

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS TÊXTEIS REFORÇADOS COM FIBRAS DE JUTA

Maria Ernestina Alves Fidelis

Tese de Doutorado 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 Doutor em Engenharia Civil.

Orientadores: Romildo Dias Toledo Filho Flávio de Andrade Silva

Rio de Janeiro Dezembro de 2014 DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS TÊXTEIS REFORÇADOS COM FIBRAS DE JUTA

Maria Emestina Alves Fidelis

TESE 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 DOUTOR EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA CIVIL.

Examinada por:

Prof. Romildo Dias Toledo Filho, D.Sc.

Prof. Flávio de Andrade Silva, D.Sc.

Prof. Conrado de Souza Rodrigues, D.Sc.

Prof. Eduardo de Moraes Rego Fairbairn, Dr. Ing.

Prof. Holmer Sagartano Júnior, D.Sc.

Dr. Otávio da Fonseca Martín Gomes, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL DEZEMBRO DE 2014 Fidelis, Maria Ernestina Alves

Desenvolvimento e caracterização mecânica de compósitos cimentícios têxteis reforçados com fibras de juta / Maria Ernestina Alves Fidelis. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2014.

XXIV, 266 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadores: Romildo Dias Toledo Filho

Flávio de Andrade Silva

Tese (doutorado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Civil, 2014.

Referências Bibliográficas: p. 208-224.

 Compósitos cimentícios. 2. Fibra de juta. 3.
 Durabilidade. 4. Propriedades mecânicas. I. Toledo Filho, Romildo Dias *et al.* II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Civil. III. Título.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por tudo!

Aos meus orientadores, Romildo Dias Toledo Filho e Flávio de Andrade Silva, pelos quais tenho grande admiração e respeito. Sou muito grata pela oportunidade, pela paciência, por todo conhecimento compartilhado. Pelo incentivo constante. Por todas as sugestões e soluções. Sinto-me honrada por ter sido orientada por eles. A eles, minha sincera gratidão!

Através dos meus orientadores e da parceria entre a CAPES e o Serviço Alemão de Intercâmbio Acadêmico (DAAD), tive a oportunidade de fazer o doutorado sanduíche em Dresden/Alemanha. Agradeço em especial aos professores Viktor Mechtcherine e Marko Butler, pela acolhida, pela disponibilização do Laboratório de Materiais e viabilização dos trabalhos experimentais. Ao Rabea Barhum e Steffen Müller por toda ajuda na preparação dos corpos de prova e ensaios, e também às suas esposas que me deram especial atenção nos fins de semana. Agradeço aos técnicos Uwe, Christian, Tilo, e aos pesquisadores Claudia, Michaela, Lukasz por toda atenção e ajuda. Foi uma experiência incrível.

Ao Dr. Marko Butler do Laboratório de Materiais de Dresden, pelo fornecimento do polímero estireno butadieno utilizado em toda a pesquisa. Ao João de Almeida Melo Filho pela doação de fibra de juta.

Aos Professores Jô Dweck, Eduardo Fairbairn, Luís Marcelo e Glória Soares, por todo conhecimento compartilhado em suas disciplinas.

Agradeço à Margareth Magalhães, Vilma Correa de Almeida, Júlia Righ e à Sandra Mendonça, que me ajudaram muito com documentos e informações relevantes quanto ao período de permanência em Dresden. Em especial à Sandra Mendonça, que além de toda ajuda no processo burocrático da viagem, sempre demonstrou muito carinho e atenção com os alunos.

Impossível realizar um trabalho experimental sem a ajuda dos técnicos. A eles, sou imensamente grata: Adailton, Alessandro, Sr. Arnaldo, Clodoaldo, Flávio, Márcio, Rodrigo, Rosangela, Sr. Júlio, Thales e ao funcionário Josimar. Em especial ao Renan, por toda colaboração e amizade. À Luzidelle e ao Paulinho, pelo auxílio na aquisição de materiais.

Aos funcionários da secretaria do PEC Jairo Leite, Márcia Reis e Elizabeth Cornélio pelo suporte em questões burocráticas. Ao técnico do laboratório de informática Orlando Caldas que sempre teve boa vontade em ajudar.

Ao Professor Barzin Mobasher, que além de disponibilizar o algoritmo de *pullout* para predição do comportamento da interface, teve boa vontade em me ensinar a utilizá-lo.

Sou muito grata aos Professores Eduardo Fairbairn e Conrado Rodrigues e ao Dr. Otávio Gomes, pela participação na banca do meu exame de qualificação, onde deram generosas contribuições a esse trabalho. Além disso, me ajudaram muito no decorrer da pesquisa. Ao Dr. Otávio agradeço também pelas dezenas de análises de fibras no MEV. Ao Prof. Conrado por toda ajuda no processo de envelhecimento natural. Nem sei quantas vezes os incomodei. Muito obrigada!

Tantas pessoas conheci ao longo do curso e tenho agradecimento especial por todas elas: Lourdes, Samantha, Otávio, Camila, Dimas, Fabrício, Luciane, Alex, Marco, Thiago, Oscar e Iolanda. Agradeço muito à Thatiana Vitorino, que me ajudou nos ensaios de tração de fibras. Às minhas amigas Adriana e Andrielli, verdadeiras "irmãs" que encontrei aqui. Não tenho palavras para expressar minha gratidão por tudo o que fizeram por mim. À Adriana agradeço também por sua valiosa ajuda na reta final, onde, mesmo envolvida com a finalização de sua tese, se dispôs a ler meu trabalho e sugeriu correções. Agradeço de forma especial ao Saulo, um amigo que sempre demonstrou boa vontade em ajudar a todos e me ajudou inúmeras vezes em diversos ensaios.

Aos meus pais Adair e Julia, que sempre me apoiaram, me incentivaram e batalharam para que eu tivesse acesso à educação. Eu os amo e admiro muito! Ao meu irmão e amigo, Marcelo, tão importante na minha vida. Graças a ele tive tranquilidade necessária para estudar longe de casa, pois ele sempre cuidou dos nossos pais tão bem.

Eu não imagino minha vida sem ele! Obrigada por tudo meu irmão! Aos meus sobrinhos Felipe e Lorena, por tornarem alguns momentos da minha vida plenos de alegria. Ao meu cunhado Ricardo César Costa, por todo apoio e por quem tenho grande admiração. Às minhas primas Sandra Costa, Alessandra Fidelis e Sandra Santos, pelo apoio e carinho. Agradeço também aos meus irmãos de coração: Vinícius e Rosângela. Pessoas especiais, com as quais eu sei que sempre poderei contar.

Ao Henrique, meu amor, meu amigo, meu ombro, meu "um pouco de tudo", pela paciência principalmente nos últimos meses de elaboração da tese... pelo apoio incondicional, pelo afeto mesmo quando eu nem merecia, por acreditar em mim e por cuidar de mim quando eu mais precisei. À minha enteada Thaís Costa, pelo incentivo e apoio.

Agradeço às minhas amigas especiais: Maria Gorett Marques, Marília Carolínie, Franciane Peters, Fernanda Ferreira, Jussara Lima, Josiane Lima, Jussara Guillarduci, Fernanda Francisco, Laura Martinez e Lana Oliveira, pela amizade e carinho. À minha madrinha Neuza Ribeiro e à minha querida tia Aparecida pelas orações.

Ao CNPq e à Capes, pelo suporte financeiro para realização dessa pesquisa.

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

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS TÊXTEIS REFORÇADOS COM FIBRAS DE JUTA

Maria Ernestina Alves Fidelis Dezembro/2014

Orientadores: Romildo Dias Toledo Filho Flávio de Andrade Silva

Programa: Engenharia Civil

O desenvolvimento e a caracterização mecânica de compósitos cimentícios têxteis reforçados com fibra de juta foram realizados neste trabalho. Para aumentar a durabilidade dos compósitos foi utilizada uma matriz com baixo teor de hidróxido de cálcio. Tratamento superficial com polímero foi aplicado no tecido de juta, visando proteger a fibra do ataque alcalino, bem como melhorar a aderência fibra-matriz. A interface fibra-matriz foi avaliada através de ensaios de arrancamento. O filamento sem tratamento apresentou tensão adesional nominal entre 0,20 e 0,51 MPa e o filamento tratado entre 0,37 e 1,02 MPa. Compósitos reforçados com cinco camadas de tecido de juta tratado apresentaram comportamento à tração direta com múltipla fissuração, com tensão última de 7 MPa e deformação de 6,5 %. A durabilidade dos compósitos foi investigada através de processos de envelhecimento acelerado (5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem) e natural (4, 8 e 12 meses de exposição ao intemperismo). Ensaios de tração direta, análises termogravimétrica e microestrutural foram realizados após envelhecimento. O baixo desempenho mecânico dos compósitos na matriz apenas de cimento foi relacionado à fadiga hídrica das fibras, a qual introduziu tensões na interface, causando destruição progressiva da ligação fibra-matriz. Nos compósitos com pozolanas, o polímero contribuiu no aumento da aderência, resistência e durabilidade dos compósitos os quais apresentaram bom comportamento mecânico até 20 ciclos de molhagem e secagem e 8 meses de exposição ao envelhecimento natural: tensão última de 5 MPa e deformação última de 4%.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Science (D.Sc.)

DEVELOPMENT AND MECHANICAL CHARACTERIZATION OF TEXTILE REINFORCED CONCRETE REINFORCED WITH JUTE FABRIC

Maria Ernestina Alves Fidelis December/2014

Advisors: Romildo Dias Toledo Filho Flávio de Andrade Silva

Department: Civil Engineering

In the present work the development and mechanical characterization of textile reinforced cementitious composites reinforced with jute fiber were investigated. A matrix with low content of calcium hydroxide was used in order to increase the durability of the composites. A surface polymer treatment was applied on the jute textile with the aim of protecting the fiber and increasing its bond with the matrix. The fibermatrix interface was evaluated by pullout tests. The nominal bond stress for uncoated filament varied between 0.20 and 0.51 MPa, and for coated filament the values ranged from between 0.37 to 1.02 MPa. Composites reinforced with five layers of treated jute fabric presented a behavior with multiple cracking under direct tension: ultimate tensile stress of 7 MPa and ultimate strain of 6.5%. The durability of the composites was investigated through accelerated (5, 10, 15, 20 and 25 cycles of wetting and drying) and natural (4, 8 and 12 months of exposure to natural weathering) aging processes. Direct tensile tests, thermogravimetric and microstrutural analysis were carried out after the aging periods. The low mechanical performance of the composites with matrix having as its binder only Portland cement was related to the volumetric variation of the fibers, which introduced stress in the interface, causing progressive destruction of the fibermatrix bond. In the composites with pozzolan, the polymer contributed to the increase in bond, strength and durability of the composites which exhibited good mechanical behavior up to 20 wetting and drying cycles and up to 8 months of exposure to natural aging: ultimate tensile stress of 5 MPa and ultimate strain of 4%.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS xiv			
L	LISTA DE TABELAS xxii		
1.	. INTRODUÇÃO	1	
2.	. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4	
	2.1. FIBRAS NATURAIS	4	
	2.1.1. Fibra de juta	7	
	2.1.2. Comportamento mecânico das fibras naturais	9	
	2.2. COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRA NATURAL		
	2.3. INTERFACE FIBRA-MATRIZ	15	
	2.3.1. Modelo analítico na predição do comportamento da interface		
	2.4. DURABILIDADE		
3.	. DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DA MATRIZ	31	
	3.1. INTRODUÇÃO		
	3.2. CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS		
	3.3. DOSAGEM E PROCESSAMENTO DA MATRIZ		
	3.3.1. Propriedades da matriz no estado fresco		
	3.3.1.1. Consistência		
	3.3.1.2. Ponto de saturação		
	3.3.2. Propriedades da matriz no estado endurecido	39	
	3.3.2.1. Comportamento térmico		
	3.3.2.2. Comportamento da matriz sob tração, compressão e flexão		
	3.4. CONCLUSÃO	45	
4.	. CARACTERIZAÇÃO DO REFORÇO	47	
	4.1. PROGRAMA EXPERIMENTAL	47	
	4.2. MATERIAIS E MÉTODOS		
	4.2.1. Fibras de sisal, coco, piaçava e curauá		

	4.2.2. Fibra de juta: filamento, cordão e tecido	48
	4.2.3. Tratamento por impregnação	50
	4.2.3.1. Capacidade de absorção do tecido em água e polímero	50
	4.2.4. Comportamento mecânico	51
	4.2.4.1. Ensaio de tração direta nos filamentos	51
	4.2.4.2. Ensaio de tração direta no cordão e no tecido de juta	52
	4.2.5. Análise Microestrutural	54
	4.2.6. Composição química e índice de cristalinidade	55
4	4.3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	56
	4.3.1. Resultados dos ensaios de tração direta no filamento, cordão e tecido de juta tratamento	a sem 56
	4.3.2. Definição do tempo de impregnação	59
	4.3.3. Resultados dos ensaios de tração direta no filamento, cordão e tecido com trata	mento 61
	4.3.4. Comparação com outras fibras naturais	64
	4.3.4.1. Comparativo quanto ao comportamento mecânico	64
	4.3.4.1.1. Análise estatística de Weibull	65
	4.3.4.2. Comparativo quanto à morfologia	67
	4.3.4.3. Comparativo quanto à composição química e índice de cristalinidade	69
2	4.4. CONCLUSÃO	72
5.	INTERFACE FIBRA-MATRIZ	75
	5.1. INTRODUÇÃO	75
-	5.2. PROGRAMA EXPERIMENTAL	75
	5.2.1. Materiais, processamento e ensaio	76
	5.2.1.1. Ensaios de arrancamento dentro do microscópio	76
	5.2.1.2. Ensaios de arrancamento – cordão a partir do tecido	79
	5.3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	80
	5.3.2. Resultados dos ensaios de <i>pullout</i> dentro do microscópio	88
	5.3.3. Ensaio de arrancamento do cordão a partir do tecido	96

