Em cada camada, foram realizados movimentos lentos e circulares com

auxílio de um bastão de vidro por 30 segundos sendo os primeiros 15 segundos no sentido horário e, depois, anti-horário. Ao final da segunda camada, 20 batidas leves foram dadas no fundo do molde com auxílio de um soquete metálico. A finalidade deste procedimento foi o de eliminar bolhas de ar provenientes do processo de mistura dos materiais. Os moldes preenchidos foram então colocados, junto com panos úmidos, para curar em um pequeno armário fechado por portas de acrílico durante um período de 24 horas à temperatura de 21 ± 1 °C e umidade relativa igual a 100% (Figura 3.18). Após este período, os corpos-de-prova foram desmoldados e a cura dos mesmos ocorreu em uma câmara de cura com temperatura de 21 ± 1 °C e umidade relativa igual a 100%, onde permaneceram até um dia antes da idade de ensaio. Neste último dia é necessário para que os corpos-de-prova sejam instrumentados e faceados.



Figura 3.18 – Câmara de cura dos corpos-de-prova durante as primeiras 24 horas.

3.3 Caracterização das Pastas no Estado Fresco

3.3.1 Água Livre

O teor de água livre foi determinado utilizando o procedimento descrito na ABNT NBR 9831 (2006). As pastas foram preparadas e homogeneizadas conforme descrito no item 3.1.8. Após a homogeneização, uma massa de pasta de 760 ± 5 g foi vertida em um frasco de Erlenmeyer (Figura 3.19). O frasco foi lacrado em seguida e mantido em repouso por um período de 2 horas. Ao final, a quantidade de fase sobrenadante foi retirada com auxílio de uma pipeta e seu valor, em ml, registrado. O conteúdo de água livre é calculado conforme a Equação 3.2.

$$A_l = \frac{V_{al} \times \rho}{m_p} \times 100 \quad \text{Equação 3.2}$$

Onde:

A_l é o conteúdo de água livre da pasta, em porcentagem volumétrica;

V_{al} é o volume de fluido sobrenadante coletado, em mililitros;

m_p é a massa inicial da pasta, em gramas;

ρ é a densidade da pasta, em gramas por centímetro cúbico, para pastas preparadas somente com cimento CPP – classe G pode ser considerada igual a 1,90 g/cm³.



Figura 3.19 - Ensaio de água livre.

3.3.2 Reologia

3.3.2.1 Índice de Consistência

De acordo com NOCUN-WCZELIK *et al.* (2013), a utilização de um alto teor de superplastificante pode alterar a evolução do calor de hidratação, a hidratação de diferentes cimentos e a formação de produtos hidratados. Com o objetivo de evitar tal efeito durante os ensaios de calorimetria, optou-se por manter a taxa de superplastificante igual para todas as misturas. Logo, não foi estabelecido um valor fixo para consistência.

A consistência das pastas foi determinada através da mesa de consistência padrão, segundo a ABNT NBR 13276 (2002). Na Figura 3.20 mostra-se o espalhamento da mistura REF (mistura de referência).



Figura 3.20 - Ensaio de espalhamento na mesa de consistência padrão.

3.3.2.2 Tensão de Escoamento – Vane Test

Para caracterização reológica de pastas, utilizou-se o reômetro *Brookfield®* modelo *DV-III Ultra* e a geometria escolhida foi a de palhetas em cruz (*vane spindle*). A Figura 3.21 mostra as palhetas e o equipamento utilizados.

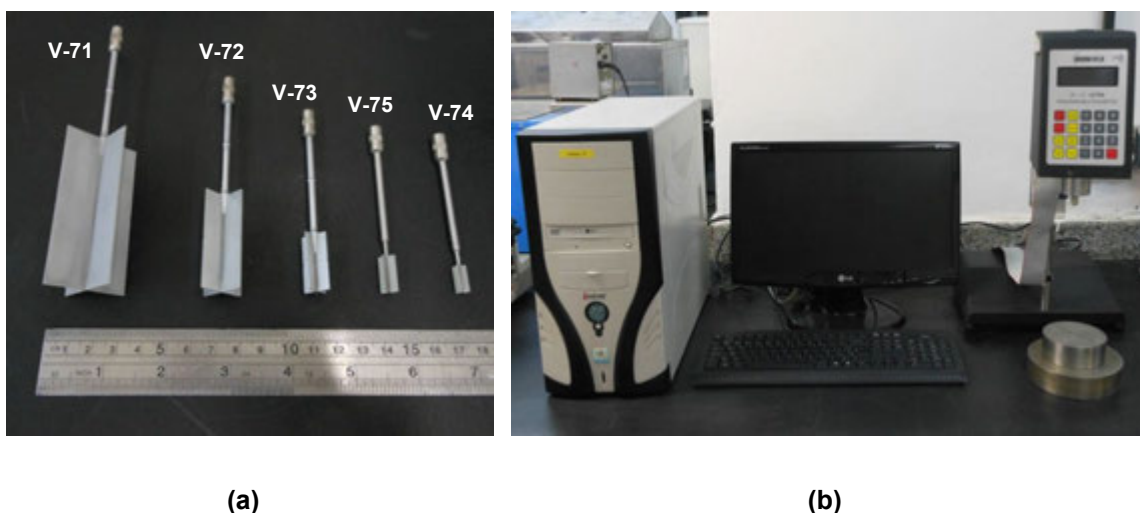


Figura 3.21 – Reômetro Brookfield modelo DV-III Ultra do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ: (a) conjunto de palhetas em formato de cruz (*vane spindle*); (b) reômetro com um computador acoplado para aquisição dos dados.

O reômetro *Brookfield®* modelo *DV-III Ultra* é um aparelho que consegue medir parâmetros reológicos de um fluido, como viscosidade e limite de escoamento, de

forma programável, isto é, evitando erros aleatórios devidos ao manuseio humano. O seu princípio de funcionamento é rotacionar uma palheta (que está imersa no fluido de teste) através de uma mola calibrada, as duas conectadas por uma rosca. A resistência do fluido ao movimento da palheta é medida pela deflexão da mola. E esta deflexão é medida com um transdutor rotativo. A Figura 3.22 ilustra o funcionamento do reômetro. O valor de torque máximo que o reômetro pode alcançar é de 5,75 mN.m.

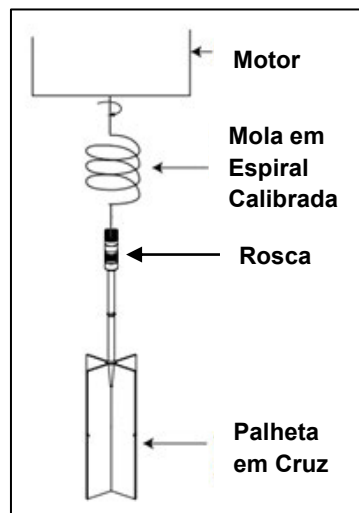


Figura 3.22 – Representação esquemática do funcionamento do reômetro *Brookfield* modelo *DV-III Ultra* (adaptado de BROOKFIELD, 2012).

O método *Vane* ou método do rotor de hélice é um método simples, mas eficiente de medir o limite de escoamento dentre outras propriedades de fluidos não newtonianos. BARNES e NGUYEN (2001) pontuaram as principais vantagens deste método perante outros métodos. Eles destacam a simplicidade de fabricação, a facilidade de manter a palheta limpa e, o mais importante, a expressiva mitigação dos efeitos de escorregamento do fluido pela superfície da palheta (*wall-slip effects*). Este método tem sido amplamente utilizado por diversas áreas incluindo a área de engenharia dos alimentos, de dispersões coloidais inorgânicas, da geotecnia e também na área de materiais cimentícios (BARNES e NGUYEN, 2001).

O método consiste em, basicamente, submeter a amostra a uma taxa de cisalhamento muito baixa e constante, geralmente de 36°/min (0,1 rpm), até que a amostra comece a fluir. O valor da tensão de cisalhamento em que a amostra começa a fluir é chamado de limite de escoamento. Até este ponto, a amostra se comporta linearmente, ou seja, se a tensão fosse cessada a amostra não apresentaria deformação. A partir deste ponto, a amostra começa a fluir e a deformação é

temporariamente irreversível (SCHRAMM, 2006). A Figura 3.23 mostra uma curva típica tensão de cisalhamento *versus* tempo para fluidos não-newtonianos, como pastas, submetidos a taxa de deformação constante.

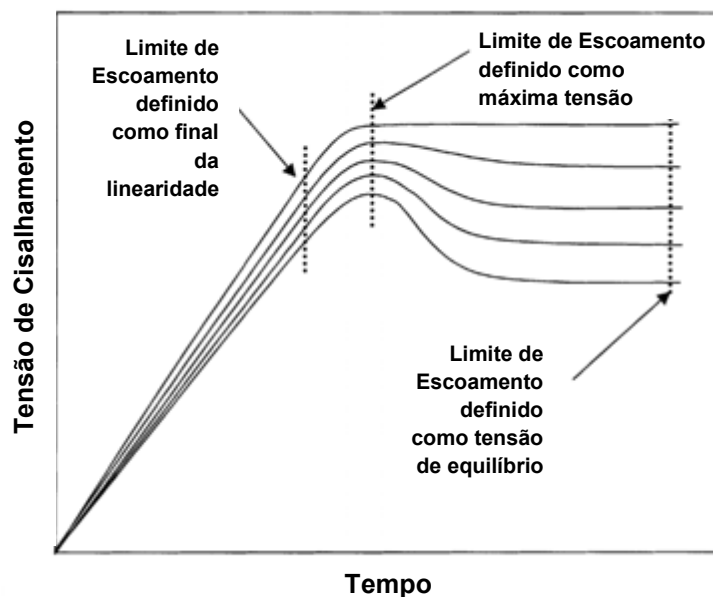


Figura 3.23 – Curva típica tensão de cisalhamento *versus* tempo (adaptado de BARNES e NGUYEN, 2001).

É importante ressaltar a divergência entre os pesquisadores em relação a um conceito preciso de limite de escoamento. Em alguns trabalhos, o limite de escoamento é definido como o ponto em que se observa o fim do trecho elástico, em outros como o valor máximo da tensão. Ainda há trabalhos em que o limite de escoamento é dado como a tensão constante observada ao final da região de escoamento do fluido (BARNES e NGUYEN, 2001). Nesta pesquisa a definição adotada foi a da máxima tensão para o limite de escoamento, por se tratar do conceito mais utilizado em pesquisas com materiais cimentícios (BAUER *et al.*, 2007; MAHAUT *et al.*, 2008; SOUZA, 2005).

O procedimento utilizado para o ensaio de reologia foi:

- Após preparo de 600 ml de mistura conforme descrito no item 3.2, a pasta foi vertida em um bécker de 600 ml e, a cada 200 ml, foi utilizado um soquete para uniformização da superfície dando 20 batidas;
- Preenchido o bécker, o mesmo foi posicionado na base de aço e a palheta foi atarraxada ao equipamento tomando cuidado com a mola em espiral;

- A palheta foi baixada até que o nível da amostra coincidissem com a marca superior indicada na palheta e, ao final, inicia-se o ensaio.

Os ensaios foram realizados com uma velocidade de 0,1 rpm, como também utilizada por BAUER *et al.* (2007), e os pontos obtidos a cada 5 segundos. Toda vez que o reômetro era ligado, o equipamento era zerado (procedimento recomendado pelo fabricante do equipamento). Os números das palhetas utilizadas para os ensaios estão na Tabela 3.6 junto com os valores do torque máximo obtidos durante os ensaios.

Conforme o manual do fabricante (BROOKFIELD, 2012), o torque máximo gerado pela resistência da mistura a rotação da palheta deve estar entre 10 e 100% para que os resultados obtidos sejam confiáveis. Com esta restrição, não foi possível utilizar somente uma palheta para todas as misturas. Quanto maior o número da palheta, menores são o diâmetro e o comprimento da palheta e, conseqüentemente, a área cisalhada. Como o torque obtido é uma medida da resistência da mistura ao cisalhamento, quanto maior for essa área ou quanto mais viscosa for a mistura, maior resistência ao fluxo, gerando um maior torque. Assim, para misturas mais viscosas, deve-se utilizar palhetas com menor área para que o torque máximo não ultrapasse o limite superior de 100% e, para as misturas fluidas, deve-se utilizar as palhetas de forma que a área seja suficiente para gerar um torque que não fique abaixo do limite inferior de 10%.

Tabela 3.6 – Número das palhetas utilizadas no *vane test* e o torque máximo obtido.

Mistura	Palheta	Torque máximo (%)
Referência	V-72	15,74
EU 0,25%	V-73	14,08
EU 0,50%	V-73	42,52
EU 1,0%	V-75	48,03
PI 0,25%	V-73	11,00
PI 0,50%	V-73	28,52
PI 1,0%	V-75	47,24

Para o cálculo do limite de escoamento, assume-se que a superfície de cisalhamento criada pela palheta seja a de um cilindro de diâmetro igual a da palheta e que a tensão esteja uniformemente distribuída em toda a superfície (NGUYEN e BOGER, 1985). Assim, a taxa de cisalhamento e a tensão de cisalhamento foram

calculadas segundo a Equação 3.3 e Equação 3.4, respectivamente, com auxílio do valor da velocidade angular que foi obtido pela Equação 3.5.

$$\gamma = \frac{2\omega R_c^2 R_b^2}{\chi^2 [R_c^2 - R_b^2]} \quad \text{Equação 3.3}$$

$$\tau = \frac{TK \times YMC \times T}{10} \quad \text{Equação 3.4}$$

$$\omega = \frac{2\pi}{60} \Omega \quad \text{Equação 3.5}$$

Onde:

γ é taxa de deformação (s^{-1});

R_c é o raio do bécker que contem a amostra (cm);

R_b é o raio da palheta (cm);

χ é o raio em que a superfície de cisalhamento ocorre que, para palheta em cruz, é igual a R_b (cm);

ω é a velocidade angular da palheta (rad/s);

Ω é a velocidade da palheta em rpm;

τ é a tensão de cisalhamento (Pa);

TK é a constante relacionada com o modelo do reômetro que é igual a 8 para o modelo HBDV-III Ultra (BROOKFIELD, 2012);

YMC é a constante relacionada com as dimensões da palheta (Tabela 3.7);

T é o valor do torque medido pelo equipamento, em porcentagem.

Tabela 3.7 – Valores de YMC e dimensões das palhetas em cruz (adaptado de BROOKFIELD, 2012).

Nº da Palheta	YMC	Comprimento (cm)	Diâmetro (cm)
V-71	0,5	6,878	3,439
V-72	2,0	4,333	2,167
V-73	10,0	2,535	1,267
V-74	100,0	1,176	0,589
V-75	40,0	1,61	0,803

3.4 *Estudo da Hidratação das Pastas*

3.4.1 *Determinação da Cinética de Hidratação por Pulso Ultrassônico*

A evolução da resistência mecânica e baixa permeabilidade dos materiais cimentícios é resultado da hidratação, a qual consiste, basicamente, em reações químicas entre a água e os compostos anidros do cimento. Conforme a reação de hidratação se desenvolve, produtos hidratados são formados e se depositam nas superfícies das partículas de cimento e nos poros. Com o tempo, estes produtos conectam-se e formam uma rede de sólidos, cujas características diferem do estado fluido inicial. Essa transição do material, de uma fase fluida para um sólido, é chamada de patamar de percolação (VITORINO, 2012).

Através do método não destrutivo de medição de pulso ultrassônico, foi possível determinar o patamar de percolação e a hidratação das pastas. Os ensaios foram realizados a 23 °C e pressão atmosférica, desde a confecção das pastas até 7 dias de idade, em um equipamento Ultrasonic Cement Analyser (UCA), da marca Chandler Engineering, modelo 4262 do Laboratório de Estruturas e Materiais (LabEst) da COPPE/UFRJ (Figura 3.24), de acordo com o PROCELAB (CAMPOS *et al.*, 2005). Este equipamento possui transdutores (fonte) que emitem pulsos ultrassônicos e medidores de tempo de trânsito que determinam a velocidade ultrassônica dos pulsos no meio (pasta).



Figura 3.24 – Equipamento UCA do LabEst.

A velocidade das ondas ultrassônicas está relacionada com as propriedades do meio em que se propaga. Para meios fluidos, como a água, ela depende do módulo volumétrico e da massa específica, além da pressão, temperatura e da concentração de íons no meio. Considerando a água pura sob pressão atmosférica e temperatura de 20 °C, considera-se que a velocidade do som na água é de 1482 m/s. Entretanto, para meios sólidos, o comportamento da velocidade ultrassônica é relativo ao módulo de elasticidade e densidade do material (TIPLER e MOSCA; 2009). Assim, é possível determinar o patamar de percolação das pastas, já que nesse momento a suspensão viscosa de partículas cimentícias deixa de ser a fase dominante para que um meio sólido constituído pelas estruturas formadas nas reações de hidratação seja a fase contínua no material. Este último é responsável pelo desenvolvimento das resistências e módulos iniciais causando um incremento significativo na velocidade das ondas ultrassônicas (VITORINO, 2012).

Na Figura 3.25 são mostrados os três estágios da hidratação identificados a partir das curvas de velocidade do pulso ultrassônico. As regiões estão identificadas como: período I, período II e período III, conforme é descrito em ROCHA (2011).

Durante o período I, a velocidade é constante e geralmente em torno de 1490 m/s, a velocidade do som na água. Isto porque a mistura neste período ainda é somente uma suspensão de partículas consideradas uniformemente dispersas e a propagação da onda se dá na fase líquida. Para as misturas em estudo, o valor da velocidade neste estágio foi em torno de 1600m/s.

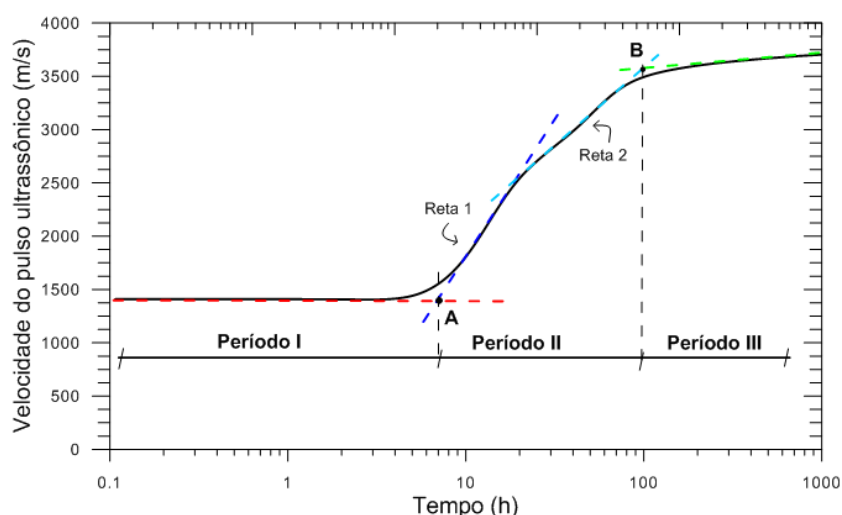


Figura 3.25 - Curva típica de velocidade do pulso ultrassônico versus tempo de cura.

Após esse período de velocidade constante, a velocidade aumenta rapidamente o que corresponde ao rápido desenvolvimento dos produtos de hidratação. Ou seja, quando certa quantidade de produtos hidratados é atingida, ponto A na Figura 3.25, a percolação da fase sólida parece ocorrer e a velocidade aumenta (ZHANG *et al.*, 2009). Este estágio é identificado como período II na Figura 3.25.

No período III, o processo de hidratação chega ao estágio em que a difusão domina e a velocidade da reação diminui. Um alto grau de hidratação é alcançado e a velocidade atinge um platô. O início deste estágio é o ponto B indicado na Figura 3.25.

A determinação do patamar de percolação e do patamar de estabilização das reações de hidratação das pastas foi obtida conforme ROCHA (2011). Foram calculadas as intersecções das retas traçadas nos trechos lineares (ponto A e B) das curvas de velocidade do pulso ultrassônico x log do tempo. Além disso, as inclinações das retas 1 e 2 da Figura 3.25 também foram obtidas nos cálculos realizados.

3.4.2 Ensaio de Elevação Adiabática de Temperatura

O ensaio de elevação adiabática tem como objetivo estudar a evolução da hidratação por meio da elevação de temperatura das pastas submetidas a um sistema adiabático, ou seja, um sistema onde não haja trocas de calor entre o corpo-de-prova e o ambiente. A elevação de temperatura, sob tal condição, é devida somente às reações exotérmicas de hidratação do cimento.

Os ensaios foram realizados utilizando os calorímetros adiabáticos do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ (Figura 3.26). Baseiam-se em calorímetros com banho térmico em água que contêm um sistema de aquecimento-resfriamento acoplado. Na medida em que o corpo-de-prova aumenta de temperatura por causa das reações de hidratação, o dispositivo eletrônico de controle do calorímetro ativa a resistência elétrica de maneira que a temperatura do banho acompanhe o aquecimento do corpo-de-prova. Assim, a temperatura da água do banho é mantida igual a do corpo-de-prova durante o ensaio, com precisão de 0,1 °C. Porém, a temperatura limite da qual o banho pode acompanhar o corpo-de-prova é de um pouco inferior a 100 °C, já que a água entra em ebulição por volta desta temperatura. O volume do corpo-de-prova utilizado foi de, aproximadamente, 1,6 litros e o ensaio é realizado até que a temperatura do corpo-de-prova estabilize.



Figura 3.26 – Calorímetros adiabáticos do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ.

A temperatura inicial de todos os ensaios foi de $8,8 \pm 0,7$ °C. Optou-se por esta temperatura, pois a quantidade de calor liberada por pastas é muito alta, podendo o corpo-de-prova chegar a uma elevação de temperatura de cerca de 90 °C, e, portanto, maior parte da curva de elevação adiabática pode ser obtida. Assim, para a produção das misturas, todos os componentes foram pesados, lacrados e colocados na sala climatizada à 4 ± 2 °C um dia antes do início de cada ensaio. Além disso, durante o processo de produção, foi utilizada uma mistura de gelo e álcool em torno do copo do misturador para manter a pasta resfriada.

Considerando a temperatura inicial das pastas mais baixa que a temperatura ambiente, utiliza-se o sistema de resfriamento para controlar a temperatura do banho. Além disso, os calorímetros contêm agitadores que garantem a homogeneidade da temperatura do banho. A Figura 3.27 mostra, de forma esquemática, os detalhes do sistema de aquecimento e resfriamento dos calorímetros.

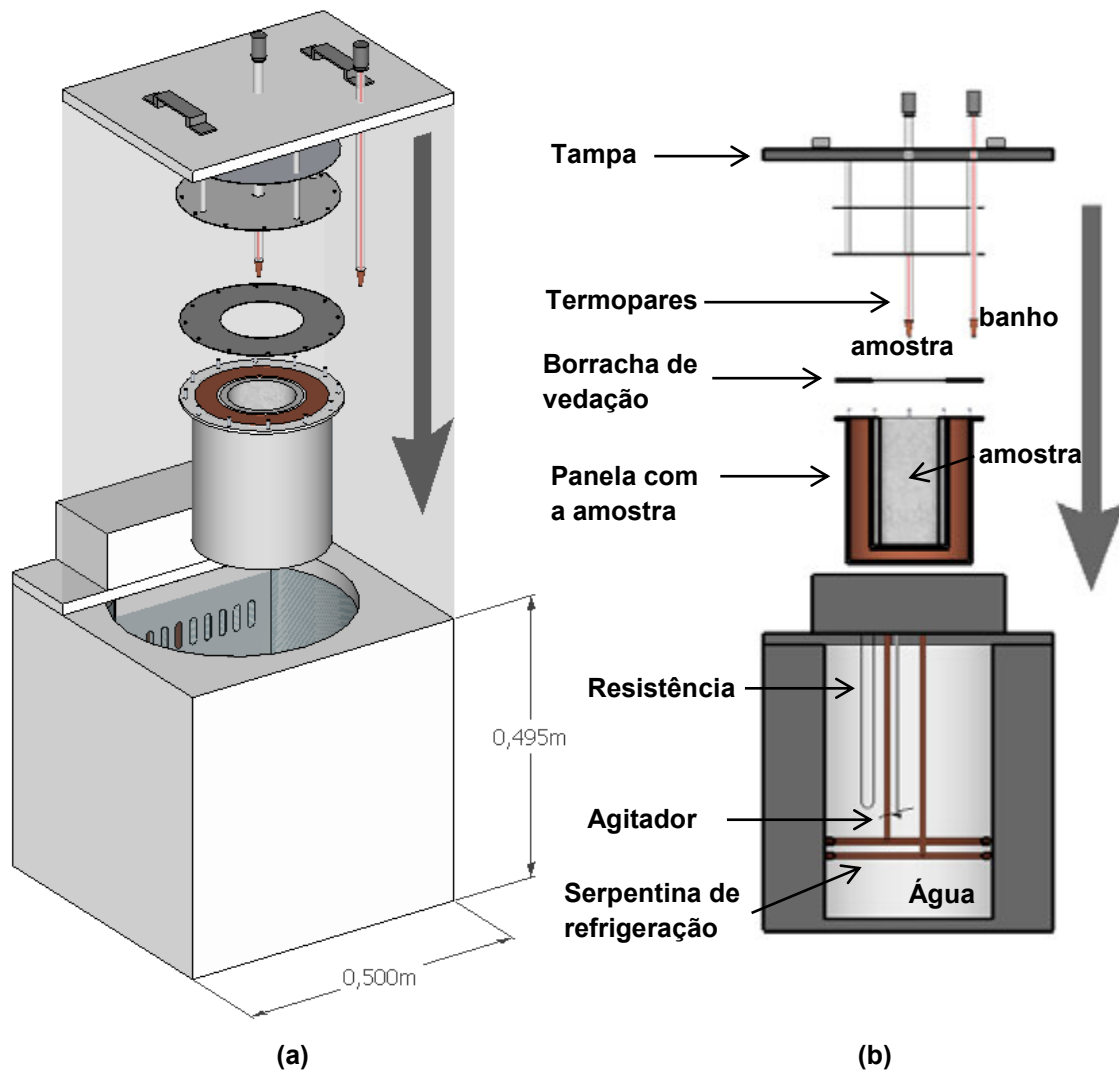


Figura 3.27 – Representação de um dos calorímetros adiabáticos: (a) perspectiva; (b) corte esquemático.

Por meio da curva de elevação adiabática de temperatura, é possível a determinação dos parâmetros característicos da liberação de calor provocada pela evolução da reação de hidratação e, também, a avaliação da velocidade com que o calor é liberado pelas pastas. Tal velocidade foi avaliada através das inclinações das retas traçadas nos trechos, aproximadamente, lineares das curvas de elevação de temperatura.

Os parâmetros característicos da liberação de calor são a elevação adiabática de temperatura (E_{ad}), dada pela Equação 3.6 e o coeficiente de elevação adiabática (C_a), dado pela Equação 3.7.

$$E_{ad} = T_f - T_i \quad \text{Equação 3.6}$$

$$C_a = \frac{E_{ad}}{C_c} \quad \text{Equação 3.7}$$

Onde:

T_f é a temperatura final do ensaio;

T_i é a temperatura inicial da pasta;

C_c é o consumo de material cimentício.

3.4.3 *Estudo da Hidratação por Condutividade Elétrica*

Durante a hidratação do cimento, a pasta deixa de se comportar como um fluido para se tornar um sólido e, conforme as reações de hidratação acontecem, mais e mais água ligar-se-á aos produtos de hidratação tanto química quanto fisicamente. Com isso, a quantidade de água livre muda e, por consequência, a condutividade da pasta muda. A medição da condutividade da pasta no tempo permite que o processo de hidratação seja monitorado e uma relação entre a evolução da hidratação e condutividade da pasta seja estabelecida (BEEK, 2000).

Com o intuito de estabelecer a relação entre hidratação e condutividade, foram realizados ensaios medindo a condutividade e a temperatura da amostra através do tempo com o equipamento *ConSensor 2.0* (Figura 3.28) do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ. Através da Figura 3.28 nota-se que o sistema é composto basicamente de um equipamento para aquisição e envio dos dados (*Data Box*), e um sensor que é posicionado no centro da amostra e, a cada ensaio, é trocado por um novo.



Figura 3.28 – Equipamento ConSensor 2.0 com um sensor conectado.

Durante o ensaio, a *data box* obtém os valores de temperatura e condutividade induzindo, através do sensor, a amostra a um campo elétrico de frequência igual a 20 MHz e os envia, via rede sem fio de *Internet*, para uma central de dados que os disponibiliza na página do *ConSensor 2.0* na *Internet*. A unidade da condutividade medida pelo sensor inserido na amostra é a mS/cm (milisiemens por centímetro) e da temperatura é °C.

Os ensaios foram realizados em um molde cilíndrico com dimensões de 100 mm de diâmetro e 200 mm de altura, conforme ilustrado na Figura 3.29. O sensor fora posicionado no centro da amostra através de barbantes e 2 pares de furos diametralmente opostos. A mistura foi preparada conforme descrito em 3.2 e vertida em 3 camadas e para cada camada foi utilizado um soquete para uniformização da superfície dando 20 batidas. Após o preenchimento do molde, este foi colocado em um banho com água para manter a temperatura constante de 23 °C durante todo o período de ensaio que foi de 7 dias (Figura 3.29).

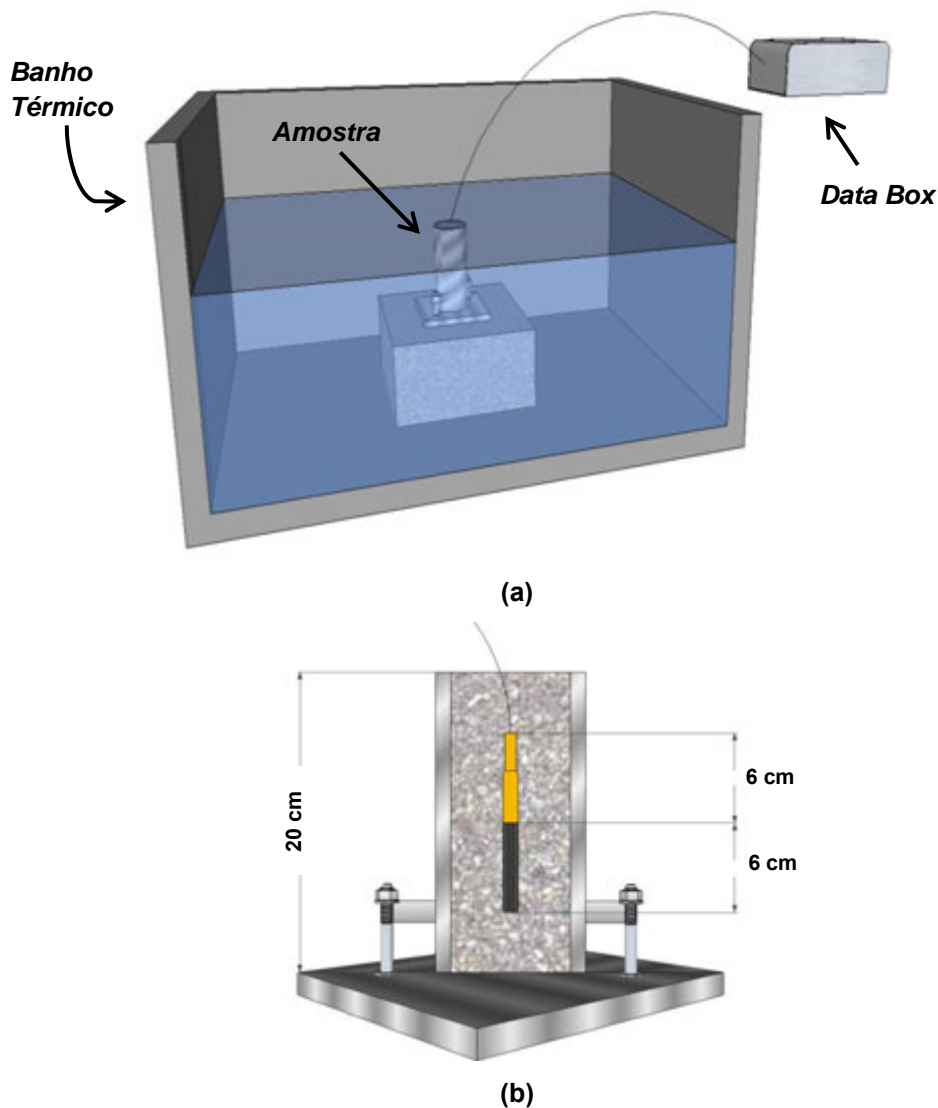


Figura 3.29 – Representação esquemática do ensaio de condutividade: **(a)** Esquema de ensaio; **(b)** corte do corpo-de-prova utilizado.

A Figura 3.30 mostra uma curva típica de condutividade elétrica *versus* tempo. Por meio dela é possível observar que, no período inicial, o valor da condutividade aumenta levemente e encontra seu primeiro pico por volta da 1 hora de ensaio. Após este primeiro pico (1), a condutividade começa a diminuir gradualmente. Conforme as reações acontecem, os produtos de hidratação começam a bloquear os poros interconectados e a condutividade diminui, conseqüentemente (BEEK, 2000). Este pequeno aumento na condutividade no período inicial é atribuído pelo autor ao aumento da concentração de íons e a mobilidade dos mesmos. Os principais íons presentes nesta etapa são: Ca^{++} , OH^- , SO_4^- , Na^+ e K^+ .

Até aproximadamente 7-8 horas, a condutividade sofre variações, mas relativamente pequenas. Os autores associam esse período ao período de indução.

Com o final deste período, um ressalto (ver ponto 2 na Figura 4.6) aparece na curva indicando o início do período de aceleração. Segundo os autores isto ocorre devido a dois fatores: a pressão osmótica de separação da camada de gel dos grãos de cimento, permitindo acesso à água e, assim, mobilidade de íons; e a transformação parcial da etringita em monossulfato. Ao final, a formação e acumulação de produtos hidratados resultam no consumo de íons e a condutividade diminui rapidamente (ABO EL-ENEIN *et al.*, 1995).

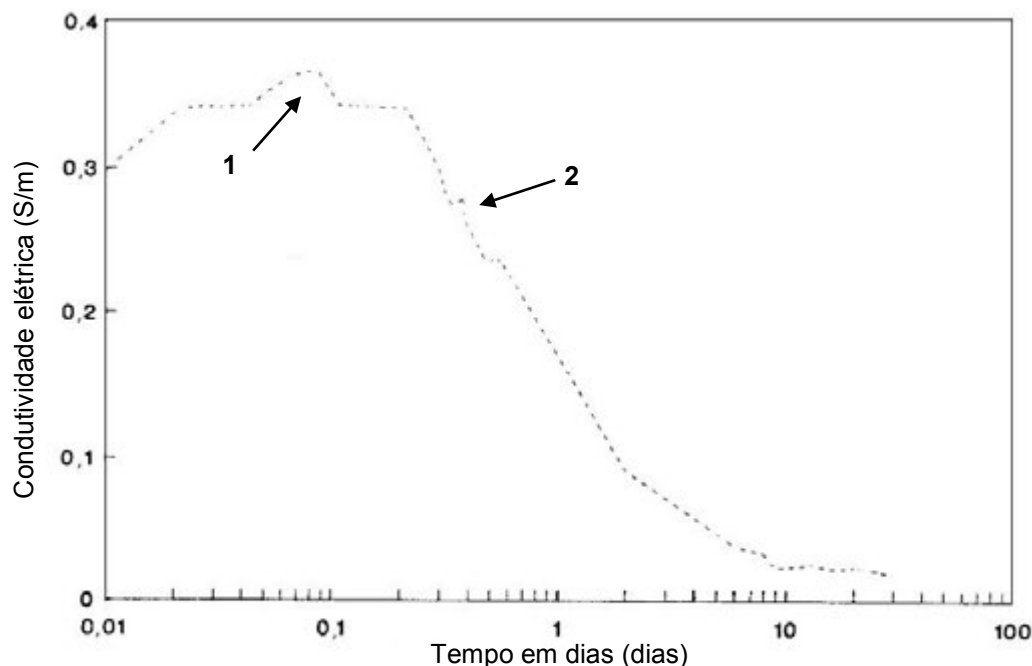


Figura 3.30 – Curva típica da condutividade elétrica *versus* tempo (modificado de ABO EL-ENEIN *et al.*, 1995).

3.4.4 Ensaio de Calorimetria Isotérmica

Os ensaios de calorimetria isotérmica foram realizados com auxílio do calorímetro *TAM Air* (*TA Instruments*) do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ (Figura 3.31). O calorímetro é constituído de 8 canais independentes que estão montados juntos formando um bloco único colocado em uma câmara de ar com temperatura controlada por um sistema regulador de temperatura (PID) e termostato (Figura 3.32a). Cada canal, por sua vez, tem uma configuração gêmea na qual um lado é destinado à ampola contendo a amostra (lado A) e o outro à ampola de referência (lado B).

A aquisição do fluxo de calor, tanto para a amostra quanto para a referência, é dada através de sensores baseados no efeito de Seebeck que estão em contato com

o fundo das ampolas, conforme ilustra a Figura 3.32b. A principal via de troca de calor entre as ampolas e o meio é através do sensor. O gradiente de temperatura no sensor gera uma diferença de potencial (voltagem) proporcional ao fluxo de calor e esse diferencial é medido pelo sensor. A diferença do fluxo de calor entre a amostra e a referência inerte é monitorada todo o tempo, isto é, o gráfico obtido é igual ao fluxo de calor do lado A subtraído do obtido no lado B.



Figura 3.31 - Calorímetro TAM Air (TA Instruments) do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ.

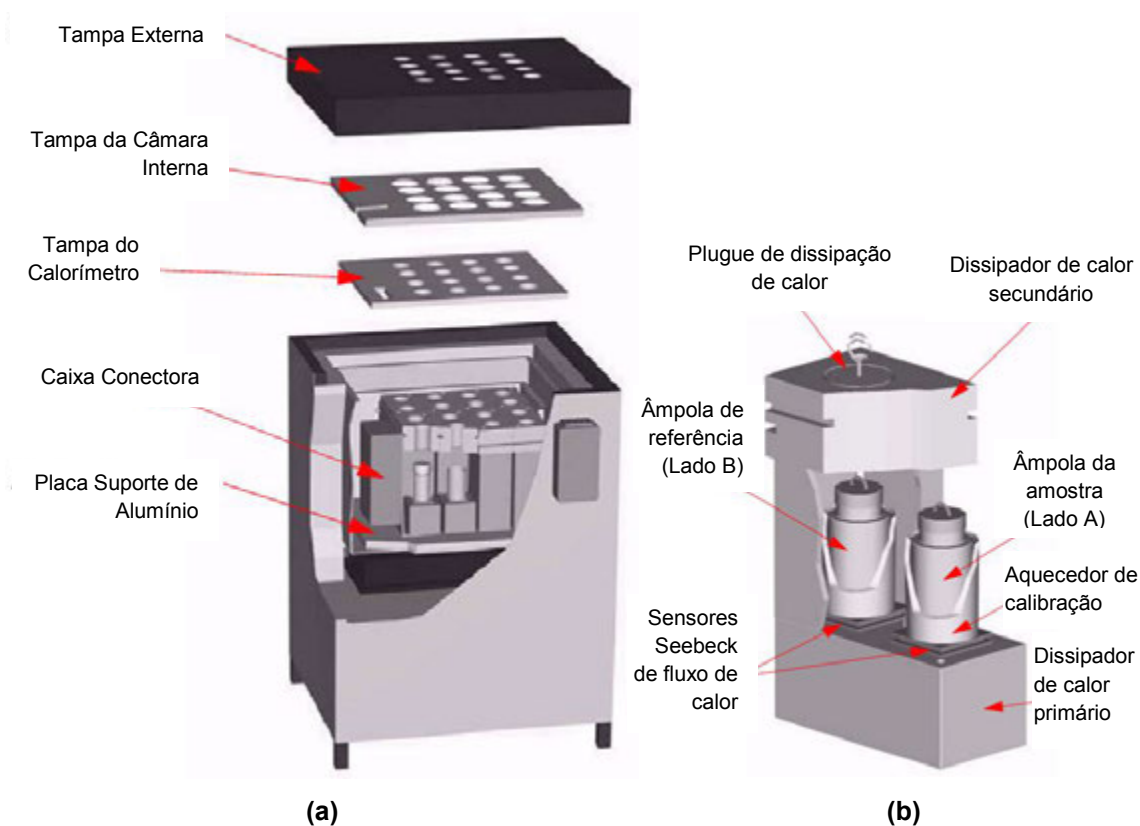


Figura 3.32 - Representação do calorímetro isotérmico: (a) corte esquemático; (b) detalhe de um canal do calorímetro (adaptado de TAM AIR, 2014).

A utilização de uma ampola de referência é importante para que possíveis ruídos nos dados produzidos pelo equipamento sejam reduzidos. Porém é importante também que a quantidade de água deionizada da ampola de referência tenha o mesmo calor específico que a amostra em teste. Assim, usando a equação a seguir, foi calculada a quantidade de água necessária para cada mistura (BENTZ, 2007):

$$= \frac{x_{REF}^{água} C_p^{água} + x^{cim} C_p^{cim} + x^{SA} C_p^{SA} + x^{S120} C_p^{S120} + x^{água} C_p^{água} + x^{fibras} C_p^{celulose}}{C_p^{água}} \quad \text{Equação 3.8}$$

Onde:

- x^{cim} é a quantidade de cimento utilizada para produzir 5 g de mistura;
- x^{SA} é a quantidade de sílica ativa utilizada para produzir 5 g de mistura;
- x^{S120} é a quantidade de quartzo moído utilizada para produzir 5 g de mistura;
- $x^{água}$ é a quantidade de água utilizada para produzir 5 g de mistura;
- x^{fibras} é a quantidade de fibras utilizada para produzir 5 g de mistura;
- C_p^{cim} é o calor específico do cimento que igual a 0,75 J/(g.K) (KOCABA, 2009);
- C_p^{SA} é o calor específico da sílica ativa que igual a 0,70 J/(g.K);
- C_p^{S120} é o calor específico do quartzo moído que igual a 0,83 J/(g.K);
- $C_p^{água}$ é o calor específico da água que igual a 4,18 J/(g.K) (KOCABA, 2009);
- $C_p^{celulose}$ é o calor específico da celulose que igual a 1,55 J/(g.K).

Após a determinação da quantidade de água da referência para cada mistura, o ensaio foi preparado. A temperatura dos ensaios foi de 23 °C. Além disso, as quantidades de água para a referência foram pesadas diretamente nas ampolas com ajuda de uma balança de precisão 0,0001g. As ampolas foram fechadas e introduzidas no lado B de cada canal.

Para o preparo das ampolas com as amostras, a quantidade produzida de cada mistura foi de 20 ml. Primeiro, pesou-se os materiais pulverulentos em um saco plástico pequeno. Para o preparo das pastas fibrosas, as fibras foram dispersas conforme é descrito no item 3.2 (foram utilizadas soluções de fibras e água como se fossem 600 ml a serem preparados) e, na sequência, a quantidade de fibras necessária para a mistura foi pesada em um bécker de 5 ml a parte. A pesagem do superplastificante foi diretamente no bécker utilizado para misturar todos os materiais, adicionando em seguida a água.

Com todos os materiais já pesados, iniciou-se a mistura. Foram adicionados os materiais secos à água e ao superplastificante e a pasta foi misturada à mão em um bécker de 50 ml durante 2,5 minutos. Ao um minuto e quarenta segundos, foi dada uma pausa para a inserção das fibras (para as misturas fibrosas) de 10 segundos. Depois se pesou a quantidade de 5 g de mistura diretamente na ampola de amostra com o auxílio de uma seringa, com a precaução de não sujar as paredes laterais nem a borda da ampola. Este procedimento é feito em 6 minutos. A ampola foi, então, fechada e colocada dentro do lado A do canal, totalizando 10 minutos desde o contato dos materiais cimentícios com a água. É importante ressaltar que todos os procedimentos de pesagem acima descritos foram feitos com auxílio de uma balança de precisão 0,0001g.

Na Figura 3.33, é apresentada uma curva típica obtida através de testes de calorimetria isotérmica de uma pasta contendo somente cimento CPP – classe G. Segundo ODLER (1998), o processo de hidratação é caracterizado por quatro principais estágios que estão intrinsecamente associados com a liberação de calor pela mistura (ver Figura 3.33). São eles: (I) período de pré-indução; (II) período de indução ou dormência; (III) período de aceleração; e (IV) período de pós-aceleração ou desaceleração.

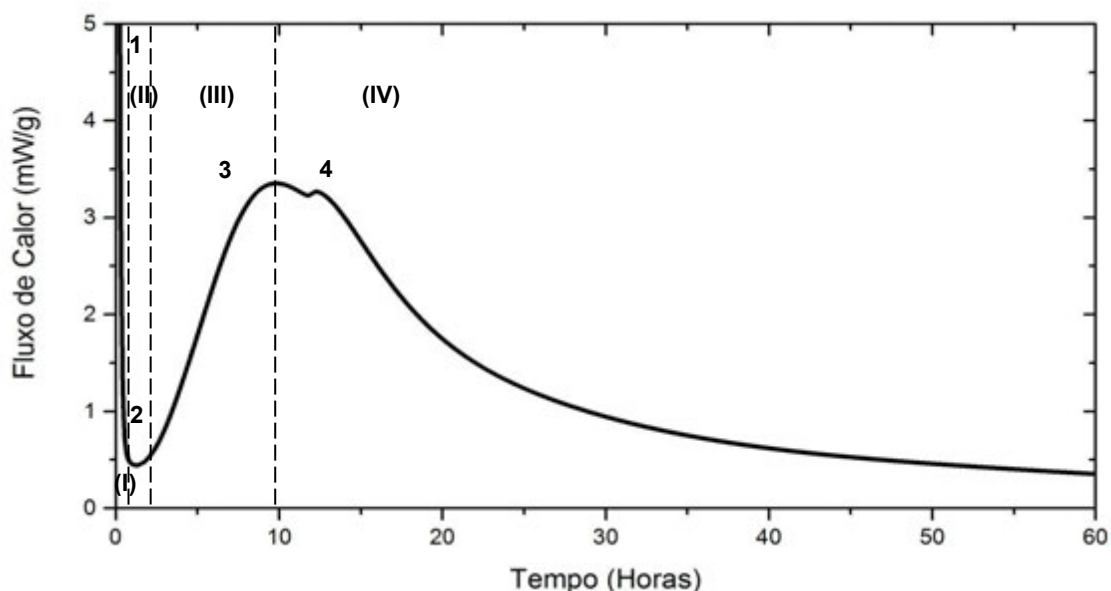


Figura 3.33 – Evolução do calor de hidratação do cimento CPP- classe G.

No período de pré-indução, há um pico exotérmico intenso (1) causado principalmente por causa da rápida dissolução e hidratação do C_3S e, também, pela hidratação do C_3A . Porém essas reações prematuras de hidratação parecem diminuir

de velocidade em poucos instantes. Para as reações relacionadas ao C_3S , as teorias mais aceitas atualmente para explicar tal fenômeno são: a hipótese da barreira metaestável e a hipótese da etapa de dissolução lenta (ambas explicadas no item 2.1.1.1). Já para as reações relacionadas ao C_3A , as reações são abrandadas devido a presença da gipsita ($CaSO_4$). Este período onde a taxa de hidratação é mínima é o período de dormência ou indução. No gráfico, corresponde ao único vale da curva (2).

Depois do período de dormência, um segundo pico exotérmico (3) aparece. Isto ocorre principalmente devido a nucleação e crescimento do C-S-H (hidratação do C_3S) e formação da portlandita (CH) (BULLARD *et al.*, 2011). Este ramo ascendente logo após o período de dormência é chamado de período de aceleração. Em seguida desse pico, ocorre, para alguns cimentos, um ressalto ou pequeno pico (4), o qual é devido provavelmente a formação de AF_f . Mais adiante pode haver também um segundo ressalto o qual estaria relacionado à conversão de AF_f para AF_m .

A partir do principal pico exotérmico (3), as reações de hidratação começam a desacelerar e o processo que predomina nesta fase é a difusão. Esta fase é denominada período de pós-aceleração ou desaceleração.

3.4.5 Resistência à Compressão

A hidratação das pastas também foi estudada utilizando os dados obtidos a partir dos ensaios de compressão uniaxial (descrito no item 3.5.2.1). Porém, com intuito de aumentar a quantidade de pontos da curva de grau de hidratação *versus* tempo, foram realizados ensaios de resistência à compressão uniaxial adicionais àqueles citados no item 3.5.2.1. Estes ensaios foram realizados no equipamento Shimadzu® com célula de carga com capacidade de 1000 kN do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ. A velocidade adotada foi de 0,3 mm/min e só foi aquisitada a carga máxima, a carga de ruptura dos corpos-de-prova. Utilizaram-se corpos-de-prova cilíndricos de 50 mm de diâmetro por 100 mm de altura nas idades de 1, 2, 4 e 6 dias.

O grau de hidratação pode ser determinado através dos valores de resistência à compressão (f_c) por meio da Equação 3.9 (TORRENTI, 1992).

$$\begin{aligned} \xi(t) &= \xi_0 + \frac{f_c}{f_{c,\infty}} \cdot (1 - \xi_0) \text{ para } \xi > \xi_0 \\ f_c(t) &= 0 \text{ para } \xi \leq \xi_0 \end{aligned} \quad \text{Equação 3.9}$$

Onde:

$f_{c,\infty}$ é a resistência do material para uma hidratação teórica completa;

ξ_0 é o parâmetro que representa o limiar da percolação, isto é, o início do aparecimento de resistência do material.