5.3.4. Respostas das simulações	98
5.3.4.1. Filamento e cordão (<i>pullout</i> dentro do microscópio)	98
5.3.4.2. Cordão a partir do tecido	107
5.5. CONCLUSÃO	112
6. DURABILIDADE DA INTERFACE	114
6.1. INTRODUÇÃO	114
6.2. PROGRAMA EXPERIMENTAL	114
6.2.1. Materiais, processamento e ensaio	114
6.2.2. Ensaio de arrancamento	116
6.3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	116
6.4. CONCLUSÃO	121
7. DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA COMPÓSITOS	DOS 122
7.1. INTRODUÇÃO	122
7.2. PROGRAMA EXPERIMENTAL	122
7.2.1. Materiais e processamento	122
7.2.2. Comportamento mecânico	125
7.2.3. Análise microestrutural	128
7.3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	128
7.4. CONCLUSÃO	135
8. DURABILIDADE DE COMPÓSITOS TÊXTEIS SUBMETIDOS ENVELHECIMENTOS ACELERADO E NATURAL	AOS 136
8.1. INTRODUÇÃO	136
8.2. PROGRAMA EXPERIMENTAL	136
8.2.1. Materiais e processamento	138
8.2.2. Envelhecimento acelerado: definição dos ciclos	139
8.2.3. Envelhecimento natural	140
8.2.4. Ensaio de tração direta nos compósitos	142

ANEXO III	32
ANEXO II	26
ANEXO I	25
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 20)8
9. CONCLUSÕES)4
8.4. CONCLUSÃO	00
8.3.7. Análise microestrutural de fibras extraídas de compósitos após períodos envelhecimentos acelerado e natural	de 96
8.3.6. Ensaio de tração direta nas fibras 19	92
8.3.5.4. TG / DTG de amostras de fibras retiradas de compósitos submetidos envelhecimento natural	ao 89
8.3.5.3. TG / DTG de amostras de matrizes retiradas de compósitos submetidos envelhecimento natural	ao 86
8.3.5.2. TG / DTG de amostras de fibras retiradas de compósitos submetidos envelhecimento acelerado	ao 80
8.3.5.1. TG / DTG de amostras de matrizes retiradas de compósitos submetidos envelhecimento acelerado	ao 77
8.3.5. Análise termogravimétrica 1'	77
8.3.4. Comentário sobre interface fibra – polímero – matriz 17	75
8.3.3.2. Compósitos com matriz com metacaulinita e cinza volante	67
8.3.3.1. Compósitos com matriz de cimento10	63
8.3.3. Ensaios de tração direta nos compósitos após envelhecimento natural10	63
8.3.2.2. Compósitos com matriz com metacaulinita e cinza volante	52
8.3.2.1. Compósitos com matriz de cimento	46
8.3.2. Ensaios de tração direta nos compósitos após envelhecimento acelerado	46
8.3.1. Definição dos ciclos de molhagem e secagem14	45
8.3. RESULTADOS E DISCUSSÃO14	45
8.2.7. Análise microestrutural	44
8.2.6. Ensaio de tração direta nas fibras14	43
8.2.5. Análise termogravimétrica	43

ANEXO IV.	
-----------	--

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Estrutura de uma fibra natural
Figura 2.2 - Micrografias das fibras de (a) coco e (b) juta
Figura 2.3 - (a) Planta de onde é extraída a fibra de juta (Fonte: ALILA <i>et al.</i> , 2013) e (b) Fibra após a extração (Fonte: http://www.parintins.am.gov.br)
Figura 2.4 – Exemplo de aderência tecido – matriz (a) Tecido sem impregnação - aderência interna > aderência externa (b) Tecido impregnado - aderência interna > aderência externa
Figura 2.5 – Apresentação esquemática dos testes de arrancamento para determinar a aderência do (a) fio e (b) tecido (Fonte: PELED e BENTUR, 2000)
Figura 2.6 – Geometrias testadas: (a) tecido simples e (b) tecido "tricotado" e , (c) tecido "tricotado" em forma de ziguezague (Fonte: PELED e BENTUR, 2000)
Figura 2.7 – Tecido tridimensional. Adaptado de ARMAKAN e ROYE (2009) 22
Figura 3.1 – Difratogramas (a) do cimento; (b) da cinza volante e metacaulinita 34
Figura 3.2 – Curvas granulométricas do cimento, cinza volante e metacaulinita 34
Figura 3.3 – Curva granulométrica da areia
Figura 3.4 – Preparação das misturas para o ensaio de consistência padrão (25MK 25CV)
Figura 3.5 – Ensaio de consistência da matriz 25MK 25CV 38
Figura 3.6 – Ponto de saturação do superplastificante para a matriz 40MK 10CV 39
Figura 3.7 – (a) Equipamento utilizado para análise térmica e (b) detalhe do cadinho. 40
Figura 3.8 – Curvas de TG / DTG – Matrizes em relação à massa inicial da amostra. 41
Figura 3.9 – Máquinas de ensaios universais (a) ensaio de tração e (b) ensaio de compressão
Figura 3.10 – Detalhe do ensaio de flexão: câmera acoplada ao ensaio para aquisição de imagens
Figura 3.11 – Curva tensão <i>versus</i> deformação da matriz 40MK 10CV (a) na tração direta e (b) compressão e (c) curva tensão equivalente <i>versus</i> deslocamento da matriz 40 MK 10 CV
Figura 4.1 – Programa experimental de caracterização do reforço

Figura 4.2 – Diferentes morfologias das fibras de juta (imagens obtidas em MEV) 49
Figura 4.3 – Detalhe da abertura da trama do tecido de juta
Figura 4.4 – (a) Arranjo do ensaio de tração conforme ASTM C1557: (a) detalhe das garras e (b) corpo de prova
Figura 4.5 – Montagem do corpo de prova: (a) molde de papel para fixação das fibras; (b) preparação do corpo de prova para o ensaio e (c) detalhe do corte do papel antes do ensaio
Figura 4.6 – Arranjo do ensaio de tração (a) no cordão e (b) no tecido de juta 53
Figura 4.7 – Micrografia do cordão de juta 54
Figura 4.8 – Contorno ImageJ para determinação da área das seções transversais das fibras (filamentos)
Figura 4.9 – (a) Curva deslocamento/força <i>versus</i> comprimento para obtenção da flexibilidade da máquina c e (b) tensão <i>versus</i> deformação da fibra de juta mostrando a diferença entre dados com e sem correção do módulo
Figura 4.10 – Curvas típicas tensão <i>versus</i> deformação do (a) cordão e tecido (b) filamento, cordão e tecido de juta
Figura 4.11 – Determinação do módulo de elasticidade do cordão e tecido de juta 58
Figura 4.12 – (a) Ganho de massa do tecido de juta sem tratamento em água e polímero e (b) ganho de massa do tecido de juta tratada e não tratada em água
Figura 4.13 - Equipamento utilizado para secagem das fibras impregnadas 60
Figura 4.14 – Seção transversal do (a)(b) filamento tratado e (c)(d) cordão tratado 61
Figura 4.15 – Curvas típicas tensão <i>versus</i> deformação do (a) filamento (b) cordão e (c) tecido de juta, com e sem tratamento
Figura 4.16 – Curvas típicas tensão <i>versus</i> deformação para as fibras de: (a) curauá, sisal e juta e (b) piaçava e coco
Figura 4.17 – (a) Distribuição de Weibull para a fibra de juta em diferentes comprimentos e (b) distribuição de Weibull para todas as fibras estudadas
Figura 4.18 – Micrografias das fibras de (a) sisal; (b) curauá; (c) juta; (d) piaçava e (e) coco
Figura 4.19 - Influência da área total de lumens na resistência a tração das fibras de curauá, juta e sisal
Figura 4.20 – Gráfico tensão <i>versus</i> teor de celulose

Figura 4.21 – Difratogramas das fibras de curauá, sisal e juta
Figura 5.1 – Programa experimental da interface fibra – matriz
Figura 5.2 – (a) Moldes utilizados na produção dos corpos de prova para o ensaio de <i>pullout</i> ; (b) detalhe da fixação do filamento na cânula e (c) moldagem de corpos de prova com cordão
Figura 5.3 – (a) Máquina de ensaio de <i>pullout</i> ; (b) inserção do sistema no interior do microscópio e (c) microscópio eletrônico acoplado ao sistema de aquisição de dados. 78
Figura 5.4 - Preparação das amostras para ensaio de pullout do cordão, a partir do tecido: (a) colagem das placas e (b) corpos de prova com entalhe
Figura 5.5 – Ensaio de arrancamento do cordão, a partir do tecido (a) dimensões dos corpos de prova (b) fixação do corpo de prova à máquina e (c) detalhe do entalhe 80
Figura 5.6 - Curva típica para o arrancamento do cordão de juta. Adaptado de SUEKI <i>et al.</i> , (2007) e SILVA <i>et al.</i> (2011b)
Figura 5.7 – Esquema de distribuição de força e tensões de cisalhamento ao longo da interface. Fonte: SORANAKOM (2008)
Figura 5.8 – Curvas típicas força <i>versus</i> deslizamento para o filamento, comprimento de embebimento de (a) 3 mm (b) 5 mm e (c) 10 mm
Elever 5.0 Income altitude description of the energy of the description of the
do filamento, comprimento de embebimento de 3mm: (a) e (b) sem tratamento e (c) e (d) com tratamento
 Figura 5.9 – Imagens obtidas durante o ensaio de arrancamento, dentro do microscopio, do filamento, comprimento de embebimento de 3mm: (a) e (b) sem tratamento e (c) e (d) com tratamento
 Figura 5.9 – Imagens obtidas durante o ensaio de arrancamento, dentro do microscopio, do filamento, comprimento de embebimento de 3mm: (a) e (b) sem tratamento e (c) e (d) com tratamento
 Figura 5.9 – Imagens obtidas durante o ensaio de arrancamento, dentro do microscopio, do filamento, comprimento de embebimento de 3mm: (a) e (b) sem tratamento e (c) e (d) com tratamento
 Figura 5.9 – Imagens obtidas durante o ensaio de arrancamento, dentro do microscopio, do filamento, comprimento de embebimento de 3mm: (a) e (b) sem tratamento e (c) e (d) com tratamento
 Figura 5.9 – Imagens obtidas durante o ensaio de arrancamento, dentro do microscopio, do filamento, comprimento de embebimento de 3mm: (a) e (b) sem tratamento e (c) e (d) com tratamento

Figura 6.1 – Moldagem de corpos de prova para o ensaio de arrancamento. 115

Figura 7.2 - (a) Molde utilizado para confecção de compósitos têxteis e (b)	esquema de
moldagem	124

Figura 7.3 – Processo de moldagem dos compósitos têxteis...... 125

Figura 8.20 - Reação entre polímero e celulose. Fonte: ADHIKARI et al. (2011)..... 175

Figura 8.21 – (a) Micrografia da interface fibra – polímero – matriz e (b) esquema explicativo da ligação entre fibra – polímero – matriz. Fonte: KUNDU *et al.* (2012). 176

Figura 8.30 – Micrografias da seção transversal de fibras extraídas de compósitos – matriz de cimento.
Figura 8.31 – Micrografias da seção transversal de fibras extraídas de compósitos –

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Fatores que afetam a qualidade da fibra. 7
Tabela 2.2 – Valores de referências de algumas fibras 10
Tabela 3.1 – Composições química e física do cimento, cinza volante e metacaulinita. 33
Tabela 3.2 – Diâmetro dos materiais cimentícios (D95, D80 e D50) 35
Tabela 3.3 – Consumo de metacaulinita e cinza volante utilizados para o ensaio de consistência padrão (kg/m ³)
Tabela 3.4 – Resultados de índice de consistência
Tabela 3.5 – Percentuais calculados em base à massa calcinada do cimento 42
Tabela 3.6 – Resultados dos ensaios de tração, compressão e flexão da matriz 40MK10CV. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão
Tabela 4.1 - Estrutura molecular e propriedades físicas do estireno butadieno 50
Tabela 4.2 – Resultados ensaio de tração para a fibra de juta em diferentes comprimentos. 57
Tabela 4.3 – Resultados de tração no cordão e no tecido 59
Tabela 4.4 – Resultados do ensaio de tração no filamento, cordão e tecido de juta com tratamento. Valores entre parênteses correspondem ao desvio padrão
Tabela 4.5 - Resultados do ensaio de tração para as fibras de curauá, juta,coco, piaçavae sisal.64
Tabela 4.6 - Área e diâmetro de lumens, quantidade e espessura de fibrocélulas 68
Tabela 4.7 – Teores de Lignina, Celulose, Hemicelulose e Extrativos (%)70
Tabela 4.8 – Resultados de comportamento mecânico, morfologia e composiçãoquímica das fibras de juta, sisal e curauá
Tabela 5.1 – Resultados do ensaio de <i>pullout</i> – filamento
Tabela 5.2 - Resultados do ensaio de <i>pullout</i> – cordão. 96
Tabela 5.3 – Resultados do ensaio de pullout para o cordão, a partir do tecido. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão
Tabela 5.4 – Parâmetros de entrada utilizados nas simulações

Tabela 5.5 - Parâmetros obtidos nos experimentos e simulações.Valores entreparênteses se referem ao desvio padrão.100
Tabela 5.6 – Parâmetros de entrada utilizados nas simulações
Tabela 5.7 - Parâmetros obtidos nos experimentos e simulações 108
Tabela 6.1 – Parâmetros de entrada utilizados nas simulações
Tabela 6.2 – Parâmetros obtidos nos experimentos e simulações.Valores entreparênteses se referem ao desvio padrão
Tabela 7.1 - Resultados dos ensaios de tração para os compósitos. Valores entreparênteses correspondem ao desvio padrão
Tabela 7.2 – Resultados de tenacidade na tração. Valores entre parênteses correspondem ao desvio padrão. 132
Tabela 8.1 – Consumo de materiais utilizados na produção dos compósitos 139
Tabela 8.2 – Período de exposição dos compósitos 142
Tabela 8.3 – Resultados para compósitos reforçados com 5 camadas de tecido, com e sem tratamento, após 5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem – matriz de cimento. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão
Tabela 8.4 – Espaçamento e abertura de fissuras (mm) 159
Tabela 8.5 – Resultados para compósitos reforçados com 5 camadas de tecido, com e sem tratamento, após 5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem – matriz com metacaulinita e cinza volante. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão. 160
Tabela 8.6 – Tenacidade dos compósitos reforçados com 5 camadas de tecido, com e sem tratamento, após 5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem – matriz com metacaulinita e cinza volante. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão. 161
Tabela 8.7 – Resultados para compósitos reforçados com 5 camadas de tecido, com e sem tratamento, após envelhecimento natural – matriz de cimento. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão
Tabela 8.8 – Resultados para compósitos reforçados com 5 camadas de tecido, com e sem tratamento, após envelhecimento natural – matriz com metacaulinita e cinza volante. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão
Tabela 8.9 – Espaçamento e Abertura de fissuras (mm). Valores entre parênteses sereferem ao desvio padrão
Tabela 8.10 – Tenacidade dos compósitos reforçados com 5 camadas de tecido, com e sem tratamento, após envelhecimento natural – matriz com metacaulinita e cinza volante. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão

Tabela 8.11 – Teores de CH e CaCO3 obtidos a partir das curvas de TG para amostras de matrizes – envelhecimento acelerado, em relação à massa calcinada da amostra... 179

 Tabela 8.17- Microanálise por EDS de fibras extraídas de compósitos com matriz de cimento.

 198

1. INTRODUÇÃO

Fibras naturais vêm sendo amplamente pesquisadas como reforço em matrizes cimentícias. A necessidade de utilização dessas fibras está relacionada ao conceito de sustentabilidade, pois, comparadas às fibras sintéticas, as fibras naturais apresentam bom comportamento mecânico, são provenientes de fontes renováveis e biodegradáveis.

Muito tem sido discutido quanto à durabilidade de compósitos cimentícios reforçados com essas fibras, pois o meio alcalino da matriz é prejudicial às fibras, uma vez que os produtos de hidratação, principalmente o hidróxido de cálcio, migram para as paredes da fibra, causando mineralização da mesma. Trabalhos com substituição parcial do cimento por materiais pozolânicos têm sido realizados, com a finalidade de se obter uma matriz livre de hidróxido de cálcio, pois as reações pozolânicas consomem o CH presente na matriz (TOLEDO FILHO *et al.*, 2003; LIMA 2004; SILVA *et al.*, 2010). Nessa pesquisa uma matriz com baixo teor de hidróxido de cálcio foi utilizada.

Há algumas desvantagens na utilização das fibras naturais como reforço em materiais compósitos, como: a qualidade e eficiência da produção, que depende das condições naturais; a heterogeneidade de suas propriedades que podem ser associadas à produção, extração e condições de processamento; e o comportamento hidrofílico que leva a absorção de água nos compósitos (TOMCZAK, 2010). O tratamento das fibras busca sanar as questões de instabilidade volumétrica.

Diferentes geometrias de fibras naturais são utilizadas em compósitos cimentícios. São elas: fibras em forma de polpa, fibras curtas distribuídas aleatoriamente, fibras longas alinhadas e fibras na forma de tecido. Em relação às fibras naturais, há diversos trabalhos com fibras na forma de polpa (SAVASTANO, 2009; SIERRA BELTRAN, 2011), fibras curtas (TOLEDO FILHO, 1997) e longas (LIMA, 2004; SILVA, 2009; MELO FILHO, 2012). Foram encontrados, na literatura disponível, pouquíssimos trabalhos sobre o uso de fibras naturais na forma de tecido bidirecional como reforço em matrizes de cimento Portland.

A indústria automotiva tem substituído fibras de vidro por fibras de curauá, coco e juta em várias partes dos veículos, em matrizes poliméricas. A utilização de fibras naturais como reforço em materiais cimentícios tem potencial de aplicação em produtos finos, tais como painéis divisórios, elementos de cobertura e revestimentos externos em construções residenciais. Além disso, sua aplicação tem grande potencial para reforço e reabilitação de paredes de alvenaria.

Nessa pesquisa foi empregado como reforço um tecido bidirecional produzido com fibra de juta. Com o objetivo de produzir compósitos cimentícios têxteis com fibra vegetal, optou-se pela juta, uma vez que essa fibra é encontrada comercialmente na forma de tecido.

Um dos objetivos da pesquisa foi estudar um material que no futuro, tenha viabilidade técnica e econômica para ser produzido em larga escala. Para isso é necessário um estudo aprofundado das propriedades físico-químicas e mecânicas desses compósitos, principalmente em relação ao comportamento da interface fibra-matriz, a qual interfere diretamente na durabilidade do compósito.

O emprego de uma matriz livre de hidróxido de cálcio é requisito, com o objetivo de minimizar o processo de degradação das fibras. Além da modificação da matriz, foi realizado o tratamento da fibra com polímero, a fim de melhorar a estabilidade volumétrica da fibra e a transferência de tensões fibra-matriz. Foi investigada a influência do tratamento com polímero no comportamento da interface fibra-matriz e na durabilidade do compósito. Um estudo aprofundado do comportamento da interface fibra-matriz foi realizado, através de ensaios de arrancamento, além da investigação da durabilidade química da zona interfacial. Os compósitos submetidos aos envelhecimentos acelerado e natural foram submetidos a ensaios de tração direta.

O presente trabalho foi estruturado da seguinte forma:

O Capítulo 1 traz a introdução e os objetivos da pesquisa. O Capítulo 2 a revisão bibliográfica, citando trabalhos relacionados às fibras, à interface fibra-matriz, ao comportamento mecânico e à durabilidade química e térmica de compósitos reforçados com fibras.

O Capítulo 3, sobre desenvolvimento da matriz, apresenta os resultados de caracterização dos materiais empregados, bem como as propriedades da matriz escolhida, tanto no estado fresco como no endurecido.

O Capítulo 4 apresenta a caracterização mecânica da fibra de juta (filamento, cordão e tecido) com e sem tratamento com polímero. Além disso, traz um estudo comparativo com outras fibras vegetais, quanto ao comportamento mecânico relacionado à morfologia e à composição química das fibras.

O Capítulo 5 aborda o estudo da interface fibra-matriz. Um modelo analítico para predição do comportamento na interface foi aplicado. Ensaios de arrancamento foram realizados dentro do microscópio eletrônico de varredura, no filamento e no cordão, em diferentes comprimentos de embebimento. Foi ainda realizado ensaio de arrancamento no cordão, a partir do tecido.

O estudo da durabilidade da interface é apresentado no Capítulo 6. Foram produzidos corpos de prova com cordão com e sem tratamento, comprimento de embebimento de 25 mm, submetidos a 10 e 25 ciclos de molhagem e secagem, posteriormente submetidos ao ensaio de arrancamento.

No Capítulo 7 são apresentados produção e caracterização mecânica dos compósitos têxteis, reforçados com 1, 3 e 5 camadas de reforço sem tratamento, bem como dos compósitos reforçados com tecido tratado com polímero.

O estudo da durabilidade química de compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado e natural é apresentado no Capítulo 8. Foram produzidos compósitos com e sem substituição parcial de cimento, com fibra tratada e sem tratamento. Os compósitos foram submetidos a 5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem no processo de envelhecimento acelerado. No envelhecimento natural, os compósitos foram submetidos a 4, 8 e 12 meses de exposição e testados sob tração direta. Amostras de matriz e fibra retiradas dos compósitos após os ensaios mecânicos foram submetidas à análise termogravimétrica e algumas fibras submetidas a ensaio de tração direta.

No Capítulo 9 são apresentadas conclusões e sugestões para continuidade da pesquisa.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. FIBRAS NATURAIS

As fibras naturais, comparadas às fibras sintéticas, são de baixo custo, mais fáceis de manusear, têm boas propriedades mecânicas e requerem menos energia no processo de produção, além de serem biodegradáveis e de fontes renováveis. O desenvolvimento de materiais compósitos reforçados por fibras de origem natural é em grande parte motivado por uma maior consciência ambiental, devido aos problemas de eliminação de resíduos e o esgotamento dos recursos petroquímicos. A utilização de materiais naturais acoplada a modernas técnicas de construção pode reduzir os resíduos de construção, aumentar a eficiência de energia e ao mesmo tempo promover o conceito de sustentabilidade (DITTENBER *et al.*, 2012).

As fibras naturais são obtidas de diferentes partes de uma determinada planta. Podem ser provenientes do caule, folha e sementes ou frutos das plantas. As fibras obtidas do caule são formadas por feixes de fibras, cada um contendo fibrocélulas individuais ou filamentos. Fibras de juta, linho, cânhamo são exemplos desse tipo. Fibras das folhas, como o sisal e a banana, possuem diâmetro superior aos das fibras provenientes do caule. O algodão é um exemplo de fibra de sementes e a fibra de coco de fibra proveniente do fruto. Há ainda outras fontes de lignocelulose, que pode ser obtida através de resíduos agrícolas, como a casca de arroz, casca da semente de girassol e do bagaço da cana de açúcar (THOMAS *et al.*, 2011).

As fibras naturais são por si mesmas materiais compósitos naturais. Apresentam estrutura complexa, constituídas de uma fina parede primária e de parede secundária formada por três camadas, sendo que a camada de espessura média determina as propriedades mecânicas da fibra (alguns autores citam como paredes primária, secundária e terciária) (JOHN *et al.*, 2008). As fibras vegetais são como tubos microscópicos, onde o lúmen está entre as paredes celulares (THOMAS *et al.*, 2011).

As paredes celulares são constituídas por microfibrilas unidas por uma matriz de lignina e hemicelulose e apresentam diferentes orientações em cada parede celular. As microfibrilas possuem diâmetro de cerca de 10 - 30 nm e são constituídas por 30 - 100 moléculas de celulose. (JOHN *et al.*, 2008, THOMAS *et al.*, 2011, DITTENBER *et al.*, 2012). O ângulo microfibrilar, ou ângulo médio, formado entre as microfibrilas e o eixo da fibra varia de uma fibra para outra e pode ser o responsável por propriedades mecânicas das fibras. Fibras com pequenos ângulos geralmente apresentam maior resistência e rigidez, enquanto fibras com maiores ângulos proporcionam comportamento dúctil (DEFOIRT *et al.*, 2010).

A lignina é responsável pela ligação dos filamentos que formam um feixe e a pectina liga esse feixe à haste. Como a lignina e a pectina são polímeros mais fracos que a celulose, os mesmos devem ser removidos quando as fibras são utilizadas como reforço em compósitos. Grande parte da pectina é removida quando os feixes são separados do caule através do processo de maceração¹ (imersão) e espadelagem² (DITTENBER *et al.*, 2012). A Figura 2.1, adaptada de ZIMMERMANN *et al.* (2004), apresenta a estrutura de uma fibra natural.



Figura 2.1 – Estrutura de uma fibra natural Adaptada de: ZIMMERMANN *et al.* (2004).

A Figura 2.2 apresenta micrografias das fibras de juta e coco, para observação da morfologia. Apesar das fibras naturais apresentarem mesma estrutura celular (paredes celulares, lamela média e lumens), apresentam diferenças quanto à área transversal total,

¹ Maceração: é uma das etapas de beneficiamento das fibras, que consiste na imersão das fibras em água, com o objetivo de facilitar a separação das fibras da casca. (Fonte: www.jute.org).

² Espadelagem: separação das fibras; desfibramento (FOULK et al., 2011).

espessura das paredes celulares, quantidade e área de lumens. Esses fatores afetam a resistência mecânica das fibras.

Outro fator que também pode influir na resistência mecânica é a composição química. As fibras naturais são compostas basicamente por lignina, celulose e hemicelulose. O teor de celulose é o principal constituinte responsável pela resistência. A fibra de sisal, por exemplo, é composta por 73% de celulose, 10% de hemicelulose e 7,6% de lignina (SYDENSTRICKER *et al.*, 2003), enquanto a fibra de juta possui cerca de 65% de celulose, 17% de hemicelulose e 14% de lignina (WANG *et al.*, 2008). A estrutura cristalina dos polímeros está relacionada à organização das cadeias poliméricas e afeta as propriedades mecânicas como rigidez e resistência. Quanto maior o grau de cristalinidade, melhor o alinhamento das cadeias e, portanto, maior a resistência (CANEVAROLO, 2006).



Figura 2.2 - Micrografias das fibras de (a) coco e (b) juta.

Diversos fatores afetam a qualidade das fibras, em diferentes estágios, como apresentado na Tabela 2.1. A forma, o tamanho e a resistência mecânica das fibras naturais podem variar amplamente, dependendo do ambiente de cultivo, da região de origem e de outras características (OCHI, 2008).

Um estudo sobre a influência do ambiente de cultivo na resistência à tração da fibra de kenaf foi realizado por OCHI (2008). As fibras foram cultivadas numa região fria

(temperatura média de 22°C – condição "A") e outra quente (30°C – condição "B"), no Japão. Foram utilizadas fibras de 500 mm de comprimento e diâmetro entre 50 e 150 μm para testes de tração. A área da seção transversal das fibras foi determinada através da média de dez valores de diâmetros medidos de imagens obtidas no microscópio ótico. A fibra cultivada na condição "B" atingiu comprimento maior que a cultivada na "A", indicando que as diferenças nas condições de cultivo podem afetar o comprimento das fibras e o comportamento mecânico. Os valores médios de resistência à tração e módulo de elasticidade foram 250 MPa e 15 GPa, para condição "A", e 600 MPa e 38 GPa para a condição "B".