3.5 Caracterização das Pastas no Estado Endurecido

3.5.1 Propriedades Físicas

3.5.1.1 Estabilidade

A segregação de sólidos das pastas foi avaliada conforme o procedimento descrito no PROCELAB (CAMPOS *et al.*, 2005) para o ensaio de estabilidade. Após o preparo das misturas conforme o item 3.3, estas foram vertidas em cilindros de 203 milímetros de comprimento e diâmetro interno de 25 milímetros. Em seguida, os cilindros foram inseridos em banho térmico a 27 °C. Depois de 24 horas, os corpos-de-prova foram desmoldados e cortados em quatro partes aproximadamente iguais. As seções foram identificadas da seguinte forma: T (topo), I1 (intermediária 1), I2 (intermediária 2) e F (fundo). Em seguida, as amostras ficaram em repouso imersas em água por pelo menos 30 minutos. A Figura 3.34 mostra detalhes do ensaio.

Ao final, foram determinadas as massas das seções na água, sem o contato das mesmas nas paredes ou no fundo do béquer, e no ar, apoiadas no fundo. O cálculo da massa específica de cada seção foi realizado através da Equação 3.10.

$$ME = \frac{M_{ar}}{M_{\acute{a}gua}} \quad \text{Equação 3.10}$$

Onde:

ME é a massa específica (g/cm³);

M_{ar} é a massa da seção no ar;

$M_{\acute{a}gua}$ é a massa da seção na água.

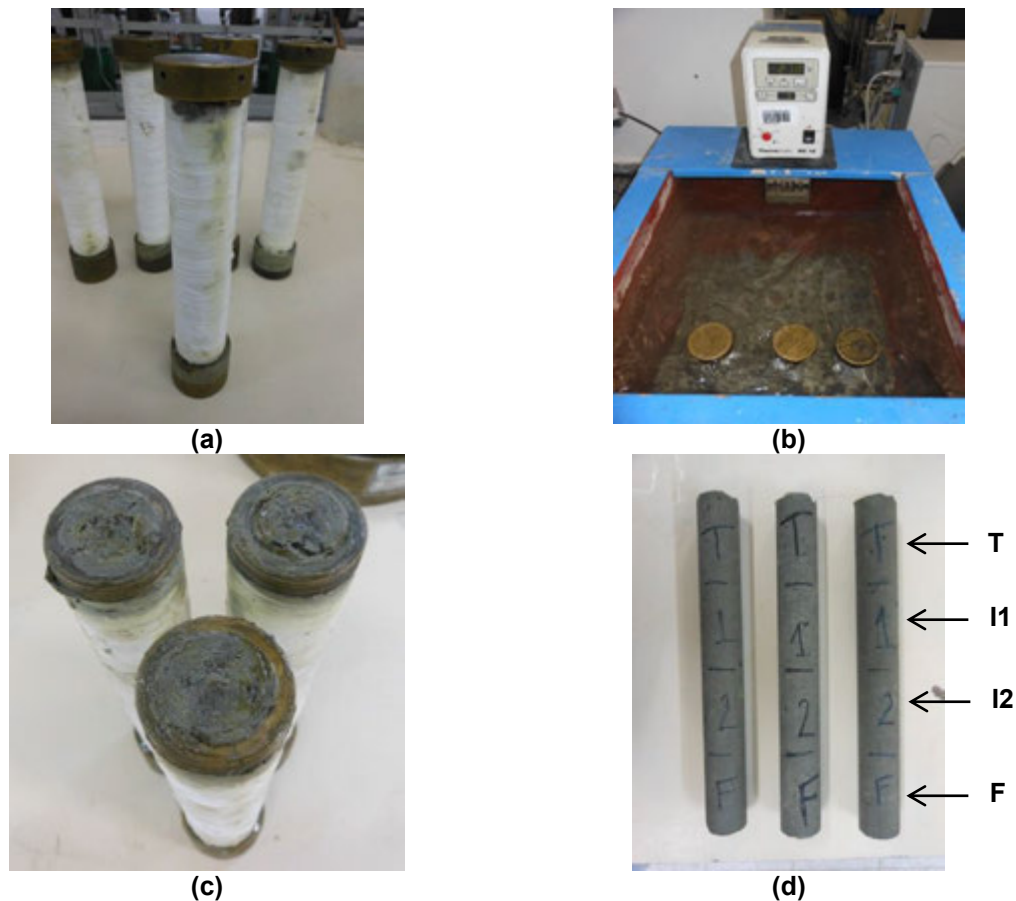


Figura 3.34 - Detalhes do ensaio de estabilidade: (a) Tubos decantadores preenchidos; (b) Moldes no banho térmico; (c) Desmolde dos corpos-de-prova; (d) Marcação para o corte.

As misturas foram consideradas estáveis quando a maior diferença de massa específica entre as seções topo e fundo ($\Delta\rho$) seja menor ou igual a $0,06 \text{ g/cm}^3$ ($0,5 \text{ lb/gal}$) e se o rebaixamento do topo da pasta for inferior a 5 mm. Caso contrário, as pastas eram consideradas instáveis e deveriam ser reformuladas.

3.5.2 *Propriedades Mecânicas*

3.5.2.1 *Comportamento sob Compressão Uniaxial*

Os ensaios de resistência à compressão uniaxial foram realizados no equipamento *Wykeham Farrance®* com célula de carga com capacidade de 200 kN do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ (Figura 3.35). A velocidade do ensaio foi de 0,01 mm/min. Utilizaram-se corpos-de-prova cilíndricos de 50 mm de diâmetro por 100 mm de altura nas idades de 3, 7, 28, 90 e 180 dias. Os deslocamentos axiais foram medidos por dois transdutores elétricos fixados na zona central do corpo-de-prova, e, para a obtenção do coeficiente de Poisson aos 28 dias de idade, os deslocamentos laterais foram medidos por dois extensômetros elétricos

do tipo PA-06-1000BA-120L, da *Excel Sensores*, colados diametralmente opostos à meia altura do corpo-de-prova.



Figura 3.35 – Configuração do ensaio de compressão uniaxial.

No dia anterior a cada ensaio, os corpos-de-prova eram retirados da câmara úmida e faceados em torno mecânico para uniformização das superfícies, tanto do topo quanto da base. Isto evita a ruptura indevida dos cilindros causada por concentrações de tensões em algum ponto das superfícies. Após faceamento, os corpos-de-prova foram colocados em uma sala com 22 ± 1 °C até o momento do ensaio.

Através da curva tensão x deformação, obtida no ensaio, foram calculados o módulo de elasticidade secante e o coeficiente de Poisson conforme a Equação 3.11 e a Equação 3.12 presentes na norma ASTM C 469 (2010).

$$E_c = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad \text{Equação 3.11}$$

$$\nu = \frac{\varepsilon_{t2} - \varepsilon_{t1}}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad \text{Equação 3.12}$$

Onde:

E_c é o módulo de elasticidade (GPa);

σ_2 é a tensão a 40% da tensão máxima (MPa);

σ_1 é a tensão correspondente à deformação ε_1 (MPa);

ε_2 é a deformação longitudinal correspondente à tensão σ_2 ($\mu\varepsilon$);

ε_1 é deformação longitudinal de valor igual à $5 \times 10^{-5} \mu\varepsilon$;

ν é o coeficiente de Poisson;

ε_{t2} é a deformação transversal produzida por σ_2 ($\mu\varepsilon$);

ε_{t1} é a deformação transversal produzida por σ_1 ($\mu\varepsilon$).

3.5.2.2 *Comportamento sob Esforços de Compressão Triaxiais*

Os ensaios de resistência à compressão triaxial das pastas foram realizados no equipamento *Wykeham Farrance*® com célula de carga de capacidade igual a 200 kN e célula de confinamento com capacidade de 14 MPa do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ (Figura 3.36a e Figura 3.36b). Adotou-se uma velocidade de 0,01 mm/min, utilizando pressões de confinamento de zero, 4,14 e 8,27 MPa. As pressões de confinamento foram aplicadas gradativamente em um intervalo de tempo de 10 min e logo em seguida aplica-se a tensão σ_1 .

O ensaio foi realizado em corpos-de-prova cilíndricos com dimensões de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura com idade de 28 dias. Da mesma maneira que para os ensaios de compressão uniaxial, no dia anterior a cada ensaio, os corpos-de-prova eram retirados da câmara úmida e faceados em torno mecânico para uniformização das superfícies, tanto do topo quanto da base. Durante a preparação do ensaio, o corpo-de-prova é envolvido por uma membrana de látex visando evitar o contato do óleo mineral da célula de confinamento com o mesmo (Figura 3.36c). Os deslocamentos axiais foram obtidos através de dois extensômetros elétricos do tipo PA-06-1000BA-120L, da *Excel Sensores*, colados diametralmente opostos à meia altura do corpo-de-prova (Figura 3.36d).

Além da tensão axial (σ_1) aplicada no corpo-de-prova, como no ensaio uniaxial, no ensaio triaxial há tensões confinantes, σ_2 e σ_3 . O aumento da tensão axial com as tensões confinantes mantidas constantes produz um incremento da tensão desviadora ($\sigma_1 - \sigma_3$) até a ruptura do corpo-de-prova (ROCHA e AZEVEDO, 2007). Assim, a partir deste ensaio, é possível determinar o ângulo de atrito interno (ϕ) e a coesão (S_0) das pastas utilizando o Critério de Ruptura de Mohr-Coulomb.



(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 3.36 – Ensaio de compressão triaxial: **(a)** Equipamento Wykeham Farrance com a célula de confinamento; **(b)** Célula de confinamento; **(c)** Corpo-de-prova posicionado na célula de confinamento; **(d)** Detalhe do posicionamento dos extensômetros.

Na Figura 3.37 estão representados os círculos de Mohr, ou seja, as combinações críticas das tensões principais obtidas durante um ensaio de compressão triaxial. A reta que tangencia todos os círculos de Mohr é chamada de envoltória de ruptura, isto é, é o limite máximo das tensões cisalhantes para qualquer estado de tensões (ROCHA e AZEVEDO, 2007). A Equação 3.13 descreve a envoltória de ruptura, o critério de Mohr-Coulomb.

$$\tau = S_0 + \tan(\phi) \times \sigma \quad \text{Equação 3.13}$$

Onde:

τ é a tensão cisalhante (MPa);

S_0 é a coesão do material (ponto em que a envoltória corta o eixo y) (MPa);

σ é a tensão normal (MPa);

ϕ é o ângulo de atrito interno.

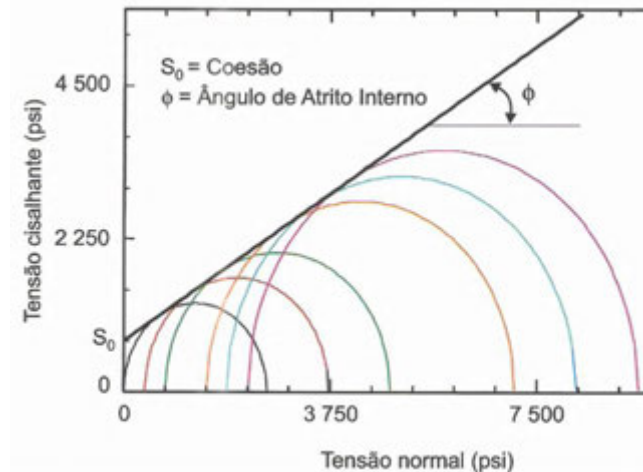


Figura 3.37 – Critério de ruptura de Mohr-Coulomb (ROCHA e AZEVEDO, 2007).

A equação da envoltória de Mohr pode ser deduzida e colocada em função das tensões principais, conforme mostra a Equação 3.14.

$$\sigma_1 = 2S_0 \left(\frac{\cos \phi}{1 - \sin \phi} \right) + \sigma_3 \left(\frac{1 + \sin \phi}{1 - \sin \phi} \right) \quad \text{Equação 3.14}$$

Onde:

σ_1 é a tensão principal maior (MPa);

σ_3 é a tensão principal menor (MPa).

A partir dos dados obtidos no ensaio, plota-se o critério de Mohr-Coulomb no espaço $\sigma_1 \times \sigma_3$, conforme a Figura 3.38, para determinação dos valores de resistência à compressão uniaxial (C_0) e α e, posteriormente, S_0 e ϕ . A Equação 3.15 e a Equação 3.16 permitem o cálculo do ângulo de atrito interno e da coesão das pastas.

Onde:

$$\phi = \text{sen}^{-1} \left(\frac{\text{tg } \alpha - 1}{\text{tg } \alpha + 1} \right) \quad \text{Equação 3.15}$$

$$S_0 = \frac{C_0(1 - \text{sen } \phi)}{2 \cos \phi} \quad \text{Equação 3.16}$$

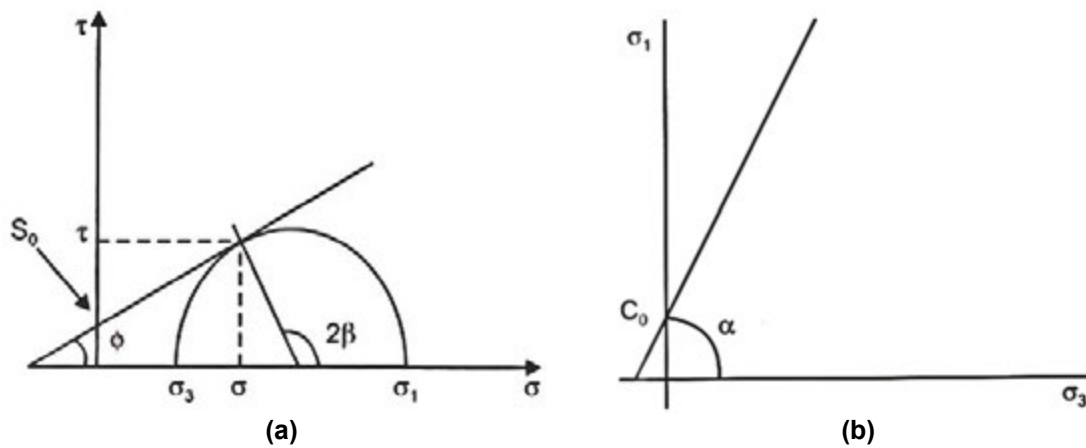


Figura 3.38 - Critério de Mohr-Coulomb: **(a)** no espaço $\tau \times \sigma$; **(b)** no espaço $\sigma_1 \times \sigma_3$ (ROCHA e AZEVEDO, 2007).

3.5.2.3 Comportamento sob Esforços de Flexão

Os ensaios de resistência à tração sob esforços de flexão foram realizados em equipamento *Shimadzu*® modelo AG-X 100 kN, conforme ilustra a Figura 3.39. Todos os corpos-de-prova ensaiados tinham forma prismática com dimensões de 50 x 50 x 228 mm e 28 dias de idade. A velocidade adotada foi de 0,03 mm/min e as aquisições da carga e da flecha no meio do vão foram obtidas por meio do sensor interno do equipamento e um transdutor de deslocamento linear (LVDT), respectivamente. Os pontos de carga distavam 60 mm e o vão entre apoios distava 180 mm.



Figura 3.39 - Configuração dos ensaios de resistência à tração na flexão.

A tensão de primeira fissura, assim como a tensão de ruptura foram calculadas a partir da Equação 3.17:

$$f_f = \frac{F_r \cdot L}{b \cdot h^2} \quad \text{Equação 3.17}$$

Onde:

f_f é a resistência à tração na flexão (MPa);

F_r é a carga de primeira fissura do corpo-de-prova (N);

L é a dimensão do vão livre (180 mm);

b é a largura da seção do corpo-de-prova (mm);

h é a altura da seção do corpo-de-prova (mm).

A largura e a altura de cada corpo-de-prova foram medidas com o auxílio de um paquímetro digital, de marca *Mitutoyo*® com precisão de 0,01 mm. As medidas foram feitas nos 4 pontos de contato do equipamento com o corpo-de-prova. A média aritmética destas 4 medidas foram utilizadas para a determinação da tensão e da tenacidade.

- Índice de Tenacidade

Para materiais compósitos, além da determinação da resistência sob flexão, é importante o cálculo de outra propriedade: a tenacidade. A partir da curva carga versus deslocamento é possível obter a tenacidade que é definida como a quantidade de energia que o material é capaz de absorver até sua ruptura.

Uma das formas de caracterizar a tenacidade de um compósito é através de índices relacionados à capacidade de absorção de energia. Existem várias normas que podem ser utilizadas para calcular o índice de tenacidade. No entanto, a maioria das normas depende do valor de deslocamento de primeira fissura do compósito, com exceção da norma japonesa JCSE-SF4 (1983) e, devido ao valor de deslocamento de primeira fissura ter apresentado um desvio padrão alto, utilizou-se neste trabalho a norma japonesa para a obtenção do índice de tenacidade.

Essa norma determina o índice de tenacidade a partir da tenacidade (T) do compósito até uma deflexão limite, que é dada por L/n , onde $n=150$. Neste estudo, os corpos de prova prismáticos possuem um L igual a 180 mm, que é a distância entre os apoios inferiores do equipamento. Sendo assim, a deflexão limite considerada para o cálculo da tenacidade é de 1,2 mm. A tenacidade (T) é dada pela área da região abaixo da curva carga versus deslocamento (deflexão) até a deflexão limite considerada. A área abaixo da curva foi calculada com o auxílio do *software OriginPro® 8*. Assim, o fator de tenacidade é determinado pela Equação 3.18.

$$FT = \frac{T}{\delta} \cdot \frac{L}{b \cdot h^2} \quad \text{Equação 3.18}$$

Onde:

FT é o índice de tenacidade na flexão (kgf/cm² ou MPa);

T é a tenacidade na flexão (kgf.cm ou J);

δ é a deflexão equivalente a L/n (cm ou mm);

L é a dimensão do vão livre (180 mm);

b é a largura da seção do corpo-de-prova (mm);

h é a altura da seção do corpo-de-prova (mm).

3.6 Análises Estatísticas dos Ensaios de Caracterização de Pastas

As Análises de Variância (ANOVA) foram empregadas nas análises estatísticas dos resultados obtidos dos ensaios de caracterização das pastas. O *software Origin Pro® 8.5* foi empregado na realização do estudo da variância dos resultados, os quais foram computados ao nível de significância de 10 %, e a *posteriori*, o método de comparação de *Tukey* foi empregado.

4. APRESENTAÇÕES E ANÁLISE DE RESULTADOS

Nesse capítulo serão apresentados e discutidos os resultados obtidos a partir dos diversos ensaios experimentais realizados nos compósitos e as características de cada material utilizado em sua produção.

4.1 Propriedades das Pastas no Estado Fresco

4.1.1 Água Livre e Estabilidade

Os ensaios de estabilidade das misturas foram realizados em três corpos-de-prova por mistura. Os resultados médios obtidos para o rebaixamento, as massas específicas de topo e fundo e a diferença entre as massas específicas de fundo e topo, bem como seus respectivos coeficientes de variação, são apresentados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Resultados dos ensaios de estabilidade.

Mistura	Rebaixamento (mm)	ρ_{topo} (g/cm ³) - CV(%)	ρ_{fundo} (g/cm ³) - CV(%)	$\Delta\rho$ (g/cm ³)
REF	0	1,98 - 0,1	1,98 - 0,0	0,00
EU 0,25%	0	1,98 - 0,1	1,98 - 0,3	0,01
EU 0,50%	0	1,95 - 0,1	1,95 - 0,5	0,00
EU 1,0%	0	1,92 - 1,0	1,93 - 1,2	0,02
PI 0,25%	0	1,97 - 0,9	1,97 - 0,1	0,00
PI 0,50%	0	1,96 - 0,2	1,97 - 0,5	0,01
PI 1,0%	0	1,96 - 0,3	1,96 - 0,7	0,01

Analisando-se os resultados apresentados na Tabela 4.1, pode-se constatar que todas as pastas apresentaram massas específicas de fundo e topo praticamente iguais (diferença inferior a 0,9%). Do mesmo modo, não foram observados rebaixamentos de topo em nenhuma das misturas ensaiadas. Nos ensaios de água livre ambiente, não foi notada água sobrenadante para nenhuma das misturas ensaiadas.

Com o aumento do teor de polpa ocorreu uma pequena redução na massa específica da mistura de referência. Essa redução ocorre porque a polpa é mais leve que os demais componentes da mistura, além de existir a possibilidade de ocorrência de ar aprisionado. No entanto a diferença é inferior a 3%.

4.1.2 Reologia

4.1.2.1 Índice de Consistência - Espalhamento

Na Tabela 4.2 são apresentados os valores de espalhamento para as misturas, obtidos através do ensaio da mesa de consistência padrão. A Figura 4.1 mostra o aspecto das mesmas durante o ensaio. A análise estatística dos resultados é apresentada no Anexo B.

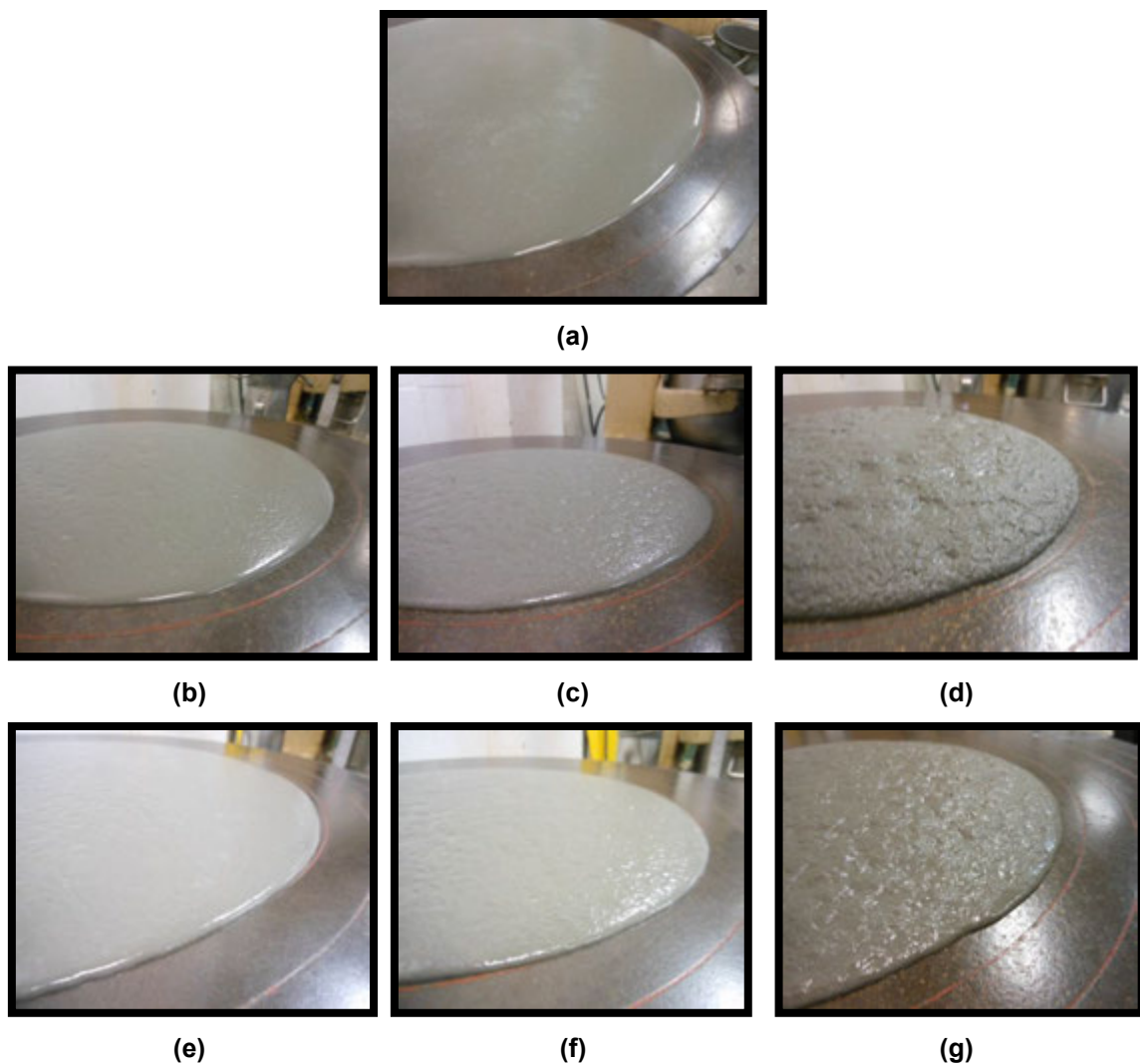


Figura 4.1 – Aspecto da consistência das misturas após o ensaio da mesa de consistência padrão: **(a)** referência; **(b)** EU 0,25%; **(c)** EU 0,50%; **(d)** EU 1,0%; **(e)** PI 0,25%; **(f)** PI 0,50% e **(g)** PI 1,0%.

Tabela 4.2 – Resultados de espalhamento.

Mistura	Espalhamento (mm) – CV (%)
Referência	388 – 2,0
EU 0,25%	307 – 0,9
EU 0,50%	273 – 1,1
EU 1,0%	228 – 1,3
PI 0,25%	340 – 0,0
PI 0,50%	308 – 6,1
PI 1,0%	260 – 1,9

A adição de fibras reduziu a trabalhabilidade quando comparadas com a mistura de referência. Observando os traços com fibras de eucalipto, a adição de 0,25%, 0,50% e 1,0% de fibras reduziu o espalhamento em cerca de 21%, 30% e 41%, respectivamente. A partir das fotografias das três misturas, apresentadas na Figura 4.1, é possível observar, no entanto, que não ocorre segregação nem formação de grumos.

Para os traços contendo fibras de pinho, a mesma tendência de redução no espalhamento aconteceu, sendo que, para os teores de 0,25%, 0,50% e 1,0% de fibras, o espalhamento foi reduzido em cerca de 12%, 21% e 33%, respectivamente.

Quando comparados dois traços com mesmo teor de fibras, observa-se que a redução no espalhamento foi maior para as misturas com fibras de eucalipto. Isto é devido, provavelmente, ao fato de que as fibras de eucalipto são muito mais finas e mais curtas que as fibras de pinho e, assim, tem-se mais fibras por volume de mistura acarretando uma maior área de contato e maior quantidade de água adsorvida na superfície do reforço.

Apesar do espalhamento das misturas fibrosas serem menores que o da matriz, em nenhuma das misturas foi observado a formação de grumos e nem exsudação de água aparente (ver Figura 4.1). As partes (d) e (g) da Figura 4.1 mostram, no entanto, que a aparência das misturas PI 1,0% e EU 1,0%, mostram-se mais “espessas”, “rugosas”.

4.1.2.2 Tensão de Escoamento – Vane test

Os resultados de tensão de escoamento obtidos pelo método *vane test* estão apresentados na Tabela 4.3, assim como o valor do torque máximo obtido para cada mistura. Cada valor apresentado refere-se apenas ao resultado de um ensaio por mistura. A rotação da palheta é definida como a rotação que a palheta realizou até que

a estrutura se rompesse, ou seja, é o valor obtido pela multiplicação da velocidade de rotação, no caso 0,1 rpm (0,36°/s), pelo tempo até a ruptura (em s). Através dos valores de torque obtidos durante os ensaios, foram obtidos gráficos de tensão de cisalhamento *versus* tempo, onde o limite de escoamento foi considerado como o valor máximo da tensão de cisalhamento.

Tabela 4.3 – Limite de escoamento para as misturas em estudo.

Mistura	Torque máximo (%)	Limite de Escoamento (kPa)	Tempo (s)	Rotação da Palheta (°)
Referência	15,74	0,025	45	0,45
EU 0,25%	14,08	0,113	125	1,25
EU 0,50%	42,52	0,340	155	1,55
EU 1,0%	48,03	1,537	160	1,60
PI 0,25%	11,00	0,088	115	1,15
PI 0,50%	28,52	0,228	115	1,15
PI 1,0%	47,24	1,512	195	1,95

A Figura 4.2 mostra a variação do limite de escoamento com a fração volumétrica, tanto de eucalipto quanto de pinho, e, a Figura 4.3 e a Figura 4.4 mostram as curvas tensão de cisalhamento *versus* tempo para as misturas estudadas.

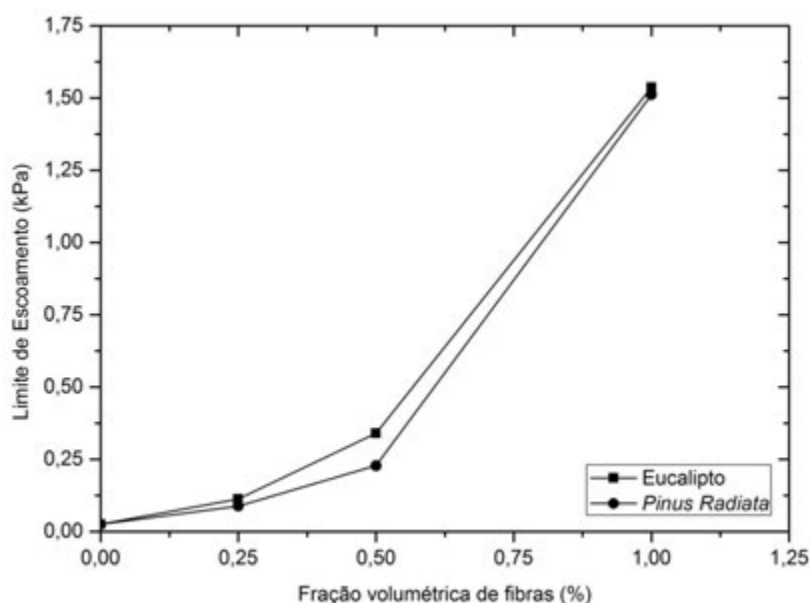


Figura 4.2 - Evolução do limite de escoamento versus fração volumétrica de fibra.

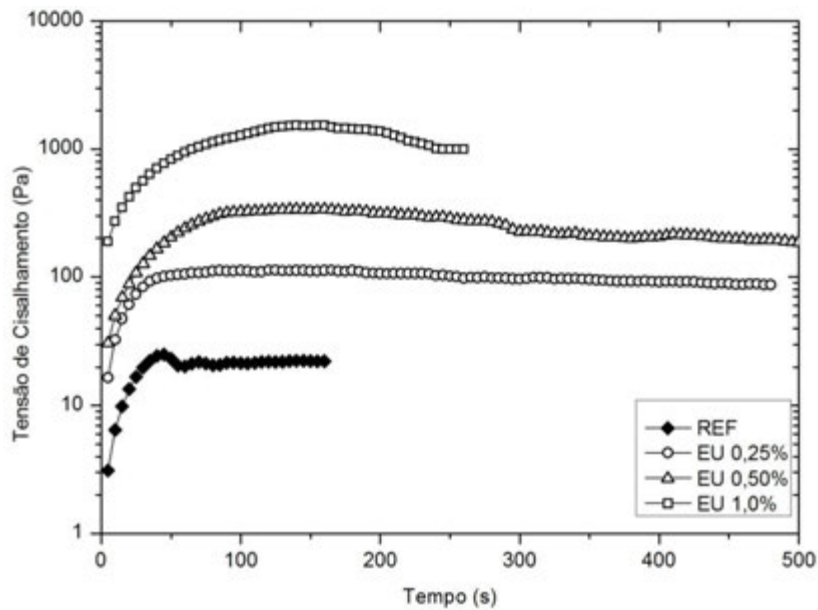


Figura 4.3 - Curvas tensão de cisalhamento versus tempo para as misturas contendo fibras de eucalipto.

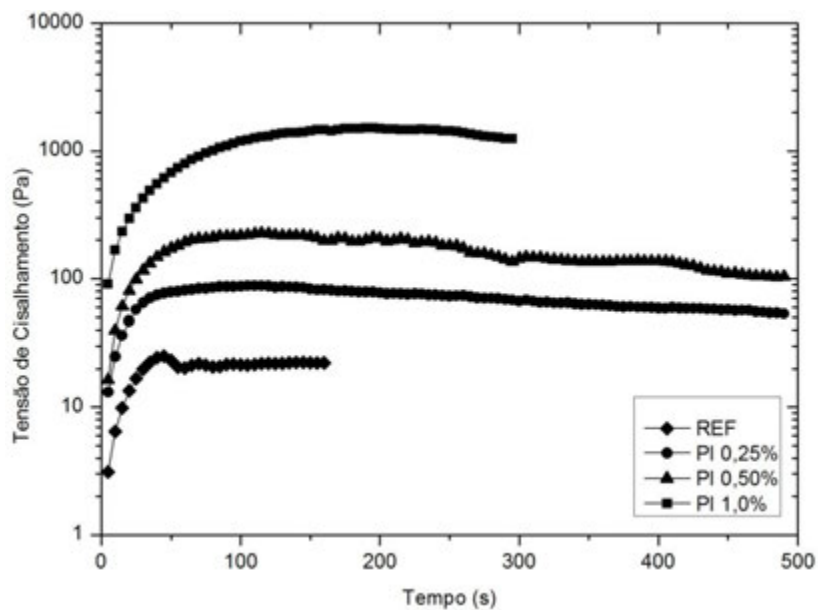


Figura 4.4 - Curvas tensão de cisalhamento versus tempo para as misturas contendo fibras de pinho.

O limite de escoamento aumentou com a adição de fibras e os resultados mostrados na Figura 4.2 indicam que este aumento é não-linear. Até a fração de 0,50%, observa-se um aumento do limite de escoamento de 4,5 vezes maior e 13,5 vezes maior em relação à referência para EU 0,25% e EU 0,50%, respectivamente. Para as fibras de pinho, estes aumentos foram de 3,5 vezes para PI 0,25% e 9 vezes para PI 0,50%. Porém, para valores mais altos, ocorre um aumento do limite de

escoamento mais expressivo (em torno de 60 vezes maior que a referência). Esse ponto também foi observado por KACI *et al.* (2011) nos seus estudos de matrizes reforçadas com fibras de celulose. Segundo eles, a existência desse ponto crítico pode ser explicada considerando que, a partir deste ponto, existe a formação de grumos ou novelos de fibras (mantendo-se constante o traço da matriz) o que geraria um efeito “travamento” na mistura e isto explicaria a resistência inicial maior ao fluxo.

No presente estudo, para as misturas reforçadas com 1,0% de polpa, ao final do ensaio observou-se uma aglomeração de pasta mais fibras nas extremidades da palheta, indicando que a palheta fez com que as fibras se depositassem nas extremidades da palheta durante o ensaio, o que pode ter gerado um torque significativamente elevado.

Os resultados mostram que um aumento na fração volumétrica de fibras, para ambos os tipos de fibras, resultou numa mistura com maior resistência inicial ao fluxo, isto é, com maior limite de escoamento. Além disso, quanto maior o teor de fibras, maior é o tempo necessário para que a estrutura se rompa. Assim, observando-se os dados da Tabela 4.3 para a mistura de referência, nota-se que a palheta gira $0,45^\circ$ até que a estrutura se rompa. Já para as misturas EU 1,0% e PI 1,0%, a palheta chega a girar $1,6^\circ$ e $1,95^\circ$, respectivamente. Neste parâmetro, os resultados mostram-se diferentes daqueles obtidos no ensaio de espalhamento. Observou-se uma maior influência do comprimento das fibras do que a quantidade de fibras para o ângulo da rotação. A resistência ao movimento pode ser relacionada com o atrito entre as partículas da pasta que estão na superfície de cisalhamento e quando se adiciona partículas longilíneas, como as fibras, a extremidade da palheta tem mais dificuldade para arrastá-la ou empurrá-las para fora da área de cisalhamento do que as outras partículas da pasta (que são mais esféricas que o reforço). Além disso, com a adição de fibras, parte da água é absorvida pelas fibras e assim, com menos “água livre”, aumenta-se o atrito entre as partículas, aumentando o limite de escoamento.

Comparando misturas com mesmo teor de fibra, porém com diferentes tipos de fibra, observa-se que as misturas reforçadas com fibras de pinho apresentaram menor limite de escoamento que aquelas contendo fibras de eucalipto, exceto para as misturas com 1,0% de fibras (se mostraram praticamente iguais). Tais tendências foram observadas também durante os ensaios de espalhamento (item 4.1.2.1).

Quanto à última parte das curvas, ou seja, após o ponto de máximo torque, a inclinação da curva e o nível que ela atinge assintoticamente não podem ser

interpretados, uma vez que não se pode definir o quão ampla é a camada cisalhada e, portanto, quanto da amostra em seu recipiente está realmente reagindo à tensão aplicada (SCHRAMM, 2006).

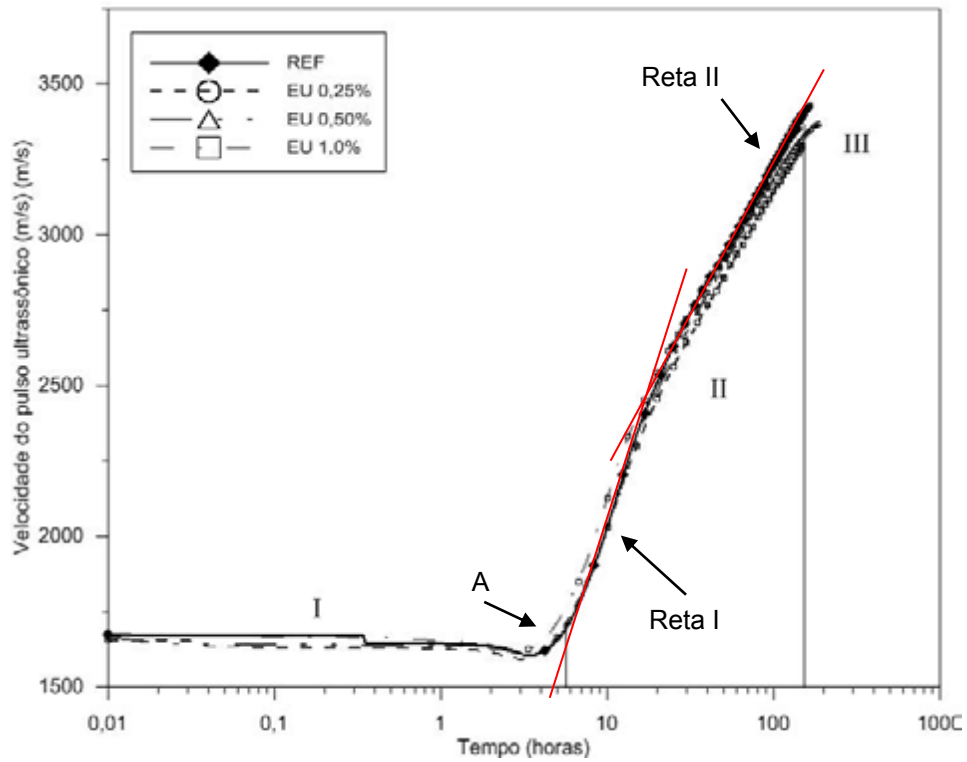
4.2 *Estudo da Hidratação das Pastas*

4.2.1 *Determinação da Cinética de Hidratação por Pulso Ultrassônico*

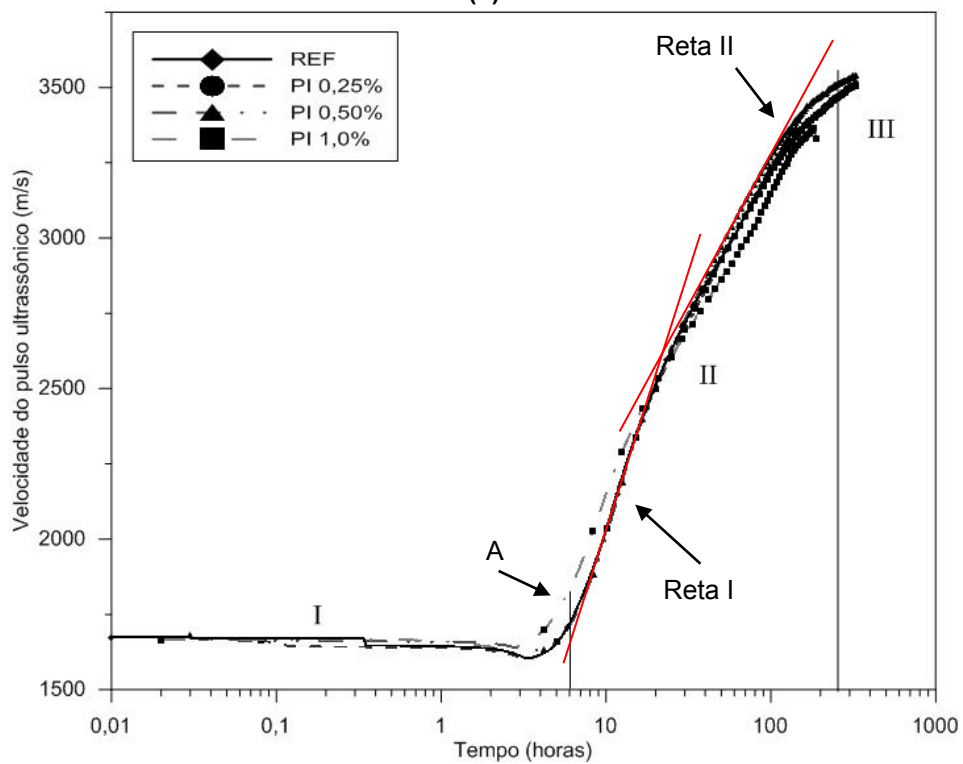
A Figura 4.5 apresenta as curvas de velocidade do pulso ultrassônico *versus* tempo em escala logarítmica para as misturas em estudo. As misturas foram curadas a uma temperatura de 23 °C e pressão atmosférica. Na Tabela 4.4 são mostrados os valores do tempo correspondente ao ponto A (indicado na Figura 3.25) e para as inclinações das retas 1 e 2 para as misturas em estudo. Cada valor apresentado refere-se apenas ao resultado de um ensaio por mistura. Não foi possível identificar o ponto B (indicado na Figura 3.25) nas curvas, pois o patamar final não foi alcançado durante os sete dias de ensaio.

Tabela 4.4 – Ponto A e a inclinação das retas obtidas durante a regressão linear na região intermediária das reações de hidratação.

Misturas	Ponto A (min)	Inclinação	
		Reta 1	Reta 2
REF	205	1714,00	964,51
EU 0,25%	197	1641,00	979,94
EU 0,50%	224	1677,00	980,48
EU 1,0%	198	1717,00	939,94
PI 0,25%	230	1753,00	1030,00
PI 0,50%	227	1831,00	1060,00
PI 1,0%	190	1523,00	853,12



(a)



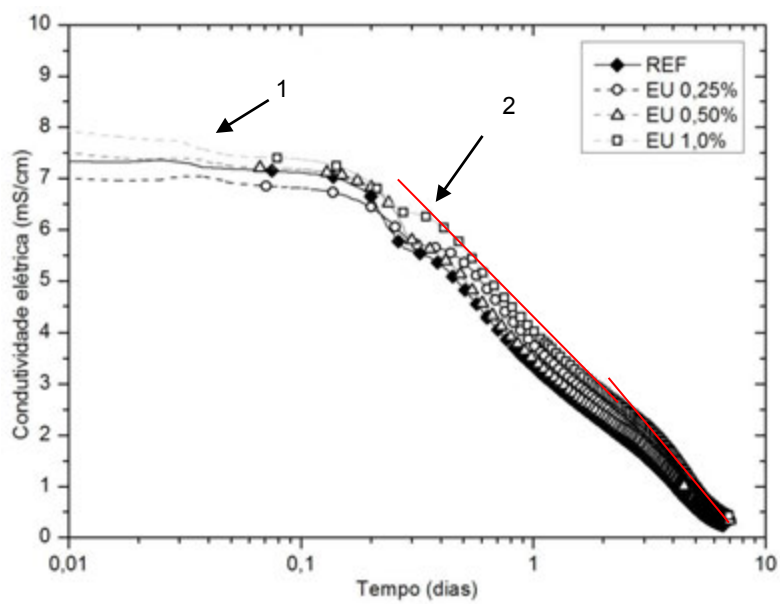
(b)

Figura 4.5 – Curvas velocidade do pulso ultrassônico versus tempo de cura em escala logarítmica: (a) misturas contendo fibras de eucalipto e (b) misturas contendo fibras de pinho.

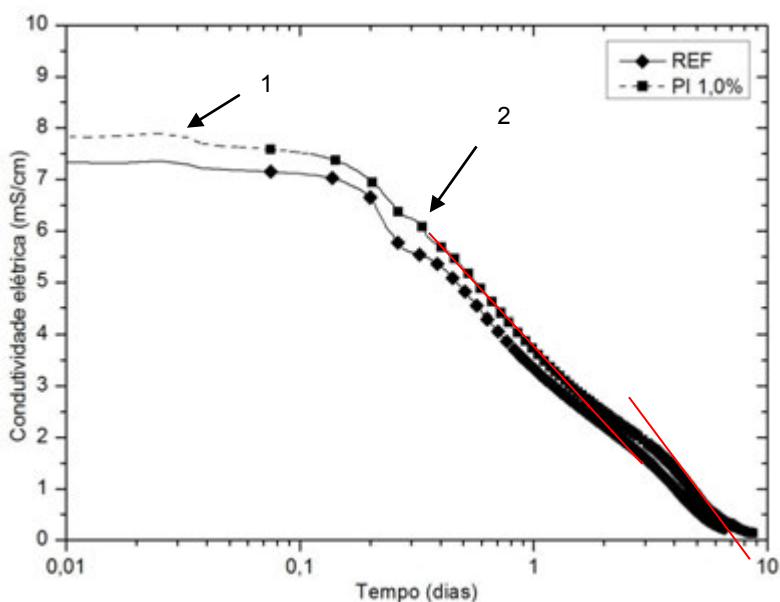
Observando-se os resultados nota-se que a presença das polpas de eucalipto e pinho não alterou significativamente o tempo correspondente ao ponto A, identificado como patamar de percolação. Por exemplo, enquanto que para a matriz esse tempo foi de 205 min, para as misturas com polpas esse valor variou de 190 a 230 min. Observe que a velocidade do pulso ultrassônico permaneceu constante até esse tempo. Após esse ponto, iniciou-se a região II (aceleração), que se caracterizou por uma dupla inclinação. Até cerca de 15 horas, já na região II, a inclinação da reta 1 é maior para todas as misturas estudadas e, para mistura de referência seu valor foi de 1714,0, enquanto para as misturas contendo polpas a inclinação variou 1641,0 a 1831,0 (exceto para a mistura PI 1,0% que foi de 1523). Depois das 15 horas, é possível observar uma redução na inclinação da curva, sendo caracterizado pela inclinação da reta 2. Essa dupla inclinação pode estar associada à cinética de formação dos diversos produtos hidratação incluindo o CSH pozolânico. Como a duração do ensaio foi de sete dias, não foi possível obter a região III (pós-aceleração) por inteiro. No entanto, observando-se o final da região II da curva (a partir de 80h de ensaio) e o início da região III, nota-se que a intensidade da velocidade do pulso ultrassônico diminui com o aumento do teor das polpas em estudo. Nota-se, assim, uma tendência das polpas de reduzirem um pouco o valor máximo da velocidade do pulso ultrassônico.

4.2.2 Estudo da Hidratação por Condutividade Elétrica

Na Figura 4.6 são apresentadas as curvas de condutividade elétrica *versus* tempo para as misturas REF, EU 0,25%, EU 0,50%, EU 1,0% e PI 1,0%. As medidas foram inicializadas 15 minutos depois do contato com do cimento com a água, e este é o tempo zero do ensaio. Os tempos em que acontecem os pontos 1 e 2 para as misturas são apresentados na Tabela 4.5.



(a)



(b)

Figura 4.6 – Condutividade *versus* tempo: (a) misturas contendo fibras de eucalipto e (b) misturas contendo fibras de pinho

Tabela 4.5 – Tempo do ponto 1 e ponto 2 para as misturas em estudo.

Misturas	Ponto 1 (h)	Ponto 2 (h)
REF	0,7	6,6
EU 0,25%	0,7	7,1
EU 0,50%	0,7	7,1
EU 1,0%	0,7	7,8
PI 1,0%	0,8	7,3

Os resultados obtidos indicam que o tempo correspondente ao ponto 1 variou de 0,7-0,8h e não foi afetado pela presença das polpas de pinho e eucalipto nas frações volumétricas utilizadas. No entanto, as polpas afetaram o tempo correspondente ao período de indução. Por exemplo, para o teor de polpas de 1% o tempo correspondente ao ponto 2 foi de 7,3-7,8h enquanto que para a matriz de referencia esse tempo foi de 6,6h. Isso indica que as reações de hidratação iniciaram mais lentamente nas misturas fibrosas, ou seja, um retardo ocorre com a presença das polpas. Observando-se o trecho da curva correspondente a aceleração (apos o ponto 2) também nota-se a dupla inclinação já observada nas curvas de velocidade de pulso ultrassônico. A partir das curvas de condutividade x tempo verifica-se que a condutividade das misturas com polpa é um pouco maior do que a da mistura de referencia tanto no trecho correspondente a aceleração quanto ao pós-aceleração. Este aumento pode estar relacionado a dois fatores. O primeiro é o fato do aumento de condutividade indicar que há menos água quimicamente ligada e, assim, menos produtos hidratados formados. O segundo fator é o de que a condutividade também é dependente da interconectividade da estrutura de poros para poder acontecer e, assim, devido à presença de fibras porosas, ocorre uma manutenção desta rede permeável, aumentando a condutividade.

Na Figura 4.7, apresenta-se a relação entre o grau de hidratação calculado utilizando-se os resultados dos ensaios de condutividade e da velocidade do pulso ultrassônico (ξ_{cond} e ξ_{vel} , respectivamente). É importante ressaltar que os dois ensaios foram realizados sob as mesmas condições (23 °C) e que os graus de hidratação calculados foram os máximos possíveis com os dados obtidos nos ensaios, ou seja, somente até sete dias, e, sendo assim, não representam um grau de hidratação máximo ($\xi(\infty)$).