Estágio	Fatores que afetam a qualidade da fibra
O crescimento das plantas	Espécie da planta;
	Cultivo;
	Localização do cultivo;
	Localização da fibra na planta;
	Clima local.
Colheita	Maturação fibra, obtida através da:
	- Espessura da parede celular;
	- Aspereza das fibras.
Extração da fibra	Processo de decorticação;
	Método de maceração.
Fornecimento	Condições de transporte;
	Condições de armazenamento;
	Idade da fibra.

Tabela 2.1 - Fatores que afetam a qualidade da fibra.

2.1.1. Fibra de juta

A juta é o nome dado à fibra extraída do caule das plantas pertencentes ao gênero *Corchorus*, da família *Tiliaceae*. Cerca de quarenta espécies desse gênero são conhecidas em todo o mundo, mas apenas as espécies *C.capsularis* (juta branca) e *C.olitorius* (juta tossa) são cultivadas (SINGH *et al.*, 2011; RAHMAN, 2010).

Adaptado de DITTENBER et al., 2012.

A fibra de juta é amplamente utilizada, além de embalagem em todo o mundo, como revestimento de pavimentos, material de isolamento, proteção do solo, artesanato, entre outros. Tem potencial para ser utilizada como geotêxtil para aplicação em estabilização de solos e controle de erosão (GRAUPNER e MÜSSIG, 2010).

A juta é predominantemente uma cultura de sequeiro anual. Seu cultivo é trabalhoso, porém exige relativamente pequenas quantidades de outros insumos, como fertilizantes e pesticidas, além de poder ser realizado em pequenas propriedades. Por essas razões, a produção de juta é cada vez mais concentrada em Bangladesh, Índia, Nepal, China e Tailândia, que juntos respondem por mais de 95% da produção mundial. A Índia é a maior produtora e consumidora de juta no mundo. Bangladesh é o segundo maior produtor e o principal exportador da fibra (RAHMAN, 2010).

A produção de fibra de juta foi dominante ao longo do Rio Amazonas, entre Manaus e Santarém, nas regiões de várzea³, a partir do final dos anos 1930 até o início de 1990. Imigrantes japoneses introduziram a cultura na região, a fim de suprir a demanda de sacos de juta no sul do Brasil, onde os sacos eram utilizados para embalagem de *commodities*, principalmente o café. O mercado de juta entrou em colapso no início dos anos 1990. Fatores como mudanças nas embalagens de mercadorias, declínio da qualidade da fibra, remoção de tarifas sobre importados de juta, contribuíram para o colapso. Apesar disso, o legado da juta ainda é evidente na paisagem física e social da região (WINKLERPRINS, 2006). A Figura 2.3 mostra a planta de onde é extraída a fibra de juta e o aspecto da fibra após a extração.

³ Região de várzea: é a área de planície localizada ao longo dos rios Solimões e Amazonas. Essa região é anualmente inundada, devido à variação sazonal no regime de chuvas (LIMA, 2005).





(b)

Figura 2.3 - (a) Planta de onde é extraída a fibra de juta (Fonte: ALILA *et al.*, 2013) e (b) Fibra após a extração (Fonte: http://www.parintins.am.gov.br).

2.1.2. Comportamento mecânico das fibras naturais

As propriedades mecânicas das fibras naturais apresentam grande variação e dependem de fatores como: diâmetro da fibra, estrutura, grau de polimerização, estrutura cristalina, origem (caule, folha, fruto e semente) e das condições de crescimento. Além das características das fibras, a forma de obtenção da área e condições de ensaios também afetam os resultados. Parâmetros como: precisão da instrumentação, taxa de deformação, tipo de garra, comprimento e flexibilidade da máquina são exemplos de fatores que influenciam os resultados de resistência mecânica. (THOMAS *et al.*, 2011, SILVA *et al.*, 2008). A Tabela 2.2 apresenta valores de referência para algumas fibras.

Fibra	Densidade g/cm ³	Resistência à Tração (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Deformação (%)	Referência
Coco	1,25	192 ± 37	3,44	$42,4 \pm 14$	DEFOIRT et al., 2010 SYMINGTON et al., 2009;
Bambu	1,38 ± 0,02	813 ± 94	33,37	$2,9 \pm 0,7$	DEFOIRT et al., 2010
Juta	$1,39 \pm 0,05;$	399 ± 100	26,25	1,6 ± 0,3	DEFOIRT <i>et al.</i> , 2010; SYMINGTON <i>et al.</i> , 2009.
Piaçava	-	131,1 ± 27,1	$2,58 \pm 0,39$	$11,9 \pm 4,3$	d'ALMEIDA et al., 2006;
Sisal	1,33	546,31 ± 318,55	17,37 ± 8,42	2,82 ± 1,182	SILVA et al., 2008; SYMINGTON et al., 2009;
Curauá	-	131 - 310	48,7	4,49 - 4,57	TOMCZAK et al., 2007
Kenaf	1,4	473,27 ± 241	34,21 ± 17,17	1,98 ± 0,427	SYMINGTON et al., 2009
Cânhamo	1,14 -1,48	677 - 786	30-60	1,6	PICKERING <i>et al.</i> , 2007; SYMINGTON <i>et al.</i> , 2009. DHAKAL <i>et al.</i> , 2006
PP	0,95	400 - 550	5,6	30	FELEKOĞLU et al., 2009
PVA	1,3	1200 - 1600	31,4 - 42	7,0	SCHWARTZENTRUBER et al., 2004; FELEKOĞLU et al., 2009; MAGALHÃES, 2010.
Aço	7,85	1050 - 2000	210	-	SAHIN e KÖKSAL, 2011
Carbono	1,81	3800	242	-	GINER <i>et al.</i> , 2012
Vidro	2,68	1700 - 2500	75	4,7	WEI <i>et al.</i> , 2010; SOYLEV, 2011

Tabela 2.2 – Valores de referências de algumas fibras.

DEFOIRDT *et al.* (2010) estudaram a resistência à tração das fibras de coco, bambu e juta. Os testes foram realizados em diversos comprimentos a fim de se avaliar a influência do comprimento na resistência à tração. Os autores relatam que o teor de celulose é o principal constituinte responsável pela resistência à tração, enquanto o ângulo microfibrilar é proporcional à capacidade de deformação. O módulo de elasticidade é proporcional ao teor de celulose e inversamente proporcional ao ângulo microfibrilar. As fibras de coco possuem baixo teor de celulose (32-53%) e grande ângulo microfibrilar (30-49°), o que explica o fato dessa fibra ter baixa resistência mecânica (177 MPa), baixo módulo (3,44 GPa) e grande capacidade de deformação (37,85 %), ou seja, grande capacidade de absorção de energia. As fibras de juta têm teor de celulose na faixa de 61-71,5% e ângulo microfibrilar de 8°, o que faz da fibra

resistente (353 MPa), com alto módulo de elasticidade (26,25 GPa) e baixa capacidade de deformação (3,05 %).

Diversos trabalhos foram realizados com várias fibras, a fim de se avaliar alguns fatores que influenciam no comportamento mecânico. TOMCZAK et al. (2007)correlacionaram propriedades mecânicas de fibras de curauá com diâmetro, comprimento e taxa de deformação. Observaram que, para diferentes diâmetros (26 µm - 64 µm), a resistência à tração e o módulo de elasticidade diminuíram com o aumento do diâmetro, de 310 para 131 MPa e 96,1 para 30,0 GPa, respectivamente. Para fibras de um mesmo diâmetro (46 µm), variando os comprimentos entre 5 e 25 mm, à medida em que houve aumento no comprimento, a resistência à tração diminuiu (223 para 173 MPa) e o módulo aumentou (26,6 para 52,9 GPa), o que pode ser explicado pelo aumento de falhas/defeitos na fibra com o aumento do comprimento. As fibras naturais têm irregularidades que podem ser associadas a defeitos e pontos fracos que podem afetar a resistência. Quanto maior o comprimento, maior a chance de ocorrerem falhas/defeitos. E quanto à taxa de deformação, fibras de mesmo diâmetro (46 µm) e mesmo comprimento (20 mm) submetidas a taxas de 5, 10, 20 e 50 mm/min, apresentaram acréscimo na resistência à tração, de 178 para 217 MPa, porém o módulo não sofreu alteração (valor médio de 48,7 GPa), à medida em que houve aumento na taxa de deformação.

d'ALMEIDA *et al.* (2006) apresentam resultados de ensaios mecânicos e composição química da fibra de piaçava e correlacionam com a fibra de coco. A fibra de piaçava apresentou baixos valores de resistência à tração (133 MPa) e módulo de elasticidade (2,9 GPa) comparada a fibras mais comuns como sisal e juta. Porém a piaçava apresenta propriedades mecânicas comparáveis às da fibra de coco, que possui resistência à tração entre 106 a 270 MPa e módulo entre 3 e 6 GPa. Os resultados de composição química mostraram que a fibra de piaçava tem 31,6% de celulose e elevado teor de lignina (48,4%), que pode ser o responsável pela sua alta rigidez.

O comportamento mecânico das fibras de sisal foi avaliado por SILVA *et al.* (2008). Foram utilizados diferentes comprimentos (10 mm, 20 mm, 30 mm e 40 mm), a fim de se avaliar a variabilidade na resistência da fibra, através da distribuição de Weibull. O módulo de Weibull diminuiu (4,6 para 3) à medida em que o comprimento aumentou e, portanto, a variabilidade nos valores de resistência foi maior com o aumento do comprimento. Foi relatado que o comprimento parece não influenciar no módulo e na resistência à tração da fibra. A variabilidade no módulo, para um dado comprimento, é provavelmente devido à variabilidade na microestrutura das fibras e possíveis danos ocorridos durante o processo de extração. O módulo variou entre 9 e 19 GPa e a resistência à tração entre 347 e 577 MPa. A capacidade de deformação diminuiu (5,2% para 2,6%) com o aumento do comprimento. Esse comportamento se deve ao tamanho médio e a distribuição de falhas da fibra. O tamanho médio das falhas independe do comprimento, porém o número de falhas aumenta com o aumento do volume. Os autores observaram também o modo de fratura das fibras, através de imagens obtidas em MEV. A fratura ocorreu por delaminação das paredes primária e terciária, dentro das fibrocélulas, e delaminação entre as fibrocélulas.

Na seção sobre durabilidade, é apresentado como o tratamento de fibras pode afetar o comportamento mecânico do compósito. Quanto ao comportamento mecânico das fibras, ROY *et al.* (2012) investigaram a influência do tratamento alcalino na resistência à tração da fibra de juta. Observaram que com o aumento da concentração de hidróxido de sódio, ocorreu maior perda de massa das fibras, provavelmente devido à remoção gradual de hemicelulose e lignina. Foi relatado que o tratamento alcalino rompe as ligações de hidrogênio entre os grupos hidroxila (OH-) da celulose e leva à desfibrilação (quebra do feixe de fibras em fibras menores), aumentando a área superficial efetiva. Essas modificações na fibra a tornaram mais hidrofóbica podendo alterar, portanto, a interação com a matriz. A resistência à tração da fibra aumentou 82% em relação à fibra não tratada e a capacidade de deformação 35%.

2.2. COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRA NATURAL

O papel das fibras em materiais compósitos é o de melhorar as propriedades mecânicas, principalmente a ductilidade, no estágio pós primeira fissura. As propriedades mecânicas de um compósito dependem de fatores como fração volumétrica e orientação de fibras, além da qualidade da transferência de tensões fibra-matriz. Os tipos de fibras, utilizadas como reforço, podem ser em formas de polpa (SAVASTANO *et al.*, 2009, SIERRA BELTRAN, 2011), curtas aleatoriamente distribuídas (SEDAN *et al.*, 2008,
TOLEDO FILHO, 1997; LIMA, 2004; SILVA, 2008), ou ainda, fibras longas e alinhadas (MELHO FILHO, 2012; SILVA, 2009), além de reforço bidirecional na forma de tecido (PELED *et al.*, 2008a). Há também o tecido tridimensional, 3D, que apresenta algumas vantagens na utilização como reforço em matrizes cimentícias. Dentre elas, proporciona um reforço na terceira dimensão e um posicionamento definido das camadas externas. (HAN *et al.*, 2014; ARMAKAN e ROYE, 2009; GU e ZHILI, 2002).

Compósitos com fibras vegetais curtas (< 50 mm) apresentam comportamento *strain-softnening* na tração, ou seja, o comportamento pós-fissuração é caracterizado pela queda da resistência, ou amolecimento, até a ruptura do compósito. Em geral, as fibras curtas não possuem comprimento de embebimento suficiente para transmitir tensões maiores que as tensões de rompimento da matriz. Por isso ocorre arrancamento das fibras, e as tensões desenvolvidas são devidas ao processo de decoesão da interface fibra-matriz e posteriormente do deslizamento friccional (LIMA, 2004). Os compósitos reforçados com reforço contínuo possuem comportamento *strain-hardening* e múltipla fissuração (SILVA *et al.*, 2011a; PELED e BENTUR, 2000).

O comportamento mecânico com fibras curtas de juta como reforço em tubos de concreto foi analisado por KUNDU *et al.* (2012). As fibras foram submetidas a tratamento alcalino e posteriormente ao tratamento com polímero estireno butadieno (o polímero foi misturado à água de amassamento, modificando não só a fibra, mas também a matriz). Os tratamentos reduziram a capacidade de absorção de água das fibras e aumentaram a resistência das mesmas. Além disso, as modificações na fibra melhoraram o comportamento mecânico do compósito à compressão e à flexão. A resistência à compressão e à flexão dos compósitos com fibras tratadas foram, respectivamente, cerca de 6% e 11% maiores do que a referência. Os autores relatam que a melhoria do comportamento mecânico deve-se, além da modificação da fibra (que a tornou mais resistente) à modificação na matriz, pois o polímero formou um filme entre o cimento hidratado e os agregados, retardando a propagação de fissuras.