Através da Figura 4.7, nota-se uma boa correlação dos resultados obtidos pelas diferentes técnicas. Após o período de indução, as reações de hidratação acontecem e o pulso ultrassônico se propaga preferencialmente pelos produtos hidratados e, durante o mesmo período, a condutividade expressa a quantidade de água ainda não combinada. As medições que são “postas” (enquanto um valor aumenta, o outro diminui), mostraram-se bastante consistentes e apresentaram boa correlação quando transformadas em grau de hidratação.

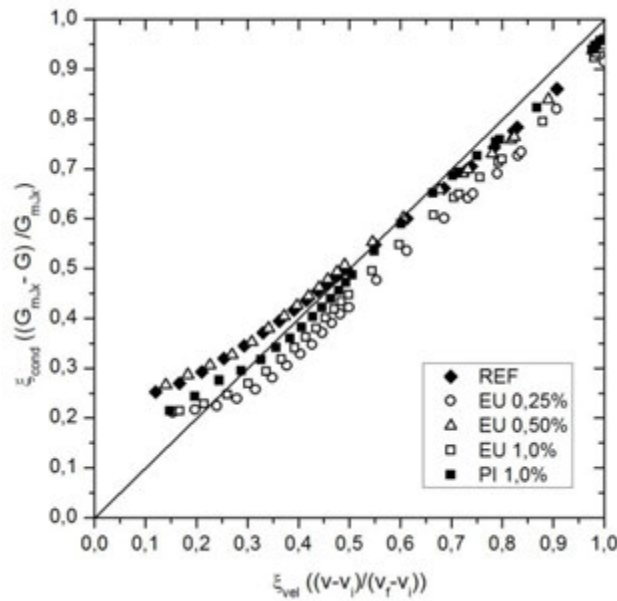
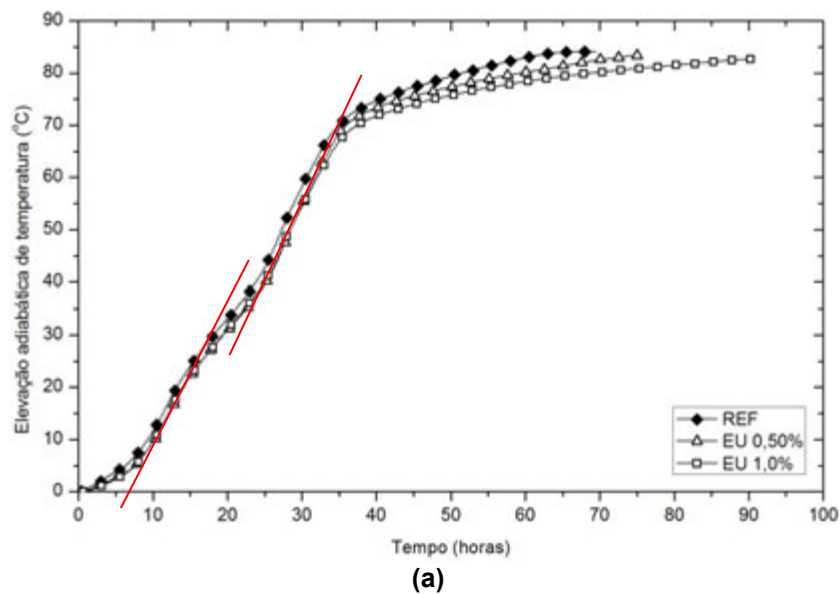


Figura 4.7 – Relação entre condutividade elétrica e velocidade do pulso ultrassônico.

4.2.3 Ensaio de Elevação Adiabática de Temperatura

A Figura 4.8 apresenta as curvas típicas de evolução da temperatura das misturas de referência, EU 0,50%, EU 1,0%, PI 0,50% e PI 1,0% sob condições adiabáticas.



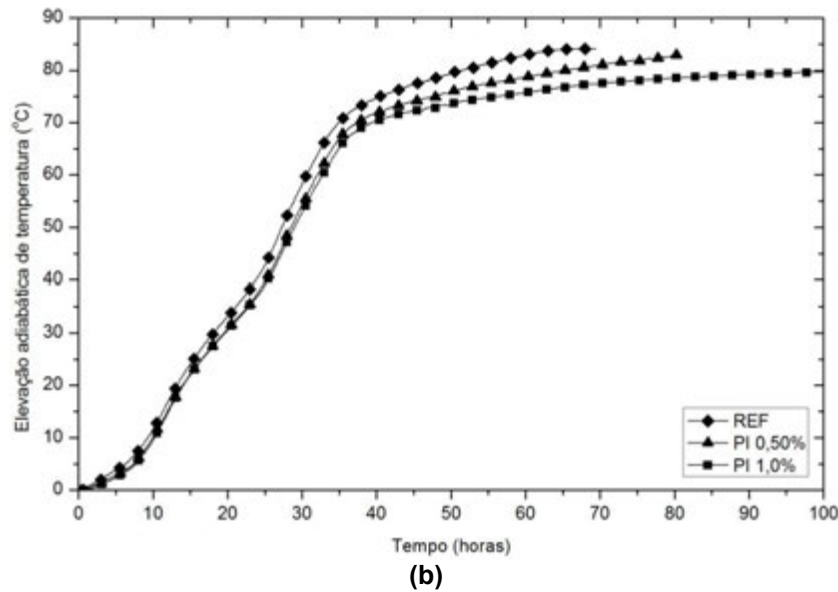


Figura 4.8 – Elevação adiabática da temperatura na escala normal: **(a)** misturas contendo eucalipto e **(b)** misturas contendo fibras de pinho.

A temperatura inicial das misturas foi de cerca $8,8 \pm 0,7$ °C. Embora se pretendesse conduzir o ensaio até a temperatura limite do equipamento (cerca de 100 °C), observou-se que o controle do mesmo para temperaturas superiores a cerca de 93°C ficava bastante difícil e, portanto, os ensaios eram encerrados quando essa temperatura era atingida. Assim, a elevação máxima de temperatura do equipamento, para as condições de ensaio estudada, foi de cerca de 83-85°C.

Por causa dessa limitação, para obtenção da temperatura máxima as curvas obtidas experimentalmente foram extrapoladas matematicamente. A Figura 4.9 e a Figura 4.10 mostram os trechos das curvas que foram extrapolados, as equações que descrevem tais trechos e seus coeficientes de determinação (R^2). Os dados experimentais utilizados para obter a curva extrapolada foram os pontos a partir das 30 horas de ensaio. Os resultados de elevação adiabática e o coeficiente de elevação adiabática estão sumarizados na Tabela 4.6. O valor de elevação adiabática foi obtido a partir do cálculo do limite das funções obtidas para a extrapolação.

Observando-se as curvas experimentais apresentadas, nota-se que até cerca de 9 horas de ensaio, as misturas apresentam um período de baixa taxa de liberação de calor (período de indução) e que a partir daí ocorreria um aumento da intensidade de liberação de calor (período de aceleração). Também nesse ensaio se observou a dupla inclinação do trecho correspondente ao período de aceleração. Observando-se a Figura 4.8, nota-se a mudança na inclinação da curva a partir das 20 e 25 horas de ensaio. Este comportamento deve estar relacionado, como já observado também na

Figura 4.5 e na Figura 4.6, às reações de hidratação dos diferentes compostos do cimento e da reação pozolânica do hidróxido de cálcio com a sílica ativa presente nas misturas. Esta dupla inclinação na curva foi observada também nos resultados dos métodos de velocidade de pulso ultrassônico e condutividade elétrica. Após 40 horas de ensaio iniciava-se o período pós-aceleração e as reações ficavam mais lentas.

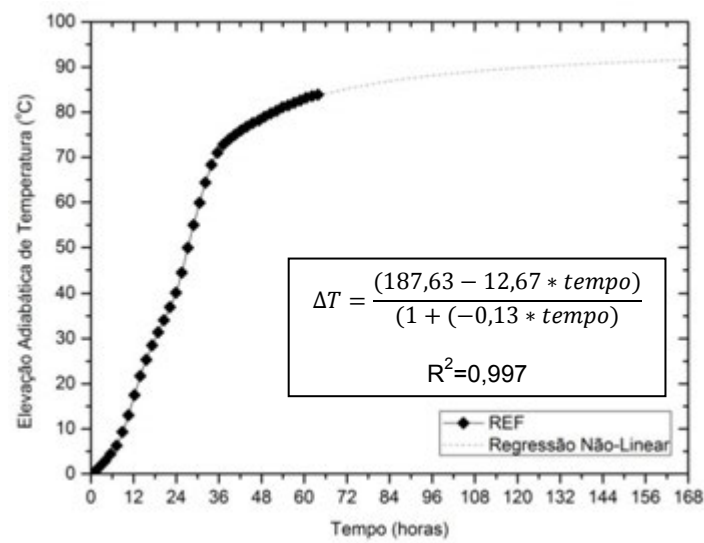
A partir das curvas de elevação adiabática de temperatura (ver Figura 4.8), vê-se que a liberação de calor das misturas fibrosas foi mais lenta que a da referência, e que as diferenças entre as curvas ficam mais visíveis depois das 24 horas de ensaio. Por exemplo, a mistura de referência elevou a temperatura em 58,2 °C em 30 horas, enquanto que as misturas EU 0,50% e EU 1,0% levaram 31,1 e 31,4 horas, respectivamente, para alcançarem essa elevação de temperatura, ou seja, há um retardamento conforme o teor de fibras aumenta. As misturas PI 0,50% e PI 1,0% só atingiram a elevação adiabática de 58,2 °C depois de 31,4 e 32,0 horas, respectivamente.

A partir de 40 horas de ensaio uma separação mais clara é observada nas curvas e nota-se que a adição das polpas conduz a uma redução na elevação adiabática máxima. Com base nos valores extrapolados apresentados na Tabela 4.6. nota-se que com a adição das polpas, obteve-se redução da elevação adiabática de 1,3 °C e 5,1 °C para as misturas EU 0,50% e EU 1,0%, e de 2,4 °C e 10,7 °C para as misturas PI 0,50% e PI 1,0%. Uma redução da elevação adiabática de cerca de 0,5 °C (misturas com 0,50% de polpas) e 1 °C (misturas com 1,0% de polpa) já era esperada, uma vez que ocorre uma redução no volume de pasta/m³ quando a fibra é incluída na mistura. Porém como a redução observada foi maior, conclui-se que as misturas fibrosas formam um volume um pouco menor de produtos hidratados. Os coeficientes de elevação adiabática variaram de 0,011 a 0,012 °C.m³/kg de material cimentício (cimento+sílica ativa).

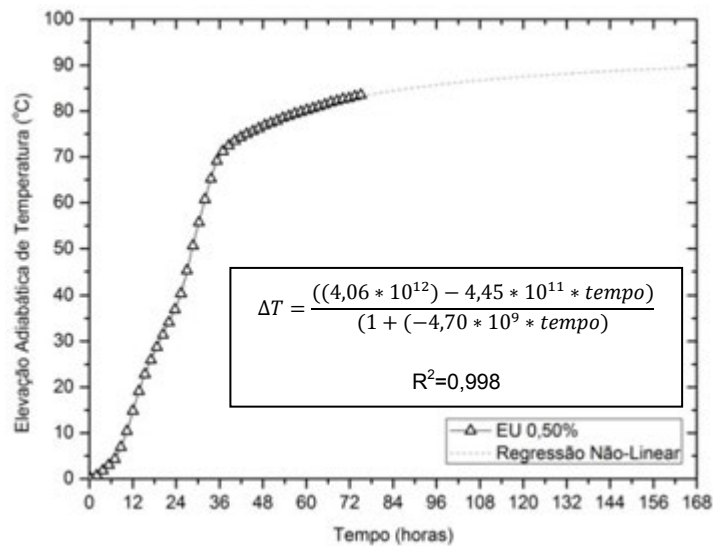
Comparando os resultados para as misturas contendo mesmo teor de fibras e tipos de fibra diferente, observa-se que as fibras de pinho causaram uma maior diminuição do calor total liberado que as fibras de eucalipto. Isso se deve ao fato das fibras de pinho mais hemicelulose, lignina e extrativo que as fibras de eucalipto.

Tabela 4.6 - Resultados dos testes de elevação adiabática de temperatura para as misturas.

Características	Misturas				
	REF	EU 0,50%	EU 1,0%	PI 0,50%	PI 1,0%
Elevação adiabática de temperatura (°C)	95,96	94,70	90,86	93,59	85,27
Coefficiente de elevação adiabática (°C.m³/kg)	0,12	0,12	0,12	0,12	0,11



(a)



(b)

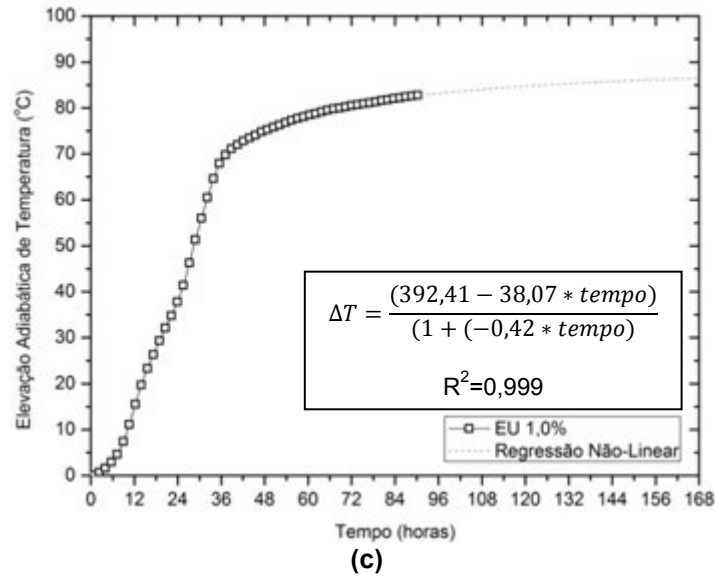
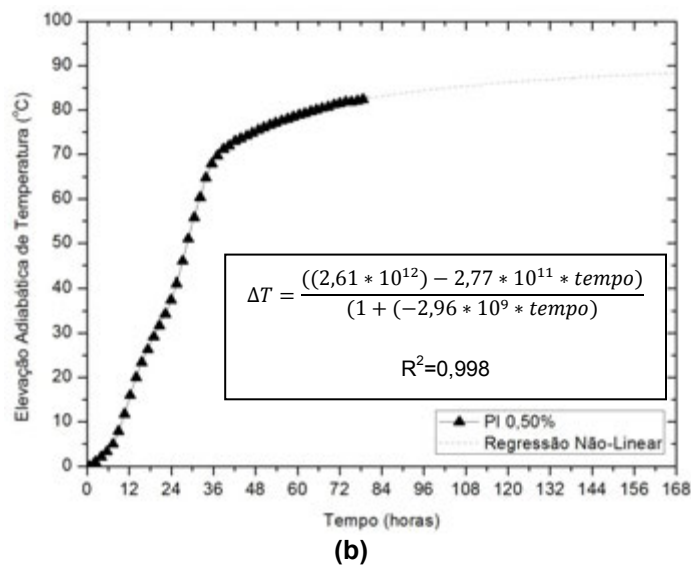
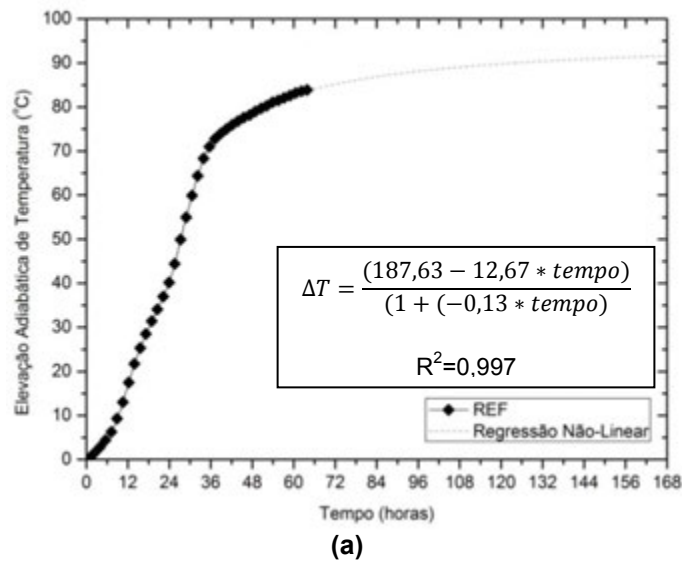


Figura 4.9 – Curvas de elevação adiabática com o final obtido através de regressão não linear para as misturas contendo fibras de eucalipto: **(a)** REF, **(b)** EU 0,50% e **(c)** EU 1,0%.



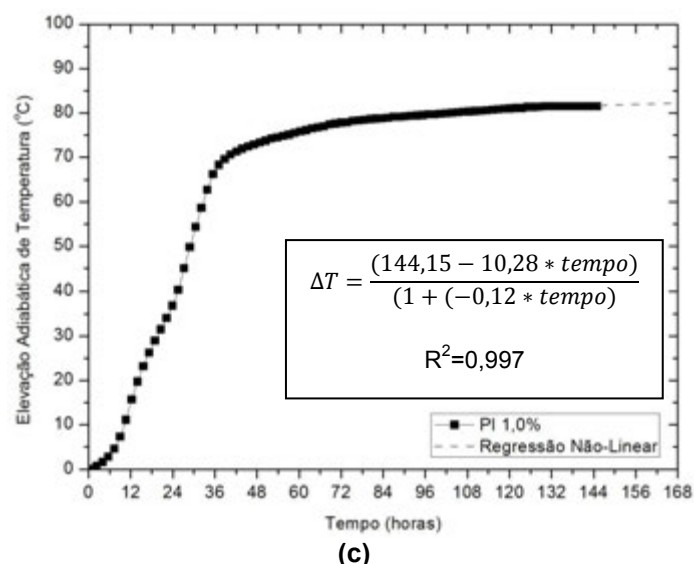
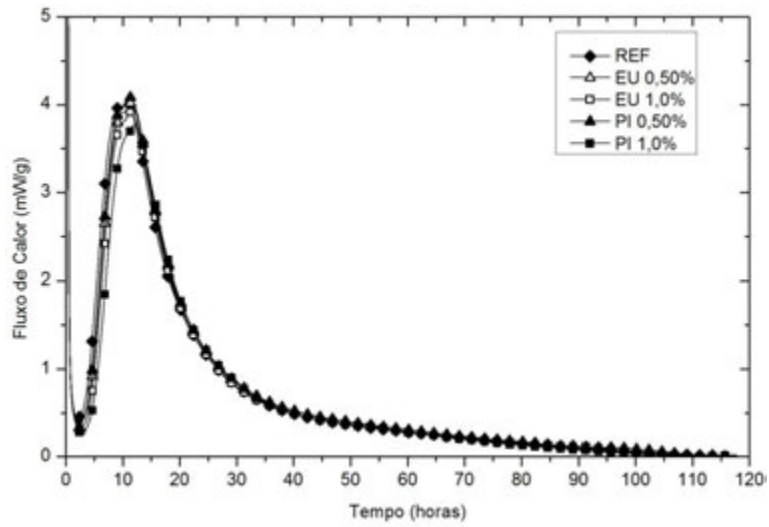


Figura 4.10 – Curvas de elevação adiabática com o final obtido através de regressão não linear para as misturas contendo fibras de pinho: (a) REF, (b) PI 0,50% e (c) PI 1,0%.

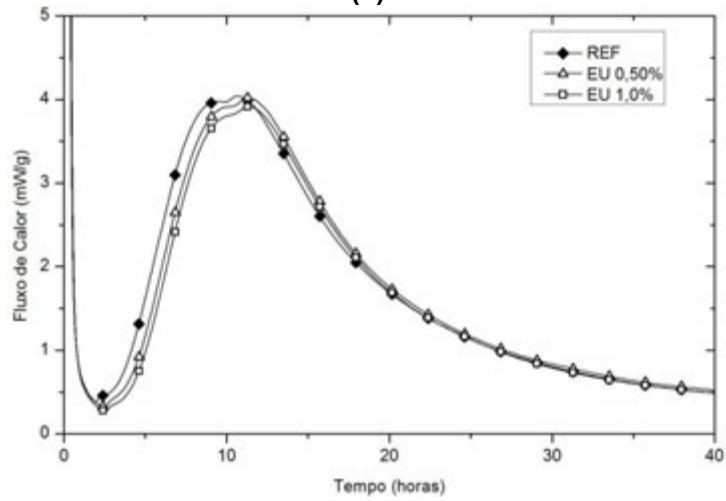
4.2.4 Ensaio de Calorimetria Isotérmica

Na Figura 4.11 são apresentadas as curvas de fluxo de calor obtidas no ensaio de calorimetria isotérmica a 23 °C para as misturas reforçadas com 0,50% e 1,0% de fibras de eucalipto e de pinho, e a mistura de referência.

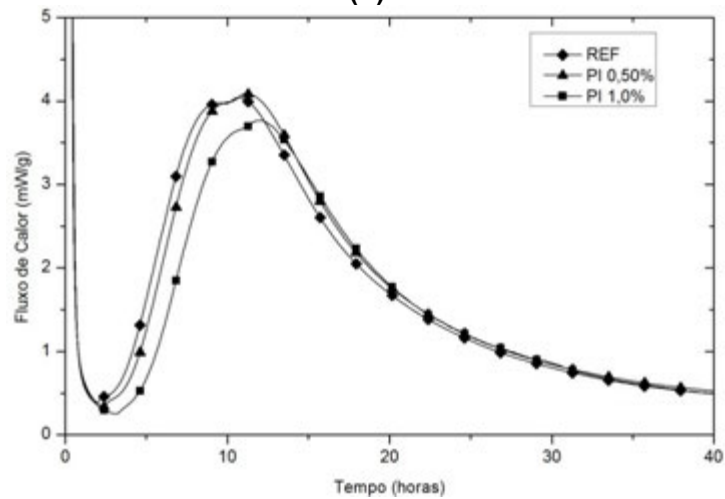
A partir da Figura 4.11, nota-se que, durante o período de pré-indução, tanto as fibras de eucalipto quanto de pinho, não alteraram o comportamento da mistura. Entretanto, a adição de fibras gerou um pequeno aumento no período de dormência tanto quanto um aumento no tempo em que o pico principal (3) das reações de hidratação é observado. As inclinações das curvas durante o período de aceleração foram praticamente iguais o que indica que o período de aceleração foi deslocado para a direita com o uso das fibras. Comparando os picos da hidratação de cada curva, é possível observar que 0,50% e 1,0% de fibras de eucalipto retardou a hidratação em aproximadamente 30 e 45 minutos quando comparado com a referência. Algo similar aconteceu para as misturas com fibras de pinho, para as misturas com 0,50% e 1,0% de fibras houve um retardo de 30 minutos e 85 minutos, respectivamente. Ao final, durante o período de desaceleração, as curvas das misturas contendo fibras, tanto de eucalipto quanto de pinho, ficam novamente muito próximas da referência. Isto significa que as fibras provocaram um pequeno retardo das reações de hidratação somente nas primeiras horas.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.11 – (a) Curvas de liberação de calor para as misturas REF, EU 0,50%, EU 1,0%, PI 0,50% e PI 1,0%; (b) zoom nas primeiras 40 horas para as misturas contendo fibras de eucalipto; (c) zoom nas primeiras 40 horas para as misturas contendo fibras de pinho.

Na Figura 4.12 apresentam-se as curvas de calor acumulado *versus* tempo para a mistura REF e com 0,50% e 1,0% de fibras de eucalipto e de pinho. Nota-se que as misturas de 0,50% de fibras apresentaram um pequeno aumento marginal do calor total envolvido após 120 horas de teste quando comparado à referência. Porém, as misturas contendo 1,0% de fibras apresentaram redução sensível do calor total envolvido, 4,5% para EU 1,0% e 7,0% para PI 1,0%. Vale ressaltar novamente que uma redução já era esperada (conforme explicado no item 4.2.3), mas a magnitude da redução esperada era menor. Isto indica que as fibras de estudadas diminuem a formação de produtos hidratados.

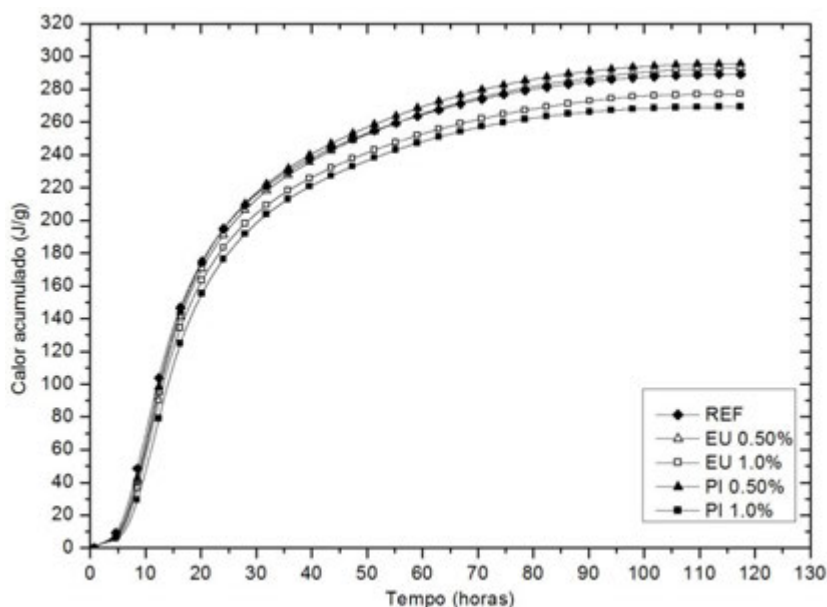


Figura 4.12 – Curvas do calor liberado acumulado para as misturas REF, EU 0,50%, EU 1,0%, PI 0,50% e PI 1,0%.

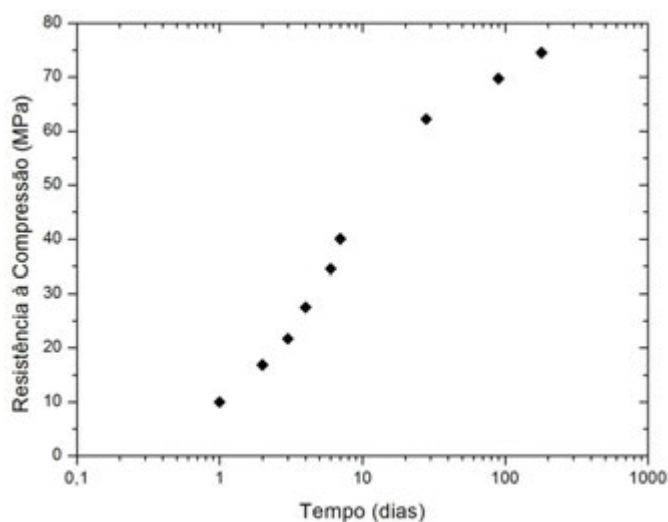
Comparando os resultados para as misturas contendo 1,0% de fibras e tipos de fibra diferente, observa-se que as fibras de pinho causaram um efeito de retardo mais expressivo que as fibras de eucalipto. Isso se deve ao fato das fibras de pinho mais hemicelulose, lignina e extrativo que as fibras de eucalipto. Estes resultados corroboram aqueles obtidos pelos ensaios de calorimetria adiabática. Assim como aqueles, estes resultados mostram que houve um retardo nas reações de hidratação e este efeito é mais pronunciado para as fibras de pinho.

O efeito de retardo também é relatado em diversos trabalhos (CARVALHO *et al.*, 2008; HOJOS *et al.*, 2013) e também com outras espécies de fibras naturais como sisal e coco (AGGARWAL e SINGH, 1990), e juta (CHAKRABORTY *et al.*, 2013). Nestes trabalhos, afirma-se que este efeito é causado pelos componentes das fibras

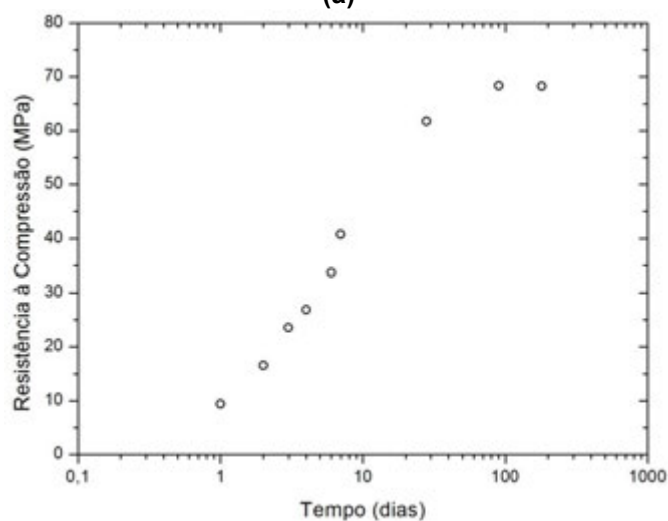
(açúcares, lignina e outros), uma vez que é sabido que a adição de tais componentes separadamente em materiais cimentícios causa este efeito (JUENGER e JENNINGS, 2002; BISHOP e BARRON, 2006; ZHANG, 2010). Porém o mecanismo, ou seja, como os componentes afetam a hidratação é ainda desconhecida. Supõe-se que seja através da formação de uma barreira em volta dos grãos de cimento parcialmente hidratados.

4.2.5 Resistência à Compressão

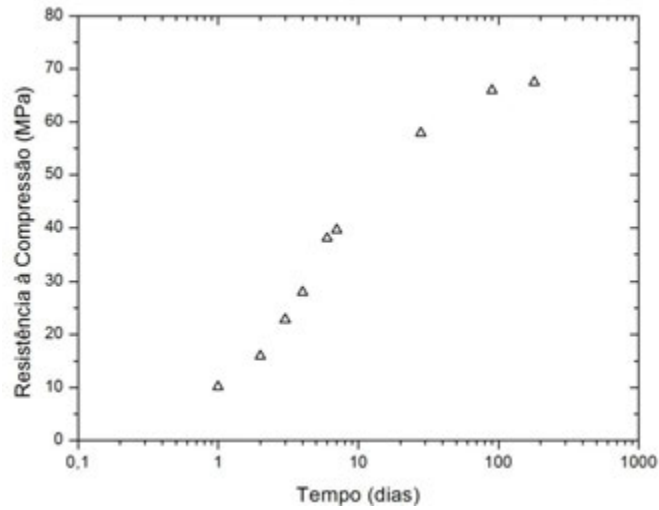
A evolução da resistência à compressão no tempo das pastas em estudo está apresentada na Figura 4.13, Figura 4.14, Figura 4.15 e Figura 4.16. A partir dos resultados de resistência à compressão determinou-se a evolução do grau de hidratação com o tempo (adotando $\xi_0 = 0,1$ e para $f_c(\infty)$ foi considerada a resistência à compressão da maior idade ensaiada – 180 dias e 90 dias). A evolução do grau de hidratação no tempo é apresentada nas Figura 4.17 a Figura 4.20.



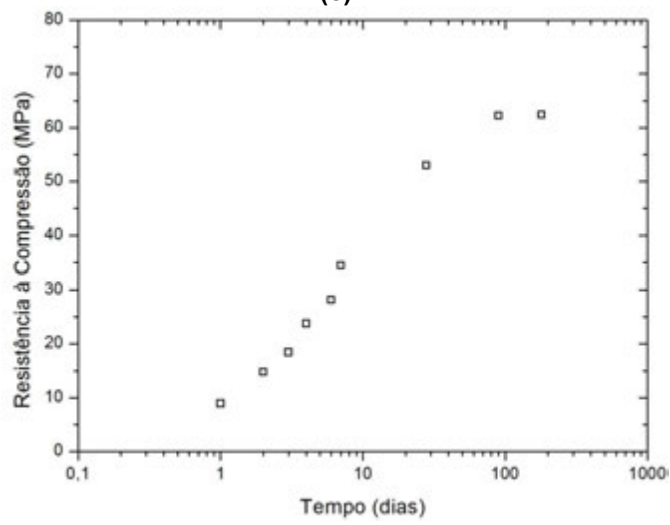
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.13 – Evolução da resistência à compressão das pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50%; (d) EU 1,0%.

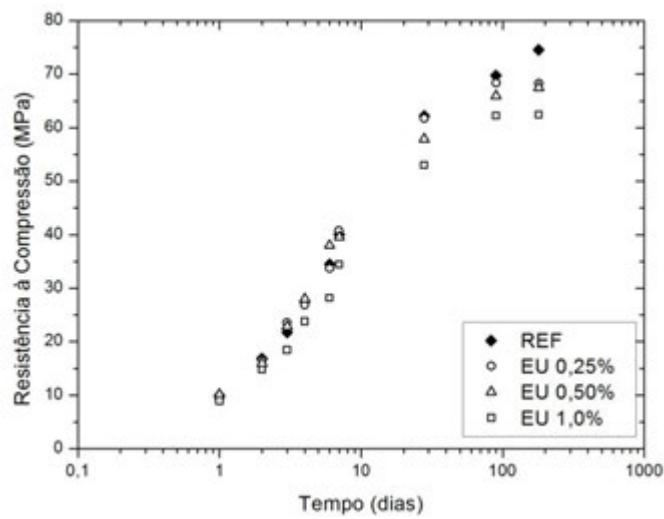
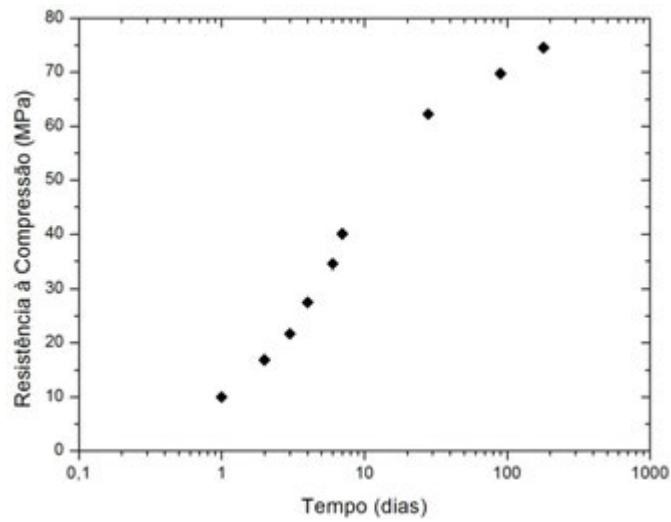
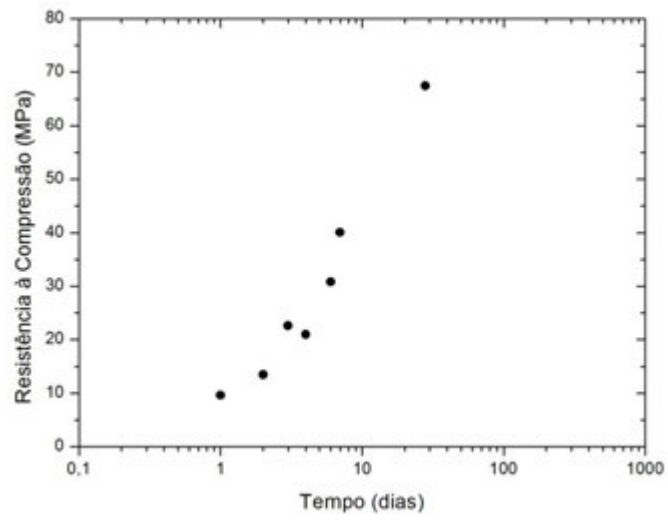


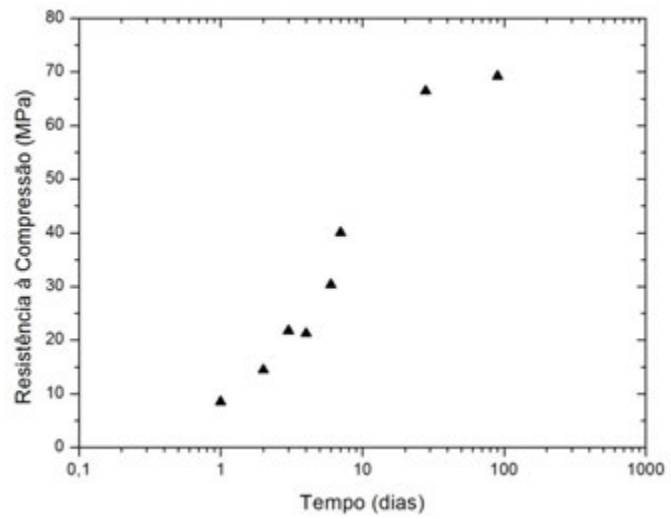
Figura 4.14 – Evolução da resistência à compressão da pasta de referência e as misturas contendo fibras de eucalipto.



(a)



(b)



(c)

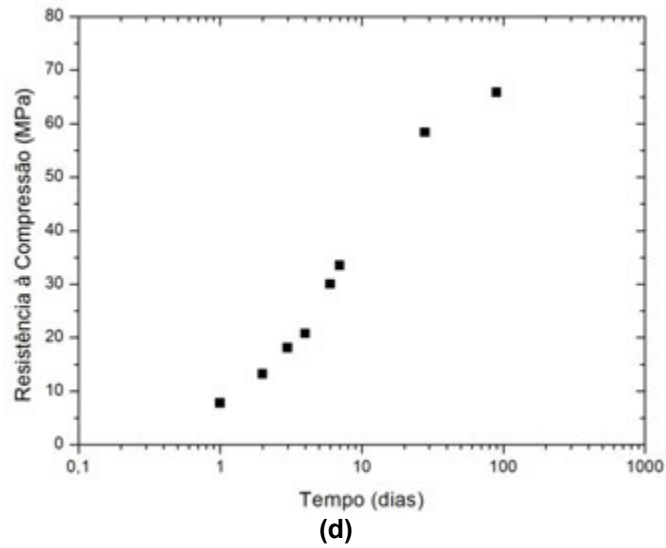


Figura 4.15 – Evolução da resistência à compressão das pastas: (a) REF; (b) PI 0,25%; (c) PI 0,50%; (d) PI 1,0%.

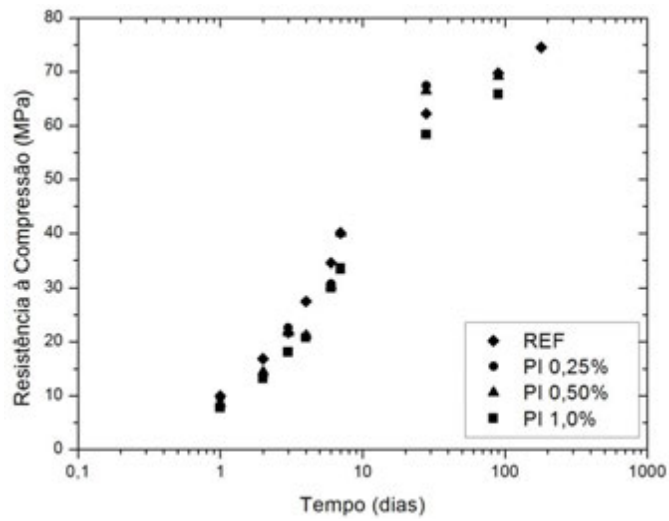
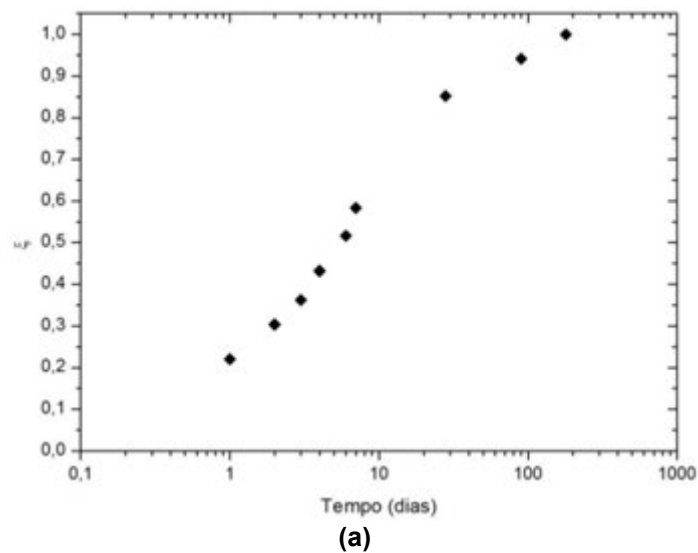
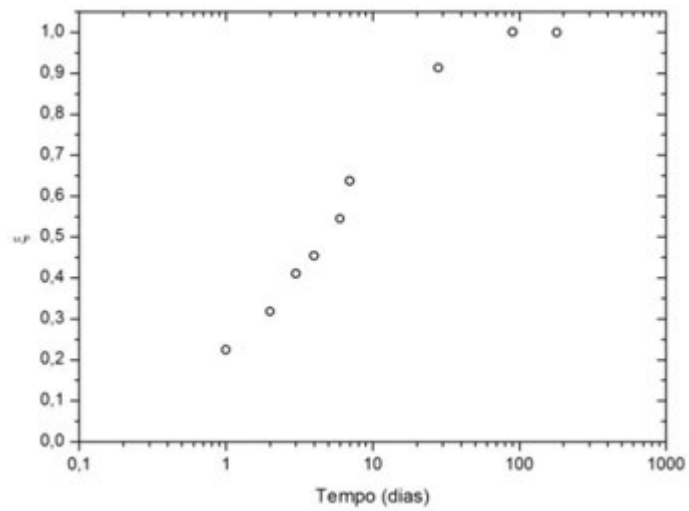
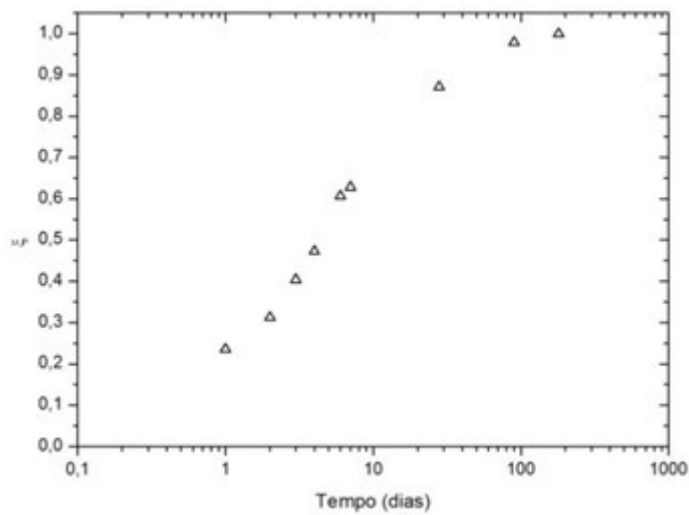


Figura 4.16 – Evolução da resistência à compressão das pastas contendo fibras de pinho.

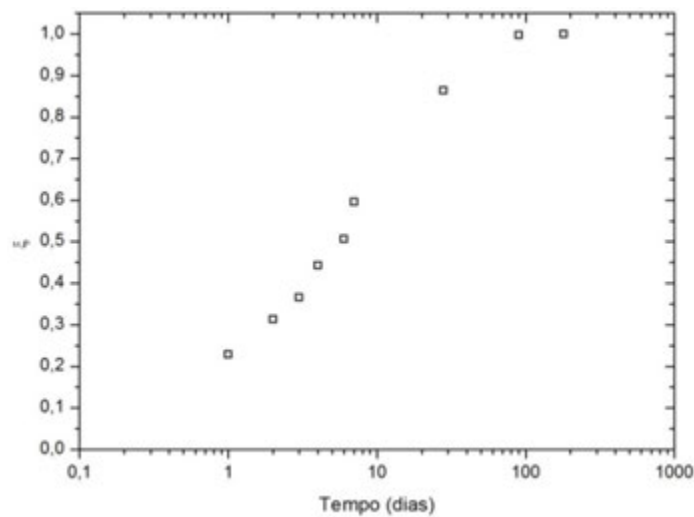




(b)



(c)



(d)

Figura 4.17 – Evolução do grau de hidratação obtido a partir do fc das pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50%; (d) EU 1,0%.

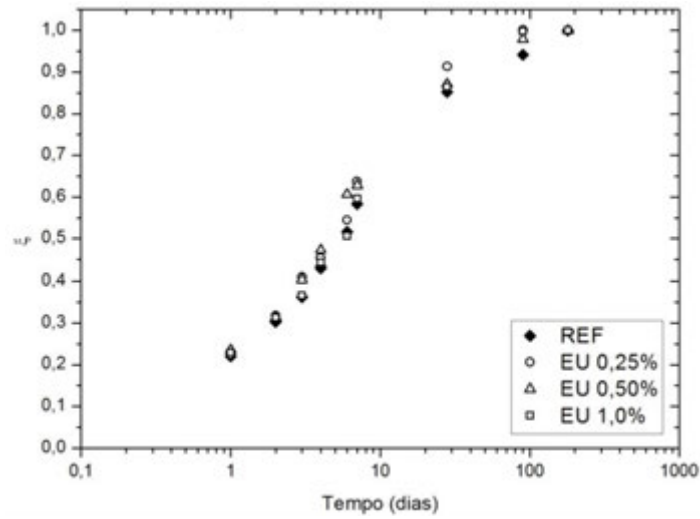
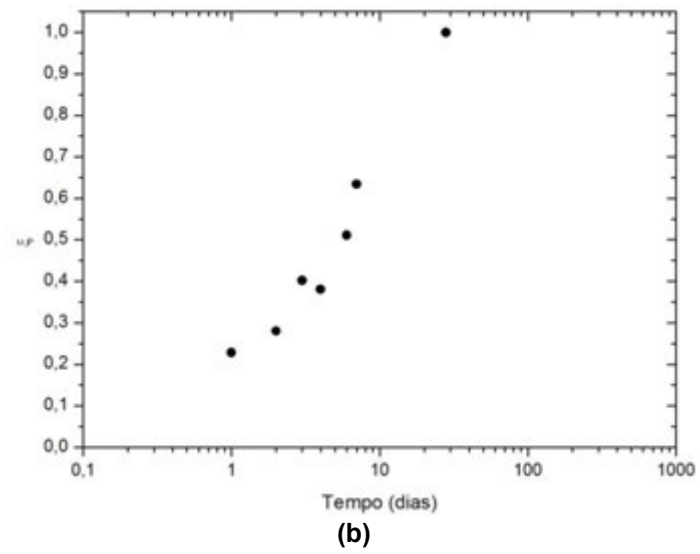
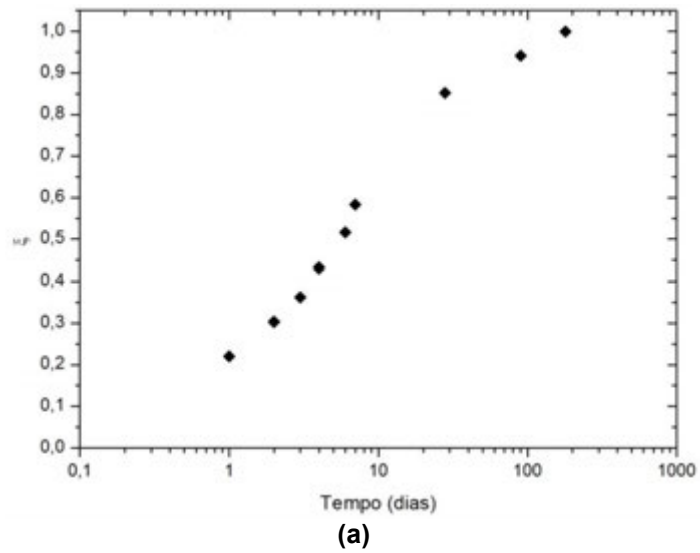
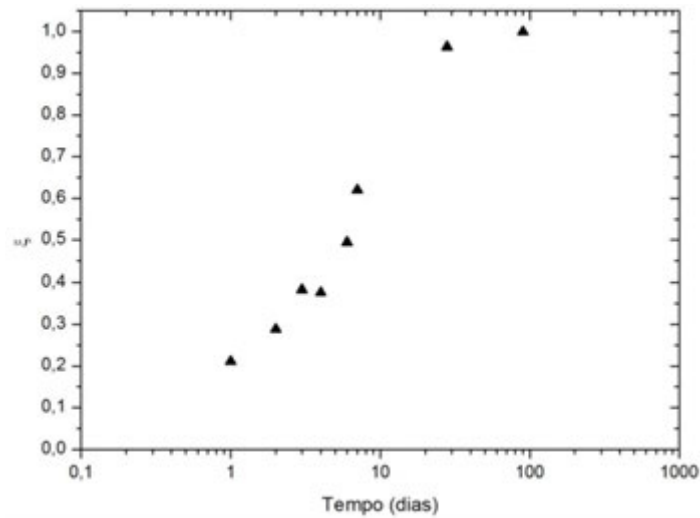
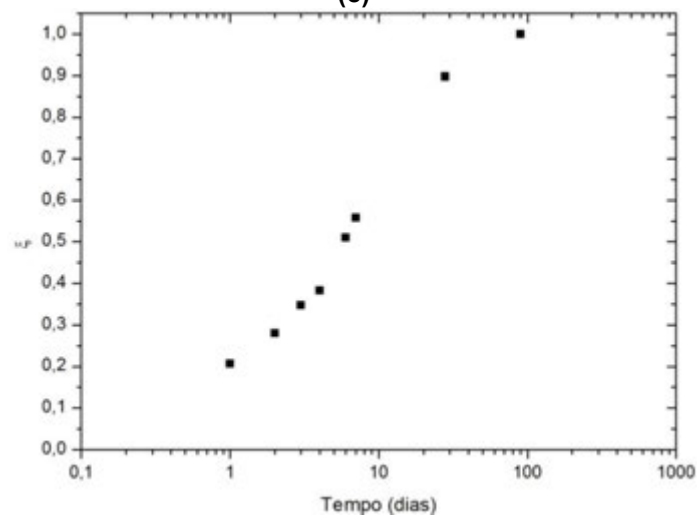


Figura 4.18 – Evolução do grau de hidratação obtido a partir do w_p no tempo das pastas contendo fibras de eucalipto.





(c)



(d)

Figura 4.19 – Evolução do grau de hidratação obtido a partir do fc das pastas: (a) REF; (b) PI 0,25%; (c) PI 0,50%; (d) PI 1,0%.

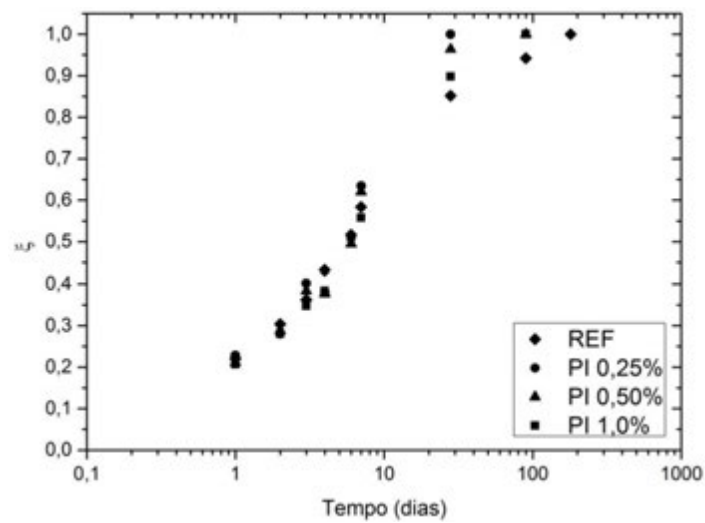
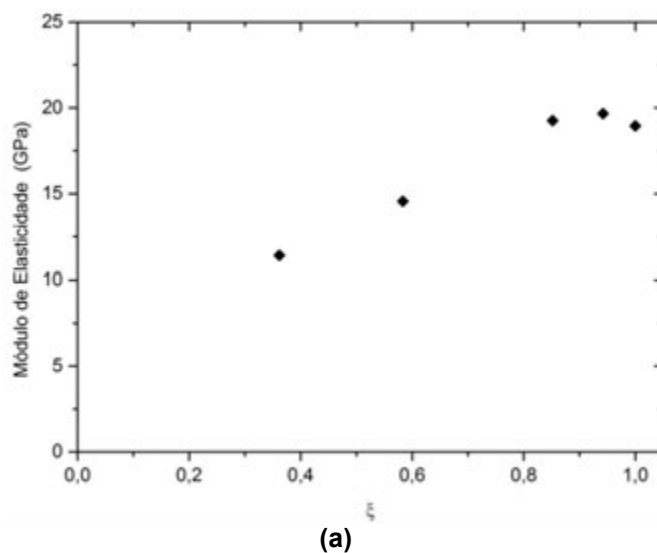
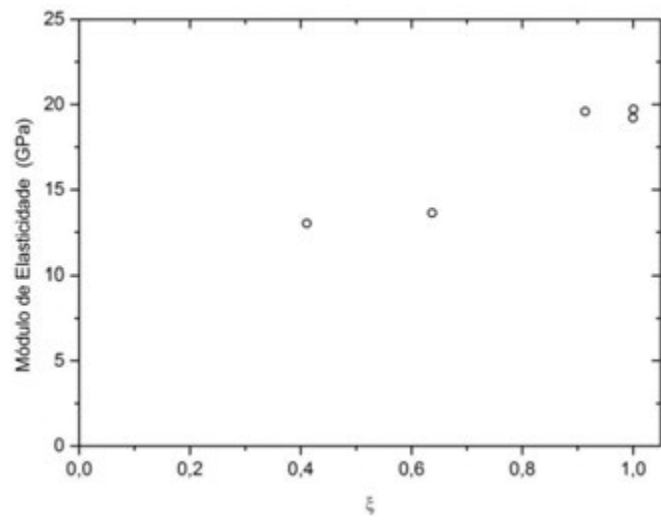


Figura 4.20 – Evolução do grau de hidratação obtido a partir do fc no tempo das pastas contendo fibras de pinho.

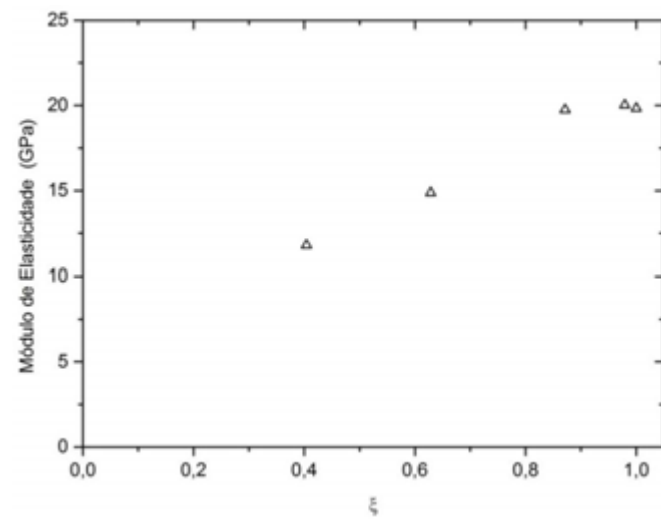
Os resultados obtidos indicam que a presença das polpas reduziu a resistência à compressão da mistura de referência e que isso foi mais expressivo para as misturas com 1% de polpa. A redução na resistência final (180 dias) está em consonância com a menor formação de produtos hidratados indicada nos ensaios de hidratação adiabática e isotérmica. Entretanto, é importante ressaltar o fato de que a redução na resistência (ver Tabela 4.7 onde a polpa de eucalipto mostra uma redução de cerca de 16%) ser um pouco maior do que a observada na liberação de calor, esta relacionada com questões como a redução da trabalhabilidade da mistura que pode provocar uma maior porosidade nas amostras (efeito físico) e, também, o próprio aumento de porosidade intrínseco a adição desse tipo de fibras na pasta (fibras de celulose são porosas).

As evoluções dos módulos de elasticidade das misturas com a hidratação estão apresentadas na Figura 4.21 e na Figura 4.23 partes (a), (b), (c) e (d). A Figura 4.22 e a Figura 4.24 apresenta os resultados de todas as misturas. Os resultados indicam que a partir de um grau de hidratação de cerca de 0,8 todas as pastas não apresentam acréscimos nos seus módulos de elasticidade. Além disso, a adição de polpas não traz alterações significativas ao módulo de elasticidade durante a hidratação.

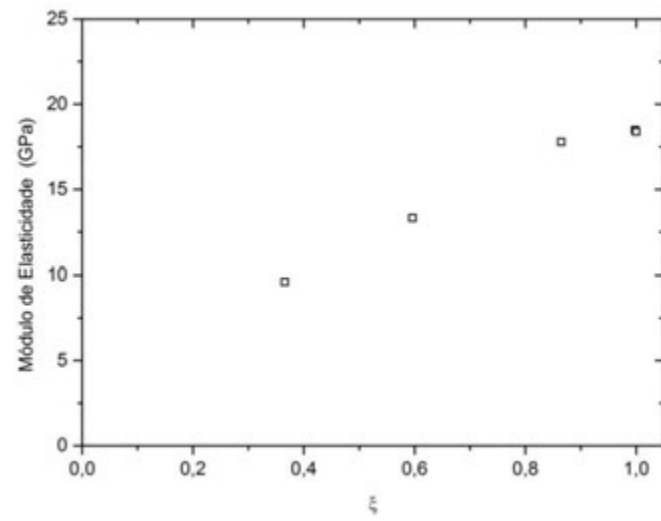




(b)



(c)



(d)

Figura 4.21 – Evolução do módulo das pastas com a hidratação: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50%; (d) EU 1,0%.

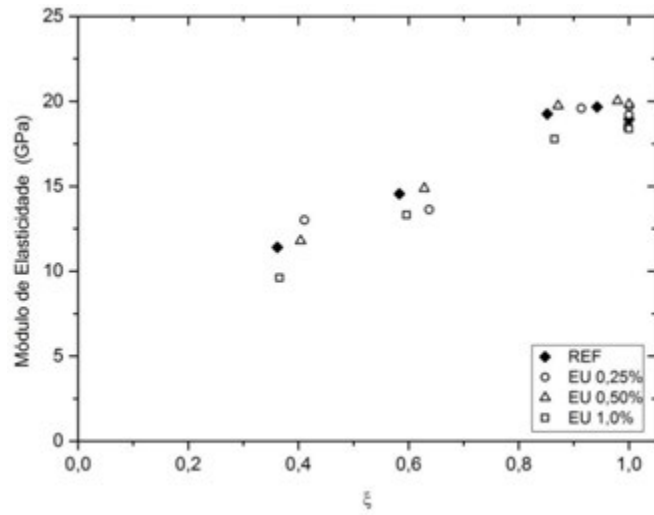
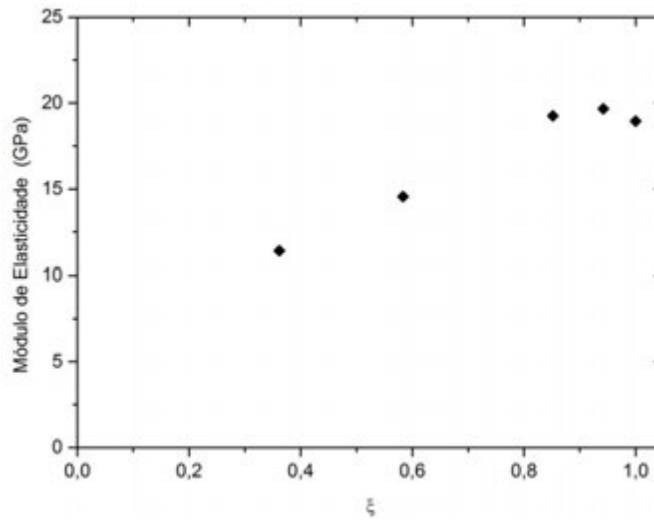
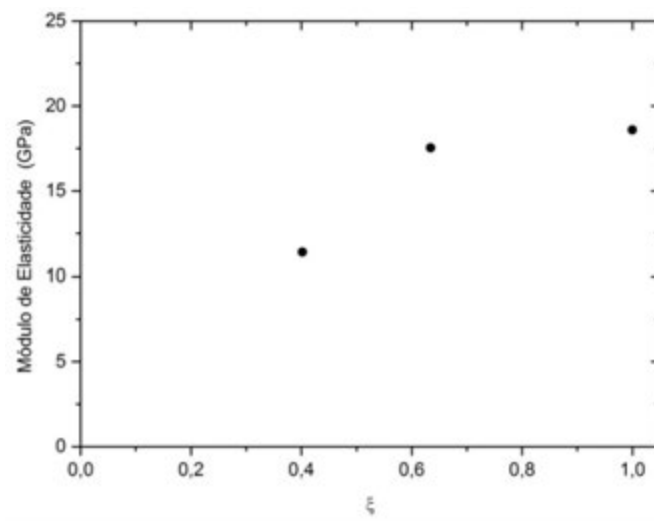


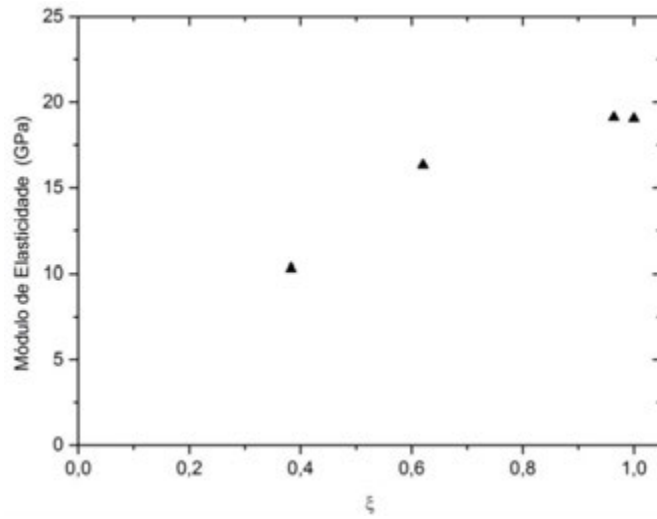
Figura 4.22 – Evolução dos módulos das pastas contendo fibras de eucalipto com a hidratação.



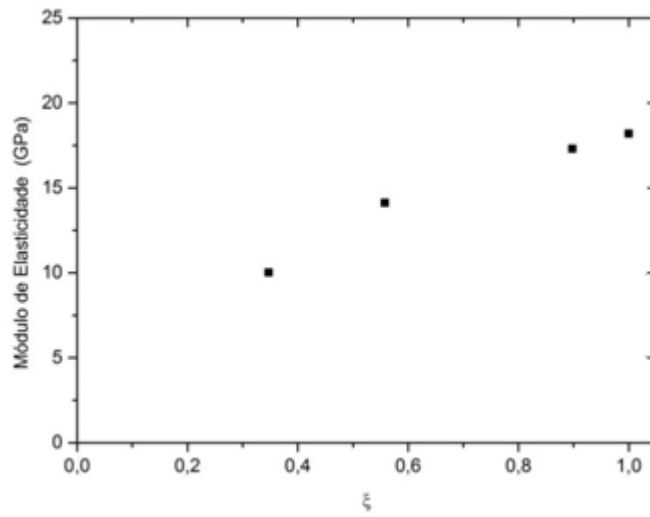
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.23 – Evolução do módulo das pastas com a hidratação: (a) REF; (b) PI 0,25%; (c) PI 0,50%; (d) PI 1,0%.

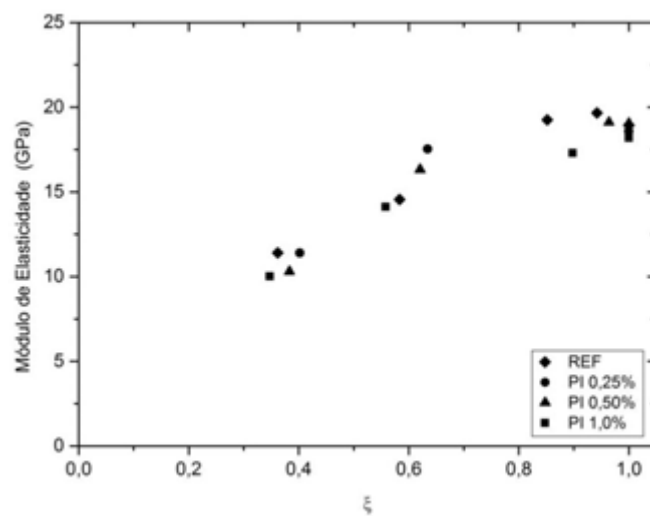


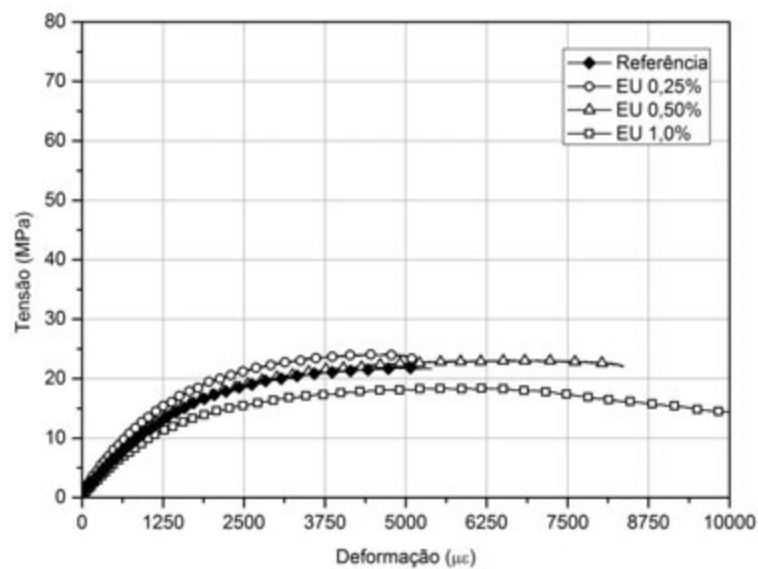
Figura 4.24 – Evolução dos módulos das pastas contendo fibras de pinho com a hidratação.

4.3 Propriedades das Pastas no Estado Endurecido

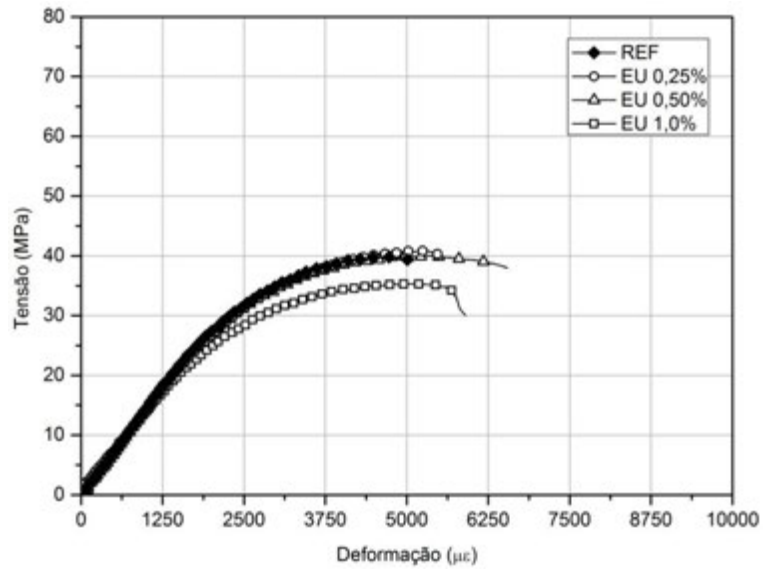
4.3.1 Propriedades Mecânicas

4.3.1.1 Comportamento sob Compressão Uniaxial

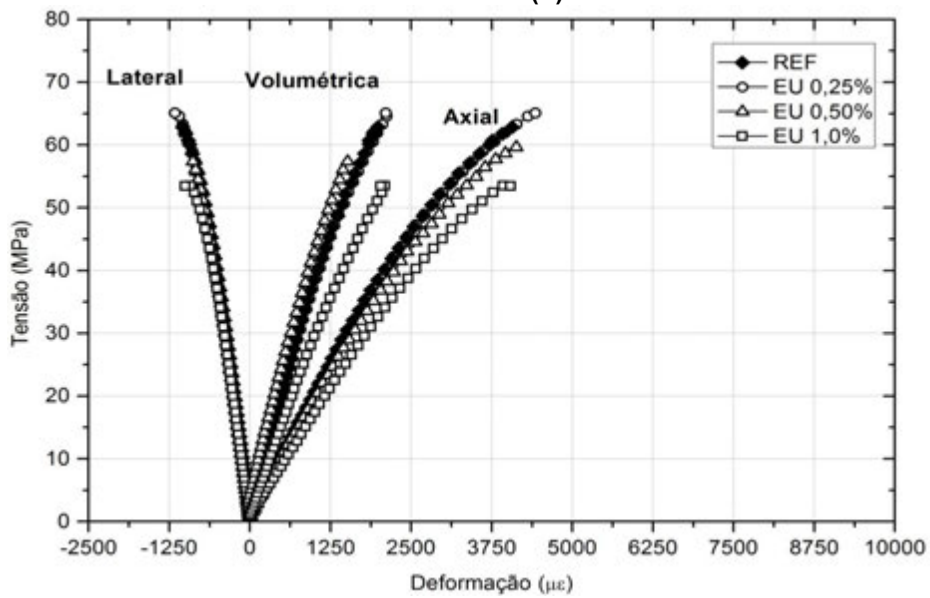
Na Figura 4.25 e na Figura 4.26 são apresentadas as curvas típicas tensão versus deformação uniaxial para as idades de 3, 7, 28, 90 e 180 dias das misturas contendo fibras de eucalipto e de pinho, respectivamente. Na Tabela 4.7 e na Tabela 4.8 são mostradas as médias obtidas para resistência à compressão (f_{c_RUP}), a deformação uniaxial correspondente à tensão de pico (ε_u) e o módulo de elasticidade (E_c) para os sete traços com as idades de 3, 7, 28, 90 e 180 dias, e a média obtida para o coeficiente de Poisson (ν) aos 28 dias. Como a deformação lateral foi adquirida somente para a idade de 28 dias, só foi possível obter o coeficiente de Poisson e deformação volumétrica para esta idade. As curvas tensão versus deformação de todos os corpos de prova ensaiados são apresentadas no Anexo A. Foram realizados pelo menos 3 ensaios por mistura/idade. A análise estatística dos resultados é apresentada no Anexo B.



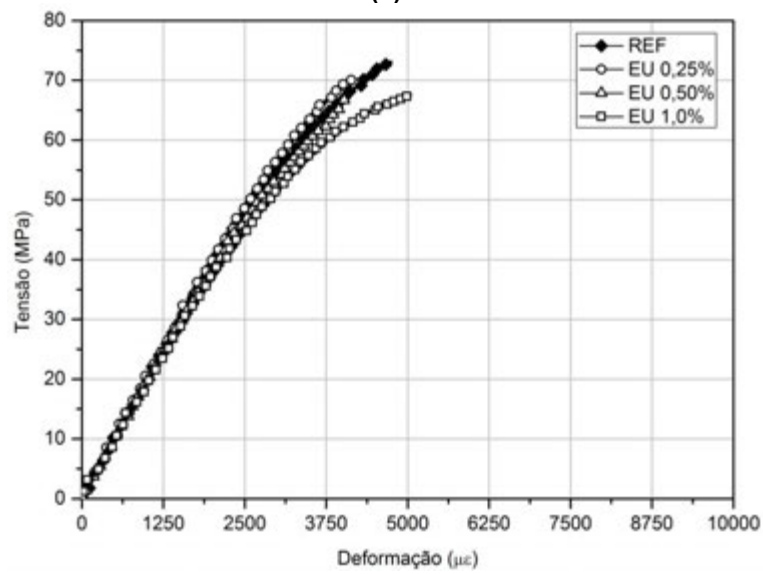
(a)



(b)



(c)



(d)

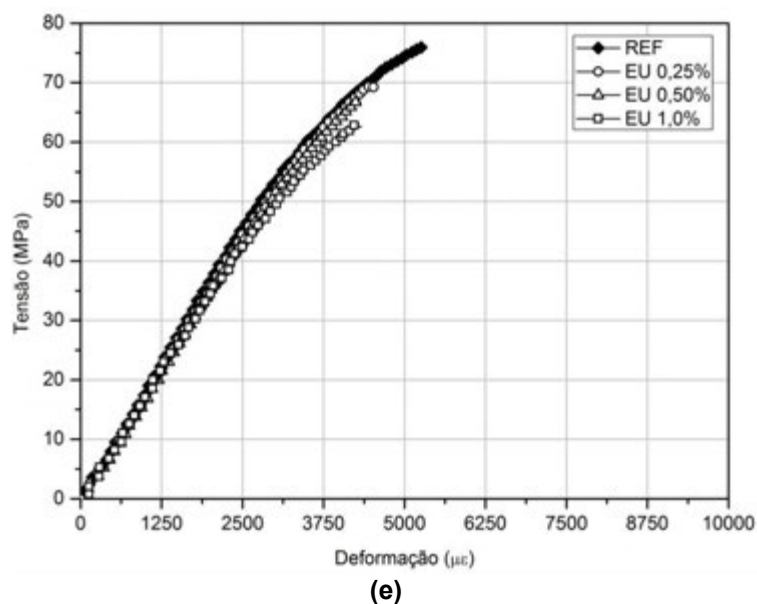
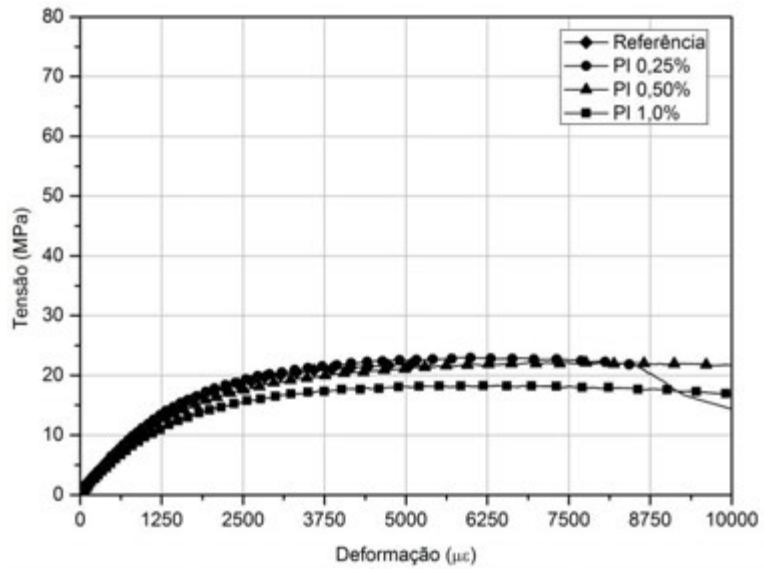
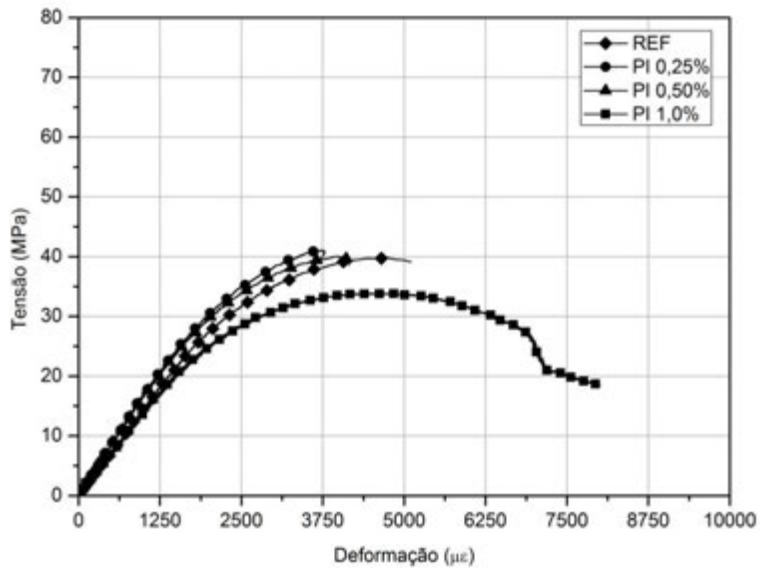


Figura 4.25 – Curvas típicas tensão-deformação dos traços com fibras de eucalipto: **(a)** aos 3 dias; **(b)** aos 7 dias; **(c)** aos 28 dias; **(d)** aos 90 dias; e **(e)** aos 180 dias.

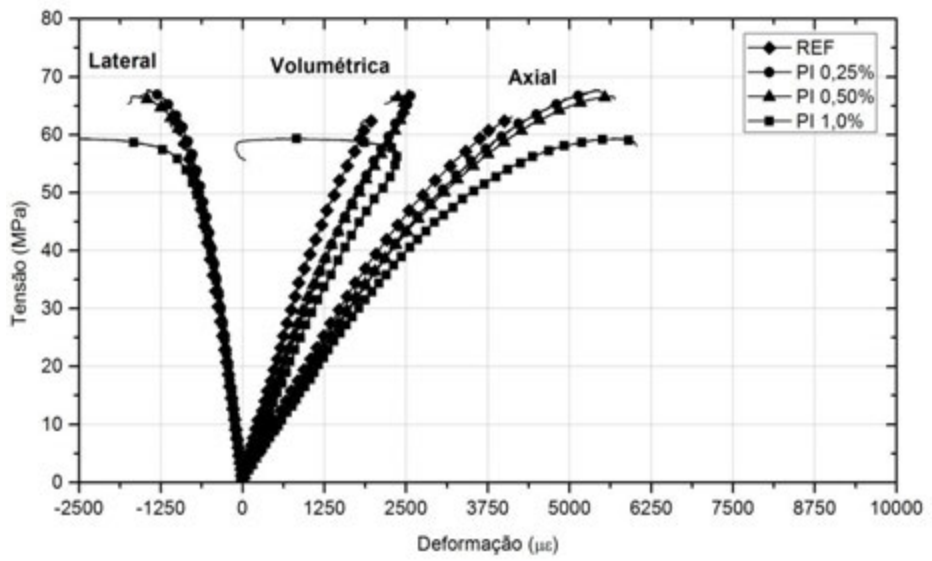
Os resultados de resistência à compressão aos 3 dias de idade das misturas reforçadas com fibras de eucalipto foram diferentes estatisticamente da mistura de referência. Por exemplo, as misturas EU 0,25% e EU 0,50% foram, respectivamente, 8,6% e 5,1% mais resistentes que a mistura de referência, enquanto que a mistura EU 1,0% apresentou uma resistência 15,1% inferior à da mistura de referência. O aumento observado para as misturas reforçadas com menores volumes de polpa pode explicado pelo fato de as fibras, sendo hidrófilas, serviram de depósito de água, favorecendo a nucleação, e aumentar a quantidade de produtos hidratados (ARDANUY *et al.*, 2011). Os resultados obtidos com os ensaios de pulso ultrassônico e condutividade elétrica indicam a mesma tendência conforme mostrado no item 4.2.1 e no item 4.2.2. A queda de resistência observada para a mistura EU 1,0% deve-se provavelmente, a presença de uma maior quantidade de ar aprisionado na mistura, devido à maior dificuldade de compactação da mistura fresca. Vê-se maior presença de defeitos nos corpos-de-prova da mistura EU 1,0% na Figura 4.30.



(a)



(b)



(c)

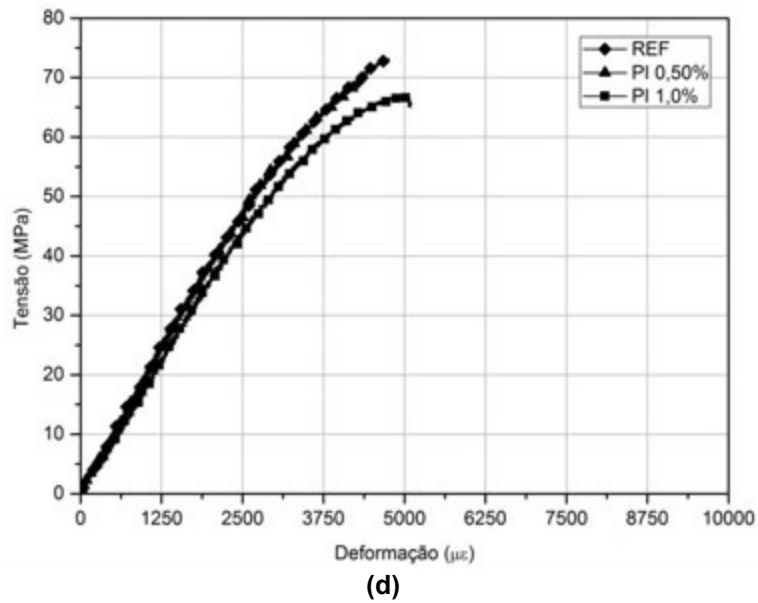


Figura 4.26 – Curvas típicas tensão-deformação dos traços com fibras de pinho: **(a)** aos 3 dias; **(b)** aos 7 dias; **(c)** aos 28 dias; e **(d)** aos 90 dias.

No caso das misturas reforçadas com fibras de pinho, as misturas PI 0,25% e PI 0,50% obtiveram resistências à compressão, aos 3 dias de idade, estatisticamente iguais a da mistura de referência (acréscimos inferiores à 4%). Para o maior teor de substituição, ocorreu uma redução na resistência de 16,7%. O motivo dessa redução é, provavelmente, o mesmo que ocorreu para EU 1,0% (pela presença de ar aprisionado- ver Figura 4.31).

A presença de reforço aumentou a ductilidade pós-pico da matriz conforme pode ser observado na Figura 4.25 e Figura 4.26. A análise estatística indicou que a mistura de EU 0,25% tem a mesma deformação de pico, aos 3 dias de idade, da mistura de referência. Já para as misturas com teor de 0,50% e 1,0% de eucalipto foram observados acréscimos na deformação de pico de 25,7% e 19,6 %, respectivamente. Comportamento similar foi observado para as fibras de pinho para a mesma idade, o valor da deformação de pico das misturas foi superior à deformação de pico da referência, sendo este aumento da ordem de 20%. O aumento mais expressivo foi observado com a mistura com 0,50% de substituição (29,22%).

Tabela 4.7 – Valores médios da resistência à compressão e deformação uniaxial correspondente à tensão de pico para as misturas em estudo com idades de 3, 7, 28, 90 e 180 dias.

Mistura	Ruptura									
	3 dias		7 dias		28 dias		90 dias		180 dias	
	f_{c-RUP} (MPa) - CV (%)	ϵ_u ($\mu\epsilon$) - CV (%)	f_{c-RUP} (MPa) - CV (%)	ϵ_u ($\mu\epsilon$) - CV (%)	f_{c-RUP} (MPa) - CV (%)	ϵ_u ($\mu\epsilon$) - CV (%)	f_{c-RUP} (MPa) - CV (%)	ϵ_u ($\mu\epsilon$) - CV (%)	f_{c-RUP} (MPa) - CV (%)	ϵ_u ($\mu\epsilon$) - CV (%)
REF	21,73 -0,49	4792,66 – 6,99	40,06 – 1,78	4644,43 – 2,65	62,30 – 2,04	4112,83 – 0,42	69,79 – 4,83	4249,06 – 8,51	74,58 – 2,10	4949,95 – 6,83
EU 0,25%	23,59 – 1,88	4443,25 – 9,71	40,78 – 0,85	5017,96 – 3,66	61,72 – 5,00	3912,80 – 12,11	68,37 – 1,96	4107,67 – 6,39	68,29 – 1,93	4356,89 – 2,59
EU 0,50%	22,83 – 1,75	6024,94 – 9,13	39,65 – 1,18	4962,22 – 6,39	57,89 – 3,45	3839,88 – 7,70	65,98 – 3,49	3684,49 – 9,50	67,54 – 2,00	4112,24 – 8,63
EU 1,0%	18,45 – 1,22	5731,79 – 8,47	34,41 – 2,10	4977,43 – 2,86	53,04 – 1,42	3927,73 – 1,80	62,28 – 3,65	4473,88 – 9,49	62,41 – 1,48	4115,80 – 8,17
PI 0,25%	22,65 – 1,47	6130,32 – 4,83	40,05 – 1,77	3302,38 – 8,87	67,48 – 1,06	5115,13 – 5,03	-	-	-	-
PI 0,50%	21,79 – 1,73	7530,59 – 4,54	40,04 – 0,70	3987,28 – 3,39	66,46 – 5,82	5040,60 – 8,72	69,24 – 1,28	4330,44 – 0,76	-	-
PI 1,0%	18,10 – 3,97	5961,99 – 3,02	33,49 – 2,14	4467,77 – 6,27	58,38 – 1,41	5351,14 – 5,03	65,84 – 1,32	4686,84 – 6,43	-	-

Tabela 4.8 – Valores médios de módulo de elasticidade para as misturas nas idades de 3, 7, 28, 90, 180 dias e coeficiente de Poisson das misturas na idade de 28 dias.

Mistura	E_c (GPa) - CV (%)					ν - CV (%)
	3 dias	7 dias	28 dias	90 dias	180 dias	28 dias
REF	11,41 – 0,90	14,55 – 1,70	19,26 – 2,85	19,66 – 3,01	18,95 – 1,06	0,23 – 3,81
EU 0,25%	13,01 – 2,83	13,62 – 3,42	19,58 – 2,68	19,72 – 2,46	19,20 – 8,68	0,25 – 1,59
EU 0,50%	11,79 – 2,64	14,87 – 3,27	19,74 – 4,22	20,02 – 2,07	19,83 – 4,15	0,25 – 4,21
EU 1,0%	9,61 – 2,99	13,31 – 1,85	17,77 – 4,21	18,48 – 1,16	18,37 – 2,00	0,23 – 4,36
PI 0,25%	11,40 – 6,15	17,53 – 2,86	18,59 – 3,43	20,63 – 2,18	20,16 – 4,35	0,21 – 1,57
PI 0,50%	10,30 – 4,22	16,32 – 2,62	19,11 – 1,75	19,05 – 3,42	20,78 – 5,14	0,21 – 4,49
PI 1,0%	10,02 – 3,71	14,12 – 3,30	17,29 – 2,53	18,18 – 1,29	18,24 – 3,27	0,20 – 1,78

Com relação ao módulo de elasticidade, a mistura EU 0,25% apresentou um aumento de 14,0%, enquanto que a mistura PI 0,25% apresentou módulo igual ao da referência. A mistura EU 0,50% também apresentou um módulo estatisticamente igual a da mistura de referência, enquanto que o valor do módulo para a mistura EU 1,0% apresentou redução de 15,8% quando comparada ao da mistura de referência. Para as fibras de pinho, houve um decréscimo nos valores de módulo de elasticidade com o aumento do teor de fibras (redução de 9,7% e 12,2% para os teores de 0,5% e 1,0%).

A inclusão de polpas previne a fissuração devido à retração, causando um leve aumento no módulo de elasticidade. Tal efeito é mais relevante aos 3 dias de idade. Entretanto, a adição das fibras também incorpora poros à pasta, diminuindo o módulo de elasticidade. Este último efeito foi predominantemente observado para as misturas nas cinco idades de ensaios.

Aos 7 dias de idade, tanto as misturas reforçadas com fibras de eucalipto quanto aquelas contendo fibras de pinho não apresentaram resistência à compressão estatisticamente diferentes quando comparadas com a mistura de referência (exceto as misturas com teor de fibra de 1,0%). Nesse caso, as misturas EU 1,0% e PI 1,0% foram, respectivamente, 14,1% e 16,4% menos resistentes que a mistura de referência. A magnitude da redução de resistência é similar a obtida de ensaio aos 3 dias de idade.

A adição das fibras de eucalipto nas misturas aumentou em cerca de 7,5% a deformação de pico da mistura de referência. As misturas contendo fibras de pinho apresentaram, no entanto, diminuição da deformação de pico para as misturas PI 0,25% e PI 0,50%. A redução foi de 28,9% para a mistura PI 0,25% e de 14,2% para mistura PI 0,50%. Esta redução não foi observada para a mistura de maior teor, PI 1,0%, para a qual o valor da deformação de pico foi estatisticamente igual ao da mistura de referência.

Com relação ao módulo de elasticidade, as misturas EU 0,25% e EU 1,0% apresentaram uma pequena redução em relação à referência (redução de 6,4% e 8,5%). A mistura EU 0,50% apresentou módulo estatisticamente igual ao da mistura de referência. Para as misturas reforçadas com fibras de pinho, houve um acréscimo nos valores de módulo de elasticidade para as misturas PI 0,25% e PI 0,50% (de 12,2 - 20,5%), enquanto que o módulo de elasticidade da mistura PI 1,0% foi estatisticamente igual a da referência.

As resistências à compressão, aos 28 dias de idade, das misturas reforçadas com 0,5% e 1,0% de fibras de eucalipto apresentaram redução em relação ao traço de referência de, respectivamente, 7,1% e 14,9%. Entretanto, a mistura EU 0,25% apresentou resistência estatisticamente igual à da referência. Quanto às misturas contendo fibras de pinho, as reforçadas com teores de 0,25% e 0,50% apresentaram um pequeno aumento na resistência (em torno de 7%), mas a mistura reforçada com maior teor de fibras mostrou uma redução de cerca de 6,3%.

A adição das fibras de eucalipto não causou diferença significativa na deformação de pico nesta idade quando comparadas a mistura de referência. Para as misturas contendo fibras de pinho, houve um aumento da deformação de pico. O aumento foi de 24,4% para o teor de 0,25%, de 22,6% para o teor de 0,50% e de 30,1% para o maior teor.

O módulo de elasticidade, aos 28 dias, tanto das misturas contendo fibras de eucalipto quanto daqueles reforçados com pinho nas frações volumétricas de 0,25% e 0,50% não apresentaram diferenças estatisticamente significativas em relação ao da mistura de referência. Somente as misturas com maior teor de substituição (EU 1,0% e PI 1,0%) apresentaram redução do módulo de elasticidade: de cerca de 8 - 10%.

No que diz respeito ao coeficiente de Poisson, os valores variaram entre 0,20 e 0,25. Para os compósitos contendo fibras de eucalipto, os valores variaram entre 0,23 e 0,25 (similares ao da matriz de referência). Já para aqueles contendo fibras de pinho o coeficiente de Poisson variou entre 0,20 e 0,21, sendo ligeiramente inferior que o da mistura de referência.

Para a idade de 90 dias, nota-se que os resultados de tensão e deformação de pico para a mistura PI 0,25% não foram mostrados. Houve um problema de faceamento das amostras que levou os corpos-de-prova a romperem prematuramente. Entretanto, foi possível determinar o valor do módulo de elasticidade obtido, uma vez que ele é calculado a partir do trecho inicial da curva, muito antes da ruptura do material. Para a idade de 180 dias também ocorreram problemas similares e, assim, os resultados obtidos para as misturas com fibras de pinho, exceto o módulo de elasticidade, não são mostrados.

Os resultados de resistência à compressão aos 90 dias tanto para as misturas com fibras de eucalipto quanto para aquelas contendo fibras de pinho não apresentaram diferenças significativas quando comparadas com o da mistura de

referência (exceto as misturas EU 1,0% e PI 1,0%). As misturas EU 1,0% e PI 1,0% foram, respectivamente, 10,8% e 5,7% menos resistentes que a mistura de referência.

A adição tanto das fibras de eucalipto quanto de fibras de pinho nas misturas não causou diferenças estatisticamente significativas na deformação de pico nesta idade quando comparadas a mistura de referência.

É importante observar que o aumento de ductilidade pós-pico observado nas idades de 3 dias para ambas as espécies de fibras, e aos 7 dias para as misturas contendo fibras de pinho, aos 28, 90 e 180 dias, já não aparece. Como a resistência da matriz aumentou bastante, nenhum dos teores foi suficiente para controlar eficientemente o processo de ruptura do material.

Com relação ao módulo de elasticidade aos 90 dias de idade, tanto as misturas contendo fibras de eucalipto quanto aquelas reforçadas com pinho nas frações volumétricas de 0,25% e 0,50% não apresentaram diferenças significativas em relação à mistura de referência. Somente as misturas contendo 1,0% de polpa apresentaram redução do módulo de elasticidade, variando entre 6,0 e 7,5%.

Os resultados de resistência à compressão aos 180 dias para as misturas com fibras de eucalipto apresentaram diferenças estatisticamente significativas quando comparadas com a mistura de referência. As misturas EU 0,25%, EU 0,50% e EU 1,0% foram, respectivamente, 8,4%, 9,4% e 16,3% menos resistentes que a mistura de referência.

A adição das fibras de eucalipto nas misturas também acarretou redução na deformação de pico nesta idade quando comparadas a mistura de referência. Para a mistura EU 0,25%, o valor da deformação foi estatisticamente igual à da matriz. Já para as misturas EU 0,50% e EU 1,0%, houve diminuição da deformação de pico em torno de 17%.

No que diz respeito ao módulo de elasticidade aos 180 dias, os compósitos com fibras de eucalipto apresentaram valores de módulo de elasticidade estatisticamente iguais ao da referência. Para as fibras de pinho, houve um acréscimo de cerca de 10% no valor do módulo de elasticidade somente para a mistura PI 0,50%. As demais não apresentaram diferenças significativas em relação à referência.

4.3.1.1.1 Processo de Fratura

As curvas tensão *versus* deformação obtidas nos ensaios aos 28 dias de idade foram analisadas segundo o processo de fratura, definindo três diferentes estágios de avaliação, conforme descrito por TOLEDO FILHO (1997). A Figura 4.27 ilustra os três níveis de avaliação. O primeiro nível, denominado como ponto A na Figura 4.27, é definido como início do processo de microfissuração e propagação das microfissuras. Este nível é o ponto onde a curva tensão-deformação axial desvia da linearidade. As fissuras, então, propagam-se até se encontrarem e formarem várias fissuras maiores. Este ponto foi denominado como ponto de coalescência de fissura e, na Figura 4.27, corresponde ao ponto B. Estas fissuras maiores se propagam até atingirem seu comprimento crítico e a argamassa atinge sua resistência de ruptura no ponto C.

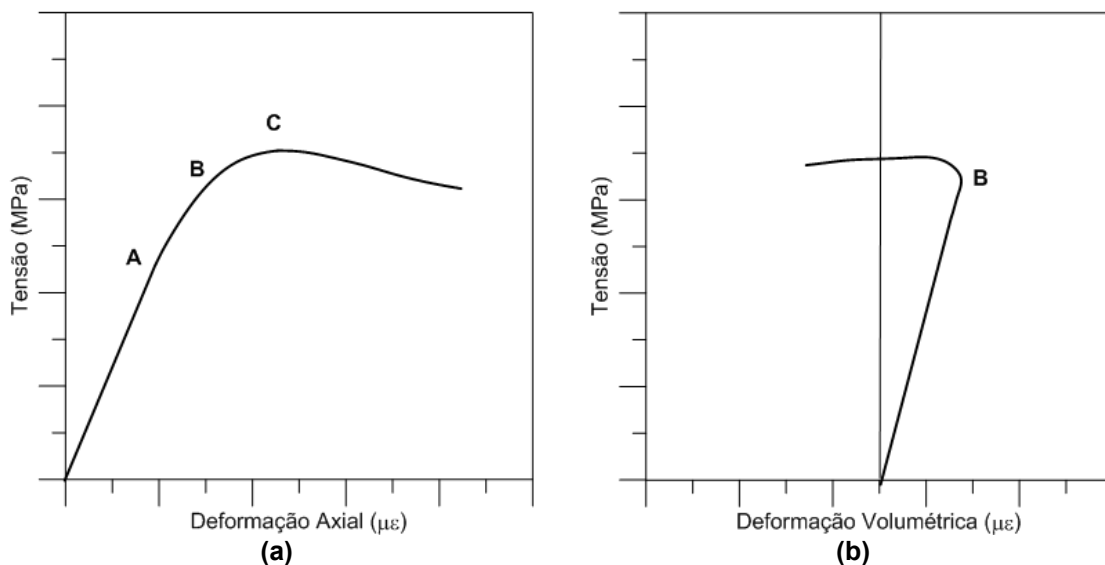


Figura 4.27 – Níveis de avaliação do processo de microfissuração da argamassa submetida à esforços de compressão: **(a)** Tensão *versus* deformação axial e **(b)** Tensão *versus* deformação volumétrica.

A influência do tipo e volume de polpa foi analisada observando o processo de fratura dos compósitos. Para tanto foi avaliada a relação entre a tensão de primeira fissura e a tensão de pico ($f_{C_1^{af}}/f_{C_{RUP}}$) e a relação entre a tensão de coalescência de fissura e a tensão de pico ($f_{C_{CF}}/f_{C_{RUP}}$). Como a deformação lateral foi medida somente para a idade de 28 dias, só foi possível obter o ponto de coalescência de fissura para os compósitos nesta idade. Para as demais idades, foi obtido somente o ponto de primeira fissura.

Na Figura 4.28 é mostrada a influência do tipo de fibra e da fração volumétrica na relação entre a tensão de primeira fissura e a tensão de ruptura na matriz aos 28

dias de idade e na Figura 4.29 é mostrada a influência do tipo de fibra e da fração volumétrica na relação entre a tensão de coalescência de fissuras e a tensão de ruptura.

Tabela 4.9 - Valores médios da resistência de primeira fissura e de coalescência de fissuras e suas respectivas a deformações para as misturas aos 28 dias.

Misturas	Primeira Fissura		Coalescência de Fissuras	
	f_{c-1^af} (MPa) – CV (%)	ε_{c-1^af} ($\mu\varepsilon$) – CV (%)	f_{c-CF} (MPa) – CV (%)	ε_{c-CF} ($\mu\varepsilon$) – CV (%)
REF	38,87 – 2,47	2041,06 – 4,13	61,44 – 1,82	3905,02 – 2,84
EU 0,25%	40,95 – 6,10	4174,62 – 3,35	58,97 – 2,02	3565,22 – 3,63
EU 0,50%	34,09 – 5,50	1748,85 – 11,67	55,51 – 3,53	3279,38 – 1,43
EU 1,0%	31,71 – 5,42	1849,87 – 10,28	50,27 – 0,86	3326,83 – 4,90
PI 0,25%	37,93 – 7,33	2061,90 – 4,89	67,26 – 0,35	4959,34 – 4,53
PI 0,50%	36,99 – 5,96	1899,67 – 11,75	64,38 – 1,81	4827,78 – 4,74
PI 1,0%	32,98 – 6,73	1962,04 – 5,72	56,10 – 1,34	4441,61 – 4,32

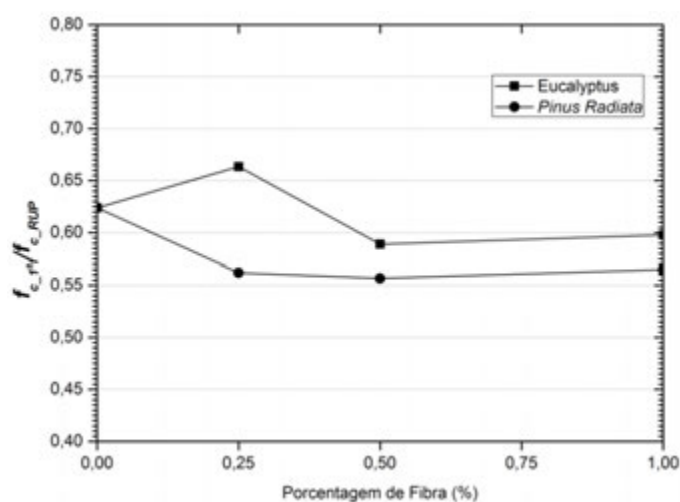


Figura 4.28 – Efeito do tipo de fibra e fração volumétrica nos valores percentuais da resistência à primeira fissura da matriz aos 28 dias.