SEDAN *et al.* (2008) investigaram propriedades mecânicas e interações químicas entre fibra-matriz de compósitos cimentícios reforçados com fibras curtas de cânhamo. Os resultados de flexão para compósitos com frações volumétricas entre 0 e 20%

mostraram que a força máxima foi alcançada para uma fração ótima de fibra de 16%. Acima dessa fração volumétrica, a resistência à flexão do compósito diminuiu devido à heterogeneidade da mistura e, consequentemente, devido à fraca adesão entre as fibras e a matriz. Tratamentos com hidróxido de sódio (NaOH) e cloreto de alumínio foram realizados na fibra, a fim de melhorar a aderência fibra-matriz. Quanto ao comportamento à flexão, houve melhoria de 39% para compósitos com fibras com tratamento com hidróxido de sódio e 7% para cloreto de alumínio, em comparação ao compósito com fibras sem tratamento. Os autores relatam que o tratamento com cloreto de alumínio teve efeito menos significativo, pois remove apenas impurezas ou substâncias cerosas na superfície, enquanto o tratamento com NaOH, além de ceras e impurezas, há também remoção de parte da hemicelulose, tornando a superfície quimicamente mais homogênea.

Um estudo sobre compósitos com fibras longas de sisal foi realizado por MELO FILHO (2012). Foram produzidos compósitos com reforço uni e bidirecional, fração volumétrica de 6% e 10%, respectivamente. Os resultados de tração e flexão foram melhores para compósitos com 10% de fibras. Tanto compósitos com 6% de fibra quanto os com 10% apresentaram múltipla fissuração na flexão e na tração, porém nos compósitos reforçados com 10% de fibras houve formação de mais fissuras com menor espaçamento. Os resultados de flexão não apresentaram diferença significativa nos valores de deflexão de primeira fissura e módulo de elasticidade. Os compósitos com 10% suportaram maiores valores de carga durante a múltipla fissuração, além de rigidez aparente de endurecimento 24% superior ao compósito com 6%. Houve ainda, aumento de 9% nos valores de tensão última e redução de 17% na deflexão última.

Compósitos híbridos foram produzidos e caracterizados por TONOLI *et al.* (2011). Foram utilizadas fibras de sisal em forma de polpa e fibras e de polipropileno (PP). Parte da polpa passou por processo de refinamento. Foram realizados testes de flexão em quatro pontos, a fim de se avaliar o limite de proporcionalidade, módulo de ruptura, módulo de elasticidade e a tenacidade do compósito. Foi observado que compósitos com fibras de PP e de polpa de sisal refinada apresentaram módulo de ruptura maior do que com as fibras sem refinamento. O comportamento dúctil foi atribuído às fibras de PP. O sistema híbrido se mostrou eficiente comparado ao compósito reforçado apenas com fibras de sisal, pois, durante a aplicação de carga nos compósitos híbridos, as fibras de sisal fraturaram antes, sendo as fibras de PP requisitadas posteriormente. Isso induz a um comportamento diferente de cada fibra durante o ensaio, indicando o efeito de sinergia na ação dessas duas fibras. A fibra de PP apresenta módulo de elasticidade dez vezes menor que a fibra de sisal o que explica o aumento na tenacidade dos compósitos.

Compósitos cimentícios de alto desempenho podem ser obtidos através da utilização de fibras contínuas como reforço. Esses compósitos podem ser produzidos com fibras na forma de tecido o qual é impregnado pela matriz cimentícia. Esse tipo de tecnologia tem sido aplicado, com limitação, na produção de placas cimentícias de pequena espessura e em aplicações *in situ* como reparo e reabilitação (FAELLA *et al.*, 2010; GOPINATH *et al.*, 2014). Há uma grande variedade de tecidos, com diferentes geometrias e diferentes fibras. Os tecidos podem variar na geometria, na distribuição das fibras em duas ou três dimensões, além de combinações de diferentes tipos de fibra no mesmo tecido (PELED e BENTUR, 2000).

Compósitos cimentícios têxteis reforçados com fibras sintéticas de vidro, carbono e aramida vêm sendo amplamente pesquisados (SILVA *et al.*, 2011a, HEGGER *et al.*, 2012, PELED *et al.*, 2008a). Existem trabalhos que utilizam fibras têxteis vegetais como reforço em matrizes poliméricas (KIM *et al.*, 2006; MISNON *et al.*, 2014). Porém, há poucos trabalhos sobre compósitos cimentícios têxteis com fibras naturais. HAKAMY *et al.* (2014) utilizaram fibra vegetal de cânhamo sob a forma de tecido, como reforço em matriz cimentícia. Foi empregado nano-argila como substituição parcial do cimento. Os corpos de prova foram submetidos a testes de flexão. Os autores observaram que em compósitos com 1% de nano-argila houve diminuição da porosidade em 15,5%, aumento na densidade em 5,3% e aumento na resistência à flexão de 26,2%, comparados à referência (matriz sem substituição). Foi relatado que a nano-argila, além de se comportar como um *filler*, sofre reação pozolânica, densificando a matriz, melhorando a aderência com a fibra.

2.3. INTERFACE FIBRA-MATRIZ

A adesão fibra-matriz é de grande importância no comportamento do compósito, pois determina a resistência e ductilidade do material. Um material dúctil pode ser obtido caso a adesão seja fraca, porém se a adesão é forte, o resultado pode ser um material

resistente e frágil (REINHARDT *et al.*, 2006). A adesão fibra-matriz é determinada através de ensaios de *pullout* (arrancamento). Fatores como tipo de fibra, diâmetro, comprimento de embebimento, volume e orientação das fibras, além de características da superfície da fibra, influenciam a adesão fibra-matriz (PEHANICH *et al.*, 2004; MONTEIRO e d'ALMEIDA, 2006; BOSHOFF *et al.*, 2009; HAMOUSH *et al.*, 2010).

A matriz também influencia na adesão. TOLEDO FILHO (1997) observou melhoria da aderência fibra-matriz devido, entre outros fatores, à substituição parcial de cimento por microssílica e escória, os quais conferiram ao compósito aumento na carga máxima de arrancamento em cerca de 9 a 20%. O autor relata que esse aumento está relacionado à finura e reatividade da escória e da microssílica, pois os mesmos foram responsáveis pela redução da porosidade da zona de transição, contribuindo para um melhor desempenho da interface fibra-matriz.

A eficiência das fibras no desempenho de matrizes frágeis depende em grande parte das interações fibra-matriz como: adesão física e química, atrito e ancoragem mecânica induzida por deformações na superfície da fibra ou por geometria complexa, como frisos e ganchos (BENTUR e MINDESS, 2007). A adesão química está relacionada a pontes de hidrogênio formadas entre as fibras ou entre fibra-matriz. A interação físico-química pode ser combinada em três fases. A primeira fase, química, corresponde ao início das reações de hidratação. A segunda fase é físico-química e está relacionada ao momento em que o cimento começa a cristalizar e formar a matriz em torno da fibra. A última fase é física, a qual pode continuar durante muitos anos. Os compósitos à base de cimento são materiais ligados entre si por mecanismos físico-químicos complexos. O processo de intertravamento mecânico é provavelmente um importante mecanismo que contribui para a resistência mecânica (PEHANICH *et al.*, 2004; ASASUTJARIT *et al.*, 2007; ABDULLAH *et al.*, 2011).

O desempenho mecânico do compósito pode ser alterado através da variação do comprimento da fibra, ou através do uso de agentes de acoplamento, de modo que ambos contribuem para as propriedades mecânicas do compósito (MORRISSEY *et al.*, 1985). A fibra de aço possui elevada adesão com valores variando entre 1,49 a 2,24 MPa (GOKOZ e NAAMAN, 1981; BOSHOFF *et al.*, 2009). A ancoragem das fibras de aço é indispensável para a eficiência da adesão fibra-matriz, pois a aderência química é

fraca e a carga é transferida da matriz para a fibra basicamente por adesão mecânica (BRANDT, 2009).

A fibra de PVA possui tensão adesional entre 2,2 e 5,9 MPa (KANDA e LI, 1998; REDON *et al.*, 2001). A adesão de fibras de coco está em torno de 0,07 a 0,118 MPa (ASASUTJARIT *et al.*, 2007), enquanto a fibra de *pinus* apresenta adesão de 1,5 MPa (SIERRA BELTRAN, 2011). A adesão de fibras de cânhamo, sob a forma de cordão, com e sem tratamento com polímero látex, foi investigada por ASPRONE *et al.* (2011). Os valores de adesão para a fibra sem tratamento foram de 1,02 e 2,20 MPa, para comprimentos de embebimento de 40 e 10 mm, respectivamente, enquanto que para as fibras tratadas, a adesão foi de 1,68 e 2,06 MPa (40 e 10 mm). Através da observação do modo de fratura da fibra, os autores relatam que a falha pode ter ocorrido entre os filamentos e o revestimento de látex, mostrando que a aderência do polímero com a matriz foi ainda mais forte do que a aderência das fibras com o polímero.

TONOLI *et al.* (2012) realizaram estudo sobre o tratamento da superfície da fibra de pinus (*Pinus elliottii*), na interface fibra-matriz. Foram utilizadas fibras em forma de polpa, branqueadas⁴ e não-branqueadas. Relatam os autores que os compósitos com fibras branqueadas apresentaram menor ductilidade devido à elevada adesão interfacial entre a fibra e matriz e elevada taxa de mineralização da fibra. As fibras sem tratamento são mais resistentes e rígidas e apresentam uma fina camada de lignina e extrativos, a qual reduz a entrada de água e age como uma barreira física e química aos produtos de hidratação dentro dos lumens. Como resultado, são menos suscetíveis à mineralização.

Uma observação da interface fibra-matriz cimentícia foi realizada por SAVASTANO e AGOPYAN (1999). Foram utilizadas fibras de malva, sisal e coco. Microscopia eletrônica de varredura e espectrometria de energia dispersiva foram utilizadas para análise da interface. Foi observado que a zona de transição é porosa, rica em portlandita e apresenta espessura de até 100 µm. Os autores relatam que a porosidade excessiva contribui para um desempenho macroestrutural inferior do compósito. A decoesão, resultado da variação dimensional da fibra, e a degradação da fibra, que com o tempo

⁴ Branqueamento é um processo químico de remoção da lignina (TONOLI et al., 2012).

torna-se a parte mais fraca do compósito, são fatores que contribuem para a redução da ductilidade do compósito.

SILVA *et al.* (2011b), realizaram um estudo sobre a interface fibra-matriz utilizando fibras de sisal em uma matriz cimentícia. Testes de arrancamento foram realizados em três diferentes seções transversais da fibra, a fim de investigar a influência da morfologia no comportamento mecânico de aderência. A fibra de sisal apresenta três formas de seção transversal: ferradura, localizada na periferia da folha da planta; fibra em forma de arco, localizada no centro da folha e fibra torcida, resultado do processo de extração. Os maiores valores de aderência foram encontrados para a fibra torcida com uma média de tensão adesional de 0,92 MPa e tensão friccional de 0,42 MPa. Como reforço contínuo em matrizes cimentícias, o ganho de aderência combinado com resultados de resistência à tração resulta em um compósito com comportamento *strain-hardening* e múltipla fissuração.

FERREIRA (2012) realizou ensaios de arrancamento em fibras de sisal com e sem tratamento, em comprimentos de embebimento de 25 e 50 mm. O tratamento utilizado consistiu de ciclos de molhagem e secagem, responsáveis pelo processo de hornificação (enrijecimento da estrutura polimérica das fibrocélulas). Os resultados de tensão adesional da fibra não tratada foram de 0,30 e 0,32 MPa, para comprimentos de embebimento de 25 e 50 mm, respectivamente. Após o tratamento esses valores passaram para 0,42 e 0,43 MPa. Relata o autor que a adesão fibra-matriz melhorou devido às modificações promovidas pela hornificação na estrutura da fibra. Os resultados de adesão aumentaram após 10 ciclos de molhagem e secagem. O aumento na adesão está relacionado à menor capacidade de absorção de água das fibras tratadas, o qual foi comprovado através dos ensaios de absorção e análises microestruturais. As seções das fibras sofreram variações menores quando saturadas, devido às modificações nas fibrocélulas com alargamento da lamela média e diminuição da área do lúmen.

No caso de compósitos cimentícios têxteis, o comportamento da adesão é completamente diferente de outros materiais utilizados como reforço, pois a seção transversal do tecido não é homogênea. Os tecidos são compostos por cordões, os quais são compostos por filamentos. Os filamentos externos têm contato direto com a matriz, sendo apenas uma parte do tecido ancorada na matriz (Figura 2.4a). Os filamentos

internos não são atingidos pelos produtos de hidratação do cimento, portanto ocorre apenas fricção entre os filamentos. No caso da Figura 2.4b, devido à impregnação do tecido, há uma ancoragem completa de todos os filamentos, tornando a aderência entre os filamentos (interna) maior que a aderência da fibra com a matriz (externa) REINHARDT *et al.* (2006).



Figura 2.4 – Exemplo de aderência tecido – matriz (a) Tecido sem impregnação - aderência interna > aderência externa (b) Tecido impregnado - aderência interna > aderência externa Adaptado de REINHARDT *et al.* (2006).

PELED *et al.* (2008b) apresentam uma comparação entre fibras de polipropileno (PP) e álcool polivinílico (PVA), em forma de cordão, quanto à aderência. Os cordões de PVA apresentaram adesão de 3,58 MPa e os de PP 0,81 MPa, para comprimento de embebimento de 5 mm. O cordão de PP com tratamento com detergente não-iônico, apresentou tensão adesional de 2,90 MPa. A fibra de PP em forma de filamento apresentou adesão média de 5 MPa. Os resultados mostraram que a geometria do reforço e o tratamento afetaram a adesão fibra-matriz. Os resultados para o cordão foram inferiores aos do filamento, devido ao fato de apenas os filamentos externos estarem em contato com a matriz. O tratamento melhorou a interface fibra-matriz, pois influenciou na afinidade química entre fibra e matriz e houve aumento na penetração dos produtos de hidratação entre os filamentos internos. Embora os autores tenham analisado a influência do tipo de fibra na interface fibra-matriz, a aderência na verdade é função do conjunto fibra-matriz.