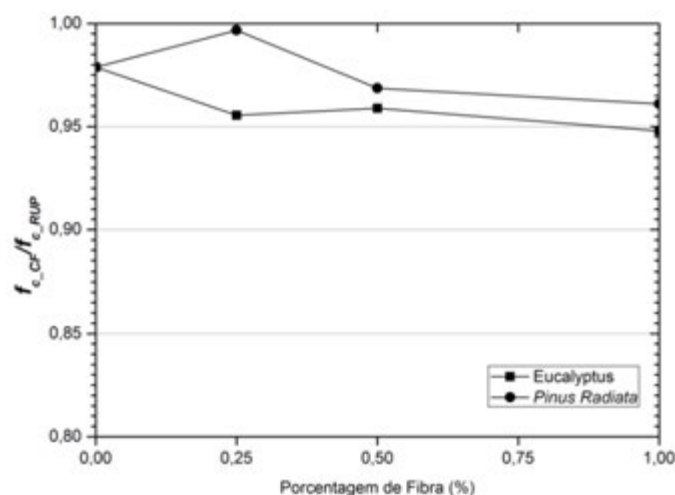


Figura 4.29 - Efeito do tipo de fibra e fração volumétrica nos valores percentuais da resistência de coalescência de fissuras da matriz aos 28 dias.

Aos 28 dias de idade, nota-se que com o aumento na fração volumétrica de fibras, tanto de eucalipto quanto de pinho, provocou uma diminuição de cerca de 4,2 e 9,5%, respectivamente, na relação ($f_{C_{CF}}/f_{C_{RUP}}$).

Os resultados indicam que as polpas não conseguiram deter o crescimento das microfissuras de tração e de cisalhamento devido, provavelmente à baixa aderência com a matriz e seus comprimentos curtos. Com fibras longas (10-25mm) de sisal TOLEDO FLHO (1997) observou que as fibras de sisal foram mais eficientes para deter o crescimento dessas fissuras.

A partir da Figura 4.29, observa-se que as fibras, tanto de eucalipto quanto de pinho, causam uma leve redução (inferior a 3,2%) na relação ($f_{C_{CF}}/f_{C_{RUP}}$) aos 28 dias de idade. Esta tendência de redução também foi observada por TOLEDO FILHO (1997) para compósitos reforçados com fibras de sisal. Segundo o autor, isso ocorre porque as fibras não conseguem conter o processo de crescimento do emaranhado de fissura relativamente maior nesse estágio do carregamento.

4.3.1.1.2 Modo de Ruptura

O modo de ruptura das pastas ao longo do tempo foi praticamente o mesmo, assim, optou-se por apresentar o modo de ruptura para uma idade somente. Como exemplo, os corpos-de-prova rompidos aos 3 dias de idade dos traços com fibras de eucalipto, com fibras de pinho e a referência são mostrados na Figura 4.30 e na Figura 4.31. Os demais modos de ruptura encontram-se no Anexo A. Observou-se que para a mistura de referência o modo de ruptura foi cisalhante e cônica, com desprendimento

de pedaços do material. Essa ruptura aconteceu abruptamente. Para as misturas fibrosas, os corpos-de-prova apresentaram um modo de fratura mista cisalhante e colunar. Diferentemente da referência, não houve desprendimento de pedaços do material.

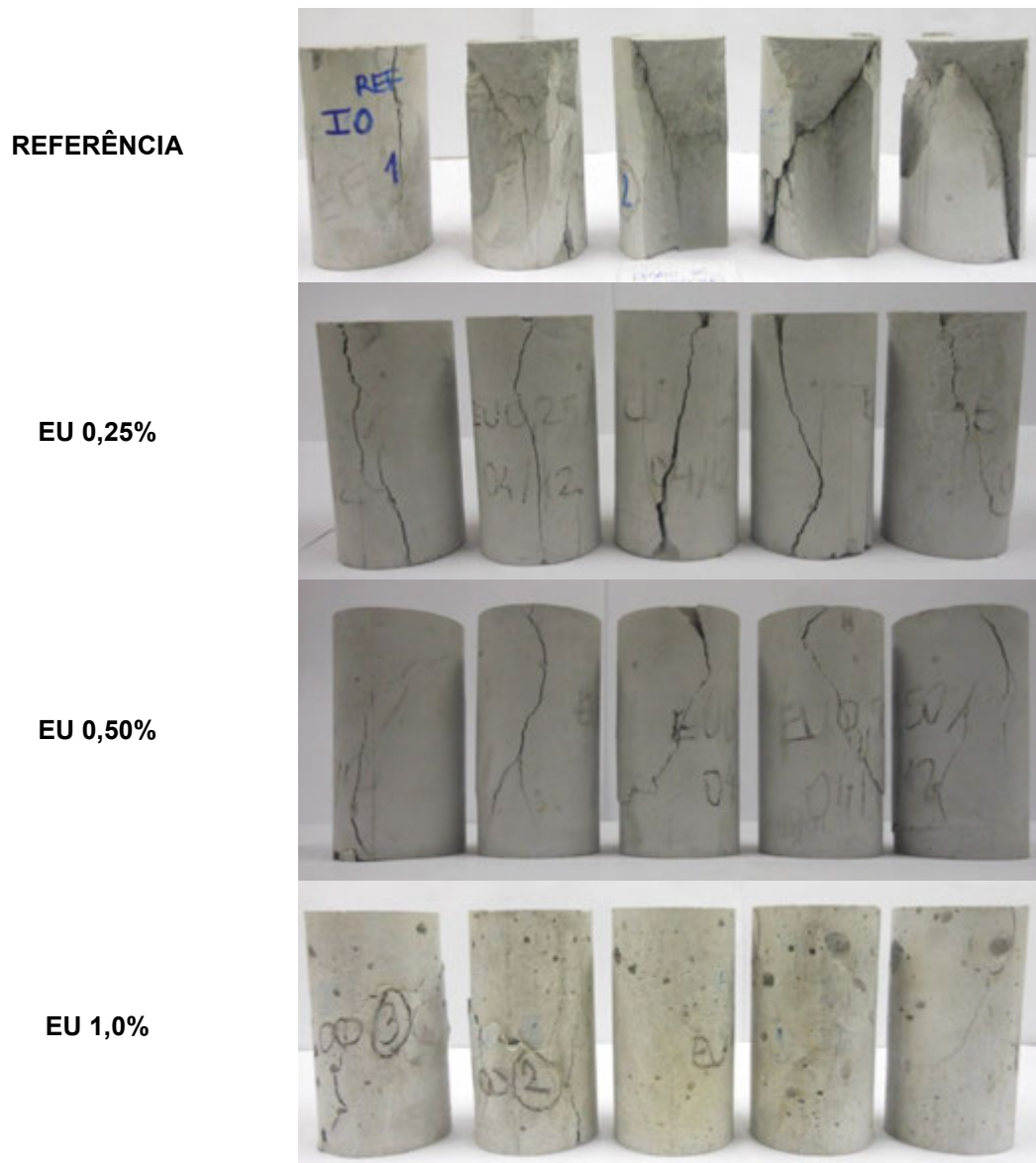


Figura 4.30 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão uniaxial aos 3 dias.

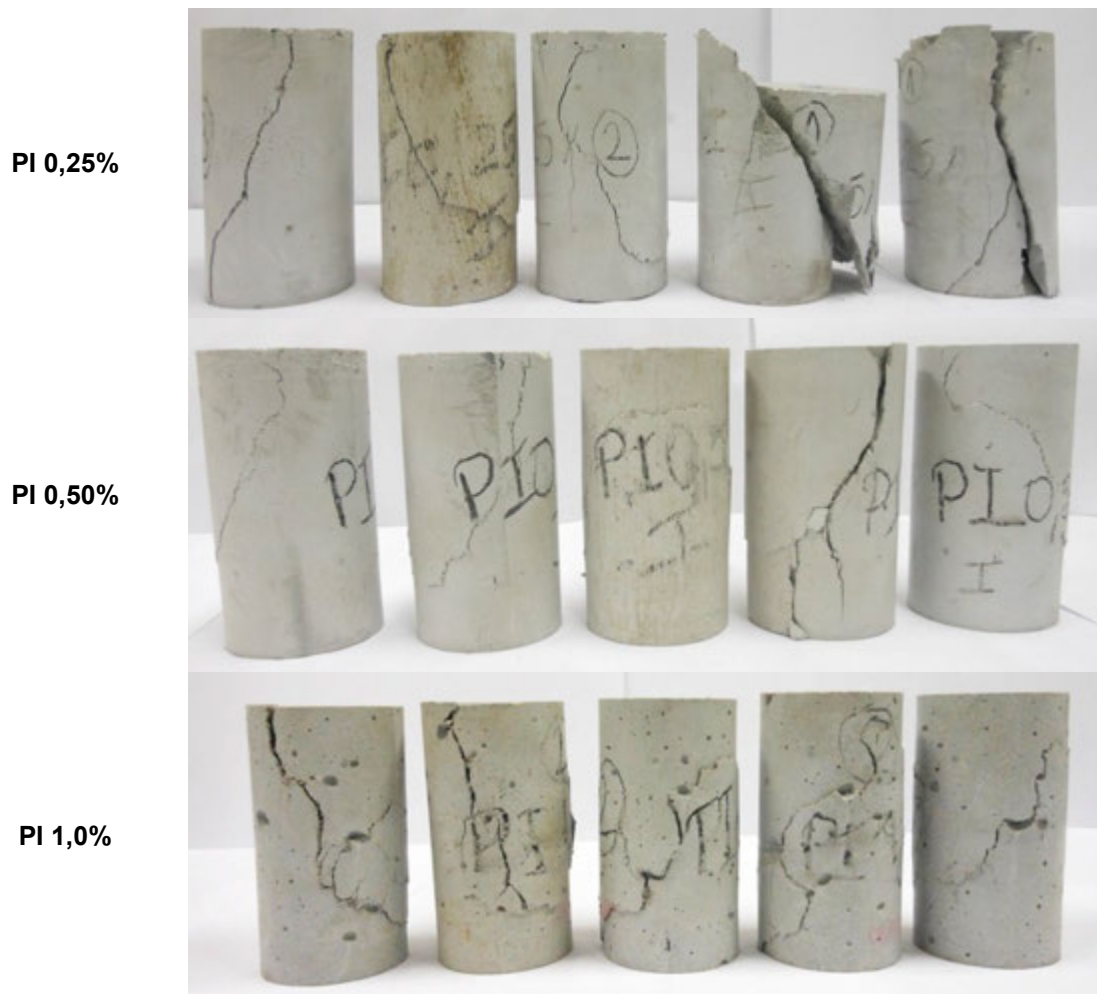
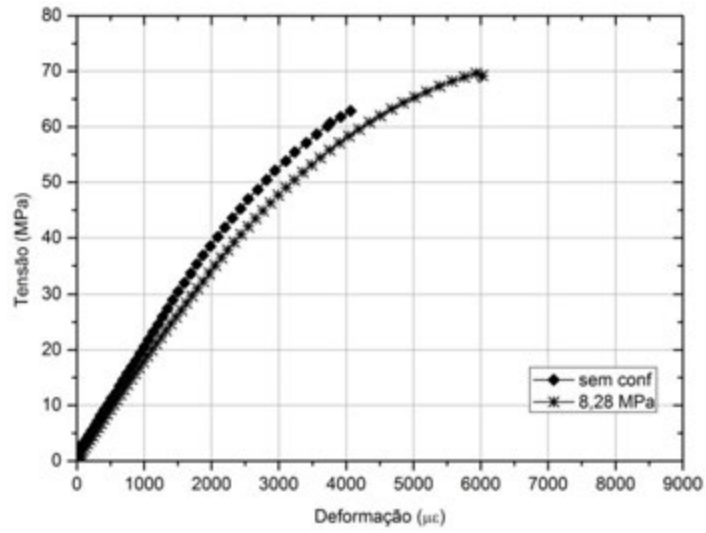


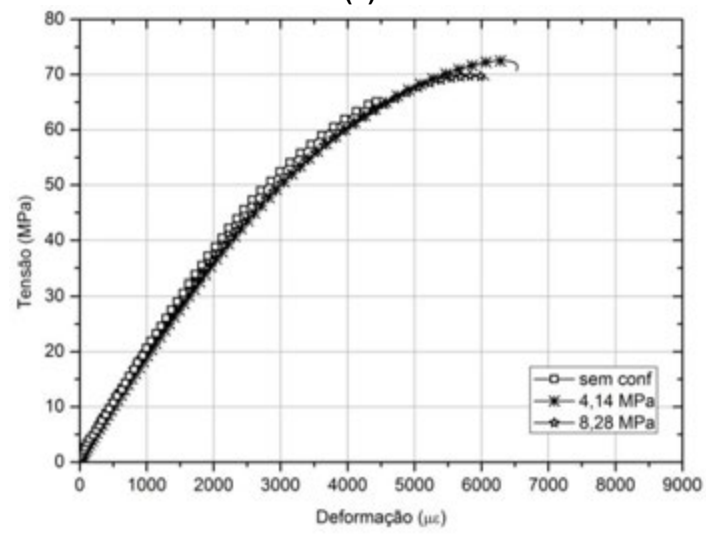
Figura 4.31 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão uniaxial aos 3 dias.

4.3.1.2 *Comportamento sob Compressão Triaxial*

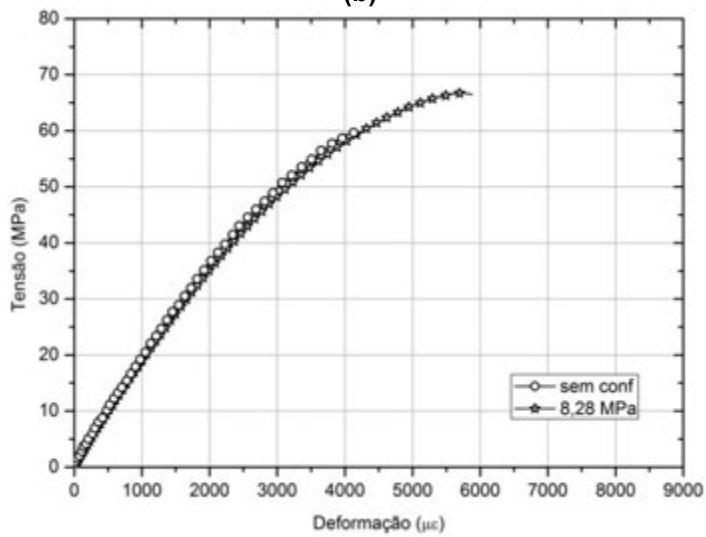
A Figura 4.32 e a Figura 4.33 apresentam as curvas típicas tensão *versus* deformação axial obtidas para as duas tensões de confinamento, além da curva típica para a pasta ensaiada sem confinamento. As curvas tensão *versus* deformação de todos os corpos de prova ensaiados são apresentadas no Anexo A. A análise estatística dos resultados está apresentada no Anexo B.



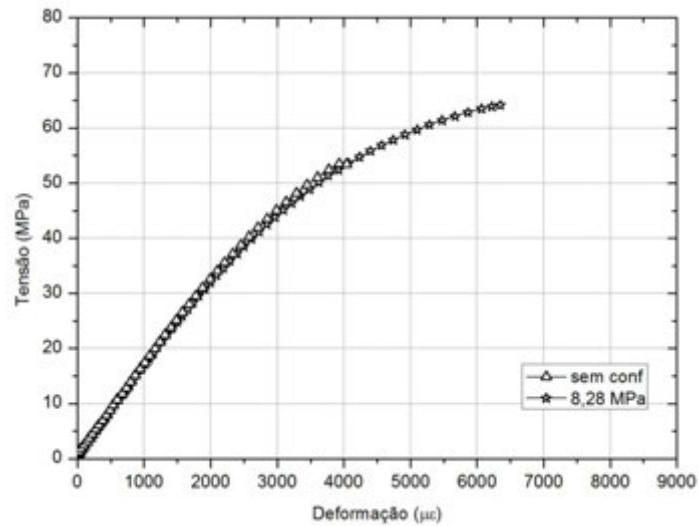
(a)



(b)

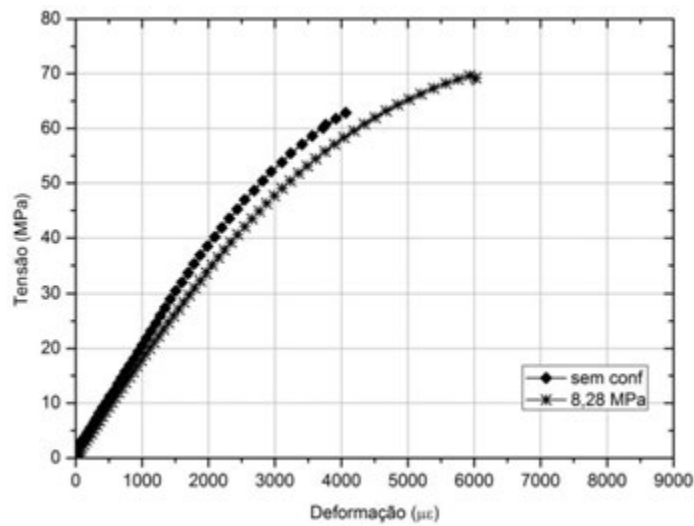


(c)

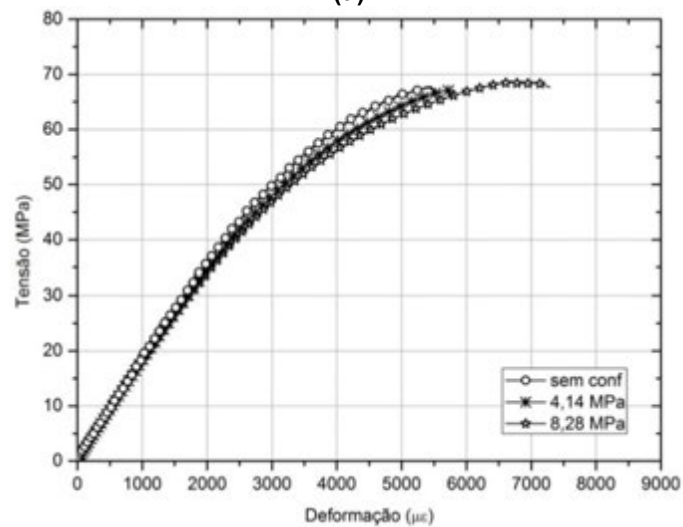


(d)

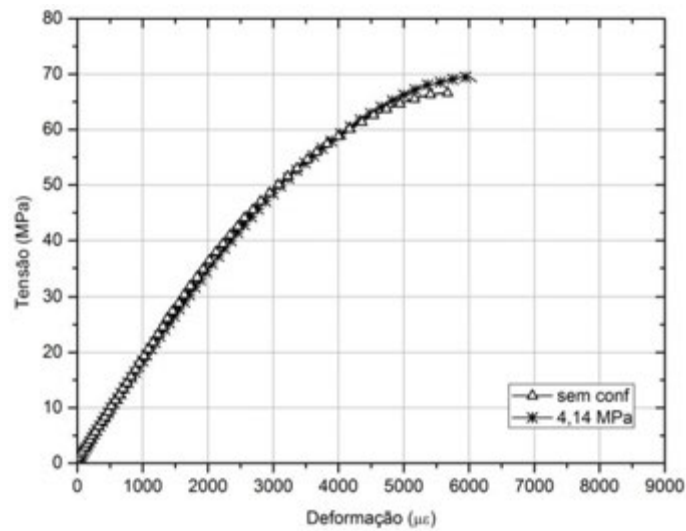
Figura 4.32 - Curvas típicas tensão versus deformações axial para pasta contendo fibras de eucalipto submetida a tensões de confinamento de 0, 4, 14 e 8,28 MPa: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.



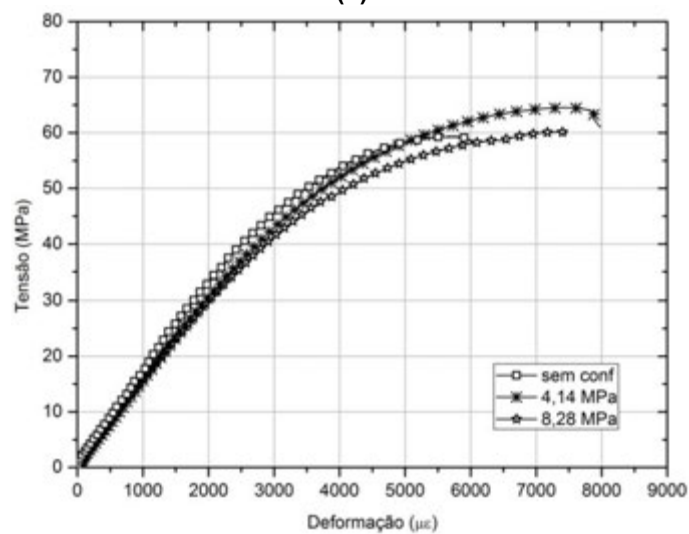
(a)



(b)



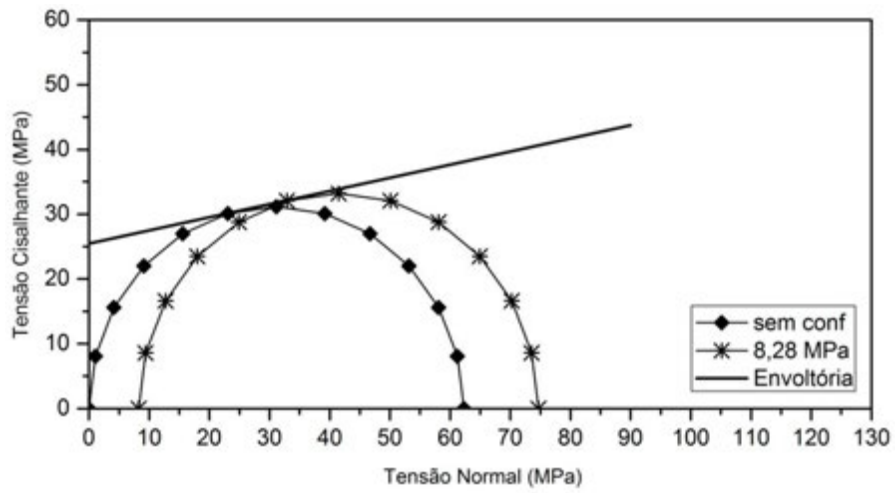
(c)



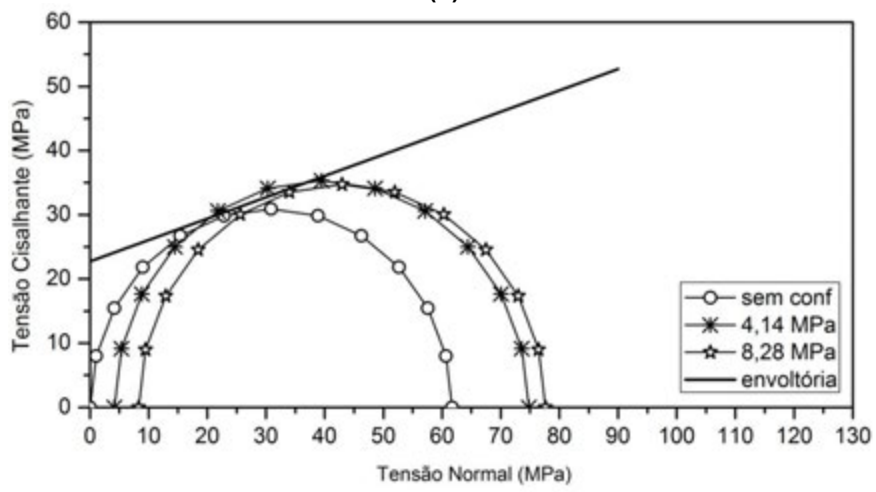
(d)

Figura 4.33 - Curvas típicas tensão versus deformações axial para pasta contendo fibras de pinho submetida a tensões de confinamento de 0, 4,14 e 8,28 MPa: (a) REF; (b) PI 0,25%; (c) PI 0,50% e (d) PI 1,0%.

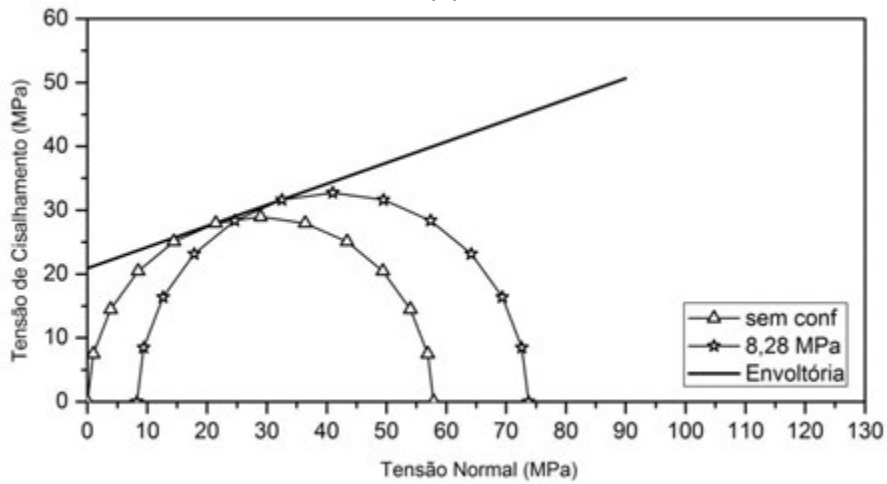
A partir dos resultados obtidos, foram calculados os círculos de Mohr. Na Figura 4.34 e na Figura 4.35 é apresentada a variação da tensão cisalhante com a tensão confinante, para as pastas de referência, com diferentes teores fibras de eucalipto e também com pinho. As médias obtidas para a tensão desviadora (σ_d), coesão (S_0) e ângulo de atrito interno (φ), bem como também as médias obtidas para a deformação uniaxial correspondente à tensão de pico (ε_u) e o módulo de elasticidade (E_c) para cada tensão de confinamento (e seus referentes coeficientes de variação) são apresentadas na Tabela 4.10.



(a)



(b)



(c)

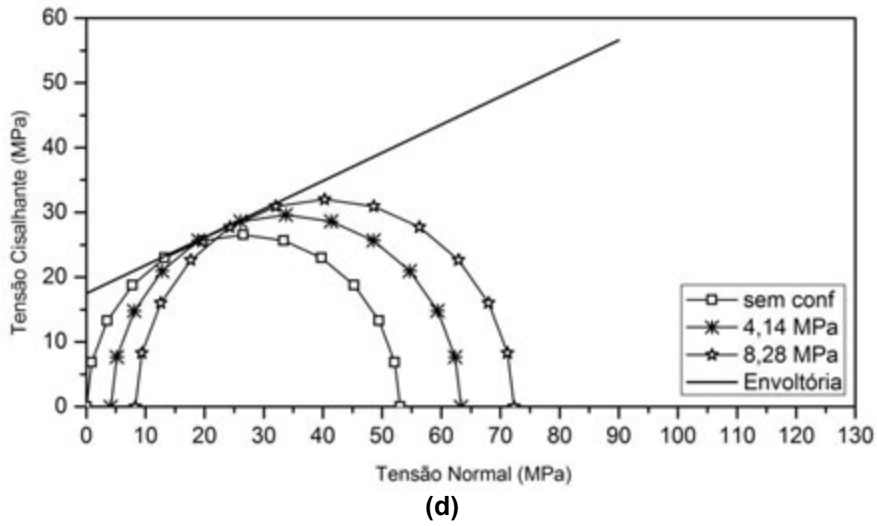
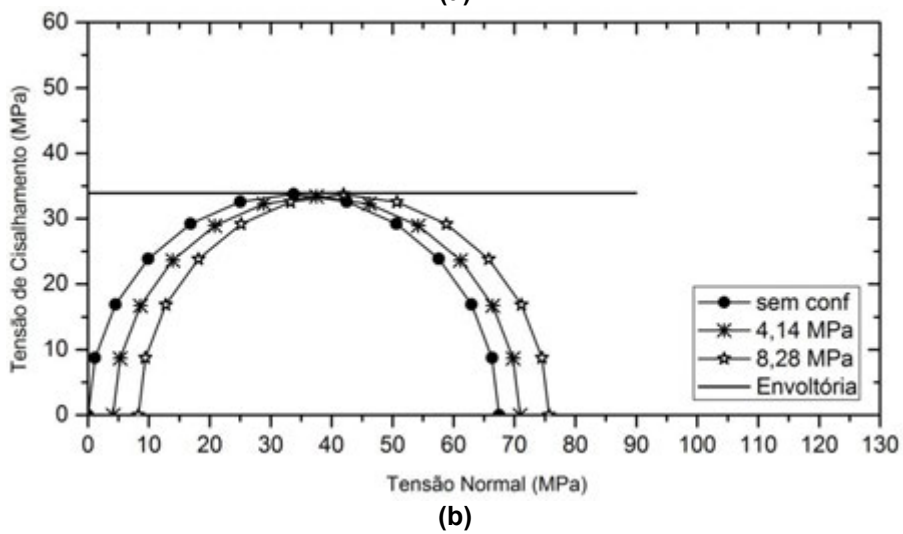
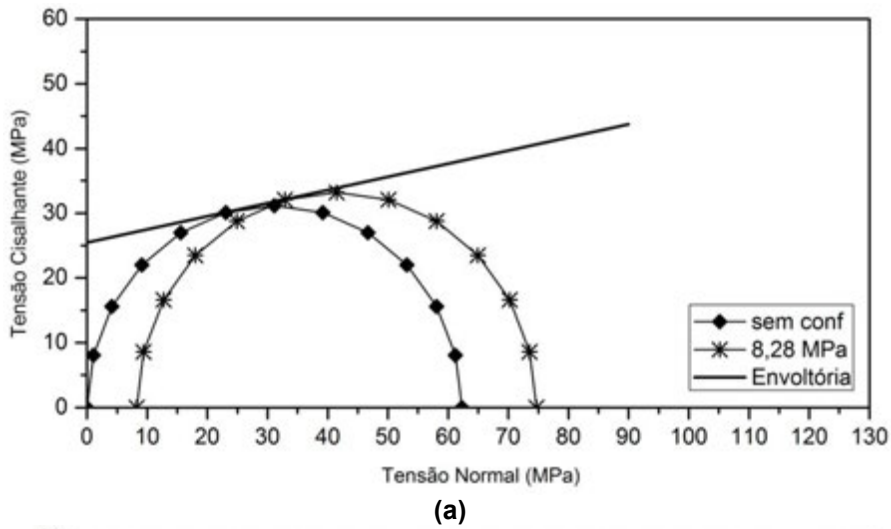
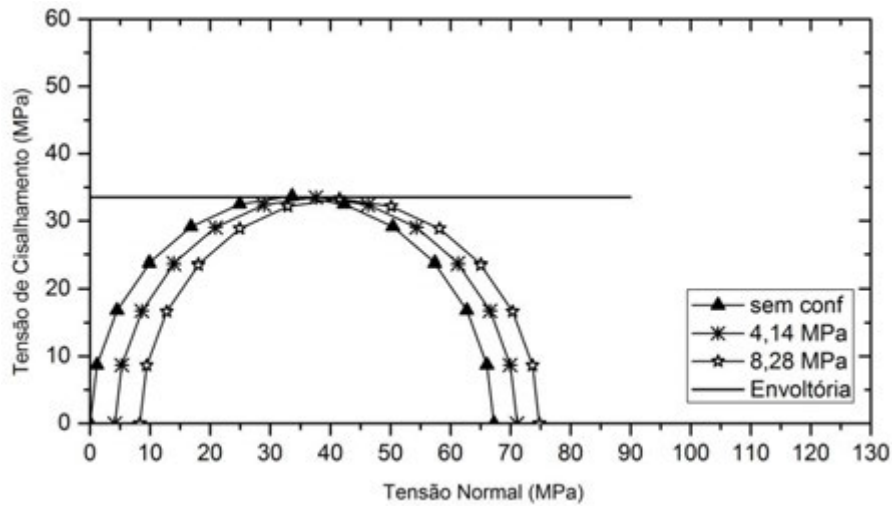
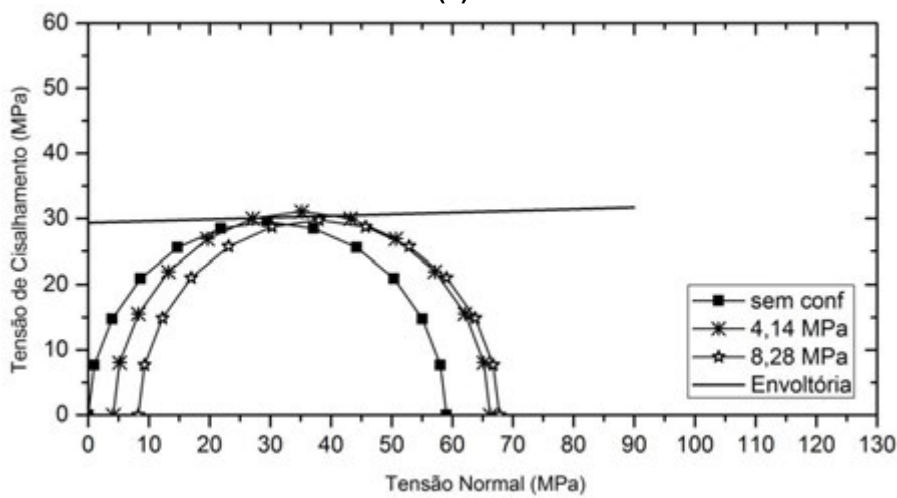


Figura 4.34 - Círculos de Mohr e envoltória de ruptura das pastas com diferentes teores de fibras de eucalipto: **(a)** REF; **(b)** EU 0,25%; **(c)** EU 0,50% e **(d)** EU 1,0%.





(c)



(d)

Figura 4.35 - Círculos de Mohr e envoltória de ruptura das pastas com diferentes teores de fibras de pinho: : (a) REF; (b) PI 0,25%; (c) PI 0,50% e (d) PI 1,0%.

Os resultados dos ensaios triaxiais indicam que a aplicação da pressão confinante de até 8,28 MPa não alterou significativamente o valor do módulo de elasticidade das misturas estudadas (com e sem polpa). A tensão e a deformação de pico, no entanto, são consideravelmente aumentadas com o aumento da tensão confinante. A deformação de pico apresentou acréscimo com o aumento da tensão confinante tanto para as misturas com fibras de eucalipto quanto para aquelas contendo fibras de pinho. Isto é razoável, pois, quanto maior a tensão confinante, mais restrição o material sofre para se deformar lateralmente e, assim, ocorre um aumento da deformação na direção da aplicação da tensão axial.

Tabela 4.10 - Propriedades mecânicas sob cargas de compressão triaxial das misturas em estudo.

Mistura	σ_3^* (MPa)	σ_d^* (MPa) - CV (%)	σ_1^* (MPa)	ϵ_u ($\mu\epsilon$) - CV (%)	E_c (GPa) - CV (%)	S_o (MPa)	φ (°)
REF	0,00	62,3 – 2,04	62,3	4112,83 – 0,42	19,26 – 2,85	25,45	11,49
	4,14	-	-	-	-		
	8,28	70,56 – 2,97	78,84	5831,21 – 3,15	17,24 – 0,65		
EU 0,25%	0,00	61,72 – 5,00	61,72	3912,8 – 12,11	19,58 – 2,68	22,72	18,41
	4,14	70,66 – 3,71	74,8	6339,02 – 0,00**	18,29 – 0,00**		
	8,28	69,37 – 1,88	77,65	5984,15 – 5,26	18,5 – 4,19		
EU 0,50%	0,00	57,89 – 3,45	57,89	3839,88 – 7,7	19,74 – 4,22	20,91	18,29
	4,14	-	-	-	-		
	8,28	66,63 – 0,35	70,77	5763,03 – 0,61	18,84 – 5,20		
EU 1,0%	0,00	53,04 – 1,43	53,04	3927,73 – 1,8	17,77 – 4,21	17,48	23,49
	4,14	64,89 – 3,72	69,03	4307,46 – 0,00**	19,74 – 0,00**		
	8,28	64,01 – 0,41	72,23	6365,35 – 5,47	16,48 – 0,54		
PI 0,25%	0,00	67,48 – 1,06	67,48	5115,13 – 5,03	18,59 – 3,43	33,98	0***
	4,14	66,78 – 0,79	70,92	5571,09 – 4,57	18,01 – 2,44		
	8,28	67,38 – 1,61	75,66	6352,57 – 7,59	17,83 – 2,03		
PI 0,50%	0,00	67,24 – 5,92	67,24	5040,6 – 8,72	19,11 – 1,75	33,50	0***
	4,14	70,08 – 3,72	74,22	6114,01 – 11,16	17,82 – 1,53		
	8,28	66,53 – 0,00**	74,81	-	-		
PI 1,0%	0,00	59,03 – 0,72	59,03	5351,14 – 5,03	17,29 – 2,53	29,35	1,5
	4,14	62,12 – 0,83	66,26	6372,54 – 3,68	16,45 – 4,74		
	8,28	59,47 – 1,65	67,76	7621,36 – 5,95	15,98 – 6,22		

* σ_3 = tensão principal menor

σ_1 = tensão principal maior

$\sigma_d = \sigma_1 - \sigma_3$

**resultado de somente um ensaio

***considerado zero, pois não há diferenças estatisticamente significativas entre as tensões desviadoras.

No que se refere à coesão e ao ângulo de atrito, observa-se que a coesão das pastas contendo fibras de pinho é cerca de 15 a 33% maior que a da pasta de referência. O ângulo de atrito, no entanto é praticamente nulo (menor 1,5°C). Quando as fibras de eucalipto foram utilizadas como reforço um significativo aumento do ângulo de atrito foi observado (acréscimo de cerca de 60%) enquanto ocorria uma redução na coesão da pasta REF variando de 11 a 30 %, com o aumento da fração volumétrica de fibras. Observa-se que os efeitos são contrários. Os resultados apresentados indicam que a fricção interna entre partículas aumentou com a presença das fibras de eucalipto e diminuiu com as fibras de pinho. A diminuição da coesão para

as fibras de eucalipto pode estar relacionada com a porosidade das pastas. VITORINO (2012) observou que, para pastas contendo fibras de volastonita em teores de 2,5, 5 e 7,5%, a adição de fibras reduziu a coesão da pasta de referência. Segundo o autor, a explicação para esta redução seria o aumento da porosidade das misturas.

4.3.1.2.1 Modo de Ruptura

O modo de ruptura das pastas para todas as pressões foi praticamente o mesmo, assim, optou-se por apresentar o modo de ruptura para uma pressão somente. Como exemplo, os modos de ruptura das pastas para a pressão de 4,14 MPa podem ser observados na Figura 4.36 e na Figura 4.37. Os demais modos de ruptura encontram-se no Anexo A. É possível observar que para a mistura de referência o modo de ruptura foi cônica e cisalhante, com desprendimento de pedaços do material e, ao final do ensaio, o corpo-de-prova não se manteve íntegro. Para as misturas fibrosas com fibras de eucalipto dois tipos de fratura foram observados: cônica e vertical. Além disso, observou-se que houve desprendimento de pedaços do material para alguns corpos-de-prova, porém sem perda de integridade para as misturas EU 0,50% e EU 1,0%. Entretanto, entre as misturas com fibras de pinho, o modo de ruptura foi cisalhante e cônica para o teor de 0,25% e vertical e cisalhante para os teores de 0,50% e 1,0%. Houve desprendimento de material para os três teores, mas os corpos-de-prova contendo 1,0% se mantiveram íntegros.

REFERÊNCIA



EU 0,25%



EU 0,50%



EU 1,0%



Figura 4.36 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão triaxial com confinamento de 4,14 MPa.

PI 0,25%



PI 0,50%



PI 1,0%



Figura 4.37 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão triaxial com confinamento de 4,14 MPa.

4.3.1.3 Comportamento sob Flexão

As curvas típicas tensão *versus* deslocamento das misturas contendo fibras de eucalipto e fibras de pinho estão apresentadas na Figura 4.38 e na Figura 4.39. Os valores médios e os coeficientes de variação de carga e deslocamento de primeira fissura, resistência à tração na flexão, assim como os valores de carga máxima pós-fissuração e seus respectivos valores de tensão e deformação, são mostrados na Tabela 4.11. Os resultados apresentados correspondem a valores médios de quatro corpos-de-prova por ensaio, exceto as misturas marcadas com asterisco. As curvas carga *versus* deslocamento de todos os corpos de prova ensaiados são apresentadas no Anexo A. A análise estatística dos resultados é apresentada no Anexo B.

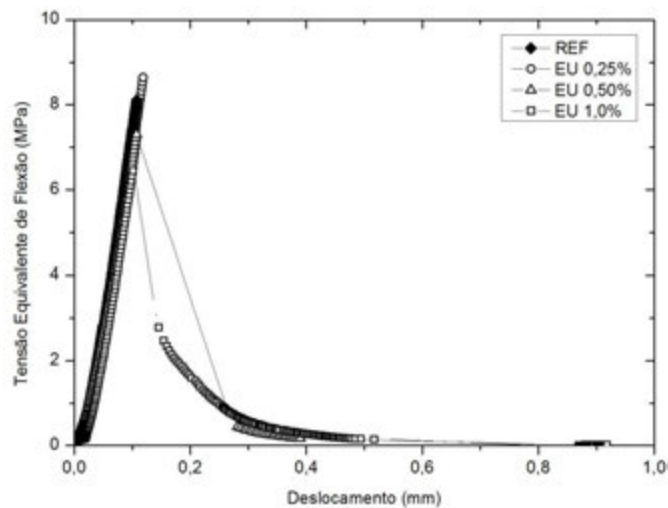


Figura 4.38 – Curvas tensão versus deslocamento para as mistura com diferentes teores de fibras de eucalipto.

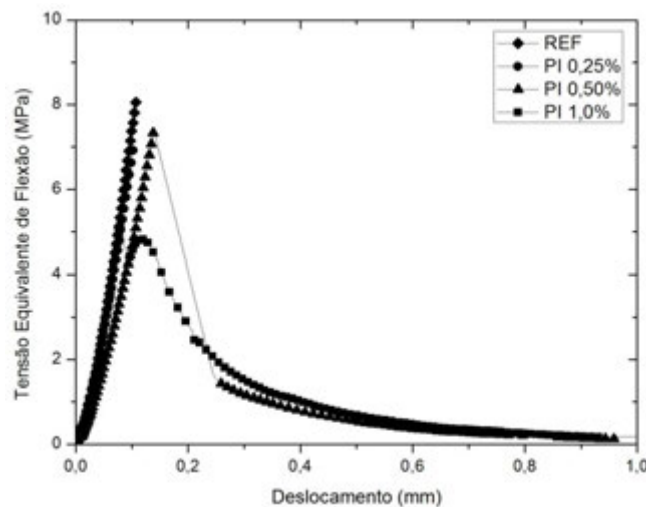


Figura 4.39 – Curvas tensão versus deslocamento para as mistura com diferentes teores de fibras de pinho.

Tabela 4.11 - Resultados médios de carga de primeira fissura e pós-fissuração e suas respectivas tensões e deslocamentos das pastas reforçadas com fibras de eucalipto e pinho.

Mistura	Primeira Fissura			Pós-fissuração		
	Carga (kN) - CV (%)	$f_{F_1^{af}}$ (MPa) - CV (%)	$\delta_{1^{af}}$ (mm) - CV (%)	Carga (kN) - CV (%)	$f_{F_{PF}}$ (MPa) - CV (%)	δ_{PF} (mm) - CV (%)
REF	5,81 – 3,21	8,00 – 3,62	0,115 – 7,11	-	-	-
EU 0,25%	6,01 – 5,52	8,51 – 6,71	0,115 – 8,52	-	-	-
EU 0,50%*	5,31 – 0,16	7,33 – 0,29	0,108 – 0,84	-	-	-
EU 1,0%*	4,92 – 2,66	6,69 – 2,83	0,109 – 6,24	-	-	-
PI 0,25%	4,97 – 2,77	7,08 – 4,27	0,106- 6,16	-	-	-
PI 0,50%*	5,21 – 1,78	7,47 – 0,90	0,132 – 5,41	-	-	-
PI 1,0%	3,99 – 6,47	5,58 – 8,13	0,085 – 4,60	3,43 – 6,55	4,78 – 5,21	0,122 – 5,46

*foram utilizados dois corpos-de-prova para as médias.

Analisando as Figura 4.38 e Figura 4.39, bem como a Tabela 4.11, é possível notar que a adição de fibras não proporcionou aumento nos valores de resistência à tração na flexão dos compósitos quando comparados com a mistura de referência. Para algumas misturas, houve até diminuição destes valores. Isto era esperado, pois se tratam de compósitos com teores baixos de fibras muito curtas e randomicamente distribuídas. Se os compósitos tivessem sido produzidos pelo método Hastchek, o teor de fibras poderia ser maior e melhorias nas propriedades à flexão seriam observadas.

Após a fissuração da matriz para as misturas contendo 0,50% e 1,0% de fibras, não acontece a ruptura imediata do compósito. Ocorre uma redução imediata da capacidade portante, entretanto o corpo-de-prova continua a deformar-se até que as fibras sejam arrancadas da matriz. Os valores de resistência à tração para as misturas EU 0,25%, EU 0,50% e PI 0,50% são estatisticamente iguais a da referência. Houve diminuição dos valores de resistência para as demais misturas. A maior diminuição foi de 30,3%, que aconteceu para a mistura de PI 1,0%.

Após a carga máxima, observou-se a abertura de uma única fissura para todas as misturas fibrosas e, após a perda de capacidade portante imediata anteriormente citada, só houve aumento da capacidade portante para a mistura PI 1,0%. Além disso, observou-se também, para esta mistura, uma maior absorção de energia no pós-pico. Para as misturas contendo fibras de eucalipto, isto pode estar relacionado com o

comprimento das fibras que pode ter sido insuficiente para transferir tensões ao ponto de causar incremento na capacidade portante do compósito, e/ou o volume de fibras estar longe do volume ótimo de fibras.

Com relação ao deslocamento de primeira fissura foi observado que o uso de fibra não proporcionou diferenças estatisticamente significativas, exceto para a mistura PI 1,0%. Para esta mistura foi obtida uma redução estatisticamente significativa de 26,1%.

4.3.1.3.1 Modo de Ruptura

Os modos de ruptura dos corpos-de-prova da mistura de referência estão mostrados na Figura 4.40. Na figura, é possível observar que os quatro corpos-de-prova apresentaram ruptura frágil, com a abertura de apenas uma fissura, caracterizando a separação do corpo de prova em duas partes. Todas as fissuras se deram na zona de flexão pura, representada pelo terço médio dos corpos de prova.

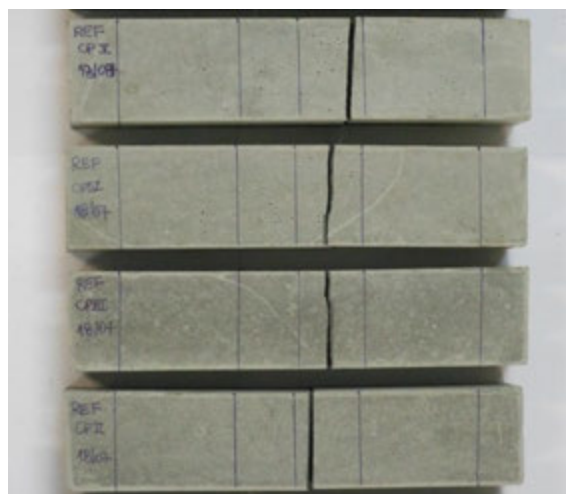


Figura 4.40 – Modo de ruptura dos corpos-de-prova da mistura de referência.

Os modos de ruptura dos corpos-de-prova das misturas EU 0,25%, EU 0,50% e EU 1,0% estão apresentados, respectivamente, na Figura 4.41, Figura 4.42 e na Figura 4.43. Os corpos-de-prova da mistura EU 0,25%, assim como os da referência, apresentaram um modo de ruptura frágil, com a abertura de apenas uma fissura e com a separação do corpo de prova em duas partes. Para as misturas EU 0,50% e EU 1,0%, observa-se que todos os corpos de prova romperam apresentando uma ruptura dúctil. Todas as fissuras também se deram na zona de flexão pura.

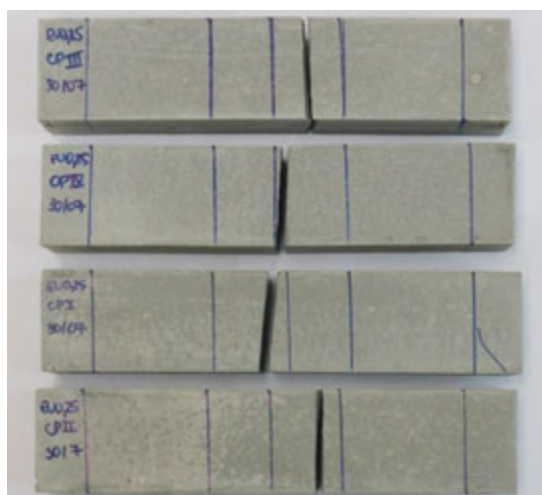


Figura 4.41 – Modo de ruptura dos corpos-de-prova da mistura EU 0,25%.

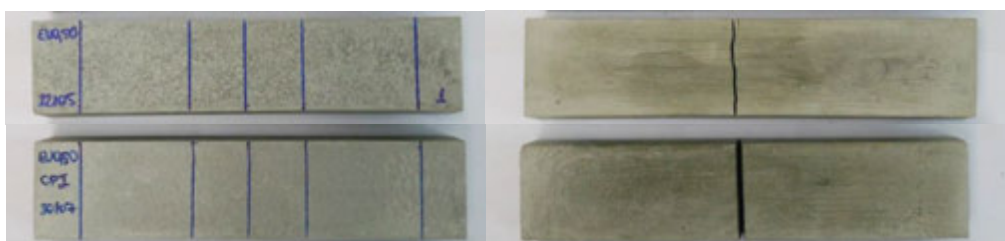


Figura 4.42 – Modo de ruptura dos corpos-de-prova da mistura EU 0,50%.

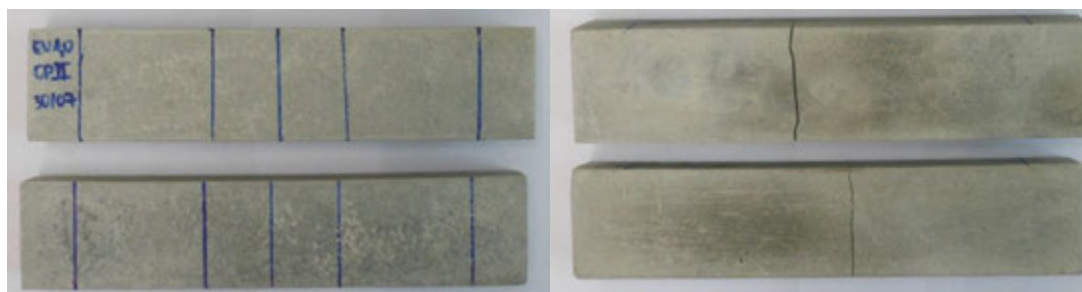


Figura 4.43 – Modo de ruptura dos corpos-de-prova da mistura EU 1,0%.

Os modos de ruptura dos corpos-de-prova das misturas PI 0,25%, PI 0,50% e PI 1,0% estão apresentados, respectivamente, na Figura 4.44, Figura 4.45 e na Figura 4.46. Apesar da mistura PI 0,25%, assim como a referência, não apresentar uma região de pós-fissuração na Figura 4.39, o modo de ruptura apresentado nos corpos-de-prova não é o mesmo que o da referência. Os corpos-de-prova apresentaram abertura de uma única fissura, mas sem a divisão dos corpos-de-prova em duas partes. Para as misturas PI 0,50% e PI 1,0%, é possível notar que todos os corpos de prova romperam apresentando uma ruptura dúctil. Os ensaios de todos os corpos de prova foram interrompidos quando uma deflexão equivalente a 1,2 mm foi atingida. Até

essa deflexão não foi observado ruptura total de nenhum corpo de prova. Todas as fissuras também se deram na zona de flexão pura.

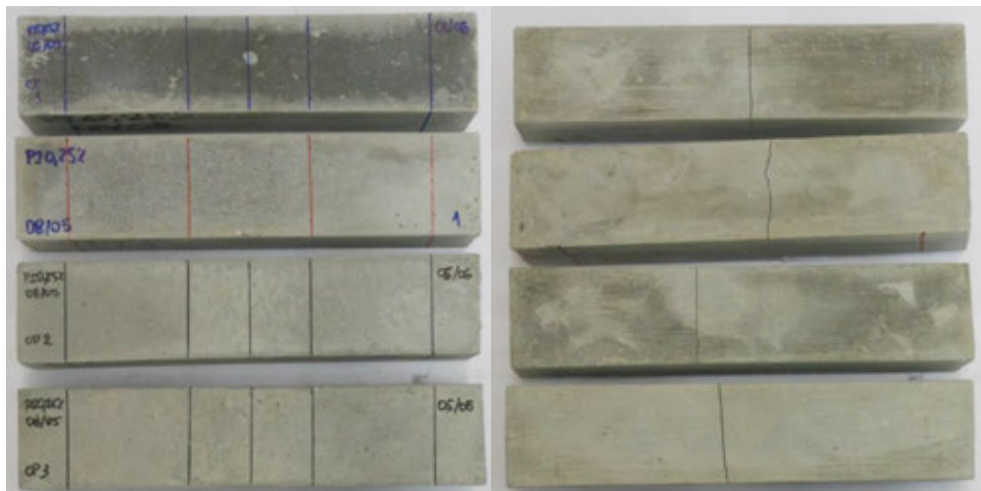


Figura 4.44 – Modo de ruptura dos corpos-de-prova da mistura PI 0,25%.



Figura 4.45 – Modo de ruptura dos corpos-de-prova da mistura PI 0,50%.

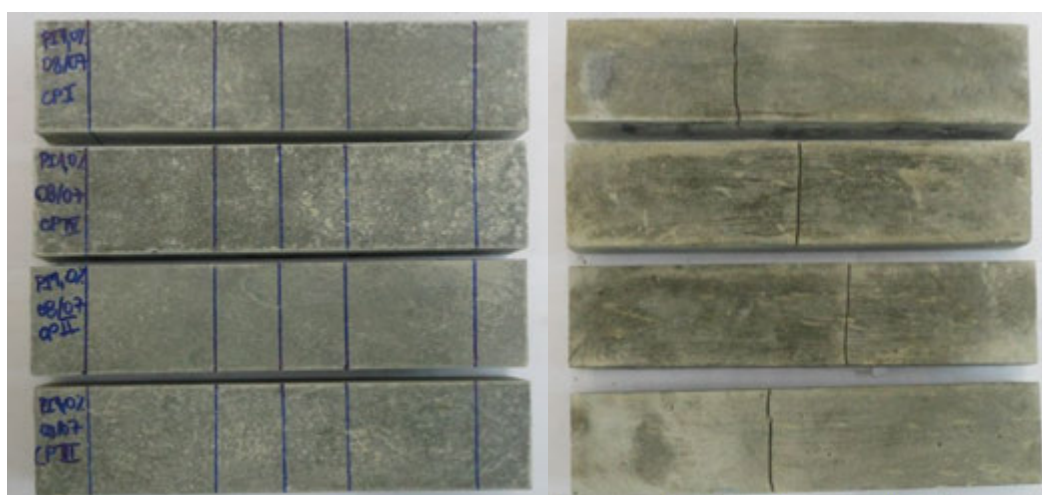


Figura 4.46 – Modo de ruptura dos corpos-de-prova da mistura PI 1,0%.

4.3.1.3.2 Índice de Tenacidade

Os valores médios de tenacidade calculados de acordo com a norma japonesa JCI-JSCSF-4 (1983) e seus respectivos coeficientes de variação são mostrados na Tabela 4.12. Conforme mostrado na seção 3.5.2.3, a tenacidade T_b é calculada até uma deflexão limite, que é dada por L/n , onde $n=150$. Para os corpos-de-prova ensaiados neste trabalho, $L=180$ mm e, assim, a deflexão limite seria de 1,2 mm. Porém, como pode ser observado na Figura 4.38 e na Figura 4.39, os compósitos já apresentavam cargas muito baixas a deflexões de 0,8 mm. Logo, definiu-se o cálculo da tenacidade e do seu índice até a deflexão limite de 0,8 mm, caracterizando o índice de tenacidade FT225.

Tabela 4.12 - Valores médios do índice de tenacidade de acordo com a norma japonesa.

Mistura	T_b (kN.mm)- CV (%)	FT225 (MPa) – CV (%)
EU 0,50%	0,789 – 4,33	1,36 – 4,52
EU 1,0%	0,691 – 6,02	1,18 – 5,25
PI 0,50%	0,792 – 12,49	1,42 – 13,72
PI 1,0%	0,941 – 7,02	1,64 – 7,41

A partir da Tabela 4.12, dentre as misturas contendo fibras de pinho, os resultados indicaram uma tendência de aumento na capacidade de suporte de cargas durante sua deformação conforme o aumento no teor de fibras. Entretanto, dentre as misturas contendo fibras de eucalipto, não houve diferenças estatisticamente significativas entre o uso de 0,50% e 1,0% de fibras.

Comparando as misturas de mesmo teor, mas com tipo de fibra diferente, não há diferenças estatisticamente significativas entre as misturas com fração volumétrica de 0,50% (EU 0,50% e PI 0,50%). Porém, para as misturas EU 1,0% e PI 1,0%, esta apresentou 39% a mais de capacidade de suporte de cargas durante a deformação de 0,8 mm que aquela.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

As pastas de referência e contendo fibras tanto de eucalipto quanto de pinho apresentaram estabilidade e não foi verificada ocorrência de fase sobrenadante nos ensaios de água livre à temperatura ambiente. Com o aumento do teor de polpa observou-se uma redução da massa específica da mistura de referência, porém as diferenças foram inferiores a 3%.

A adição de fibras reduziu a trabalhabilidade (espalhamento) da mistura de referência de 15% a 40%. Entretanto foi possível observar que não ocorreram segregação nem formação de grumos nas pastas em estudo. Quando se comparou dois traços com mesmo teor de fibras, observou-se que a redução no espalhamento foi maior para as misturas com fibras de eucalipto. As fibras de eucalipto são muito mais finas e mais curtas que as fibras de pinho e, assim, tem-se mais fibras por volume de mistura acarretando uma maior área de contato e maior quantidade de água adsorvida na superfície do reforço.

Tal tendência também foi observada nos ensaios realizados com auxílio da palheta em cruz (*vane*). Os resultados mostraram que o limite de escoamento aumentou de forma não-linear com a adição de fibras. Até a fração de 0,50%, para ambas as fibras, verificou-se um aumento do limite de escoamento de até 13,5 vezes ao valor da referência. Porém, após este valor, ocorre um aumento do limite de escoamento mais expressivo (em torno de 60 vezes). Além disso, quanto maior o teor de fibras, maior foi o tempo necessário para que a estrutura tixotrópica se rompesse. Este efeito pode estar relacionado com o atrito entre as partículas da pasta que estão na superfície de cisalhamento.

Diversos métodos foram utilizados para avaliar a hidratação das pastas. Dentre eles, a determinação da cinética de hidratação por pulso ultrassônico. A partir dos resultados deste ensaio, foi possível observar que a presença das polpas de eucalipto e pinho não alterou significativamente o tempo correspondente ao patamar de percolação. Além disso, a inclinação do período de aceleração também não muda significativamente até cerca de 15 horas. Depois disso, foi verificado que a presença da polpa reduz a taxa de hidratação. Essa dupla taxa de hidratação durante o período de hidratação pode estar associada à cinética de formação dos diversos produtos hidratação incluindo o CSH pozolânico.

Em contrapartida, a avaliação da condutividade elétrica mostrou que a adição de fibras gerou um aumento na condutividade elétrica com relação à mistura de referência, exceto para a mistura de EU 0,25% que tem menor condutividade durante o período de indução. Os resultados obtidos indicam que o período de pré-indução não foi afetado pela presença das polpas de pinho e eucalipto nas frações volumétricas utilizadas. A partir do trecho da curva correspondente a aceleração também nota-se a dupla taxa de hidratação já observada nas curvas de velocidade de pulso ultrassônico. Conforme as curvas de condutividade x tempo mostram, nota-se que a condutividade das misturas com polpa é um pouco maior do que a da mistura de referência tanto no trecho correspondente a aceleração quanto ao pós-aceleração. Este aumento pode estar relacionado a dois fatores. O primeiro é o fato do aumento de condutividade indicar que há menos água quimicamente ligada e, assim, menos produtos hidratados formados. O segundo fator é o de que a condutividade também é dependente da interconectividade da estrutura de poros para poder acontecer e, assim, devido à presença de fibras porosas, ocorre uma manutenção desta rede permeável, aumentando a condutividade.

Foi observada também a relação entre a condutividade e a velocidade do pulso. Nota-se uma boa correlação dos resultados obtidos pelas diferentes técnicas. Após o período de indução, as reações de hidratação acontecem e o pulso ultrassônico se propaga preferencialmente pelos produtos hidratados e, durante o mesmo período, a condutividade expressa a quantidade de água ainda não combinada. As medições que são “postas” (enquanto um valor aumenta, o outro diminui), mostraram-se bastante consistentes e apresentaram boa correlação quando transformadas em grau de hidratação.

A partir dos resultados de elevação adiabática, foi possível constatar que as reações de hidratação são dificultadas pela presença de fibras. Foi observada uma redução da elevação adiabática para as misturas fibrosas com relação à referência. Dentre misturas de mesmo teor de fibras, porém tipo de fibras diferente, verificou-se que as misturas contendo pinho obtiveram menor elevação. Com relação à cinética da hidratação, também foi verificado a dupla inclinação durante o período de aceleração entrando em ressonância com os resultados de condutividade e velocidade de pulso ultrassônico. Este comportamento deve estar relacionado, como já mencionando, às reações de hidratação dos diferentes compostos do cimento e da reação pozolânica do hidróxido de cálcio com a sílica ativa presente nas misturas.

Ao final dos métodos de estudo da hidratação, utilizou-se o método da calorimetria isotérmica. Os resultados obtidos por este ensaio corroboram aqueles obtidos pelos ensaios de calorimetria adiabática. Notou-se que, durante o período de pré-indução, tanto as fibras de eucalipto quanto de pinho, não alteraram o comportamento da mistura. Entretanto, a adição de fibras gerou um pequeno aumento no período de dormência tanto quanto um aumento no tempo em que o pico principal das reações de hidratação. O calor total liberado também foi reduzido com a adição de fibras, e este efeito foi mais expressivo para os compósitos contendo fibras de pinho.

O aumento do teor de fibras de celulose, tanto de eucalipto quanto de pinho, na mistura de referência acarretou em decréscimos na resistência à compressão quando se observa a evolução da resistência no tempo. No entanto, houve ganho na capacidade de deformação uniaxial até os 7 dias. Houve também redução do módulo de elasticidade para as pastas fibrosas. Com relação ao coeficiente de Poisson, as fibras de eucalipto não causaram diferenças significativas, porém as misturas contendo fibras de pinho tiveram redução deste coeficiente quando comparadas com a referência.

Nos ensaios triaxiais, verificou-se um aumento da resistência à compressão com o aumento da tensão confinante, exceto para a transição de 4,14 MPa para 8,28 MPa. A deformação de pico apresentou acréscimo com o aumento da tensão confinante tanto para as misturas com fibras de eucalipto quanto para aquelas contendo fibras de pinho. Observa-se que a coesão das pastas diminuiu com o aumento no teor de fibras de eucalipto e, no entanto, o ângulo de atrito interno aumentou. O resultado apresentado indica que a fricção interna entre partículas aumentou com a presença das fibras de eucalipto. Os resultados para as pastas com fibras de pinho apresentaram um aumento da coesão e drástica redução do ângulo de atrito em relação à referência. É possível que essa redução esteja associada a um aumento de porosidade, porém só poder-se-ia confirmar tal afirmação após ensaios de porosimetria.

Nos ensaios de resistência à tração na flexão, notou-se que as misturas fibrosas tiveram resistência menor que a da referência, porém aumentaram a tenacidade e modificaram o modo de ruptura. A ruptura foi dúctil para todas as misturas fibrosas ao contrário da mistura de referência. Entretanto, somente para a mistura de PI 1,0% foi observado aumento da capacidade portante após a ruptura da matriz.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABO EL-ENEIN, S.A.; KOTKATA, M.F.; HANNA, G.B.; SAAD, M.; ABD EL RAZEK, M.M. –Electrical conductivity of concrete containing silica fume”, **Cement and Concrete Research**, v.25, n.8, p.1615-1620, Dez. 1995.
- AGGARWAL, L.K.; SINGH, J. –Effect of plant fibre extractives on properties of cement”, **Cement & Concrete Composites**, v.12, n. 2, p.103-108, 1990.
- ALMEIDA, A.E.F.S; TONOLI, G.H.D.;SANTOS, S.F.; SAVASTANO JR., H. –Carbonatação acelerada efetuada nas primeiras idades em compósitos cimentícios reforçados com polpas celulósicas”, **Ambiente Construído**, v. 10, n. 4, p.233-246, Dez. 2010.
- ARDANUY, M.; CLARAMUNT, J.; GARCÍA-HORTAL, J.A.; BARRA, M. –Fiber-matrix interactions in cement mortar composites reinforced with cellulosic fibers”, **Cellulose**, v. 18, n.2, p.281-289, Abr. 2011.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT), **NBR 13276: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Preparo da mistura e determinação do índice de consistência**, Rio de Janeiro, 2002.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMA TÉCNICAS (ABNT), **NBR 9831: Cimento Portland destinado à cimentação de poços petrolíferos – Requisitos e métodos de ensaio**, Rio de Janeiro, 2006.
- ASTM C 642, **Standard Specification for Portland Cement**, American Society for Testing and Materials, Pensilvânia, USA, 2000.
- BALLOU, G. **Handbook for Sound Engineers**. 3. ed. [S.l.]: Focal Press, 2002.
- BALTHAR, V. K. C. B. L. M., 2010, **Caracterização físico-química e mecânica de pastas de cimentação fibrosas**, Tese de Doutorado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- BARNES, H. A.; NGUYEN, Q. D. –Rotating vane rheometry — a review”, **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, v. 98, n. 1, p.1-14, Mar. 2001.

- BARNETO, A.G.; VILA, C.; ARIZA, J. –Eucalyptus kraft pulp production: Thermogravimetry monitoring”, **Thermochemica Acta**, v. 520, n.1-2, p.110-120, Jun. 2011.
- BAUER, E.; SOUZA, J.G.G.; GUIMARÃES, E.A.; SILVA, F.G.S. –Study of the laboratory Vane test on mortars”, **Building and Environment**, v.42, n.1, p.86-92, Jan. 2007.
- BEEK, A., 2000, **Dielectric properties of young concrete: Non-destructive dielectric sensor for monitoring the strength development of young concrete**. Ph.D Thesis, Universidade Técnica de Deft, Deft, Holanda.
- BELTRÁN, M.G.S., 2011, **Ductile cement-based composites with wood fibres: Material design and experimental approach**. Ph.D Thesis, Universidade Técnica de Deft, Deft, Holanda.
- BENTUR, A.; AKERS, S.A.S. –The microstructure and ageing of cellulose fibre reinforced autoclaved cement composites”, **International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete**, v. 11, n. 2, p.111-115, Mai. 1989.
- BENTUR, A.; MINDESS, S. **Fibre reinforced cementitious composites**. 2nd edition. New York, Taylor and Francis, 2007.
- BENTZ, D.P., –Transient plane source measurements of the thermal properties of hydrating cement pastes”, **Materials and Structures**, v.40, n.10, p.1073-1080, Dez. 2007.
- BILBA, K.; ARSENE, M-A.; OUENSANGA, A. –Sugar cane bagasse fibre reinforced cement composites. Part I. Influence of the botanical components of bagasse on the setting of bagasse/cement composite”, **Cement & Concrete Composites**, v.25, n.1, p. 91-96, Jan. 2003.
- BISHOP, M.; BARRON, A. R. –Cement hydration inhibition with sucrose, tartaric acid, and lignosulfonate: analytical and spectroscopic study”, **Ind. Eng. Chem. Res.**, v. 45, n. 21, p. 7042-7049, Set. 2006.
- BLANKENHORN, P.R.; BLANKENHORN, B.D.; SILSBEE, M.R.; DICOLA, M. –Effects of fibre surface treatments on mechanical properties of wood fibre-cement composites”, **Cement and Concrete Research**, v.31, n.7, p.1049-1055, 2001.

- BOGER, D. V. –Rheology and the resource industries”, **Chemical Engineering Science**, v. 64, n.22, p.4525-4536, Nov. 2009.
- BRITT, K.W., **Handbook of pulp and paper technology**, 2 ed. Nova Iorque, Editora Van Nostrand Reinhold Company, 1970.
- BROOKFIELD. **BROOKFIELD DV-III Ultra programmable rheometer operating instructions** [Manual do equipamento], 2012.
- BULLARD, J.W.; JENNINGS, H.M.; LIVINGSTON, R.A.; NONAT, A.; SCHERER, G.W.; SCHWEITZER, J.S.; SCRIVENER, K.L.; THOMAS, J.J. –Mechanisms of cement hydration”, **Cement and Concrete Research**, v. 41, n. 12, p.1208-1223, Dez. 2011.
- CAMPOS, G. *et al.* **PROCELAB – Procedimentos e Métodos de Laboratório destinados à Cimentação de Poços Petrolíferos**, Rio de Janeiro: Petrobras/Schlumberger/Halliburton/BJ Services, 2005.
- CARVALHO, M. A.; CALIL JR., C.; SAVASTANO JUNIOR, H.; TUBINOC, R; CARVALHO, M.T. –Microstructure and mechanical properties of gypsum composites reinforced with recycled cellulose pulp”, **Materials Research**, v.11, n.4, p.391-397, Out-Dez. 2008.
- CASTRO, H.F., **Apostila de aula do curso de Processos Químicos Industriais II**, São Paulo: Universidade de São Paulo – Escola de Engenharia de Lorena, 2009. Disponível em: <<http://sistemas.eel.usp.br/docentes/arquivos/5840556/434/apostila4papelecelulose.pdf>> - Acesso em: 22 mar. 2014.
- CHAKRABORTY, S.; KUNDU, S.P.; ROY, A.; ADHIKARI, B.; MAJUMDER, S. B. –Effect of jute as fiber reinforcement controlling the hydration characteristics of cement matrix”, **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v.52, n. 3, p.1252-1260, 2013.
- CLARAMUNT, J., 2011, **Utilització de fibres vegetals per a l’elaboració de morters de ciment d’altes prestacions (SHCC)**. Tesi Doctoral, Universitat Politècnica de Catalunya, Barcelona, Espanya.
- COUTTS, R. S. P. –Wood fibre reinforced cement composites”. In: SWAMY, R.N., (Ed). **Natural fibre reinforced cement and concrete**. Glasgow: Blackie. v. 5, p. 1-62, 1988.

- FIDELIS, M. E. A.; SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D. –The influence of fiber treatment on the mechanical behavior of jute textile reinforced concrete”. **Key Engineering Materials**, 600, p.469-474, Mar. 2014.
- FÖRDÖS, Z. –Natural or modified cellulose fibres as reinforcement in cement composites”. In: SWAMY, R.N., (Ed). **Natural fibre reinforced cement and concrete**. Glasgow: Blackie. v. 5, p. 173-207, 1988.
- HOYOS, C.G., 2013, **El uso de fibras naturales de fique em sus distintos tamaños jerárquicos em la construcción**. Tesis Doctoral, Universidad de Buenos Aires, Buenos Aires, Argentina.
- HOYOS, C.G.; CRISTIA, E.; VÁZQUEZ, A. –Effect of cellulose microcrystalline particles on properties of cement based composites”, **Materials and Design**, v.51, p.810-818, Oct. 2013.
- JAPAN CONCRETE INSTITUTE, **JCI-SF4: Method of test for flexural strength and flexural toughness of fibre reinforced concrete**, JCI Standards for test methods of fibre reinforced, Japan, 1983.
- JENNINGS, H.M.; PRATT, P.L. –An experimental argument for the existence of a protective membrane surrounding portland cement during the induction period”, **Cement and Concrete Research** , v.9, n. 4, p.501-506, Jul. 1979.
- JUENGER, M.C.G.; JENNINGS, H.M. –New insights into the effects of sugar on the hydration and microstructure of cement pastes”, **Cement and Concrete Research**, v.32, n. 3, p.393-399, Mar. 2002.
- KACI, A.; BOURAS, R.; PHAN, V.T.; ANDRÉANI, P.A.; CHAOUICHE, M.; BROSSAS, H. –Adhesive and rheological properties of fresh fibre-reinforced mortars”, **Cement & Concrete Composites**, v.33, n.2, p.218-224, Fev. 2011.
- KOCABA, V., 2009, **Development and evaluation of methods to follow microstructural development of cementitious systems including slags**. Tese de Doutorado, Escola Politécnica Federal de Lausana, Lausanne, Suíça.
- KONSTA-GDOUTOS, M.S.; METAXA, Z.S.; SHAH, S.P. –Highly dispersed carbon nanotube reinforced cement based materials”, **Cement and Concrete Research**, v.40, n.7, p. 1052-1059, Jul. 2010.

- LIMA, P. R. L., 2004, **Análise teórica e experimental de compósitos reforçados com fibras de sisal**. Tese de Doutorado, COPPE/ UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- LIN, X., SILSBEE, M.R., ROY, D.M., KESSLER, K., BLANKENHORN, P.R. –Approaches to improve the properties of wood fibre reinforced cementitious composites”. **Cement and Concrete Research**, v. 24, n. 8, p.1558-1566, Set. 1994.
- MAHAUT, F.; MOKÉDDEM, S.; CHATEAU, X.; ROUSSEL, N.; OVARLEZ, G., –Effect of coarse particles volume fraction on the yield stress and thixotropy of cementitious materials”, **Cement and Concrete Research**, v.38, n.11, p. 1276-1285, nov. 2008.
- MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M.. **Concreto: Estrutura, Propriedades e Materiais**, 3 ed. São Paulo, Editora Pini, 2008.
- MELO FILHO, J.A.; SILVA, F.A.; TOLEDO FILHO, R.D. –Degradation kinetics and aging mechanisms on sisal fiber cement composite systems”, **Cement & Concrete Composites**, v. 40, p.30-39, Jul. 2013.
- MOHAMED, M.A.S.; GHORBEL, E.; WARDEH, G. –Valorization of micro-cellulose fibers in self-compacting concrete”, **Construction and Building Materials**, v.24, n. 12, p.2473-2480, Dez. 2010.
- MOHAN, D.; PITTMAN JR., C.U. –Activated carbons and low cost absorbents for remediation of tri- and hexavalent chromium from water”, **Journal of Hazardous Materials**, v. 137, n. 2, p.762-811, Set. 2006.
- MOHR, B.J., NANKO, H., KURTIS, K.E., –Durability of kraft pulp fiber-cement composites to wet/dry cycling”, **Cement and Concrete Composites**, v. 27, n. 4, p. 435-448, Abr. 2005.
- MOHR, B.J., BIERNACKI, J.J., KURTIS, K.E., –Supplementary cementitious materials for mitigating degradation of kraft pulp fiber-cement composites”. **Cement and Concrete Research**, v. 37, n. 11, p. 1531–1543, Nov. 2007.
- MORAIS, S.A.L, NASCIMENTO, E.A.; MELO, D.C. –Análise da madeira de *Pinus oocarpa* parte I – estudo dos constituintes macromoleculares e extrativos voláteis”, **Revista Árvore**, v. 29, n. 3, p.461-470, Mai.-Jun.2005.
- NGUYEN, Q. D.; BOGER, D. V. –Direct yield stress measurement with the vane method”, **Journal of Rheology**, v.29, n.3, p.335-347, 1985.
- NILSSON, J.; SARGENIUS, P. –Effect of microfibrillar cellulose on concrete equivalent mortar fresh and hardened properties”, KTH, ABE, 2011.

- NOCUN-WCZELIK, W.; CZAPIK, P. –Use calorimetry and other methods in the studies of water reducers and set retarders interaction with hydrating cement paste”, **Construction and Building Materials**, v.38, p.980-986, Jan. 2013.
- ODLER, I., –Hydration, Setting and Hardening of Portland Cement”, In: Hewlett, P. C. (ed), *Lea’s Chemistry of cement and Concrete*, 4 ed., chapter 6, Oxford, Inglaterra, Elsevier Inc., 1998.
- PEHANICH, J.L., BLANKENHORN, P.R., SILSBEE, M.R., –Wood fibre surface treatment level effects on selected mechanical properties of wood fibre-cement composites”, **Cement and Concrete Research**, v. 34, n. 1, p.59-65, Jan. 2004.
- PEREIRA, C.; CALDEIRA JORGE, F.; IRLE, M.A.; FERREIRA, J.M. –Extrative contentes of two woods and cork of Portuguese origin and the interaction of these substrates with cement suspensions”, **Forest Products Journal**, v. 53, n. 10, p.39-43, Out.2003.
- PETIT, J-Y.; WIRQUIN, E.; VANHOVE, Y.; KHAYAT, K. –Yield stress and viscosity equations for mortars and self-consolidating concrete”, **Cement and Concrete Research**, v.37, n. 5, p.655-670, Mai. 2007.
- RABELO, M.S., **Tecnologia de fabricação de celulose: Apostila SENAI**, Bahia:, 2009. Disponível em: <<http://www.scribd.com/doc/78099627/72p-Normalizado-Tecnologia-de-Fabricacao-de-Celulose>> - Acesso em: 22 mar. 2014.
- RAMAKRISHNA, G., SUNDARARAJAN, T., –Studies on the durability of natural fibres and the effect of corroded fibres on the strength of mortar”, **Cement and Concrete Composites**, v. 27, n. 5, 575-582, Mai. 2005.
- ROCHA, L. A.; AZEVEDO, C. T. **Projetos de poços de petróleo: geopressões e assentamento de colunas de revestimentos**. Rio de Janeiro: Interciência/Petrobrás, 2007.
- ROCHA, C.A.A., 2011, **Influência dos cloretos de sódio e de potássio e da pressão e temperatura de cura no comportamento físico-químico e mecânico de pastas para cimentação de poços de petróleo**. Exame de qualificação ao doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

- RODRIGUES, C.S., 2004, **Efeito da adição de cinza de casca de arroz no comportamento de compósitos cimentícios reforçados por polpa de bambu**. Tese de Doutorado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- SANTOS, F.A.; QUEIRÓZ, J.H.; COLODETTE, J.L.; FERNANDES, S.A.; GUIMARÃES, V.M.; REZENDE, S.T. —Potencial da palha de cana-de-açúcar para produção de etanol”, **Química Nova**, v. 35, n. 5, p.1004-1010, Jan. 2012.
- SCHRAMM, G, Reologia e reometria: fundamentos teóricos e práticos, Tradução e adaptação: MOTHÉ, C. G., CORREIA, D. Z., PETRI, H. M., GONÇALVES, M., CARESTIANO, T., 2 ed., Artliber Editora, São Paulo, 2006.
- SILVA, A.C., 2002, **Estudo da durabilidade de compósitos reforçados com fibras de celulose**. Dissertação de mestrado, Universidade de São Paulo, SP, Brasil.
- SILVA, F.A.; TOLEDO FILHO, R.D.; MELO FILHO, J.A.; FAIRBAIN, E.M.R. —Physical and mechanical properties of durable sisal fiber-cement composites”, **Construction and Building Materials**, v. 24, n. 5, p.777-785, Mai. 2010.
- SOUZA, J.G.G., 2005, **Contribuição ao estudo das propriedades das argamassas de revestimento no estado fresco**. Tese de doutorado, Universidade de Brasília, Brasília, DF, Brasil.
- TAM AIR. **TAM AIR operating instructions** [Manual do equipamento], 2014.
- TAYLOR, H. F. W., **Cement Chemistry**, 1 ed. London, Academic Press, 1990.
- TIPLER, P.A.; MOSCA, G. **Física para Cientistas e Engenheiros**, 6 ed. São Paulo, Editora LTC, 2009.
- TOLEDO FILHO, R.D., 1997, **Materiais compósitos reforçados com fibras naturais: caracterização experimental**. Tese de Doutorado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- TOLEDO FILHO, R.D.; SCRIVENER, K.; ENGLAND, G.L.; GHAVAMI, K. —Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites”, **Cement & Concrete Composites**, v.22, n. 2, p.127-143, Abr. 2000.

- TOLEDO FILHO, R.D., GHAVAMI, K., ENGLAND, G.L., SCRIVENER, K., –Development of vegetable fibre-mortar composites of improved durability”. **Cement & Concrete Composites**, v. 25, n.2, p. 185-196, Fev. 2003.
- TOLEDO FILHO, R.D.; SILVA, F.A.; FAIRBAIN, E.M.R.; MELO FILHO, J.A. –Durability of compression molded sisal fiber reinforced mortar laminates”, **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 6, p.2409-2420, Jun. 2009.
- TONOLI, G.H.D., 2009, **Fibras curtas de Eucalipto para novas tecnologias em fibrocimento**. Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo, SP, Brasil.
- TONOLI, G.H.D.; RODRIGUES FILHO, U.P.; SAVASTANO JR., H.; BRAS, J.; BELGACEM, M.N.; ROCCO LAHR, F.A. –Cellulose modified fibres in cement based composites”, **Composites: Part A**, v.40, n.12, p.2046-2053, 2009.
- TONOLI, G.H.D.; SANTOS, S.F.; JOAQUIM, A.P.; SAVASTANO JR., H. –Effect of accelerated carbonation on cementitious roofing tiles reinforced with lignocellulosic fibre”, **Construction and Building Materials**, v. 24, n. 2, p.193-201, Fev. 2010.
- TORRENTI, J-M., –La résistance du béton au très jeune âge”. Bulletin de Liaison des LPC, n. 179, p. 31-41, 1992.
- VITORINO, F.C., 2012, **Caracterização experimental de pastas cimentícias contendo polímero SBR em pó e microfibras de volastonita**. Dissertação de mestrado, COPPE /UFRJ, RJ, Brasil.
- VORKINN, P. B., SANDERS, G. S.–Cement Slurry Qualification, Field Mixing, and Quality Assurance Procedures for Coiled-Tubing Squeeze Operations in Prudhoe Bay”, In: **Western Regional Meeting**, SPE 26089, Anchorage, Alaska, U.S.A., 26-28 May, 1993.
- WALLIS, A.; WEARNE, R. WRIGHT, P., –Chemical analysis of polysaccharides in plantation eucalypt woods and pulps”. **Appita Journal**, v.49, n.4, p.258-262, 1996.
- WASTOWSKI, A.D., **Apostila de aula do curso de Química da Madeira**, Rio Grande do Sul: Universidade Federal de Santa Maria – Departamento de Engenharia Florestal, 2009. Disponível em: <<http://dc436.4shared.com/doc/3WNP1hLU/preview.html>> - Acesso em: 22 mar. 2014.

ZHANG, J.; QIN, L.; LI, Z. "Hydration monitoring of cement-based materials with resistivity and ultrasonic methods", **Materials and Structures**, v. 42, n. 1, p. 15-24, Jan. 2009.

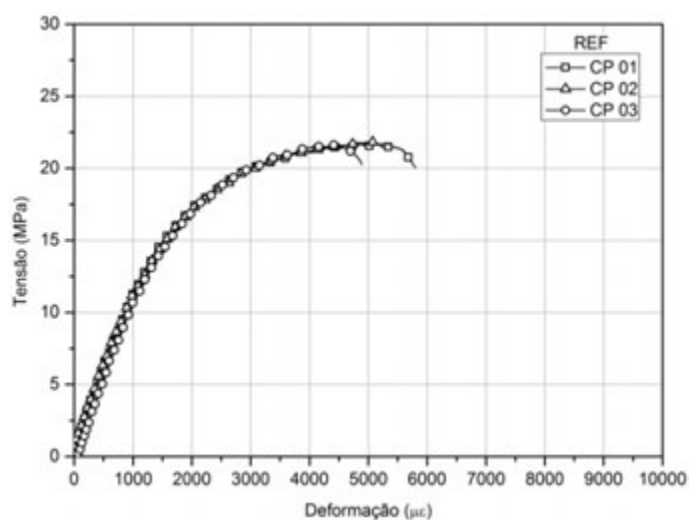
ZHANG, L.; CATALAN, L.J.J.; BALEC, R.J.; LARSEN, A.C.; ESMAEILI, H.H.; KINRADE, S.D. "Effects of saccharide set retarders on the hydration of ordinary portland cement and pure tricalcium silicate", **Journal of the American Ceramic Society**, v. 93, n. 1, p.279-287, 2010.

7. ANEXO A

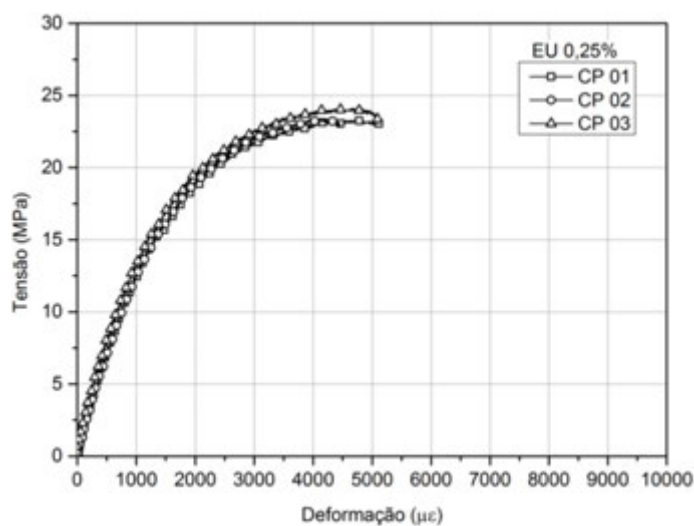
7.1 Propriedades Mecânicas das Pastas

7.1.1 Comportamento sob Compressão Uniaxial

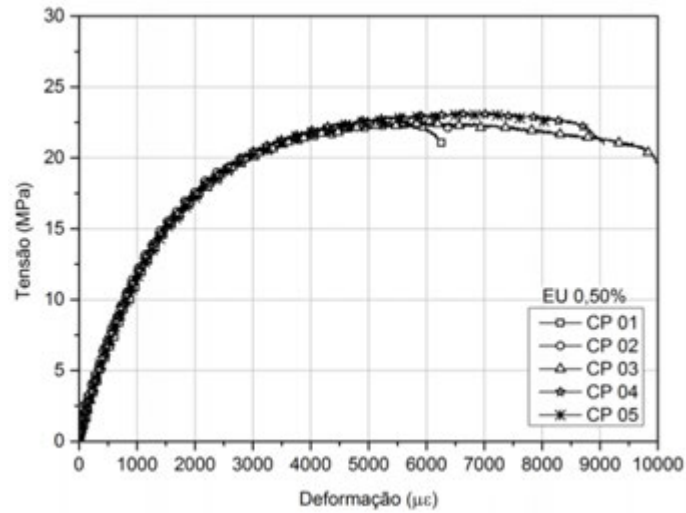
As curvas de tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova (CP) utilizado para o cálculo dos valores médios das pastas em estudo ensaiados aos 3 dias de idade sob compressão uniaxial, podem ser observadas na Figura 7.1 e na Figura 7.2.



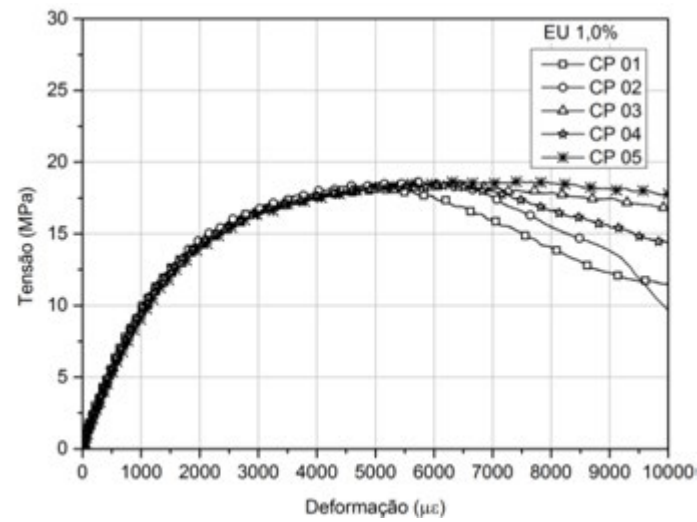
(a)



(b)

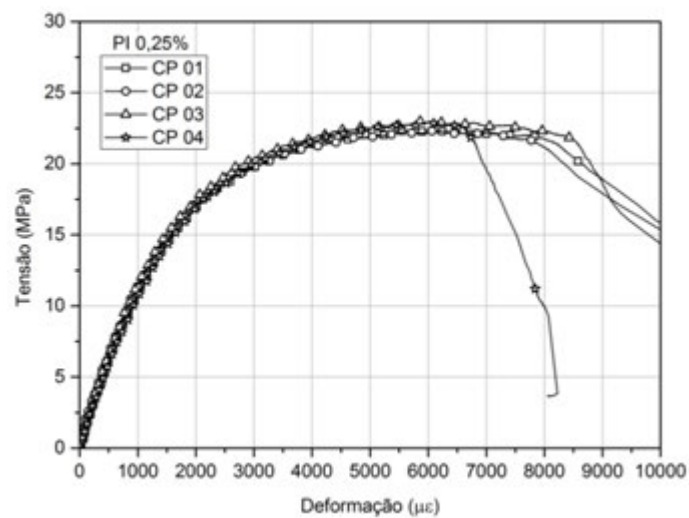


(c)

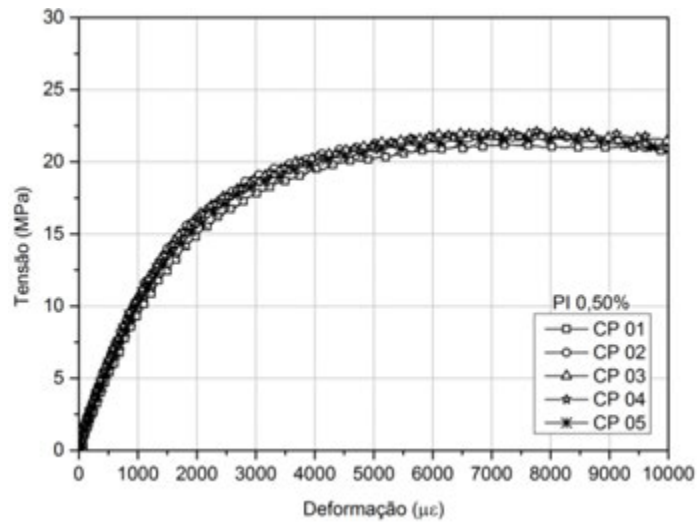


(d)

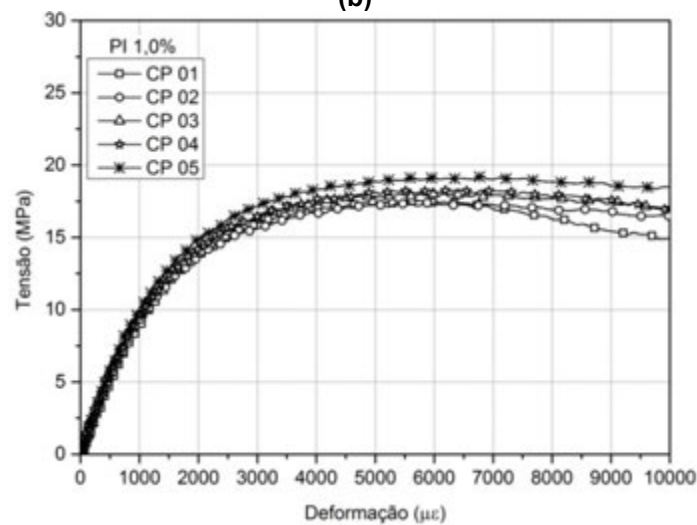
Figura 7.1 – Curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova ensaiado aos 3 dias de idade para as pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.



(a)



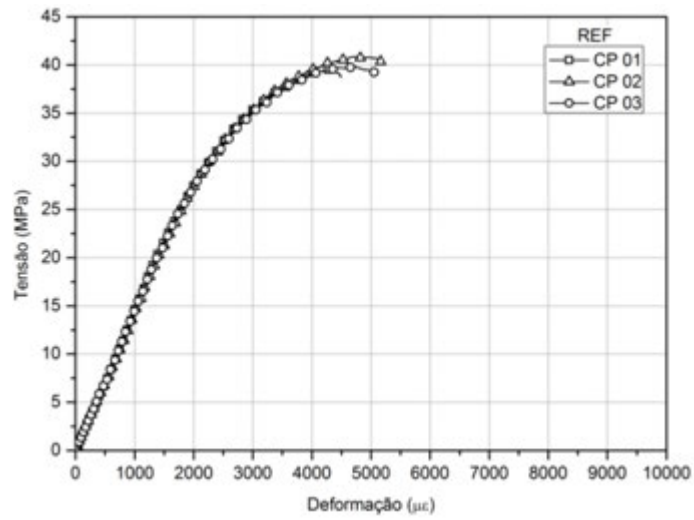
(b)



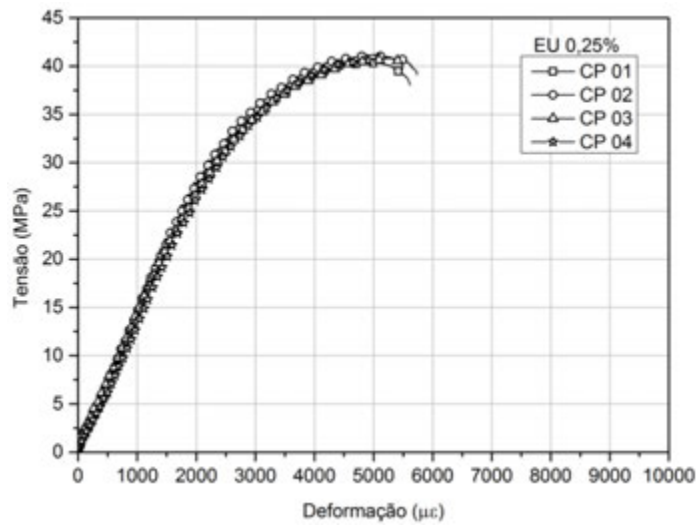
(c)

Figura 7.2 – Curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova ensaiado aos 3 dias de idade para as pastas: (a) PI 0,25%; (b) PI 0,50% e (c) PI 1,0%.

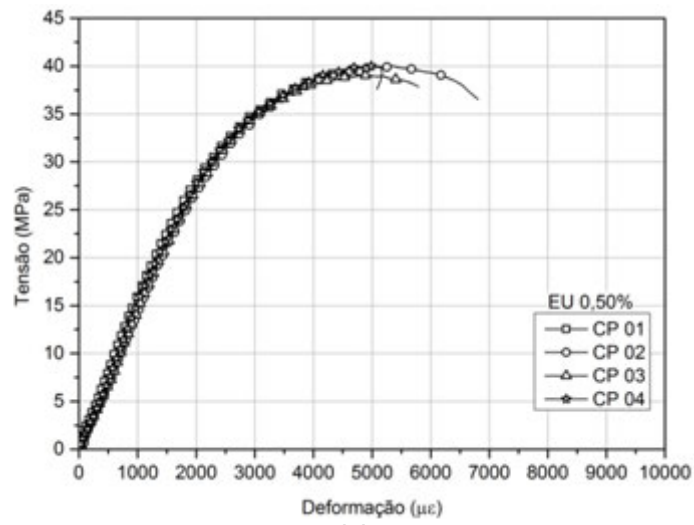
As curvas de tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova (CP) utilizado para o cálculo dos valores médios das pastas em estudo ensaiados aos 7 dias de idade sob compressão uniaxial, podem ser observadas na Figura 7.3 e na Figura 7.4.



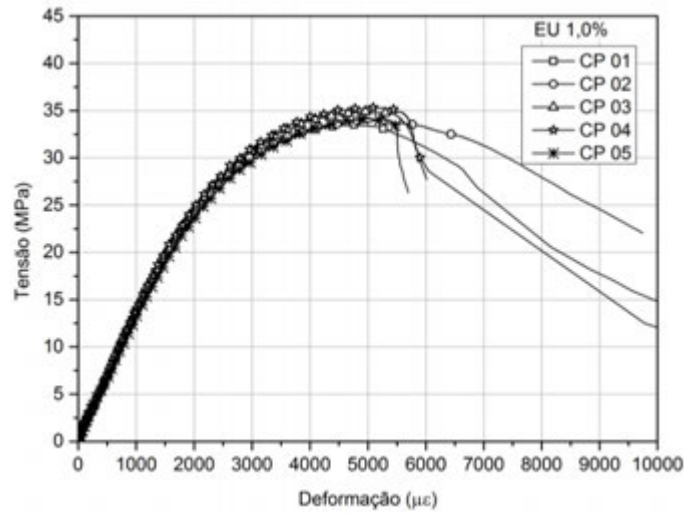
(a)



(b)

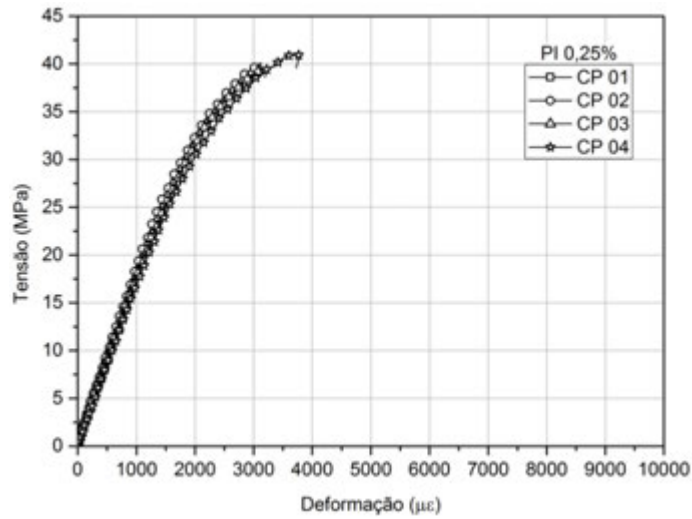


(c)

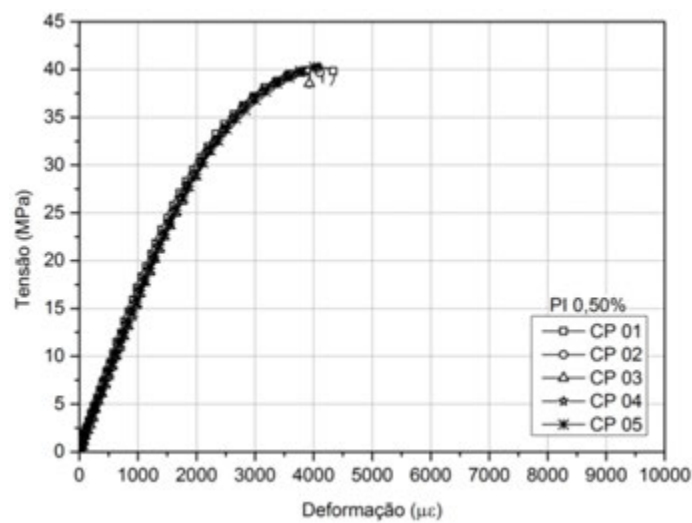


(d)

Figura 7.3 – Curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova ensaiado aos 7 dias de idade para as pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.