PELED e BENTUR (2000) estudaram compósitos reforçados com diferentes geometrias de tecido. Foram utilizados tecidos com fios de baixo módulo (polietileno, polipropileno e Nylon) e alto módulo (Kevlar e Polietileno de Alta Densidade). A avaliação das

características da adesão dos compósitos foi feita com base nos ensaios de arrancamento do fio e do tecido, conforme Figura 2.5. O valor da carga máxima foi utilizado para calcular a adesão interfacial (obtido pela divisão da carga pela área de superfície do fio embebido). Embora esse valor tenha significado físico limitado, pois a distribuição de tensão adesional não é uniforme, pode servir como um parâmetro para comparar a eficiência de aderência de diferentes sistemas.



Figura 2.5 – Apresentação esquemática dos testes de arrancamento para determinar a aderência do (a) fio e (b) tecido (Fonte: PELED e BENTUR, 2000).

O tecido da Figura 2.6 (b) apresentou adesão menor que a do fio. A redução está entre 20 e 85%, sendo que a maior queda foi para fios com maior número de filamentos. Essa diminuição pode ser facilmente explicada pela compactação da matriz ao redor do feixe, que é interferida pelos pontos "tricotados". Esses pontos podem também unir os filamentos em feixes reduzindo a penetração da matriz. Já para o tecido da Figura 2.6 (a), a adesão do tecido é maior que a do fio, devido ao engaste que a geometria da tela induz e talvez à ancoragem fornecida pelos fios perpendiculares.



Figura 2.6 – Geometrias testadas: (a) tecido simples e (b) tecido "tricotado" e , (c) tecido "tricotado" em forma de ziguezague (Fonte: PELED e BENTUR, 2000).

As estruturas de tecido diferem pela forma como os fios são combinados, conforme ilustra a Figura 2.6. Em tecelagem, o urdume ou urdidura é o conjunto de fios dispostos longitudinalmente através dos quais a trama é tecida. No tecido da Figura 2.6 (a) os fios são passados um sobre o outro (tecido simples). Nos da Figura 2.6 (b) e 2.6 (c) os fios da direção da urdidura são tricotados, sendo que em (c) os fios estão em forma de ziguezague. Geralmente a eficiência do reforço leva em conta apenas os fios na direção longitudinal (na direção do carregamento), e os fios perpendiculares são tratados como não-estruturais, com a função de apenas manter os fios longitudinais no lugar durante a produção do compósito. Esse conceito pode não ser adequado em compósitos cimentícios onde micromecanismos de interação entre a matriz cimentícia e os fios individuais são mais complexos (PELED e BENTUR, 2000; SORANAKOM e MOBASHER, 2009).

O tecido tridimensional, 3D, é ilustrado na Figura 2.7. Esse tipo de material tem sido estudado para aplicação em painéis laminados, elementos de fachada e revestimentos. A utilização dessa geometria de fibra se deve ao bom comportamento mecânico de compósitos com esse reforço, devido ao aumento da aderência, a qual é fornecida pela estrutura e geometria dos fios no tecido (HAN *et al.*, 2014; ARMAKAN e ROYE, 2009; GU e ZHILI, 2002).



Figura 2.7 - Tecido tridimensional. Adaptado de ARMAKAN e ROYE (2009).

2.3.1. Modelo analítico na predição do comportamento da interface

A interface de compósitos cimentícios têxteis é complexa, devido à heterogeneidade da matriz e do reforço. O aumento do desempenho mecânico na matriz frágil é causado pelas fibras, e sua eficácia depende em parte das interações fibra-matriz. As interações particularmente importantes são: adesão física e química, atrito fibra-matriz e ancoragem mecânica induzida por deformação na superfície da fibra ou pela geometria como frisos e ganchos.

A aderência por cisalhamento é o principal mecanismo de interação fibra-matriz. É determinada através de ensaios de arrancamento (*pullout*) da fibra. Através da análise das cargas e deslocamentos que ocorrem, podem-se definir por modelos analíticos, as tensões de cisalhamento de aderência.

Modelos analíticos para testes de arrancamento de fibra podem ser classificados em: modelo de interface perfeita, modelo de mecânica da fratura e modelo de interface coesa. COX (1952) desenvolveu um modelo chamado de interface perfeita, no qual a aderência entre matriz e fibra era perfeita, sendo os deslocamentos e tensões considerados contínuos na interface. A interface entre fibra e matriz foi definida por um parâmetro de cisalhamento denominado *shear lag*, o qual era dependente do módulo de elasticidade da fibra e do módulo de cisalhamento da matriz, bem como das frações volumétricas de fibra e matriz. Nos compósitos, quando a tensão de cisalhamento excede a resistência ao cisalhamento da interface, a zona de decoesão é formada e a suposição de aderência perfeita é violada. Com base em várias suposições para simplificação do modelo (fibra e matriz são materiais elásticos; a interface é muito fina; as propriedades da matriz são as mesmas em qualquer ponto, entre outras), COX (1952) definiu as equações para a tensão de tração, $\sigma_f(x)$, na fibra e para a tensão cisalhante elástica na interface, $\tau(x)$, a uma distância x da extremidade da fibra:

$$\sigma_{f}(x) = E_{f} \cdot \varepsilon_{m} \cdot \left[1 - \frac{\cosh \beta_{1}(\frac{l}{2} - x)}{\cosh \frac{\beta_{1}l}{2}} \right]$$
Equação 2.1
$$\tau(x) = E_{f} \cdot \varepsilon_{m} \cdot \left[\frac{G_{m}}{2E_{f} \ln(R/r)} \right]^{1/2} \frac{\operatorname{senh} \beta_{1}(\frac{1}{2} - x)}{\cosh \frac{\beta_{1}l}{2}}$$
Equação 2.2

Sendo:

$$\beta_1 = \left[\frac{2G_m}{E_f r^2 \ln(R/r)}\right]^{1/2}$$
 Equação 2.3

Onde: R é o raio da matriz em torno da fibra; r, l e E_f são raio, comprimento e módulo da fibra, respectivamente e G_m é o módulo de cisalhamento da matriz na interface.

NAIRN (1997) examinou a adequação dos métodos *shear lag* para analisar a transferência de tensões e energia em problemas de fibra e matriz com simetria axial. Considerou a resistência de aderência constante na região pós-elástica, para simular a tensão friccional na região de decoesão. Devido à idealização do compósito, assumido como isotrópico com comportamento linear elástico, com perfeita aderência na região intacta, o método *shear lag* foi avaliado pelo autor como qualitativo na predição de transferência de tensões, uma vez que esse método foi desenvolvido considerando pequenos volumes de fibra e a forma adequada de utilizar esse método em grandes volumes seria utilizar um parâmetro de eficiência para β , ao invés de considerá-lo como constante.

Ao contrário do modelo de aderência perfeita, no modelo de mecânica da fratura da interface fibra-matriz, a liberação de energia cria fissuras ao longo da superfície da fibra, quando a tensão de cisalhamento excede a resistência limite. Esse tipo de modelo é raro, devido à dificuldade em medir a energia de decoesão crítica na interface (SORANAKOM, 2008; LARANJEIRA *et al.*, 2010). A interface é separada em um zona de completa aderência onde dois materiais estão intactos e outra região de decoesão, onde ocorrem danos. A tensão de cisalhamento na região de decoesão é assumida como tensão de cisalhamento friccional constante. KIM *et al.* (1991), GAO *et al.* (1988) e outros autores usaram essa premissa para derivar expressões da taxa de liberação de energia G.

Modelo de interface coesa, em que tensões de aderência ocorrem apenas devido ao deslizamento entre fibra e a matriz foi desenvolvido por NAAMAN *et al.* (1991). Os autores propuseram um modelo elástico com tensão de cisalhamento constante pós fissuração, através de equações diferenciais de segunda ordem. Na formulação do modelo, uma relação entre tensão de cisalhamento e deslizamento relativo em qualquer ponto ao longo da interface foi obtida.

2.4. DURABILIDADE

Um grande problema na utilização de fibras vegetais como reforço em matrizes cimentícias está relacionado à durabilidade do compósito. A perda de resistência desses compósitos ao longo do tempo se deve, em parte, à alcalinidade da matriz. A água presente nos poros é altamente alcalina, ocasionando dissolução da hemicelulose e lignina e hidrólise alcalina das moléculas de celulose, reduzindo o grau de polimerização e resistência das fibras. Além disso, os produtos de hidratação, principalmente o hidróxido de cálcio, migram para paredes, lumens e vazios das fibras, ocasionando mineralização das fibras. Modificações nas matrizes, como substituição parcial do cimento por material pozolânico, têm sido realizadas a fim de obter uma matriz livre de hidróxido de cálcio. A degradação de compósitos pode também ser atribuída aos danos ocorridos na interface fibra-matriz, devido a mudanças de volume das fibras dentro da matriz (GRAM, 1983; AGOPYAN *et al.*, 2005; TOLEDO FILHO *et al.*, 2003; CLARAMUNT *et al.*, 2011; SILVA *et al.*, 2010; LIMA, 2004; SAVASTANO *et al.*, 2009).

Compósitos reforçados com fibras vegetais apresentam perda de resistência a médio e longo prazo devido a danos causados às fibras, ou seja, alterações na estrutura, composição e propriedades mecânicas, resultado das reações químicas que ocorrem na matriz. Por um lado, a porosidade da matriz permite grandes variações no teor de umidade das fibras e isso pode acarretar em alterações morfológicas causando perda de aderência fibra-matriz. Por outro lado, a alta alcalinidade do cimento pode danificar as fibras podendo diminuir sua capacidade de reforço (ARDANUY *et al.*, 2011).

Muitos estudos sobre a redução da alcalinidade da matriz vêm sendo realizados a fim de diminuir a degradação da fibra e assim melhorar a durabilidade de compósitos com fibras vegetais. TOLEDO FILHO *et al.* (2000), observaram redução na resistência e tenacidade de compósitos reforçados com fibras vegetais devido ao enfraquecimento das fibras, resultado do ataque alcalino da matriz e da mineralização das fibras. BERGSTRÖM e GRAM (1984) observaram que a durabilidade de compósitos reforçados com fibras de sisal é melhorada pela redução da alcalinidade da água dos poros da matriz. Os autores realizaram substituição de 45% do cimento por sílica ativa, de granulação fina, o que provocou redução no valor do pH para níveis tão baixos que o compósito manteve resistência depois de ter sido submetido a envelhecimento acelerado.

TOLEDO FILHO *et al.* (2003) apresentam um estudo de durabilidade em compósitos com fibras vegetais de coco e sisal. Os autores realizaram carbonatação da matriz em um ambiente rico em CO_2 ; imersão das fibras em uma solução de sílica ativa antes de serem incorporadas à matriz; substituição parcial do cimento por sílica ativa ou escória de alto-forno e combinação de imersão da fibra em sílica com substituição parcial do cimento, a fim de se avaliar os efeitos na durabilidade. Foram produzidos compósitos com fibras longas (sisal), curtas (coco e sisal) e híbridos. Os resultados de testes de flexão indicaram que a fragilização dos compósitos reforçados com fibras de sisal pode ser reduzida em longo prazo, caso as fibras sejam previamente imersas numa solução de sílica ativa antes de serem adicionadas à matriz. A cura dos compósitos em ambiente rico em CO_2 se mostrou como uma alternativa promissora no aumento da durabilidade dos compósitos através da redução da alcalinidade da matriz, devido à adição de sílica. A substituição de 40% de cimento por escória não reduziu a fragilidade do compósito.

Um estudo sobre a durabilidade de compósitos com fibras longas de sisal foi realizado por TOLEDO FILHO et al. (2009). A fim de se obter uma matriz livre de hidróxido de cálcio (CH), parte do cimento foi substituída por metacaulinita e resíduo de tijolo moído. Os compósitos foram submetidos a envelhecimento acelerado, através de ciclos de molhagem e secagem (25, 50, 75 e 100 ciclos). Foram produzidos compósitos com 5 camadas de fibras. A durabilidade foi avaliada através do ensaio de flexão. Os resultados mostraram que a ductilidade dos compósitos sofreu redução com o processo de envelhecimento. Os compósitos que não foram submetidos ao processo de envelhecimento apresentaram comportamento de múltipla fissuração, enquanto que os que foram submetidos aos ciclos formaram apenas uma fissura. Em compósitos onde a matriz era livre de hidróxido de cálcio (CH) foi observado aumento de até 65% na tensão de primeira fissura após 100 ciclos. Foi realizada análise microestrutural onde observaram que as fibras de sisal, em compósitos livres de CH, não sofreram processo de mineralização, sendo um indicativo que a utilização de matrizes livres de CH pode ser uma alternativa promissora para aumentar a durabilidade de compósitos reforçados com fibras naturais.

SILVA *et al.* (2010) analisaram a durabilidade de compósitos laminados reforçados com fibras longas e alinhadas de sisal, submetidos às condições de envelhecimento acelerado, através da imersão dos compósitos em água quente. Mesmo após seis meses imersos em água a 60°C, os compósitos apresentaram comportamento de múltipla fissuração na flexão, além de mesmos valores de tenacidade e tensão de ruptura dos que não foram submetidos ao envelhecimento, 28 kJ/m² e 23,25 MPa, respectivamente. Foi utilizada matriz com baixo teor de hidróxido de cálcio, através da substituição parcial do cimento por metacaulinita e resíduo de tijolo moído.

RODRIGUES *et al.* (2010), investigaram a durabilidade de compósitos reforçados com fibras de bambu, em forma de polpa, através de ensaios de flexão. Os autores realizaram substituição parcial do cimento por cinza da casca do arroz. Dois tipos de cinza foram utilizados: uma com alto teor de carbono e outra com baixo teor, obtidas por diferentes processos de queima. Melhores resultados foram obtidos para os compósitos com cinza com baixo teor de carbono. Os autores observaram que um teor 30% de substituição não prejudicou a resistência à flexão e a rigidez dos compósitos e melhorou a adesão interfacial. Além da redução da alcalinidade da matriz, devido à reação pozolânica, as

partículas não reagidas de cinza, bem como os produtos de hidratação, preencheram os poros da matriz e interface, causando redução na porosidade total do compósito, levando à melhoria da resistência e menor susceptibilidade à deterioração das fibras.

Com a finalidade de melhorar a durabilidade desses compósitos, além de modificação na matriz, tratamentos são realizados nas fibras, a fim de remover impurezas na superfície e melhorar a estabilidade volumétrica da fibra e a transferência de tensões fibra-matriz. A aplicação de ciclos de molhagem e secagem nas fibras é um tipo de tratamento, cujo processo é conhecido como hornificação.

A hornificação causa às fibras redução na capacidade de retenção de água, além de modificações no comportamento mecânico (BRANCATO, 2008). Após os ciclos de molhagem e secagem, as paredes celulares da fibra entram em colapso, resultando em modificações de sua estrutura, como redução do diâmetro do lúmen e deformações nas paredes fibrocelulares (FERREIRA, 2012).

CLARAMUNT *et al.* (2011), realizaram um estudo sobre hornificação de fibras vegetais para melhorar durabilidade de compósitos cimentícios. Os autores submeteram fibras de polpa de celulose e algodão a quatro ciclos de molhagem e secagem e avaliaram o comportamento mecânico de compósitos produzidos com essas fibras, através de ensaios de compressão e flexão. Os resultados indicaram que o tratamento das fibras foi benéfico no comportamento mecânico e na durabilidade dos compósitos. Os compósitos reforçados com fibras tratadas apresentaram maior resistência à flexão entre 8% (compósitos com polpa de celulose) e 16% (com fibra de algodão), do que compósitos com fibras não-tratadas. A energia de fratura também foi maior nos compósitos com fibras tratadas. Houve uma diminuição da resistência após o envelhecimento, como esperado. No entanto, os compósitos com fibras tratadas mantiveram resistência na pós-fissuração e os compósitos com fibras não tratadas apresentaram comportamento semelhante à matriz sem reforço.

A remoção de impurezas e de materiais não celulósicos da fibra, feita através de tratamento alcalino (NaOH), proporciona melhoria na resistência à tração da fibra, além de promover melhor molhabilidade e melhor adesão fibra-matriz. O tratamento alcalino provoca a separação das fibras, aumentando a área superficial efetiva, propiciando

aumento nas propriedades mecânicas do compósito (ROSA *et al.*, 2009; SAHA *et al.*, 2010; RAY e SARKAR, 2001).

No tratamento conhecido como refino, comumente utilizado em fibras de polpa de celulose, as paredes celulares da parede primária das fibras se quebram, provocando separação das fibras e consequente aumento da área superficial da fibra. Devido à maior área de contato fibra-matriz, as fibras que passam por esse processo podem apresentar maior adesão fibra-matriz caracterizada pelos valores de alta resistência e baixa tenacidade, além da diminuição da tendência das fibras em serem arrancadas do compósito, comparadas às fibras não tratadas (COUTTS, 1987; MOHR, 2005).

MOHR *et al.* (2005) analisaram a durabilidade de compósitos reforçados com fibras de polpa de celulose. Foram realizados três tipos de tratamento na fibra: refino, branqueamento e secagem, a fim de se investigar qual deles minimiza os efeitos do envelhecimento e degradação dos ciclos de molhagem e secagem. Foi observado que, após 25 ciclos, todos os compósitos apresentaram perdas significativas de tensão de primeira fissura e tenacidade. Com base nos resultados de ensaios de flexão, comparados aos compósitos com fibra sem tratamento, os autores observaram que: o refino não afetou significativamente o comportamento mecânico do compósito após os ciclos; o branqueamento acelerou o processo de mineralização das fibras. Antes da exposição aos ciclos, os compósitos com fibras sem tratamento apresentaram comportamento mecânico à flexão superior à de compósitos com fibras branqueadas. Os compósitos onde as fibras passaram por processo de secagem exibiram estabilidade dimensional superior em comparação aos compósitos com fibras sem tratamento. No entanto, o estado de secagem das fibras não parece ter qualquer efeito significativo no desempenho do compósito durante a exposição aos ciclos de molhagem e secagem.

Outro tipo de tratamento das fibras envolve a impregnação com agentes bloqueadores e agentes repelentes à água. CANOVAS *et al.* (1990) utilizaram compostos orgânicos derivados da madeira, como taninos, colofônias e óleos vegetais no tratamento de fibras de sisal. Os compósitos com fibras tratadas apresentaram redução na mineralização das fibras, o que foi constatado através dos resultados dos ensaios de permeabilidade e flexão.

O tratamento empregado nessa pesquisa foi a impregnação com o polímero estirenobutadieno. O polímero forma um filme que protege a fibra, impedindo o contato da fibra com os produtos de hidratação. Esse polímero é comumente utilizado na impregnação de fibras de vidro e carbono (GAO *et al.*, 2008; SCHEFFLER *et al.*, 2009). SCHEFFLER *et al.* (2009) observaram melhoria na durabilidade de fibras de vidro impregnadas com estireno-butadieno, além de melhoria no comportamento mecânico de compósitos com essas fibras, através do aumento da resistência à álcalis, presentes na matriz. MÄDER *et al.* (2004) relatam aumento na adesão fibra-matriz em compósitos com fibras de vidro e carbono impregnadas com esse polímero. WEN e CHUNG (2001) utilizaram estireno-butadieno na produção de compósitos cimentícios com fibra de carbono, a fim de melhorar a dispersão das fibras.

A durabilidade de compósitos cimentícios com fibras vegetais está diretamente relacionada com o tipo de fibra e matriz, teor de fibra e métodos de envelhecimento. Compósitos reforçados com fibras que apresentam alto teor de lignina são mais sensíveis ao envelhecimento natural, pois a lignina e a hemicelulose são dissolvidas pela água presente nos poros, sendo, portanto mais suscetíveis ao ataque alcalino (MACVICAR *et al.*, 1999).

TOLEDO FILHO *et al.* (2000) investigaram a durabilidade de compósitos reforçados com fibras de sisal e coco, submetidos aos envelhecimentos acelerado e natural. As fibras foram tratadas com soluções de hidróxido de cálcio e sódio, além de serem mantidas imersas em água. Os compósitos reforçados com fibras tratadas e não tratadas foram testados à flexão, depois de submetidos a condições de envelhecimento acelerado (ciclos de molhagem e secagem) e envelhecimento natural. Houve significante redução na tenacidade após seis meses tanto de envelhecimento natural quanto envelhecimento acelerado. Os autores relataram que a densificação da matriz em torno da fibra ou a fragilização das fibras devido à migração dos produtos de hidratação podem ter contribuído para o aumento da tensão de primeira fissura e redução da tenacidade, através da redução da flexibilidade e capacidade de deformação das fibras.

MELO FILHO *et al.* (2013) analisaram os mecanismos de degradação de compósitos reforçados com fibra de sisal, submetidos aos envelhecimentos acelerado e natural. Os corpos de prova foram submetidos a 0, 5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e

secagem, além da exposição ao intemperismo por 28, 180, 365 dias e 5 anos. Os autores observaram que dois mecanismos são responsáveis pela degradação da fibra: mineralização da fibra devido à precipitação do hidróxido de cálcio na superfície da fibra e a degradação da celulose, hemicelulose e lignina, devido à absorção de íons de cálcio e hidroxila. Os resultados de flexão mostraram que para matrizes apenas de cimento houve completa perda de resistência e ductilidade após 25 ciclos de molhagem e secagem, enquanto que para matrizes com metacaulinita o comportamento mecânico foi levemente afetado pelo processo de envelhecimento. Em relação ao envelhecimento natural, de 28 dias a 5 anos houve aumento progressivo na rigidez do compósito, resultando na diminuição da tenacidade e densidade de fissuras.

A exposição ao envelhecimento natural leva à perda de resistência do material, devido também ao mecanismo de carbonatação. O processo de carbonatação preenche apenas os pequenos poros da matriz, e poderia proteger as fibras contra o ataque alcalino, uma vez que consome os álcalis presentes nos poros, porém o compósito pode sofrer lixiviação pela água dos produtos gerados pela carbonatação, aumentando a porosidade do material (SAVASTANO Jr. *et al.*, 2002; TONOLI *et al.*, 2011). Perda de tenacidade de compósitos submetidos ao intemperismo foi observado por SAVASTANO Jr. *et al.* (2002). Os autores explicam que essa perda pode estar relacionada à mineralização da fibra, que levou à fratura frágil do compósito e consequente baixa absorção de energia durante a fissuração.

Com base na revisão bibliográfica apresentada, pode-se observar que o emprego de fibras longas e alinhadas demonstra ser uma boa alternativa para o desenvolvimento de compósitos cimentícios reforçados com fibras vegetais. Essas fibras podem ser utilizadas na forma de tecido. A modificação da matriz através da substituição parcial do cimento por pozolanas e o tratamento das fibras, benéfico na maioria dos casos, aumentaram a durabilidade dos compósitos.

3. DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DA MATRIZ

3.1. INTRODUÇÃO

As matrizes utilizadas em compósitos cimentícios têxteis, também conhecidas em inglês como *textile reinforced concrete* (TRC), devem atender exigências especiais em relação ao processo de produção, propriedades mecânicas do compósito e durabilidade do reforço. Dentre os aspectos que devem ser considerados, garantir penetração da matriz no tecido, a fim de se obter adequada aderência e boa transferência de carga é um deles. Por isso, a consistência da matriz deve ser ajustada de acordo com as propriedades do tecido, geometria e processo de produção. Por exemplo, para tecidos que apresentam sucção por capilaridade e pequena malha, uma matriz altamente fluida é mais adequada. Em geral, a composição da matriz tem de atender requisitos como: compatibilidade química com o reforço têxtil, consistência adequada para a penetração completa no tecido, bem como para os processos de produção previstos e, finalmente, propriedades mecânicas de capacidade de carga dos elementos de TRC. Diferentes projetos e aplicações podem exigir composições especiais (BRAMESHUBER *et al.*, 2006).

Nesse trabalho, buscou-se utilizar uma matriz com baixo teor de hidróxido de cálcio, a fim de se evitar o processo de mineralização das fibras. Além disso, a matriz é fluida, para permitir a penetração da matriz no tecido e facilitar a moldagem dos compósitos. Foi realizada substituição parcial do cimento por metacaulinita e cinza volante, conforme apresentado na seção 3.3. A caracterização dos materiais foi feita através de difratometria de raios X para determinação da estrutura cristalina, fluorescência de raios X para determinação química, distribuição granulométrica e análise termogravimétrica. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Técnicas Análiticas (Labest/COPPE/UFRJ).

3.2. CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

Os materiais empregados no desenvolvimento da matriz foram: cimento CP II F32, fabricado pela Lafarge; cinza volante, produzida comercialmente pela Pozo Fly – Comércio de Cinzas Lima Ltda; metacaulinita da empresa Metacaulim do Brasil Indústria e Comércio Ltda; areia de rio passante na peneira 1,18 mm; superplastificante; polímero estireno butadieno para impregnação das fibras, com teor de sólidos de 50%, fabricado pela Lefatex Chemie. A caracterização dos materiais foi feita através de análise química, física e térmica.

O superplastificante utilizado foi o Hormitec SP 430, da marca Anchortec quartzolit, com formulação à base de naftaleno e teor de sólidos de 41%. O superplastificante tem massa específica em torno de 1,21 kg/dm³ e tempo de ação de 45 minutos, segundo informações fornecidas pelo fabricante.

O equipamento utilizado para determinação da composição química foi um espectrômetro de energia dispersiva de raios X (EDS), modelo EDX-720 da Shimadzu, com tubo de ródio e detector de silício-lítio (SiLi) resfriado por nitrogênio líquido. Os resultados são dados em percentuais dos óxidos, apresentados na Tabela 3.1.

A massa específica foi determinada em picnômetro a gás hélio, da marca Micromeritics, modelo AccuPyc 1340. Inicialmente é medida a massa da amostra e, quando inserida no equipamento, o valor da massa é registrado. O picnômetro a gás determina o volume verdadeiro de um sólido, por variação da pressão de um gás, numa câmara de volume conhecido. O gás hélio é comumente utilizado, pois, além de ser inerte, possui moléculas de pequeno tamanho, e por isso penetra facilmente nos poros da amostra. O equipamento fornece a massa específica média do número de leituras solicitado. Os valores de massa específica do cimento, cinza volante e metacaulinita constam na Tabela 3.1.

	Cimento CP II F32	Cinza volante	Metacaulinita		
CaO	70,91%	1,92%	0,26%		
SiO ₂	14,37%	51,65%	45,28%		
SO ₃	4,30%	1,60%	1,18%		
Al_2O_3	4,79%	33,28%	44,43%		
K ₂ O	0,33%	3,27%	1,43%		
SrO	0,27%	0,02%	0,01%		
TiO ₂	0,26%	1,22%	1,51%		
MnO	0,08%	0,05%	0,01%		
ZnO	0,06%	0,04%	0,01%		
Fe ₂ O ₃	4,32%	5,50%	4,90%		
P_2O_5	-	0,80%	0,84%		
BaO	-	0,42%	-		
ZrO_2	-	0,14%	0,04%		
Massa					
específica	3,19g/cm ³	2,38g/cm ³	$2,74g/cm^{3}$		

Tabela 3.1 – Composições química e física do cimento, cinza volante e metacaulinita.