(a)



(b)

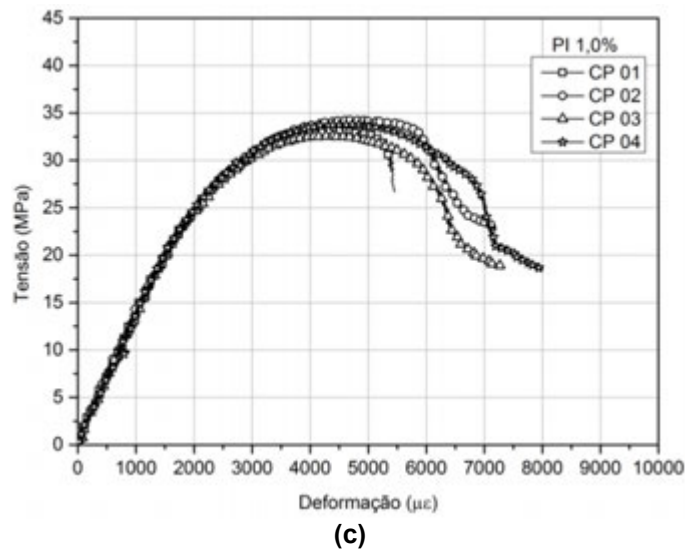
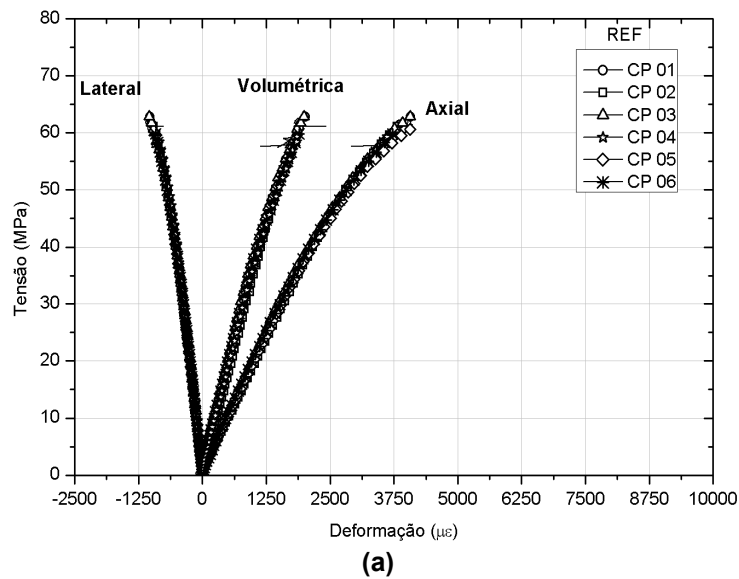
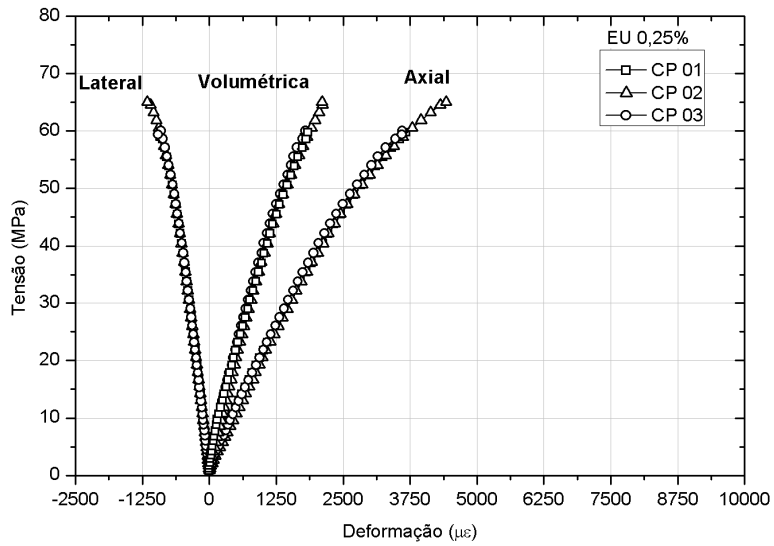


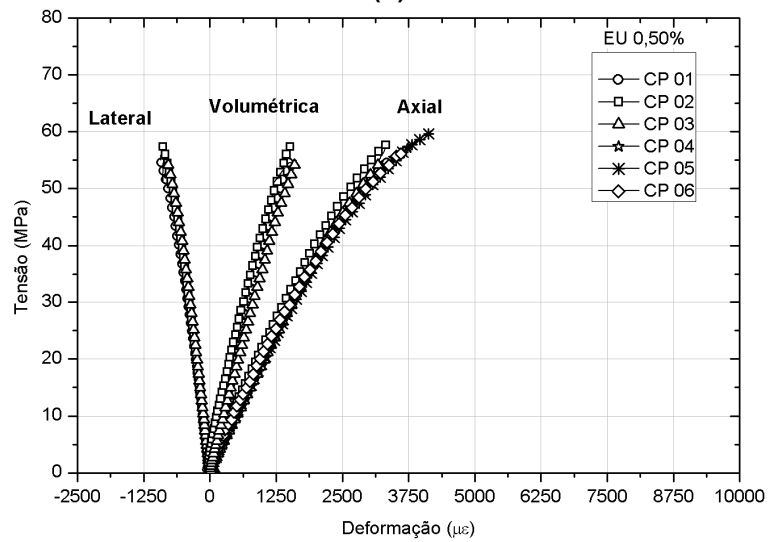
Figura 7.4 – Curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova ensaiado aos 7 dias de idade para as pastas: **(a)** PI 0,25%; **(b)** PI 0,50% e **(c)** PI 1,0%.

As curvas de tensão versus deformação uniaxial, deformação lateral e deformação volumétrica de cada corpo-de-prova (CP) utilizadas para o cálculo dos valores médios das pastas em estudo ensaiados aos 28 dias de idade sob compressão uniaxial, podem ser observadas na Figura 7.5 e na Figura 7.6.

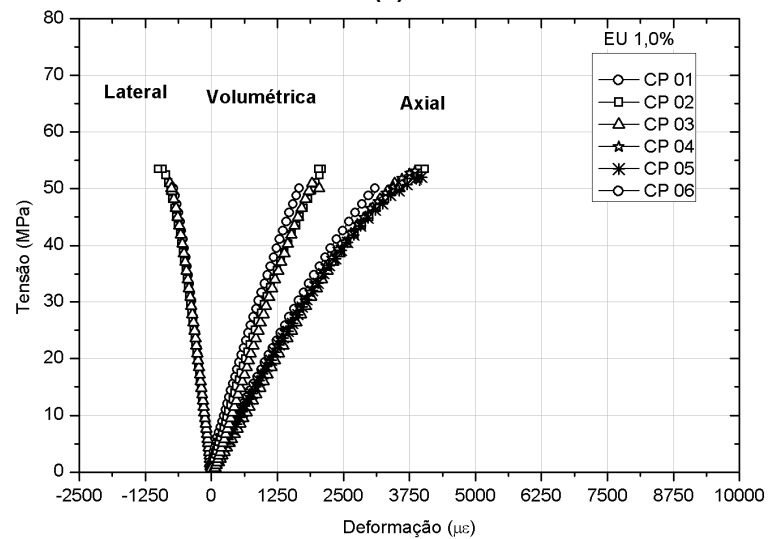




(b)

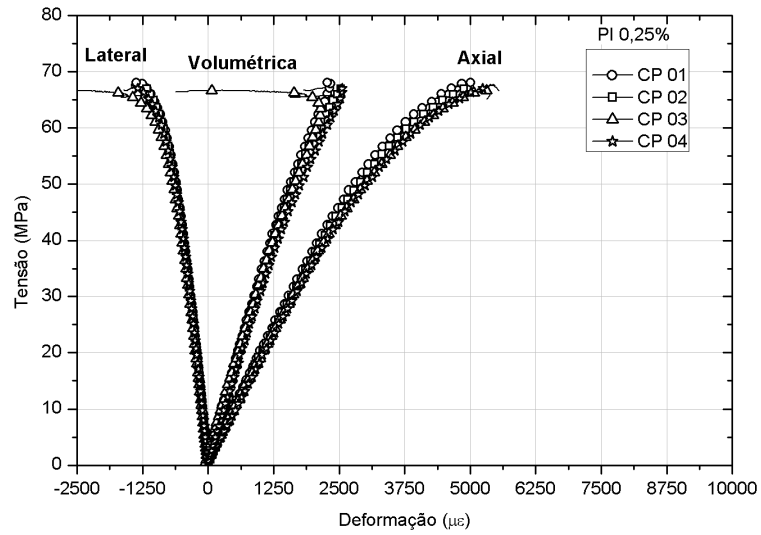


(c)

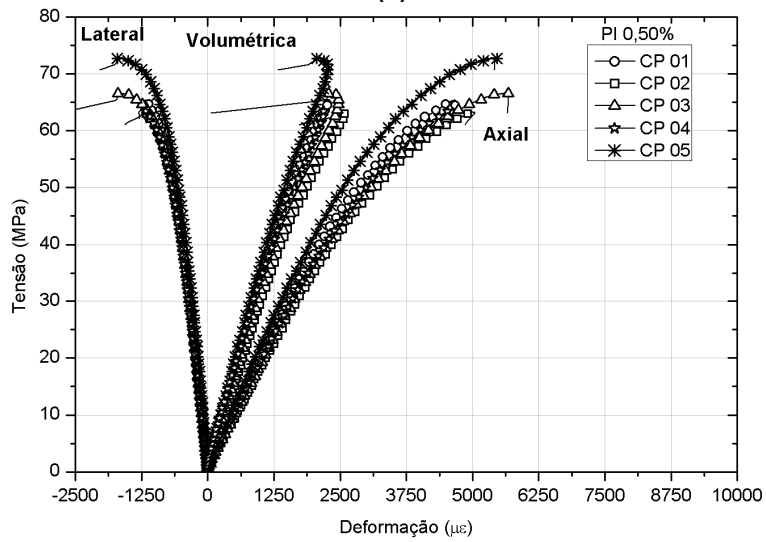


(d)

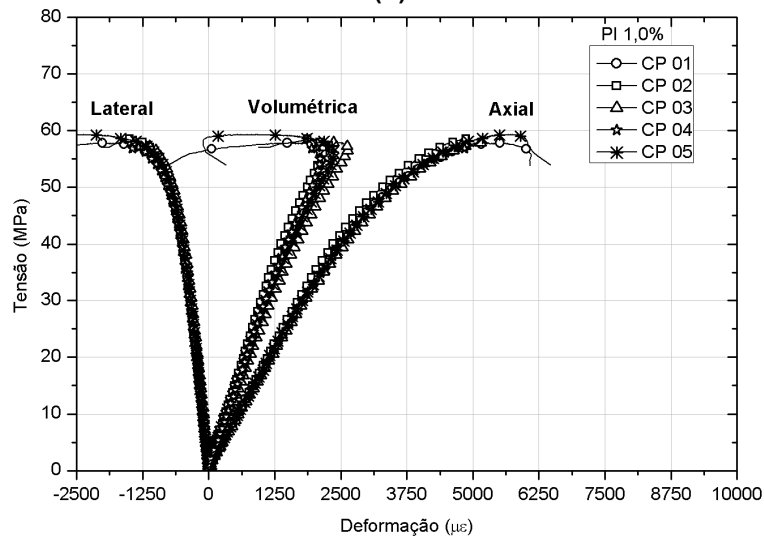
Figura 7.5 – Curvas tensão versus deformação uniaxial, deformação lateral e volumétrica de cada corpo-de-prova ensaiado aos 28 dias de idade para as pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.



(a)



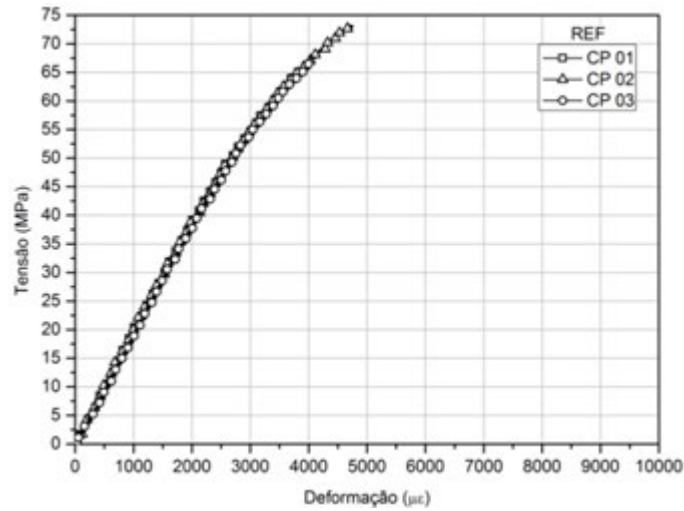
(b)



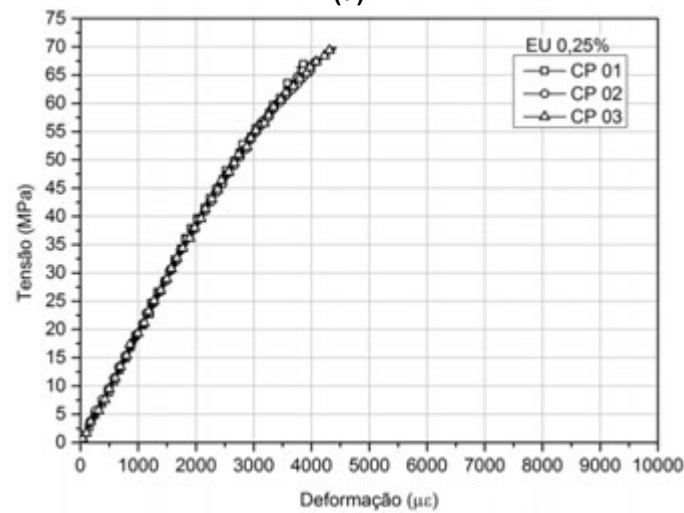
(c)

Figura 7.6 – Curvas tensão versus deformação uniaxial, deformação lateral e volumétrica de cada corpo-de-prova ensaiado aos 28 dias de idade para as pastas: (a) PI 0,25%; (b) PI 0,50% e (c) PI 1,0%.

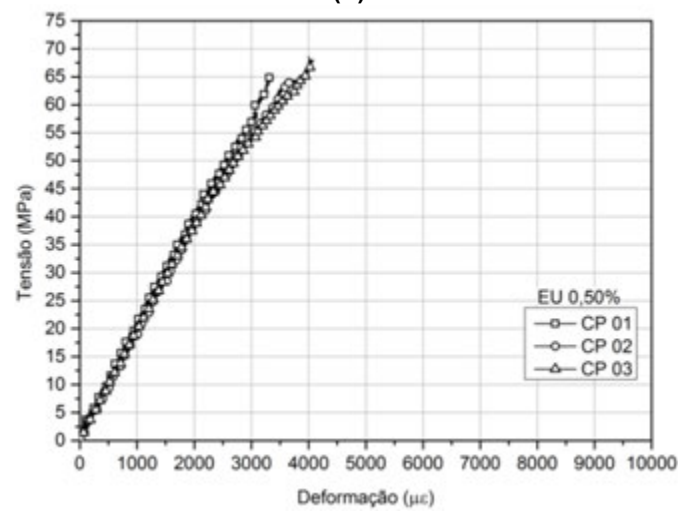
As curvas de tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova (CP) utilizado para o cálculo dos valores médios das pastas em estudo ensaiados aos 90 dias de idade sob compressão uniaxial, podem ser observadas na Figura 7.7 e na Figura 7.8.



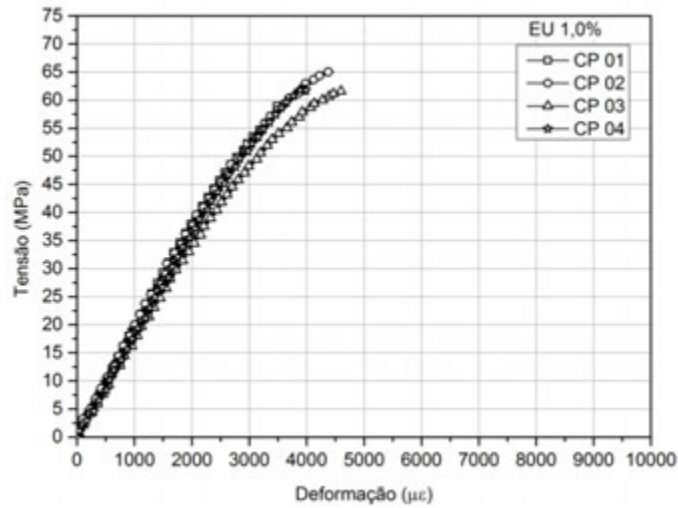
(a)



(b)

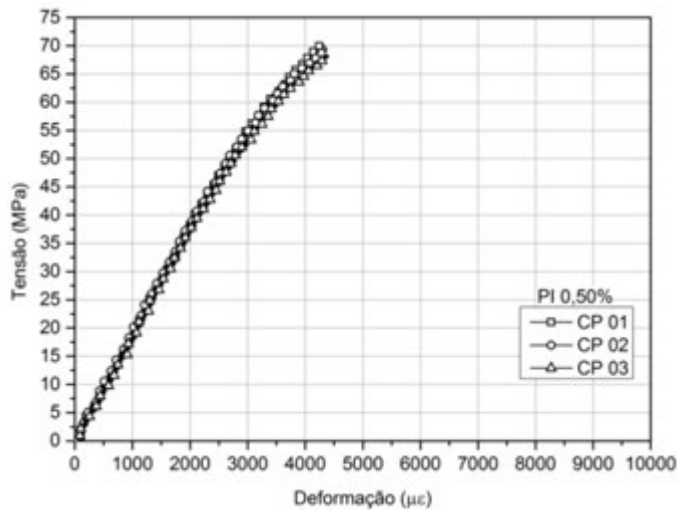


(c)

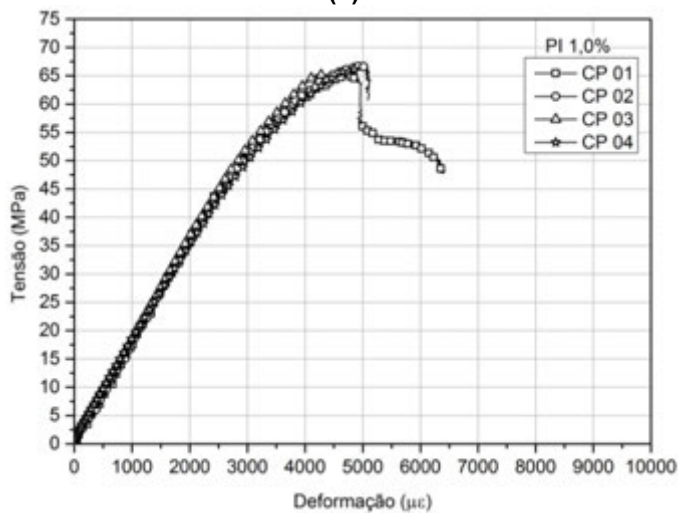


(d)

Figura 7.7 – Curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova ensaiado aos 90 dias de idade para as pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.



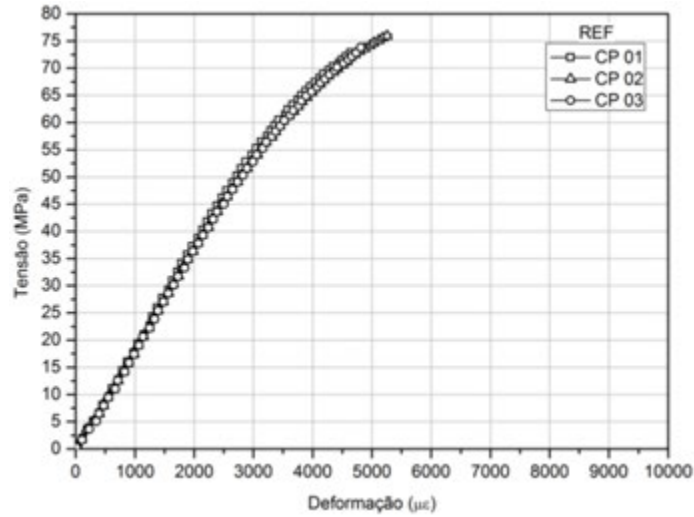
(a)



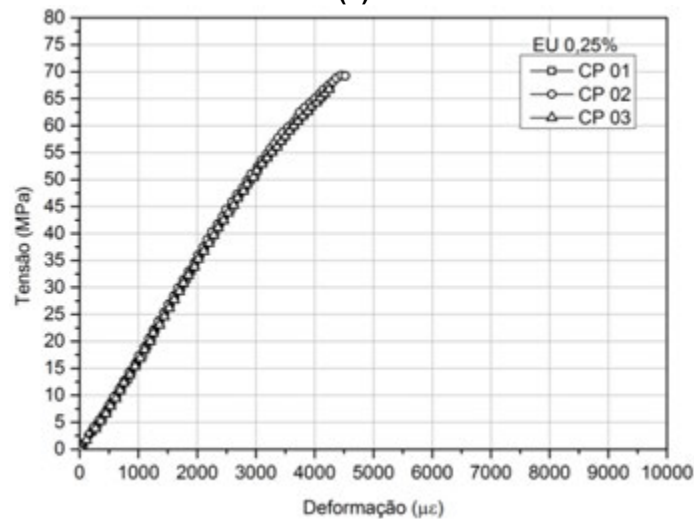
(b)

Figura 7.8 – Curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova ensaiado aos 90 dias de idade para as pastas: (a) PI 0,50% e (b) PI 1,0%.

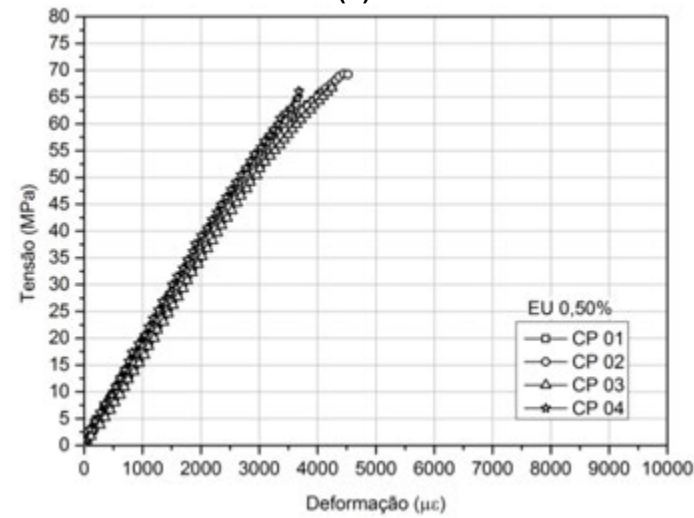
As curvas de tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova (CP) utilizado para o cálculo dos valores médios das pastas contendo fibras de eucalipto ensaiados aos 180 dias de idade sob compressão uniaxial, podem ser observadas na Figura 7.9.



(a)



(b)



(c)

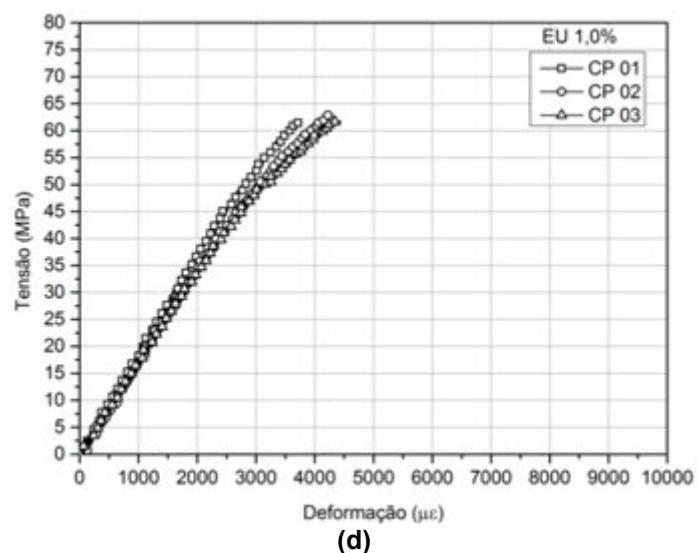
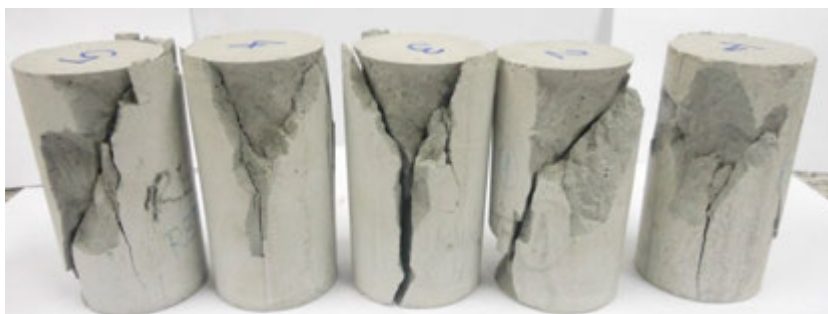


Figura 7.9 – Curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo-de-prova ensaiado aos 180 dias de idade para as pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.

7.1.1.1 Modo de Ruptura

Os corpos-de-prova rompidos aos 7, 28, 90 e 180 dias de idade dos traços com fibras de eucalipto, com fibras de pinho e a referência são mostrados da Figura 7.10 a Figura 7.17.

REFERÊNCIA



EU 0,25%



EU 0,50%



EU 1,0%



Figura 7.10 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão uniaxial aos 7 dias.

PI 0,25%



PI 0,50%



PI 1,0%

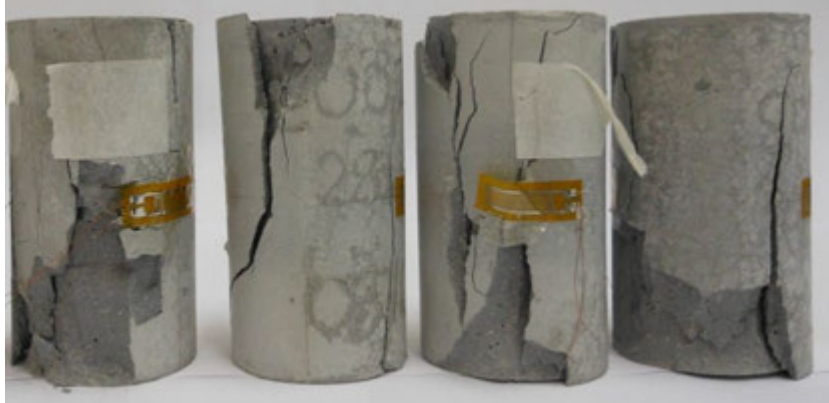


Figura 7.11 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão uniaxial aos 7 dias.

REFERÊNCIA



EU 0,25%



EU 0,50%



EU 1,0%



Figura 7.12 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão uniaxial aos 28 dias.

PI 0,25%



PI 0,50%



PI 1,0%



Figura 7.13 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão uniaxial aos 28 dias.

REFERÊNCIA



EU 0,25%



EU 0,50%



EU 1,0%



Figura 7.14 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão uniaxial aos 90 dias.

PI 0,25%



PI 0,50%



PI 1,0%



Figura 7.15 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão uniaxial aos 90 dias.

REFERÊNCIA



EU 0,25%



EU 0,50%



EU 1,0%



Figura 7.16 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão uniaxial aos 180 dias.

PI 0,25%



PI 0,50%



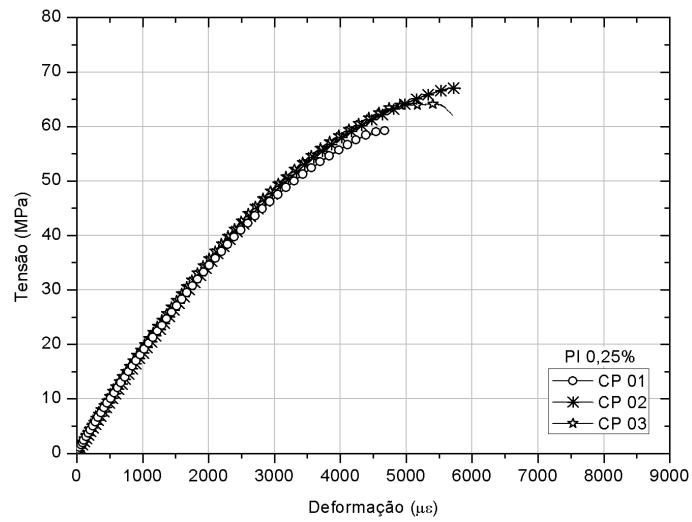
PI 1,0%



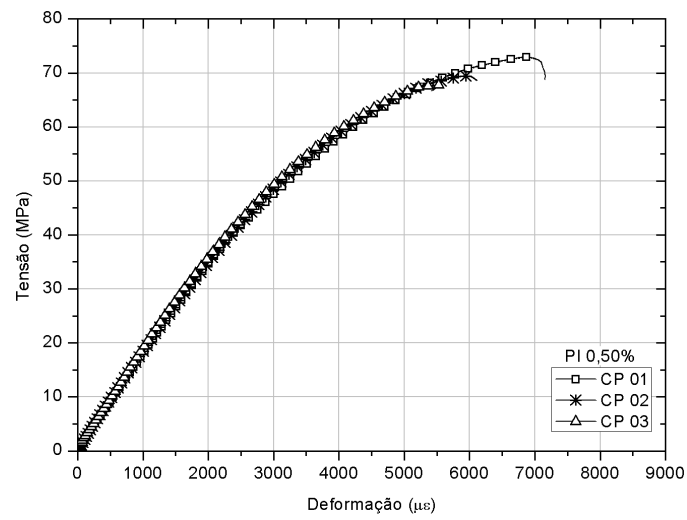
Figura 7.17 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão uniaxial aos 180 dias.

7.1.2 Comportamento sob Compressão Triaxial

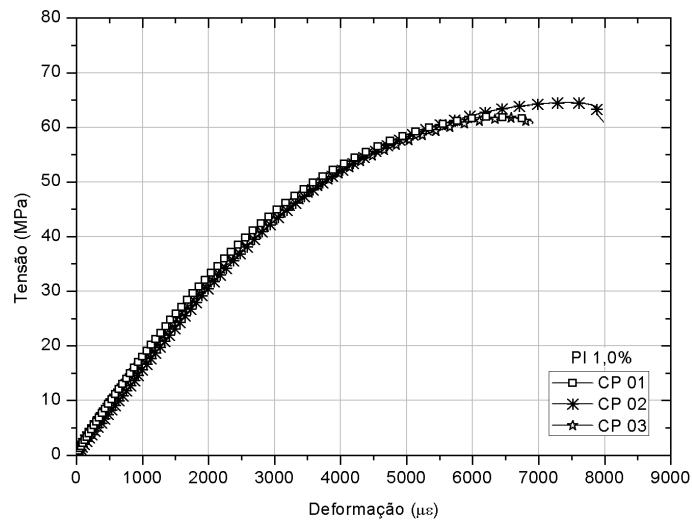
As curvas de tensão versus deformação axial de cada corpo-de-prova (CP) ensaiado sob compressão triaxial para as pastas estudadas, agrupadas por pressão de confinamento, podem ser observadas da Figura 7.18 a Figura 7.20.



(a)

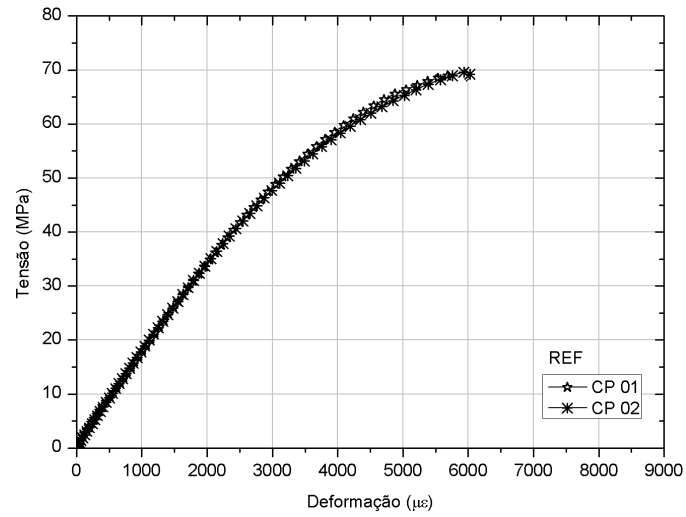


(b)

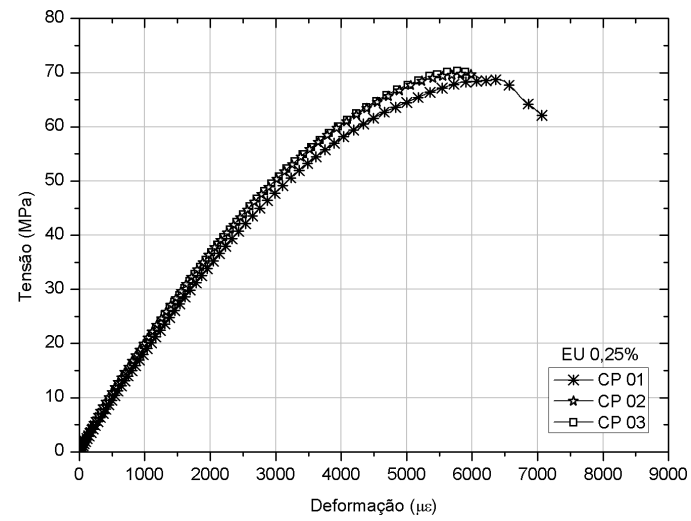


(c)

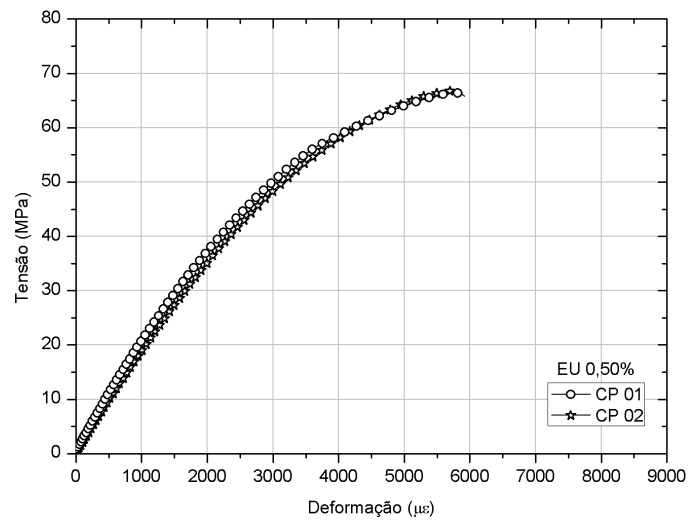
Figura 7.18 - Curvas tensão versus deformação axial de cada corpo-de-prova ensaiado para a pasta contendo fibras de pinho submetida a tensão de confinamento 4,14 MPa: (a) PI 0,25%; (b) PI 0,50%; e (c) PI 1,0%.



(a)



(b)



(c)

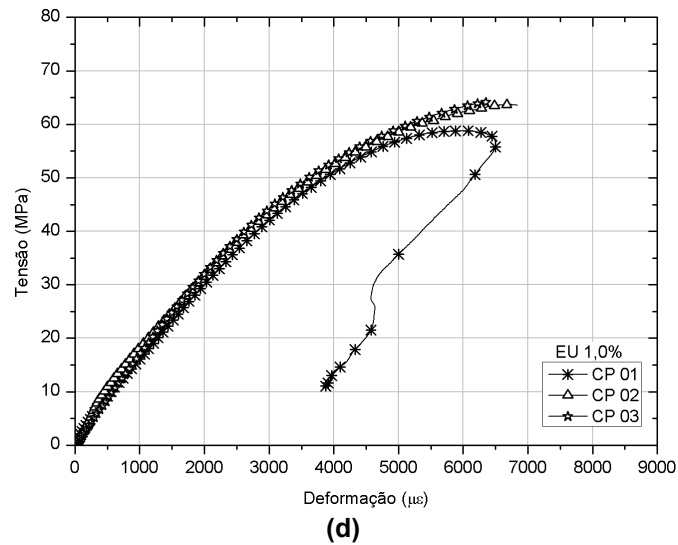


Figura 7.19 - Curvas tensão versus deformações axial de cada corpo-de-prova ensaiado para as pasta contendo fibras de eucalipto submetida a tensão de confinamento 8,28 MPa: **(a)** REF; **(b)** EU 0,25%; **(c)** EU 0,50% e **(d)** EU 1,0%.

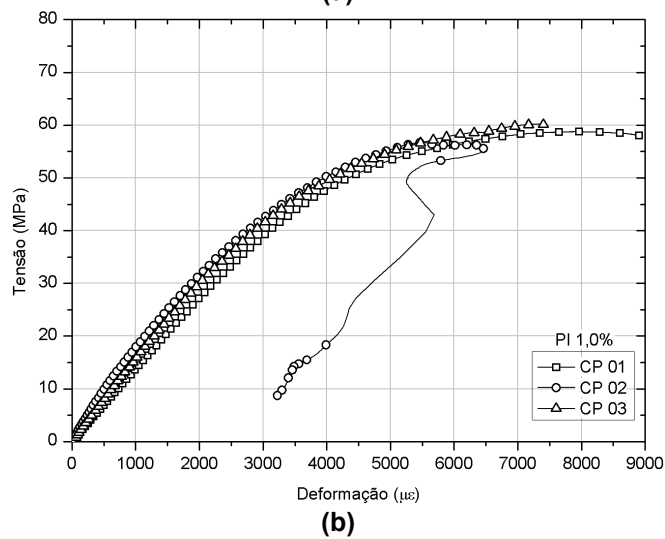
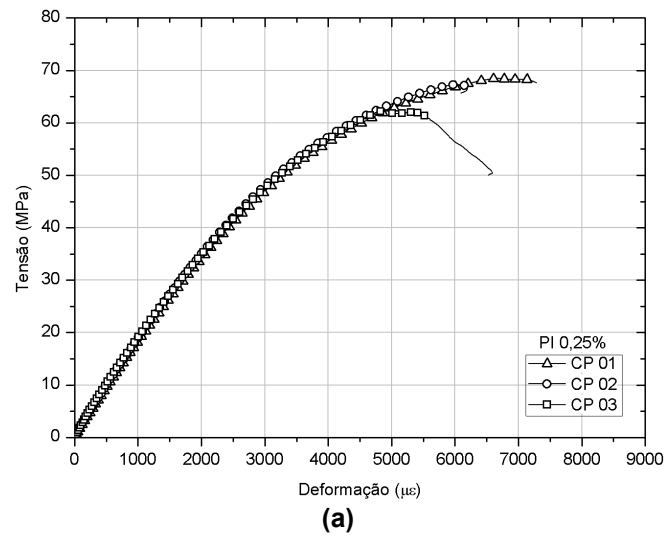


Figura 7.20 - Curvas tensão versus deformação axial de cada corpo-de-prova ensaiado para as pasta contendo fibras de pinho submetida a tensão de confinamento 8,28 MPa: **(a)** PI 0,25%; e **(b)** PI 1,0%.

7.1.2.1 Modo de Ruptura

Os modos de ruptura dos corpos-de-prova ensaiados sem pressão de confinamento para as pastas estudadas podem ser observados na Figura 7.21 e na Figura 7.22. Já os modos de ruptura das pastas para a pressão de 8,28 MPa podem ser observados na Figura 7.23 e na Figura 7.24.



Figura 7.21 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão triaxial sem confinamento.

PI 0,25%



PI 0,50%

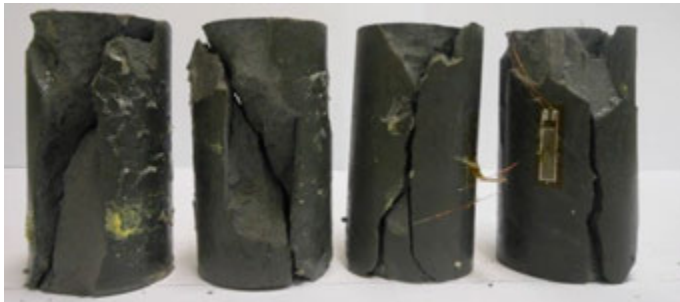


PI 1,0%



Figura 7.22 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão triaxial sem confinamento.

REFERÊNCIA



EU 0,25%



EU 0,50%



EU 1,0%

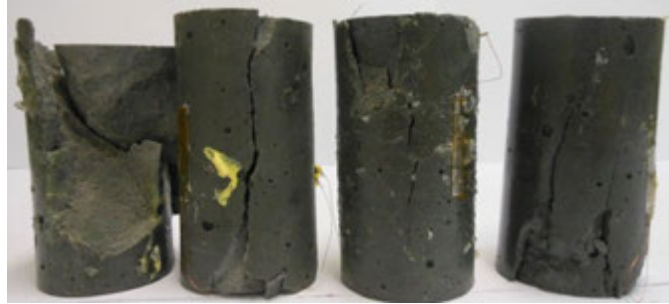
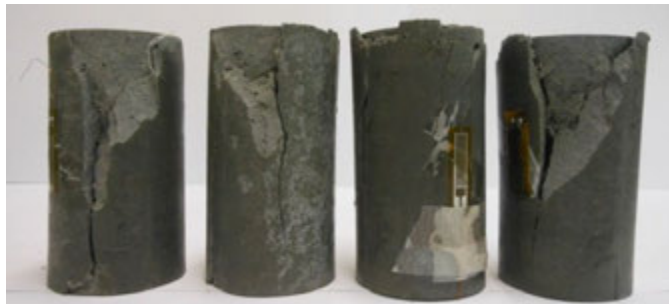


Figura 7.23 – Modo de ruptura das misturas com fibras de eucalipto e a referência no ensaio de compressão triaxial com confinamento de 8,28 MPa.

PI 0,25%



PI 0,50%



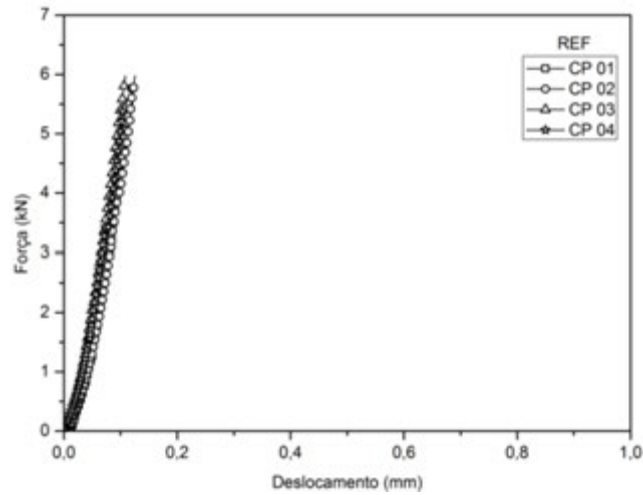
PI 1,0%



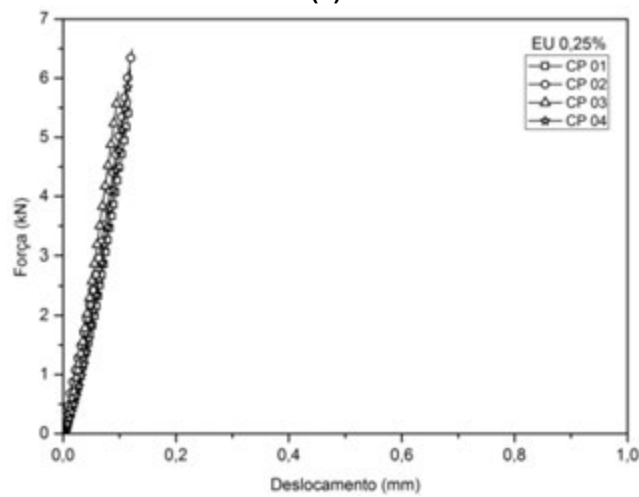
Figura 7.24 – Modo de ruptura das misturas com fibras de pinho no ensaio de compressão triaxial com confinamento de 8,28 MPa.

7.1.3 Comportamento sob Flexão

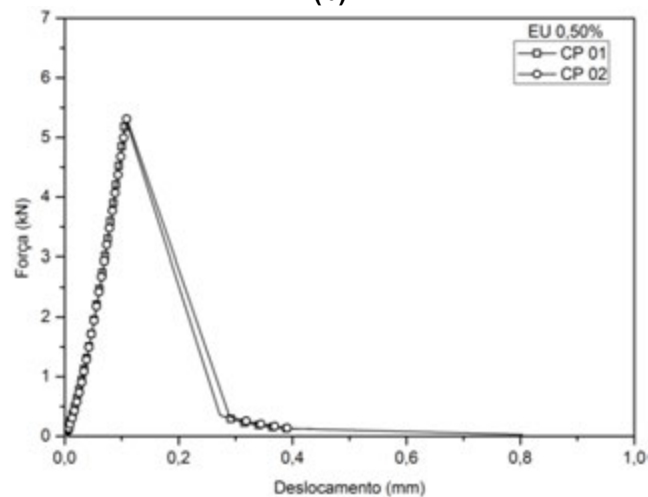
As curvas de carga versus deslocamento de cada corpo-de-prova (CP) utilizado para o cálculo dos valores médios das pastas em estudo podem ser observadas na Figura 7.25 e na Figura 7.26.



(a)



(b)



(c)

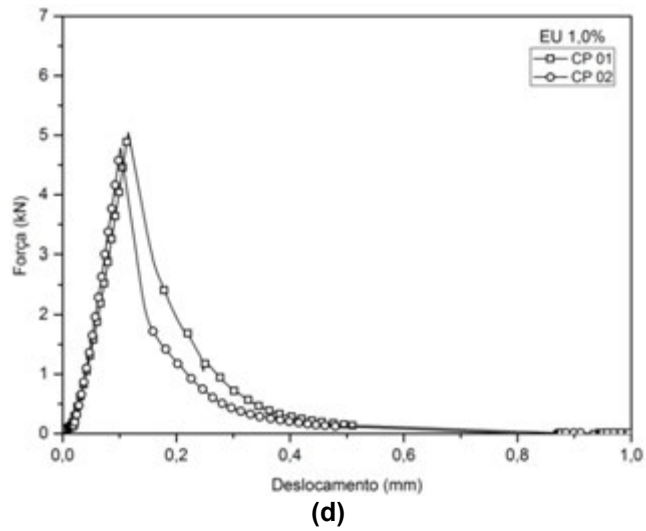
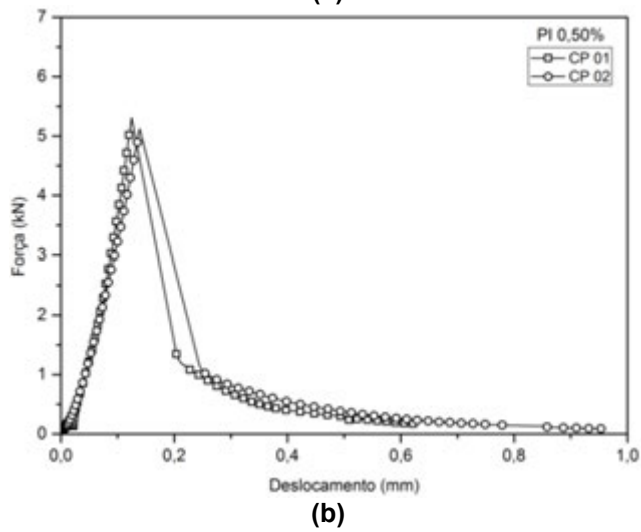
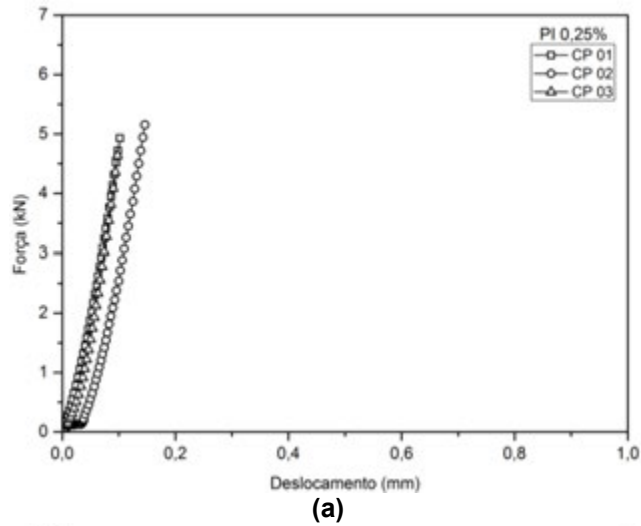


Figura 7.25 – Curvas carga (força) versus deslocamento de cada corpo-de-prova ensaiado aos para as pastas: (a) REF; (b) EU 0,25%; (c) EU 0,50% e (d) EU 1,0%.



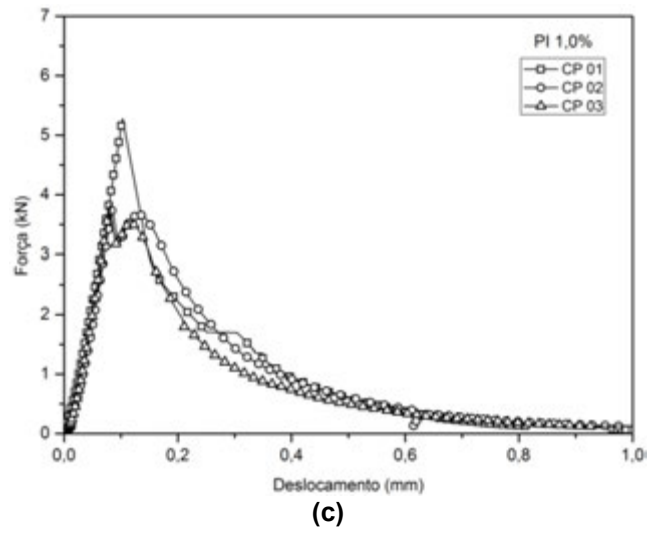


Figura 7.26 – Curvas carga (força) versus deslocamento de cada corpo-de-prova ensaiado aos para as pastas: **(a)** PI 0,25%; **(b)** PI 0,50% e **(c)** PI 1,0%.

8. ANEXO B

8.1 Análises de Variância

A seguir, serão mostradas as análises de variância realizadas para os diversos dados obtidos neste trabalho. No campo *Sig* o valor 1 significa que o resultado de comparação foi significativamente diferente e 0 significa que o resultado não foi significativamente diferente.

8.1.1 Índice de Consistência – Espalhamento

Na Tabela 8.1 e na Tabela 8.2, são apresentados os resultados de ANOVA para os valores de espalhamento, tanto para as misturas contendo fibras de eucalipto quanto de pinho.

Tabela 8.1 - Análise de variância do parâmetro de espalhamento para as pastas contendo eucalipto.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
A	3	38,83333	0,76376	0,44096
B	3	30,66667	0,28868	0,16667
C	3	27,33333	0,28868	0,16667
D	3	22,83333	0,28868	0,16667

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	410,75	136,91667	657,2	6,55311E-10
Error	8	1,66667	0,20833		
Total	11	412,41667			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Means Comparisons									
Tukey Test									
		MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25% REF		-8,16667	0,37268	30,99032	0	0,1	1	-9,17705	-7,15628
EU 0,50% REF		-11,5	0,37268	43,63943	0	0,1	1	-12,51039	-10,48961
EU 0,50% EU 0,25%		-3,33333	0,37268	12,64911	8,98359E-5	0,1	1	-4,34372	-2,32295
EU 1,0% REF		-16	0,37268	60,71573	0	0,1	1	-17,01039	-14,98961
EU 1,0% EU 0,25%		-7,83333	0,37268	29,72541	1,3394E-8	0,1	1	-8,84372	-6,82295
EU 1,0% EU 0,50%		-4,5	0,37268	17,0763	9,45365E-6	0,1	1	-5,51039	-3,48961

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.2 - Análise de variância do parâmetro de espalhamento para as pastas contendo pinho.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
A	3	38,83333	0,76376	0,44096
E	3	34	0	0
F	3	30,83333	1,89297	1,09291
G	3	26	0,5	0,28868

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	262,08333	87,36111	79,1195	2,74483E-6
Error	8	8,83333	1,10417		
Total	11	270,91667			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0,05 level, the population means are significantly different.

Means Comparisons									
Tukey Test									
		MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25%	REF	-4,83333	0,85797	7,96691	0,00219	0,1	1	-7,15942	-2,50725
PI 0,50%	REF	-8	0,85797	13,18661	6,62098E-5	0,1	1	-10,32609	-5,67391
PI 0,50%	PI 0,25%	-3,16667	0,85797	5,2197	0,02533	0,1	1	-5,49275	-0,84058
PI 1,0%	REF	-12,83333	0,85797	21,15353	1,71878E-6	0,1	1	-15,15942	-10,50725
PI 1,0%	PI 0,25%	-8	0,85797	13,18661	6,62098E-5	0,1	1	-10,32609	-5,67391
PI 1,0%	PI 0,50%	-4,83333	0,85797	7,96691	0,00219	0,1	1	-7,15942	-2,50725

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

8.1.2 Propriedades Mecânicas

8.1.2.1 Comportamento sob Compressão Uniaxial

A seguir, da Tabela 8.3 à Tabela 8.32 os resultados de ANOVA para os parâmetros de resistência à compressão (f_{c_RUP}), deformação de pico (ϵ_u), módulo de elasticidade (E_c) e coeficiente de Poisson (ν) são apresentados para as cinco idades de ensaio (3, 7, 28, 90 e 180 dias).

Tabela 8.3 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 3 dias de idade.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	21,72524	0,106	0,0612
EU 0,25%	3	23,59	0,44238	0,25541
EU 0,50%	5	22,82771	0,39952	0,17867
EU 1,0%	5	18,4478	0,22438	0,10035

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	68,47442	22,82481	218,46595	9,83243E-11
Error	12	1,25373	0,10448		
Total	15	69,72815			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25% Referência	1,86476	0,26392	9,99243	6,71157E-5	0,1	1	1,18907	2,54044
EU 0,50% Referência	1,10247	0,23605	6,60494	0,00263	0,1	1	0,49811	1,70682
EU 0,50% EU 0,25%	-0,76229	0,23605	4,56693	0,0318	0,1	1	-1,36664	-0,15794
EU 1,0% Referência	-3,27744	0,23605	19,63537	0	0,1	1	-3,88179	-2,67309
EU 1,0% EU 0,25%	-5,1422	0,23605	30,80724	0	0,1	1	-5,74655	-4,53785
EU 1,0% EU 0,50%	-4,37991	0,20443	30,29969	0	0,1	1	-4,90329	-3,85652

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.4 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de pinho aos 3 dias de idade.

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	21,72524	0,106	0,0612
PI 0,25%	4	22,65191	0,33345	0,16673
PI 0,50%	5	21,78689	0,37622	0,16825
PI 1,0%	5	18,09872	0,71816	0,32117

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	57,48799	19,16266	83,44953	9,55953E-9
Error	13	2,98521	0,22963		
Total	16	60,47321			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25% Referência	0,92666	0,36599	3,58066	0,10105	0,1	0	-0,00224	1,85557
PI 0,50% Referência	0,06164	0,34996	0,24911	0,99796	0,1	0	-0,82656	0,94985
PI 0,50% PI 0,25%	-0,86502	0,32146	3,80556	0,07688	0,1	1	-1,68089	-0,04915
PI 1,0% Referência	-3,62652	0,34996	14,65514	5,70076E-7	0,1	1	-4,51473	-2,73832
PI 1,0% PI 0,25%	-4,55319	0,32146	20,03125	0	0,1	1	-5,36905	-3,73732
PI 1,0% PI 0,50%	-3,68817	0,30307	17,20995	8,58285E-8	0,1	1	-4,45737	-2,91896

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.5 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 7 dias de idade.

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	40,05968	0,7115	0,41078
EU 0,25%	4	40,77911	0,34833	0,17417
EU 0,50%	4	39,64503	0,46583	0,23291
EU 1,0%	5	34,41492	0,72288	0,32328

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	116,49614	38,83205	113,166	4,57463E-9
Error	12	4,11771	0,34314		
Total	15	120,61385			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25% Referência	0,71942	0,4474	2,27407	0,41042	0,1	0	-0,42602	1,86487
EU 0,50% Referência	-0,41465	0,4474	1,3107	0,79135	0,1	0	-1,5601	0,73079
EU 0,50% EU 0,25%	-1,13408	0,41421	3,872	0,07424	0,1	1	-2,19455	-0,0736
EU 1,0% Referência	-5,64476	0,4278	18,66052	0	0,1	1	-6,74001	-4,54951
EU 1,0% EU 0,25%	-6,36418	0,39296	22,90415	0	0,1	1	-7,37024	-5,35813
EU 1,0% EU 0,50%	-5,23011	0,39296	18,82271	0	0,1	1	-6,23616	-4,22405

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.6 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de pinho aos 7 dias de idade.

Notes

Input Data

Bad Data (missing values) -- Values that are invalid and thus not used in computations

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	40,05968	0,7115	0,41078
PI 0,25%	4	40,0521	0,71062	0,35531
PI 0,50%	5	40,04069	0,28051	0,12545
PI 1,0%	4	33,48897	0,71677	0,35839

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	129,1122	43,0374	117,81906	3,62346E-9
Error	12	4,38341	0,36528		
Total	15	133,49561			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25% Referência	-0,00759	0,46161	0,02325	1	0,1	0	-1,18941	1,17423
PI 0,50% Referência	-0,01899	0,44138	0,06085	0,99997	0,1	0	-1,14903	1,11105
PI 0,50% PI 0,25%	-0,0114	0,40544	0,03978	0,99999	0,1	0	-1,04941	1,0266
PI 1,0% Referência	-6,57071	0,46161	20,13047	0	0,1	1	-7,75253	-5,38889
PI 1,0% PI 0,25%	-6,56313	0,42737	21,71828	0	0,1	1	-7,65728	-5,46897
PI 1,0% PI 0,50%	-6,55172	0,40544	22,8533	0	0,1	1	-7,58973	-5,51372

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.7 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 28 dias de idade.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	62,29532	1,27036	0,73344
EU 0,25%	3	61,72441	3,0841	1,78061
EU 0,50%	3	57,88751	1,99521	1,15193
EU 1,0%	3	53,04084	0,75497	0,43588

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	164,26242	54,75414	13,97117	0,00152
Error	8	31,35265	3,91908		
Total	11	195,61507			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25% Referência	-0,57091	1,61639	0,4995	0,9838	0,1	0	-4,9532	3,81137
EU 0,50% Referência	-4,40781	1,61639	3,85648	0,0978	0,1	1	-8,79009	-0,02553
EU 0,50% EU 0,25%	-3,8369	1,61639	3,35698	0,16008	0,1	0	-8,21918	0,54539
EU 1,0% Referência	-9,25448	1,61639	8,09693	0,00197	0,1	1	-13,63677	-4,8722
EU 1,0% EU 0,25%	-8,68357	1,61639	7,59743	0,00296	0,1	1	-13,06585	-4,30129
EU 1,0% EU 0,50%	-4,84667	1,61639	4,24045	0,06666	0,1	1	-9,22896	-0,46439

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.8 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de pinho aos 28 dias de idade.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	62,29532	1,27036	0,73344
PI 0,25%	4	67,47742	0,71432	0,35716
PI 0,50%	4	64,83204	1,52967	0,76483
PI 1,0%	3	58,38299	0,8208	0,47389

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	152,91296	50,97099	38,83374	8,07634E-6
Error	10	13,12544	1,31254		
Total	13	166,0384			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25% Referência	5,1821	0,87501	8,37539	7,04408E-4	0,1	1	2,89028	7,47392
PI 0,50% Referência	2,53672	0,87501	4,09989	0,06447	0,1	1	0,2449	4,82854
PI 0,50% PI 0,25%	-2,64538	0,81011	4,61808	0,03602	0,1	1	-4,76719	-0,52357
PI 1,0% Referência	-3,91233	0,93543	5,91479	0,00853	0,1	1	-6,36239	-1,46227
PI 1,0% PI 0,25%	-9,09443	0,87501	14,69857	5,51343E-6	0,1	1	-11,38625	-6,80261
PI 1,0% PI 0,50%	-6,44905	0,87501	10,42307	1,17638E-4	0,1	1	-8,74087	-4,15723

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.9 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 90 dias de idade.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	69,78617	3,36974	1,94552
EU 0,25%	3	68,37172	1,34074	0,77408
EU 0,50%	3	65,97511	2,30438	1,33044
EU 1,0%	5	62,2769	2,27093	1,01559

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	129,1866	43,0622	7,48202	0,00649
Error	10	57,55427	5,75543		
Total	13	186,74087			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25% Referência	-1,41445	1,95881	1,0212	0,88609	0,1	0	-6,54494	3,71603
EU 0,50% Referência	-3,81106	1,95881	2,75149	0,27009	0,1	0	-8,94155	1,31942
EU 0,50% EU 0,25%	-2,39661	1,95881	1,73029	0,627	0,1	0	-7,5271	2,73387
EU 1,0% Referência	-7,50928	1,75202	6,06143	0,00728	0,1	1	-12,09812	-2,92043
EU 1,0% EU 0,25%	-6,09483	1,75202	4,9197	0,02566	0,1	1	-10,68367	-1,50598
EU 1,0% EU 0,50%	-3,69822	1,75202	2,98517	0,21431	0,1	0	-8,28706	0,89063

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.10 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de pinho aos 90 dias de idade.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	69,78617	3,36974	1,94552
PI 0,50%	3	69,24167	0,88609	0,51158
PI 1,0%	4	65,84436	0,87096	0,43548

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	2	32,7624	16,3812	4,31794	0,06004
Error	7	26,55629	3,79376		
Total	9	59,31868			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,50% Referência	-0,54451	1,59034	0,4842	0,93799	0,1	0	-4,42547	3,33646
PI 1,0% Referência	-3,94182	1,48762	3,7473	0,07494	0,1	1	-7,57212	-0,31151
PI 1,0% PI 0,50%	-3,39731	1,48762	3,22966	0,12403	0,1	0	-7,02762	0,233

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.11 - Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 180 dias de idade.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	74,5769	1,56891	0,90581
EU 0,25%	3	68,29238	1,31998	0,76209
EU 0,50%	4	67,53517	1,35069	0,67534
EU 1,0%	3	62,40627	0,92064	0,53153

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	224,45911	74,8197	43,23208	1,13691E-5
Error	9	15,57587	1,73065		
Total	12	240,03498			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25% Referência	-6,28452	1,07414	8,27424	0,00113	0,1	1	-9,14121	-3,42784
EU 0,50% Referência	-7,04173	1,00476	9,91131	2,96991E-4	0,1	1	-9,71391	-4,36954
EU 0,50% EU 0,25%	-0,7572	1,00476	1,06577	0,87295	0,1	0	-3,42939	1,91498
EU 1,0% Referência	-12,17063	1,07414	16,02391	5,97796E-6	0,1	1	-15,02731	-9,31394
EU 1,0% EU 0,25%	-5,8861	1,07414	7,74967	0,0018	0,1	1	-8,74279	-3,02941
EU 1,0% EU 0,50%	-5,1289	1,00476	7,21898	0,00293	0,1	1	-7,80108	-2,45671

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.12 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 3 dias de idade.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	4792,66359	335,00228	193,41365
EU 0,25%	3	4443,25295	431,33197	249,02963
EU 0,50%	5	6024,93689	549,96264	245,95077
EU 1,0%	5	5731,79208	485,52211	217,13209

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	6,35531E6	2,11844E6	9,2464	0,00191
Error	12	2,74931E6	229109,17611		
Total	15	9,10462E6			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25% Referência	-349,41064	390,81895	1,26437	0,8081	0,1	0	-1349,99468	651,17341
EU 0,50% Referência	1232,2733	349,55909	4,98542	0,01894	0,1	1	337,32372	2127,22288
EU 0,50% EU 0,25%	1581,68394	349,55909	6,39903	0,00336	0,1	1	686,73436	2476,63351
EU 1,0% Referência	939,1285	349,55909	3,79944	0,08096	0,1	1	44,17892	1834,07807
EU 1,0% EU 0,25%	1288,53913	349,55909	5,21305	0,01428	0,1	1	393,58955	2183,48871
EU 1,0% EU 0,50%	-293,14481	302,72706	1,36945	0,76945	0,1	0	-1068,19387	481,90426

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.13 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de pinho aos 3 dias de idade.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	4792,66359	335,00228	193,41365
PI 0,25%	4	6130,32115	295,95668	147,97834
PI 0,50%	5	7530,5924	341,55516	152,74811
PI 1,0%	5	5961,99022	180,07051	80,52998

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	1,50424E7	5,01412E6	60,15661	7,03665E-8
Error	13	1,08357E6	83351,18273		
Total	16	1,61259E7			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test									
		MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25%	Referência	1337,65756	220,50289	8,57918	2,05217E-4	0,1	1	778,0136	1897,30152
PI 0,50%	Referência	2737,92881	210,84109	18,36462	1,21698E-8	0,1	1	2202,80684	3273,05079
PI 0,50%	PI 0,25%	1400,27125	193,66991	10,22504	3,47536E-5	0,1	1	908,73033	1891,81217
PI 1,0%	Referência	1169,32663	210,84109	7,84324	4,80256E-4	0,1	1	634,20466	1704,44861
PI 1,0%	PI 0,25%	-168,33093	193,66991	1,22918	0,82048	0,1	0	-659,87185	323,20999
PI 1,0%	PI 0,50%	-1568,60218	182,59374	12,14904	5,72381E-6	0,1	1	-2032,03141	-1105,17295

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.14 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 7 dias de idade.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	4644,43253	123,25932	71,1638
EU 0,25%	4	5017,96363	183,82531	91,91265
EU 0,50%	4	4962,22065	317,31523	158,65762
EU 1,0%	5	4977,4328	142,41523	63,69003

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	289794,65845	96598,21948	2,25102	0,13481
Error	12	514956,21814	42913,01818		
Total	15	804750,8766			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test									
		MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25%	Referência	373,53109	158,21692	3,33879	0,13844	0,1	0	-31,53966	778,60185
EU 0,50%	Referência	317,78812	158,21692	2,84053	0,23815	0,1	0	-87,28263	722,85888
EU 0,50%	EU 0,25%	-55,74297	146,48041	0,53818	0,98036	0,1	0	-430,76562	319,27967
EU 1,0%	Referência	333,00027	151,28431	3,1129	0,17808	0,1	0	-54,32145	720,32199
EU 1,0%	EU 0,25%	-40,53083	138,96351	0,41248	0,99091	0,1	0	-396,30855	315,24689
EU 1,0%	EU 0,50%	15,21215	138,96351	0,15481	0,9995	0,1	0	-340,56557	370,98987

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.15 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de pinho aos 7 dias de idade.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	4644,43253	123,25932	71,1638
PI 0,25%	4	3302,38492	292,81806	146,40903
PI 0,50%	5	3987,27751	135,16017	60,44547
PI 1,0%	4	4467,77345	280,02048	140,01024

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	4,01216E6	1,33739E6	26,93084	1,29341E-5
Error	12	595920,45628	49660,03802		
Total	15	4,60808E6			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics									
Means Comparisons									
Tukey Test									
		MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25%	Referência	-1342,04762	170,20093	11,15118	2,25447E-5	0,1	1	-1777,80011	-906,29512
PI 0,50%	Referência	-657,15502	162,74321	5,71058	0,00773	0,1	1	-1073,8141	-240,49595
PI 0,50%	PI 0,25%	684,89259	149,48919	6,47929	0,00305	0,1	1	302,16679	1067,61839
PI 1,0%	Referência	-176,65908	170,20093	1,46787	0,73135	0,1	0	-612,41158	259,09341
PI 1,0%	PI 0,25%	1165,38853	157,57544	10,45917	4,28494E-5	0,1	1	761,96012	1568,81695
PI 1,0%	PI 0,50%	480,49594	149,48919	4,54564	0,03265	0,1	1	97,77014	863,22175

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.16 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 28 dias de idade.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	4112,83283	17,2976	9,98678
EU 0,25%	3	3912,80176	474,02269	273,67713
EU 0,50%	3	3839,87554	295,49365	170,60334
EU 1,0%	3	3927,72607	70,78002	40,86487

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	121530,97555	40510,32518	0,51065	0,68603
Error	8	634646,06003	79330,7575		
Total	11	756177,03558			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics									
Means Comparisons									
Tukey Test									
		MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25%	Referência	-200,03107	229,97211	1,23009	0,82017	0,1	0	-823,52064	423,4585
EU 0,50%	Referência	-272,95728	229,97211	1,67855	0,65097	0,1	0	-896,44685	350,53229
EU 0,50%	EU 0,25%	-72,92622	229,97211	0,44846	0,98813	0,1	0	-696,41579	550,56335
EU 1,0%	Referência	-185,10675	229,97211	1,13831	0,85044	0,1	0	-808,59632	438,38282
EU 1,0%	EU 0,25%	14,92431	229,97211	0,09178	0,99989	0,1	0	-608,56526	638,41388
EU 1,0%	EU 0,50%	87,85053	229,97211	0,54024	0,97972	0,1	0	-535,63904	711,3401

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.17 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de pinho aos 28 dias de idade.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	4112,83283	17,2976	9,98678
PI 0,25%	4	5115,13426	257,34047	128,67024
PI 0,50%	5	5040,59797	439,75984	196,66658
PI 1,0%	3	5351,13774	268,90292	155,25117

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	2,73287E6	910958,23875	8,96738	0,00272
Error	11	1,11744E6	101585,74586		
Total	14	3,85032E6			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics									
Means Comparisons									
Tukey Test									
		MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25%	Referência	1002,30143	243,43038	5,82289	0,00791	0,1	1	372,59727	1632,00559
PI 0,50%	Referência	927,76514	232,76397	5,63686	0,00981	0,1	1	325,6528	1529,87749
PI 0,50%	PI 0,25%	-74,53629	213,80736	0,49301	0,98468	0,1	0	-627,61179	478,53922
PI 1,0%	Referência	1238,30491	260,23803	6,72933	0,00282	0,1	1	565,12284	1911,48698
PI 1,0%	PI 0,25%	236,00348	243,43038	1,37107	0,76903	0,1	0	-393,70068	865,70764
PI 1,0%	PI 0,50%	310,53977	232,76397	1,88676	0,56189	0,1	0	-291,57258	912,65211

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.18 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 90 dias de idade.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	4249,06407	361,51789	208,72245
EU 0,25%	3	4107,6662	262,4512	151,52627
EU 0,50%	3	3684,48915	350,0127	202,07992
EU 1,0%	5	4075,31768	404,43371	180,86826

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	530005,0417	176668,34723	1,36062	0,31021
Error	10	1,29844E6	129843,59242		
Total	13	1,82844E6			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics									
Means Comparisons									
Tukey Test									
		MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25%	Referência	-141,39787	294,21488	0,67966	0,96168	0,1	0	-911,99944	629,20371
EU 0,50%	Referência	-564,57491	294,21488	2,71376	0,28008	0,1	0	-1335,17649	206,02666
EU 0,50%	EU 0,25%	-423,17705	294,21488	2,0341	0,50571	0,1	0	-1193,77862	347,42453
EU 1,0%	Referência	-173,74639	263,15379	0,93373	0,90954	0,1	0	-862,99339	515,50062
EU 1,0%	EU 0,25%	-32,34852	263,15379	0,17384	0,99929	0,1	0	-721,59552	656,89848
EU 1,0%	EU 0,50%	390,82853	263,15379	2,10035	0,48036	0,1	0	-298,41848	1080,07553

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.19 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de pinho aos 90 dias de idade.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	4249,06407	361,51789	208,72245
PI 0,50%	3	4330,4444	33,00938	19,05797
PI 1,0%	4	4686,83512	301,59588	150,79794

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	2	388349,89215	194174,94608	2,53374	0,14866
Error	7	536449,83056	76635,69008		
Total	9	924799,72271			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics								
Means Comparisons								
Tukey Test								
	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,50% Referência	81,38033	226,03199	0,50917	0,93172	0,1	0	-470,21455	632,97521
PI 1,0% Referência	437,77105	211,43357	2,92811	0,16586	0,1	0	-78,19871	953,74082
PI 1,0% PI 0,50%	356,39072	211,43357	2,38379	0,27554	0,1	0	-159,57905	872,36049

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.20 - Análise de variância do parâmetro deformação de pico para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 180 dias de idade.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	4949,9514	337,91899	195,09762
EU 0,25%	3	4356,8932	112,72269	65,08048
EU 0,50%	4	4112,2435	355,03337	177,51668
EU 1,0%	3	4115,80427	336,39119	194,21554

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	1,46848E6	489493,2884	5,13302	0,02429
Error	9	858255,43038	95361,71449		
Total	12	2,32674E6			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics								
Means Comparisons								
Tukey Test								
	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25% Referência	-593,0582	252,1398	3,32637	0,15693	0,1	0	-1263,62943	77,51303
EU 0,50% Referência	-837,7079	235,85518	5,02299	0,02624	0,1	1	-1464,96985	-210,44595
EU 0,50% EU 0,25%	-244,6497	235,85518	1,46695	0,73311	0,1	0	-871,91165	382,61225
EU 1,0% Referência	-834,14713	252,1398	4,6786	0,03777	0,1	1	-1504,71836	-163,57591
EU 1,0% EU 0,25%	-241,08893	252,1398	1,35223	0,77655	0,1	0	-911,66016	429,48229
EU 1,0% EU 0,50%	3,56077	235,85518	0,02135	1	0,1	0	-623,70118	630,82271

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.21 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 3 dias de idade.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	4	11,41037	0,1978	0,0989
EU 0,25%	5	13,01008	0,36779	0,16448
EU 0,50%	5	11,7905	0,31161	0,13936
EU 1,0%	5	9,60907	0,28729	0,12848

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	29,69925	9,89975	107,84197	2,24318E-10
Error	15	1,37698	0,0918		
Total	18	31,07623			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Means Comparisons								
Tukey Test								
	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25% Referência	1,5997	0,20325	11,1309	5,66494E-6	0,1	1	1,09096	2,10845
EU 0,50% Referência	0,38012	0,20325	2,64494	0,28129	0,1	0	-0,12862	0,88887
EU 0,50% EU 0,25%	-1,21958	0,19162	9,00073	6,75775E-5	0,1	1	-1,69923	-0,73993
EU 1,0% Referência	-1,8013	0,20325	12,53364	1,74661E-6	0,1	1	-2,31005	-1,29256
EU 1,0% EU 0,25%	-3,40101	0,19162	25,10003	0	0,1	1	-3,88065	-2,92136
EU 1,0% EU 0,50%	-2,18143	0,19162	16,09931	1,01761E-8	0,1	1	-2,66107	-1,70178

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.22 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de pinho aos 3 dias de idade.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	4	11,41037	0,1978	0,0989
PI 0,25%	4	11,40329	0,70078	0,35039
PI 0,50%	5	10,30161	0,43519	0,19462
PI 1,0%	5	10,02203	0,37173	0,16624

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	7,08463	2,36154	11,39688	4,73794E-4
Error	14	2,90093	0,20721		
Total	17	9,98556			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Means Comparisons								
Tukey Test								
	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25% Referência	-0,00709	0,32188	0,03113	1	0,1	0	-0,81797	0,80379
PI 0,50% Referência	-1,10877	0,30536	5,13504	0,01285	0,1	1	-1,87803	-0,3395
PI 0,50% PI 0,25%	-1,10168	0,30536	5,10223	0,01343	0,1	1	-1,87095	-0,33241
PI 1,0% Referência	-1,38834	0,30536	6,42984	0,00228	0,1	1	-2,15761	-0,61907
PI 1,0% PI 0,25%	-1,38126	0,30536	6,39702	0,00238	0,1	1	-2,15052	-0,61199
PI 1,0% PI 0,50%	-0,27957	0,2879	1,37334	0,76767	0,1	0	-1,00485	0,4457

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.23 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 7 dias de idade.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	14,54909	0,24711	0,14267
EU 0,25%	4	13,62352	0,4657	0,23285
EU 0,50%	4	14,8671	0,48625	0,24313
EU 1,0%	5	13,30713	0,24608	0,11005

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	6,87794	2,29265	15,95519	1,731E-4
Error	12	1,72431	0,14369		
Total	15	8,60225			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics									
Means Comparisons									
Tukey Test									
		MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25%	Referência	-0,92557	0,28952	4,52115	0,03365	0,1	1	-1,6668	-0,18434
EU 0,50%	Referência	0,31801	0,28952	1,55337	0,69715	0,1	0	-0,42322	1,05924
EU 0,50%	EU 0,25%	1,24358	0,26804	6,56123	0,00277	0,1	1	0,55733	1,92982
EU 1,0%	Referência	-1,24197	0,27683	6,34465	0,00358	0,1	1	-1,95072	-0,53321
EU 1,0%	EU 0,25%	-0,31639	0,25429	1,75963	0,61252	0,1	0	-0,96743	0,33464
EU 1,0%	EU 0,50%	-1,55997	0,25429	8,67577	2,56002E-4	0,1	1	-2,211	-0,90894

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.24 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de pinho aos 7 dias de idade.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	14,54909	0,24711	0,14267
PI 0,25%	4	17,52597	0,50166	0,25083
PI 0,50%	5	16,32242	0,42844	0,1916
PI 1,0%	4	14,12487	0,46671	0,23336

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	29,14413	9,71471	51,47286	3,99276E-7
Error	12	2,26481	0,18873		
Total	15	31,40894			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics									
Means Comparisons									
Tukey Test									
		MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25%	Referência	2,97688	0,33181	12,68797	8,60984E-6	0,1	1	2,12738	3,82638
PI 0,50%	Referência	1,77332	0,31727	7,90456	5,90264E-4	0,1	1	0,96105	2,5856
PI 0,50%	PI 0,25%	-1,20356	0,29143	5,8405	0,0066	0,1	1	-1,94968	-0,45743
PI 1,0%	Referência	-0,42422	0,33181	1,8081	0,59253	0,1	0	-1,27372	0,42528
PI 1,0%	PI 0,25%	-3,4011	0,30719	15,65755	4,93042E-7	0,1	1	-4,18758	-2,61462
PI 1,0%	PI 0,50%	-2,19754	0,29143	10,66401	3,53307E-5	0,1	1	-2,94367	-1,45142

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.25 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 28 dias de idade.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	5	19,25912	0,54941	0,2457
EU 0,25%	5	19,58397	0,52581	0,23515
EU 0,50%	5	19,74428	0,83278	0,37243
EU 1,0%	4	17,76509	0,74806	0,37403

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	10,43778	3,47926	7,7132	0,00239
Error	15	6,76618	0,45108		
Total	18	17,20397			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25% Referência	0,32485	0,42477	1,08153	0,86896	0,1	0	-0,73839	1,38809
EU 0,50% Referência	0,48516	0,42477	1,61527	0,6703	0,1	0	-0,57808	1,5484
EU 0,50% EU 0,25%	0,16031	0,42477	0,53374	0,98099	0,1	0	-0,90292	1,22355
EU 1,0% Referência	-1,49403	0,45054	4,68967	0,02178	0,1	1	-2,62176	-0,3663
EU 1,0% EU 0,25%	-1,81888	0,45054	5,70934	0,00529	0,1	1	-2,94661	-0,69114
EU 1,0% EU 0,50%	-1,97919	0,45054	6,21256	0,00263	0,1	1	-3,10693	-0,85146

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.26 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de pinho aos 28 dias de idade.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	5	19,25912	0,54941	0,2457
PI 0,25%	4	18,59461	0,63702	0,31851
PI 0,50%	5	19,108	0,33519	0,1499
PI 1,0%	5	17,28738	0,43681	0,19535

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	12,04796	4,01599	16,56127	5,0204E-5
Error	15	3,63739	0,24249		
Total	18	15,68535			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25% Referência	-0,66451	0,33034	2,84486	0,22723	0,1	0	-1,49137	0,16235
PI 0,50% Referência	-0,15113	0,31144	0,68624	0,9612	0,1	0	-0,93069	0,62844
PI 0,50% PI 0,25%	0,51338	0,33034	2,19787	0,43218	0,1	0	-0,31347	1,34024
PI 1,0% Referência	-1,97174	0,31144	8,95336	7,16412E-5	0,1	1	-2,75131	-1,19217
PI 1,0% PI 0,25%	-1,30723	0,33034	5,59645	0,00619	0,1	1	-2,13409	-0,48038
PI 1,0% PI 0,50%	-1,82062	0,31144	8,26712	1,69627E-4	0,1	1	-2,60018	-1,04105

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.27 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 90 dias de idade.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	19,65916	0,5925	0,34208
EU 0,25%	3	19,71755	0,48453	0,27975
EU 0,50%	3	20,01731	0,41492	0,23955
EU 1,0%	3	18,48119	0,21405	0,12358

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	4,12305	1,37435	6,83925	0,01342
Error	8	1,6076	0,20095		
Total	11	5,73066			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test									
	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL	
EU 0,25% Referência	0,05838	0,36602	0,22558	0,99843	0,1	0	-0,93394	1,05071	
EU 0,50% Referência	0,35814	0,36602	1,3838	0,76522	0,1	0	-0,63418	1,35047	
EU 0,50% EU 0,25%	0,29976	0,36602	1,15821	0,84407	0,1	0	-0,69256	1,29208	
EU 1,0% Referência	-1,17798	0,36602	4,55148	0,04889	0,1	1	-2,1703	-0,18565	
EU 1,0% EU 0,25%	-1,23636	0,36602	4,77706	0,03909	0,1	1	-2,22868	-0,24404	
EU 1,0% EU 0,50%	-1,53612	0,36602	5,93528	0,01282	0,1	1	-2,52844	-0,5438	

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.28 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de pinho aos 90 dias de idade.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	19,65916	0,5925	0,34208
PI 0,25%	3	20,62503	0,4488	0,25912
PI 0,50%	3	19,0542	0,65114	0,37594
PI 1,0%	4	18,17775	0,23409	0,11705

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	10,87078	3,62359	15,4026	6,86656E-4
Error	9	2,11733	0,23526		
Total	12	12,98811			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test									
	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL	
PI 0,25% Referência	0,96587	0,39603	3,4491	0,13839	0,1	0	-0,08738	2,01912	
PI 0,50% Referência	-0,60496	0,39603	2,16032	0,46153	0,1	0	-1,65821	0,44828	
PI 0,50% PI 0,25%	-1,57083	0,39603	5,60941	0,01425	0,1	1	-2,62408	-0,51758	
PI 1,0% Referência	-1,48141	0,37045	5,65534	0,01359	0,1	1	-2,46663	-0,49618	
PI 1,0% PI 0,25%	-2,44728	0,37045	9,34258	4,64688E-4	0,1	1	-3,4325	-1,46205	
PI 1,0% PI 0,50%	-0,87644	0,37045	3,34586	0,15384	0,1	0	-1,86167	0,10878	

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.29 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de eucalipto aos 180 dias de idade.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	18,94739	0,20038	0,11569
EU 0,25%	3	19,19932	1,66743	0,96269
EU 0,50%	3	19,83325	0,82333	0,47535
EU 1,0%	5	18,3705	0,36814	0,16464

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	4,18867	1,39622	1,85204	0,20159
Error	10	7,53882	0,75388		
Total	13	11,72748			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25% Referência	0,25194	0,70893	0,50258	0,98373	0,1	0	-1,60489	2,10876
EU 0,50% Referência	0,88587	0,70893	1,76716	0,61203	0,1	0	-0,97096	2,74269
EU 0,50% EU 0,25%	0,63393	0,70893	1,26459	0,80811	0,1	0	-1,2229	2,49075
EU 1,0% Referência	-0,57688	0,63409	1,28662	0,80027	0,1	0	-2,23768	1,08391
EU 1,0% EU 0,25%	-0,82882	0,63409	1,84852	0,57914	0,1	0	-2,48962	0,83198
EU 1,0% EU 0,50%	-1,46275	0,63409	3,26237	0,16093	0,1	0	-3,12354	0,19805

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.30 - Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade para as pastas contendo fibras de pinho aos 180 dias de idade.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	3	18,94739	0,20038	0,11569
PI 0,25%	5	20,16337	0,87725	0,39232
PI 0,50%	5	20,78332	1,06728	0,4773
PI 1,0%	4	18,24042	0,59605	0,29802

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	17,15449	5,71816	8,4658	0,00224
Error	13	8,78076	0,67544		
Total	16	25,93525			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25% Referência	1,21598	0,6002	2,86516	0,22836	0,1	0	-0,30734	2,73931
PI 0,50% Referência	1,83594	0,6002	4,32593	0,04006	0,1	1	0,31262	3,35926
PI 0,50% PI 0,25%	0,61995	0,51979	1,68674	0,64178	0,1	0	-0,69928	1,93919
PI 1,0% Referência	-0,70696	0,6277	1,59279	0,68056	0,1	0	-2,30009	0,88617
PI 1,0% PI 0,25%	-1,92295	0,55132	4,93266	0,01838	0,1	1	-3,3222	-0,52369
PI 1,0% PI 0,50%	-2,5429	0,55132	6,52294	0,0024	0,1	1	-3,94216	-1,14364

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.31 - Análise de variância do parâmetro coeficiente de Poisson para as pastas contendo fibras de eucalipto.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	5	0,23476	0,00894	0,004
EU 0,25%	4	0,24996	0,00397	0,00198
EU 0,50%	4	0,24906	0,01049	0,00525
EU 1,0%	4	0,22568	0,00984	0,00492

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	0,00168	5,60107E-4	7,37209	0,00392
Error	13	9,87697E-4	7,59767E-5		
Total	16	0,00267			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25% Referência	0,0152	0,00585	3,67745	0,0899	0,1	1	3,64349E-4	0,03005
EU 0,50% Referência	0,0143	0,00585	3,45907	0,11681	0,1	0	-5,38556E-4	0,02914
EU 0,50% EU 0,25%	-9,02905E-4	0,00616	0,20717	0,99882	0,1	0	-0,01655	0,01474
EU 1,0% Referência	-0,00908	0,00585	2,19685	0,43634	0,1	0	-0,02392	0,00576
EU 1,0% EU 0,25%	-0,02429	0,00616	5,57284	0,00804	0,1	1	-0,03993	-0,00864
EU 1,0% EU 0,50%	-0,02338	0,00616	5,36567	0,0105	0,1	1	-0,03903	-0,00774

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.32 - Análise de variância do parâmetro coeficiente de Poisson para as pastas contendo fibras de pinho.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Referência	5	0,23476	0,00894	0,004
PI 0,25%	4	0,20951	0,00329	0,00164
PI 0,50%	4	0,2083	0,00935	0,00467
PI 1,0%	4	0,19538	0,00348	0,00174

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	0,00374	0,00125	24,94689	1,14692E-5
Error	13	6,50352E-4	5,00271E-5		
Total	16	0,00439			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25% Referência	-0,02525	0,00474	7,52499	7,01051E-4	0,1	1	-0,03729	-0,0132
PI 0,50% Referência	-0,02646	0,00474	7,88565	4,57003E-4	0,1	1	-0,0385	-0,01441
PI 0,50% PI 0,25%	-0,00121	0,005	0,34216	0,99477	0,1	0	-0,0139	0,01148
PI 1,0% Referência	-0,03938	0,00474	11,73706	8,21614E-6	0,1	1	-0,05142	-0,02734
PI 1,0% PI 0,25%	-0,01413	0,005	3,99592	0,06073	0,1	1	-0,02683	-0,00144
PI 1,0% PI 0,50%	-0,01292	0,005	3,65376	0,09252	0,1	1	-0,02562	-2,27894E-4

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

8.1.2.2 Comportamento sob Compressão Triaxial

A seguir, a Tabela 8.33 e a Tabela 8.34 mostram os resultados de ANOVA para as resistências à compressão triaxial obtidas para cada pressão de confinamento.

Tabela 8.33 - Análise de variância do parâmetro resistências à compressão triaxial para as pastas contendo fibras de eucalipto.

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	2	175,95693	87,97846	17,95707	0,00175
Error	7	34,29563	4,89938		
Total	9	210,25256			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics								
Means Comparisons								
Tukey Test								
	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
REF P1 REF P0	9,66833	1,69055	8,08794	0,0018	0,1	1	5,54281	13,79386
REF P2 REF P0	8,26	1,80728	6,46354	0,00632	0,1	1	3,84963	12,67037
REF P2 REF P1	-1,40833	1,69055	1,17813	0,69591	0,1	0	-5,53386	2,71719

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	2	126,79897	63,39948	10,83138	0,01523
Error	5	29,26658	5,85332		
Total	7	156,06555			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics								
Means Comparisons								
Tukey Test								
	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25% P1 EU 0,25% P0	8,93167	2,20857	5,71922	0,02238	0,1	1	3,12669	14,73665
EU 0,25% P2 EU 0,25% P0	7,64333	1,9754	5,47195	0,02654	0,1	1	2,4512	12,83546
EU 0,25% P2 EU 0,25% P1	-1,28833	2,20857	0,82496	0,83465	0,1	0	-7,09331	4,51665

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	1	91,63016	91,63016	34,28709	0,00993
Error	3	8,01732	2,67244		
Total	4	99,64748			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics								
Means Comparisons								
Tukey Test								
	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,50% P2 EU 0,50% P0	8,73833	1,49232	8,28095	0,00993	0,1	1	5,22635	12,25032

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	2	181,76647	90,88323	4,67846	0,05127
Error	7	135,98114	19,42588		
Total	9	317,74761			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics								
Means Comparisons								
Tukey Test								
	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 1,0% P1 EU 1,0% P0	6,1775	3,36627	2,59525	0,22705	0,1	0	-2,03734	14,39234
EU 1,0% P2 EU 1,0% P0	10,97333	3,59869	4,3123	0,0434	0,1	1	2,1913	19,75537
EU 1,0% P2 EU 1,0% P1	4,79583	3,36627	2,01479	0,38002	0,1	0	-3,41901	13,01067

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.34 - Análise de variância do parâmetro resistências à compressão triaxial para as pastas contendo fibras de pinho.

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	2	0,91482	0,45741	0,71819	0,52035
Error	7	4,45827	0,6369		
Total	9	5,37309			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0,05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25% P1 PI 0,25% P0	-0,69667	0,60953	1,6164	0,52036	0,1	0	-2,18412	0,79078
PI 0,25% P2 PI 0,25% P0	-0,1	0,60953	0,23202	0,9853	0,1	0	-1,58745	1,38745
PI 0,25% P2 PI 0,25% P1	0,59667	0,65161	1,29497	0,64831	0,1	0	-0,99349	2,18682

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	2	0,44872	0,22436	0,00754	0,99249
Error	6	178,4353	29,73922		
Total	8	178,88402			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0,05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,50% P1 PI 0,50% P0	-0,285	3,85611	0,10452	0,99699	0,1	0	-9,98754	9,41754
PI 0,50% P2 PI 0,50% P0	-0,71	6,09705	0,16468	0,99256	0,1	0	-16,05107	14,63107
PI 0,50% P2 PI 0,50% P1	-0,425	6,09705	0,09858	0,99733	0,1	0	-15,76607	14,91607

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	2	24,31454	12,15727	10,01596	0,01783
Error	5	6,06895	1,21379		
Total	7	30,38349			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0,05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 1,0% P1 PI 1,0% P0	3,695	0,95412	5,4768	0,02645	0,1	1	1,1872	6,2028
PI 1,0% P2 PI 1,0% P0	0,445	1,10172	0,57122	0,91546	0,1	0	-2,45076	3,34076
PI 1,0% P2 PI 1,0% P1	-3,25	0,95412	4,81721	0,04254	0,1	1	-5,7578	-0,7422

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

8.1.2.3 Comportamento sob Flexão

Da Tabela 8.35 à Tabela 8.39 são apresentados os resultados de ANOVA para os parâmetros de tensão de primeira fissura ($f_{F_1^a}$), deslocamento de primeira fissura (δ_1^a) e índice de tenacidade (FT225) para as misturas estudadas.

Tabela 8.35 - Análise de variância do parâmetro tensão de primeira fissura para as pastas contendo fibras de eucalipto.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Tensão	4	8,00107	0,33404	0,16702
	4	8,51203	0,65997	0,32999
	2	7,32538	0,02991	0,02115
	2	6,68849	0,26808	0,18956

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	5,09189	1,6973	7,9211	0,00885
Error	8	1,7142	0,21428		
Total	11	6,80609			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Means Comparisons									
Tukey Test									
		MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25%	Referência	0,51096	0,32732	2,20766	0,44909	0,1	0	-0,37645	1,39837
EU 0,50%	Referência	-0,67569	0,40088	2,38368	0,38962	0,1	0	-1,76255	0,41116
EU 0,50%	EU 0,25%	-1,18665	0,40088	4,18622	0,07037	0,1	1	-2,27351	-0,0998
EU 1,0%	Referência	-1,31258	0,40088	4,63045	0,0452	0,1	1	-2,39943	-0,22572
EU 1,0%	EU 0,25%	-1,82354	0,40088	6,433	0,00812	0,1	1	-2,91039	-0,73669
EU 1,0%	EU 0,50%	-0,63688	0,4629	1,94576	0,54598	0,1	0	-1,89187	0,6181

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.36 - Análise de variância do parâmetro tensão de primeira fissura para as pastas contendo fibras de pinho.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Tensão	4	8,00107	0,33404	0,16702
	3	7,07867	0,37	0,21362
	2	7,46509	0,09473	0,06698
	3	5,58064	0,55588	0,32094

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	10,43412	3,47804	22,52033	2,95823E-4
Error	8	1,23552	0,15444		
Total	11	11,66964			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Means Comparisons									
Tukey Test									
		MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25%	Referência	-0,9224	0,30015	4,34604	0,05999	0,1	1	-1,73615	-0,10864
PI 0,50%	Referência	-0,53598	0,34034	2,22716	0,44226	0,1	0	-1,45869	0,38673
PI 0,50%	PI 0,25%	0,38642	0,35875	1,52329	0,71206	0,1	0	-0,5862	1,35904
PI 1,0%	Referência	-2,42043	0,30015	11,40431	1,91173E-4	0,1	1	-3,23418	-1,60668
PI 1,0%	PI 0,25%	-1,49803	0,32087	6,6024	0,00697	0,1	1	-2,36797	-0,62809
PI 1,0%	PI 0,50%	-1,88445	0,35875	7,42866	0,00341	0,1	1	-2,85707	-0,91183

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.37 - Análise de variância do parâmetro deslocamento de primeira fissura para as pastas contendo fibras de eucalipto.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Deslocamento	4	0,11506	0,00946	0,00473
	4	0,11452	0,01127	0,00563
	2	0,10807	0,00129	9,09155E-4
	2	0,10873	0,00959	0,00678

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	1,09877E-4	3,66258E-5	0,39448	0,76057
Error	8	7,42767E-4	9,28458E-5		
Total	11	8,52644E-4			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are not significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 0,25% Referência	-5,39618E-4	0,00681	0,112	0,99981	0,1	0	-0,01901	0,01793
EU 0,50% Referência	-0,00699	0,00834	1,1845	0,83548	0,1	0	-0,02961	0,01563
EU 0,50% EU 0,25%	-0,00645	0,00834	1,09304	0,86453	0,1	0	-0,02907	0,01617
EU 1,0% Referência	-0,00633	0,00834	1,07257	0,87071	0,1	0	-0,02895	0,0163
EU 1,0% EU 0,25%	-0,00579	0,00834	0,98112	0,89667	0,1	0	-0,02841	0,01683
EU 1,0% EU 0,50%	6,60445E-4	0,00964	0,09693	0,99987	0,1	0	-0,02546	0,02678

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.38 - Análise de variância do parâmetro deslocamento de primeira fissura para as pastas contendo fibras de pinho.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
Deslocamento	4	0,11506	0,00946	0,00473
	3	0,10585	0,00798	0,00461
	2	0,13191	0,01009	0,00714
	3	0,08535	0,00481	0,00278

One Way ANOVA

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	0,0029	9,6545E-4	14,2029	0,00144
Error	8	5,43804E-4	6,79756E-5		
Total	11	0,00344			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PI 0,25% Referência	-0,00921	0,0063	2,06837	0,49955	0,1	0	-0,02628	0,00786
PI 0,50% Referência	0,01685	0,00714	3,3376	0,16312	0,1	0	-0,00251	0,03621
PI 0,50% PI 0,25%	0,02606	0,00753	4,89685	0,03473	0,1	1	0,00566	0,04647
PI 1,0% Referência	-0,02972	0,0063	6,67372	0,00655	0,1	1	-0,04679	-0,01264
PI 1,0% PI 0,25%	-0,02051	0,00673	4,30791	0,06232	0,1	1	-0,03876	-0,00226
PI 1,0% PI 0,50%	-0,04657	0,00753	8,74997	0,00119	0,1	1	-0,06697	-0,02616

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.39 - Análise de variância do parâmetro índice de tenacidade para as pastas estudadas.

Descriptive Statistics				
	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
FT 225	2	1,36086	0,06151	0,04349
	2	1,18349	0,06216	0,04395
	2	1,41944	0,19475	0,13771
	3	1,64098	0,12167	0,07025

One Way ANOVA					
Overall ANOVA					
	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	3	0,26481	0,08827	5,8704	0,04297
Error	5	0,07518	0,01504		
Total	8	0,33999			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal
 Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different
 At the 0.05 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics									
Means Comparisons									
Tukey Test									
		MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
EU 1,0%	EU 0,50%	-0,17736	0,12262	2,04555	0,52661	0,1	0	-0,54705	0,19232
PI 0,50%	EU 0,50%	0,05858	0,12262	0,67563	0,96082	0,1	0	-0,3111	0,42827
PI 0,50%	EU 1,0%	0,23595	0,12262	2,72118	0,32576	0,1	0	-0,13374	0,60563
PI 1,0%	EU 0,50%	0,28012	0,11194	3,53899	0,17393	0,1	0	-0,05735	0,6176
PI 1,0%	EU 1,0%	0,45749	0,11194	5,77977	0,03409	0,1	1	0,12001	0,79496
PI 1,0%	PI 0,50%	0,22154	0,11194	2,79887	0,30725	0,1	0	-0,11594	0,55901

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
 Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.