Foi realizada difratometria de raios X para caracterização das fases cristalinas do cimento, metacaulinita e cinza volante. A técnica de difratometria de raios X permite a determinação da composição mineralógica do material. Foi utilizado o difratômetro da marca Bruker, modelo D8 Focus, com radiação de cobre (Cu-k α , $\lambda = 1,5418$ Å), operando a 40 kV e 40 mA. Para determinação das fases, foram realizadas varreduras com velocidade angular de 0,02° por segundo e intervalo de medida entre os ângulos de Bragg (20) de 5° e 80°.

As fases cristalinas do cimento predominantes foram alita e belita, como pode ser observado na Figura 3.1a. Os difratogramas da cinza volante e metacaulinita são apresentados na Figura 3.1b, onde pode ser observado um pequeno desvio na linha de base, entre os ângulos de Bragg de 20° e 30°, o que indica a existência de sílica e alumina no estado amorfo.



Figura 3.1 – Difratogramas (a) do cimento; (b) da cinza volante e metacaulinita.

A distribuição granulométrica do cimento, da cinza volante e da metacaulinita foi obtida pelo ensaio de granulometria a LASER, no equipamento *Malvern MasrterSizer 2000*. Para realização do ensaio a amostra do cimento foi dispersa em álcool etílico e as amostras de cinza e metacaulinita dispersas em água deionizada. As condições de ensaio foram: agitação de 1500 rpm, tempo de ultra-som de 2,5 min, obscuração entre 10 e 20% e tempo de dispersão de 5 min. A Figura 3.2 apresenta as curvas granulométricas desses materiais.



Figura 3.2 - Curvas granulométricas do cimento, cinza volante e metacaulinita.

Como pode ser observado na Figura 3.2, as curvas granulométricas do cimento, da cinza volante e da metacaulinita são semelhantes. Os tamanhos das partículas variam entre 0,3 μ m e 150 μ m. A Tabela 3.2 apresenta os diâmetros D50, D80 e D95 dos materiais cimentícios, que são definidos como os tamanhos de partícula abaixo dos quais se encontram 50%, 80% e 95% da massa do material, respectivamente.

Diâmetro	Cimento (µm)	Cinza Volante (µm)	Metacaulinita (µm)
D50	20,2	19,0	21,6
D80	37,8	45,5	50,5
D95	60,5	89,5	104,7

Tabela 3.2 – Diâmetro dos materiais cimentícios (D95, D80 e D50).

O agregado miúdo natural utilizado foi uma areia de rio, de massa específica 2,68 g/cm³ e módulo de finura igual a 2,28. A granulometria foi realizada em agitador mecânico, marca Mesh, em peneiras de abertura (em mm): 0,15; 0,30; 0,60 e 1,18. A curva da distribuição granulométrica da areia é mostrada na Figura 3.3. Os diâmetros D50, D80 e D95 da areia são: 0,53 mm, 0,89 mm e 1,11 mm, respectivamente.



Figura 3.3 – Curva granulométrica da areia.

3.3. DOSAGEM E PROCESSAMENTO DA MATRIZ

Foram realizados ensaios de consistência padrão, conforme a norma da ABNT, NBR 7215/1996, em cinco amostras diferentes, a fim de se avaliar a reologia das misturas. O traço adotado foi modificado a partir do traço utilizado por MELO FILHO (2005), 1:1:0,4 (material cimentício: areia: água/material cimentício), com teor de superplastificante de 2,5%. A diferença está nos constituintes utilizados na substituição parcial do cimento. MELO FILHO (2005) substituiu 50% da massa de cimento por 30% de metacaulinita e 20% de tijolo moído. MELO FILHO (2012) também utilizou traço semelhante, utilizando apenas metacaulinita como substituição parcial do cimento. Nesse trabalho, a substituição parcial do cimento foi por metacaulinita e cinza volante. As variações foram feitas nos teores de metacaulinita (MK) e cinza volante (CV), a fim de se obter uma matriz com baixo teor de hidróxido de cálcio. A matriz 40MK 10CV, por exemplo, contém 40% de metacaulinita e 10% de cinza volante. A Tabela 3.3 apresenta o consumo de materiais em kg/m³. O consumo médio de cimento por m³ de argamassa foi de 444 kg, o de areia de 888 kg e o de água 355 kg.

Matriz	Metacaulinita	Cinza volante
40MK 10CV	358	89
30MK 20CV	267	178
25MK 25CV	222	222
20MK 30CV	177	266
10MK 40CV	88	353

Tabela 3.3 – Consumo de metacaulinita e cinza volante utilizados para o ensaio de consistência padrão (kg/m³).

A preparação das misturas foi realizada em argamassadeira com capacidade de 5 L, na seguinte sequência: mistura dos materiais secos, por 2 min, em baixa velocidade (136 rpm); adição, aos poucos, do superplastificante diluído em água deionizada, por cerca de 1 min; mistura por 2 min em baixa velocidade e por fim, homogeneização da mistura por mais 2 min na velocidade média (281 rpm). A Figura 3.4 ilustra o processo de mistura dos materiais.



Figura 3.4 - Preparação das misturas para o ensaio de consistência padrão (25MK 25CV).

3.3.1. Propriedades da matriz no estado fresco

3.3.1.1. Consistência

O ensaio de consistência padrão, realizado conforme a norma NBR 7215/96, seguiu os seguintes procedimentos: colocação da argamassa no tronco de cone em três camadas de mesma altura; aplicação de golpes em cada camada (15, 10 e 5 golpes na primeira, segunda e terceira camadas, respectivamente); remoção do excesso de argamassa e alisamento da superfície com o auxílio de uma régua; retirada da forma e aplicação de golpes através da movimentação da manivela (30 vezes em 30 segundos). O índice de consistência é a média aritmética das medidas de dois diâmetros ortogonais. A norma diz ainda que o ensaio deve ser repetido sempre que houver diferença maior que 5 mm entre as duas medidas. A Figura 3.5 ilustra parte do ensaio de consistência.



Figura 3.5 – Ensaio de consistência da matriz 25MK 25CV.

Os resultados de consistência padrão para essas misturas são apresentados na Tabela 3.4. Observa-se que, à medida que se diminui a proporção de metacaulinita e aumenta a de cinza, a matriz se torna mais fluida, o que se constata através de valores maiores para o índice de consistência. Isso ocorre devido ao fato de a metacaulinita absorver uma grande quantidade de água presente na mistura.

Motriz	Índice de		
Iviauitz	Consistência (mm)		
40MK 10CV	386		
30MK 20CV	410		
25MK 25CV	422,5		
20MK 30CV	427,5		
10MK 40CV	430		

Tabela 3.4 – Resultados de índice de consistência.

3.3.1.2. Ponto de saturação

A fim de se determinar o teor ótimo de superplastificante, foi realizado ensaio de consistência para a matriz 40MK 10CV (essa matriz foi escolhida por apresentar menor quantidade de hidróxido de cálcio, como apresentado nos resultados de termogravimetria, na seção 3.3.3.1). Foram utilizados teores de 1; 1,5; 2; 2,5 e 3% de superplastificante. Nesse ensaio normalmente são dados golpes com a manivela antes da leitura dos diâmetros. Para efeito de comparação, foi realizado o ensaio com e sem golpes.

O teor ótimo de superplastificante foi definido com base nos resultados de consistência padrão. O ensaio foi realizado com e sem a aplicação de golpes dados com a manivela. O ponto de saturação foi o mesmo para os resultados de consistência com e sem golpes, de 2,5%, como mostra a Figura 3.6.



Figura 3.6 – Ponto de saturação do superplastificante para a matriz 40MK 10CV.

3.3.2. Propriedades da matriz no estado endurecido

3.3.2.1. Comportamento térmico

O estudo de uma matriz com baixo teor de hidróxido de cálcio foi realizado através de ensaios de termogravimetria. Conforme mencionado anteriormente, foi realizada substituição parcial do cimento (50%). Foram produzidas pastas com cimento, metacaulinita (MK), cinza volante (CV) e água (fator água/material cimentício = 0,4), variando os teores de metacaulinita e cinza (10MK 40CV, 20MK 30 CV, 25MK 25CV, 30MK 20CV e 40MK 10CV). Por exemplo, a matriz 10MK 40CV possuía 10% de metacaulinita e 40% de cinza volante. Os ensaios foram realizados após 28 dias de cura.

As análises termogravimétricas foram realizadas no equipamento modelo SDT Q600 TGA/DTA/DSC simultâneo da TA Instruments (Figura 3.7). Na análise das pastas o equipamento operou com uma taxa de aquecimento de 10°C/min da temperatura ambiente até aproximadamente 1000°C, em atmosfera de nitrogênio e fluxo do registrador de 100 mL/min. Os ensaios foram feitos em cadinhos de platina. As

amostras foram inicialmente mantidas em isoterma de 35°C por 1 h no interior do equipamento para a liberação da água livre.



Figura 3.7 – (a) Equipamento utilizado para análise térmica e (b) detalhe do cadinho.

As curvas de termogravimetria (TG) são normalmente apresentadas em relação à massa inicial da amostra. Inicialmente, para efeito de comparação, as amostras foram colocadas em mesma base, ou seja, em relação à base calcinada da amostra (DWECK *et al.*, 2000). Os valores de massa foram divididos pela respectiva massa calcinada (Eq. 3.1):

$$M_{bc} = \frac{M_i}{M_c} x100$$
 Equação 3.1

Onde M_{bc} é a massa percentual na temperatura T em base calcinada, M_i a massa percentual numa temperatura T em relação à base massa inicial e M_c é a massa calcinada percentual da amostra, na base da massa inicial. As perdas relativas à decomposição do hidróxido de cálcio e do carbonato de cálcio foram calculadas através das reações estequiométricas, conforme Equações 3.2 e 3.3.

$$Ca(OH)_2 \leftrightarrow CaO + H_2O$$
 Equação 3.2

perda de massa teórica = 24,32% da massa de Ca(OH)₂ na amostras

$$CaCO_3 \leftrightarrow CaO + CO_2$$
 Equação 3.3

perda de massa teórica = 44,00% da massa de CaCO₃ na amostras.

Como pode ser observado na Figura 3.8, nas curvas de termogravimetria derivada (DTG), o pico entre 50° e 200°C corresponde à decomposição da etringita e do silicato de cálcio hidratado (C-S-H). Entre 380° e 450°C ocorre a desidroxilação do hidróxido de cálcio e entre 600° e 700°C ocorre a carbonatação do carbonato de cálcio (DWECK *et al.*, 2009; NEVES JUNIOR *et al.*, 2012; ROCHA *et al.*, 2013; MELO FILHO *et al.*, 2013).



Figura 3.8 - Curvas de TG / DTG - Matrizes em relação à massa inicial da amostra.

Na Tabela 3.5 são apresentados os valores das perdas de massa em relação à base calcinada do cimento. Como todas as amostras têm mesmo percentual de cimento e a quantidade de hidróxido de cálcio está relacionada às reações de hidratação do cimento, as amostras foram colocadas na mesma base (em base à massa calcinada do cimento), segundo roteiro de cálculo proposto por DWECK *et al.* (2000). Conforme pode ser observado, a matriz que consumiu maior teor de hidróxido de cálcio (CH) foi a 40MK 10CV (menor teor de CH: 0,69%). Portanto, essa foi a matriz utilizada na produção dos compósitos. Os valores do resíduo a 1000°C são referentes à massa inicial da amostra.

Pasta	H ₂ O combinada total (%)	CH (%)	CaCO ₃ (%)	Resíduo a 1000°C (%)
Referência	19,34	23,06	12,08	69,35
10MK 40CV	24,36	12,95	11,13	72,42
20MK 30CV	24,31	6,72	8,87	72,10
25MK 25CV	30,27	4,51	9,90	70,23
30MK 20CV	25,16	3,95	8,33	70,25
40MK 10CV	24,68	0,69	8,26	70,38

Tabela 3.5 – Percentuais calculados em base à massa calcinada do cimento. (Resíduos em relação à massa inicial da amostra).

3.3.2.2. Comportamento da matriz sob tração, compressão e flexão

A caracterização mecânica da matriz 40MK 10CV, com 2,5% de superplastificante foi realizada através de ensaios de tração, compressão e flexão. Os ensaios de tração e flexão foram realizados na máquina de ensaios universais Shimadzu AGX 100 kN. A célula de carga utilizada no ensaio de tração foi de 50 kN e velocidade de ensaio de 0,5 mm/min. As dimensões dos corpos de tração eram de 400 mm x 60 mm x 17 mm (comprimento x largura x espessura). Os deslocamentos foram medidos por dois LVDTs posicionados nas laterais dos corpos de prova, com comprimento de medida de 150 mm, sendo considerado o valor médio obtido através das leituras dos dois LVDTs. Os ensaios foram realizados aos 28 dias.

Os ensaios de compressão foram realizados em uma máquina de ensaios universais Shimadzu, modelo UH-F 1000 kN, com capacidade de carga de 1000 kN, aos 28 dias. Os ensaios foram executados a uma taxa de 0,05 mm/min. Foram utilizados três corpos de prova cilíndricos, com 100 mm de altura e 50 mm de diâmetro. Os corpos de prova foram faceados antes de serem submetidos ao ensaio, a fim de se regularizar a superfície. A regularização da superfície evita a concentração de tensões na face do corpo de prova. Os deslocamentos axiais foram medidos por dois LVDTs, com comprimento de medida de 50 mm, acoplados a anéis metálicos e posicionados na região central do corpo de prova. O valor do deslocamento foi o valor médio dos deslocamentos obtidos pelos LVDTs. A Figura 3.9 ilustra os equipamentos utilizados nos ensaios de tração e compressão.



Figura 3.9 – Máquinas de ensaios universais (a) ensaio de tração e (b) ensaio de compressão.

Foram realizados ensaios de flexão em quatro pontos, na mesma máquina em que foram realizados os testes de tração, aos 28 dias. As dimensões dos corpos de prova eram 400 mm x 60 mm x 12 mm (comprimento x largura x espessura). A célula de carga utilizada foi de 100 kN, velocidade de deslocamento de 0,1 mm/min e vão entre apoios extremos de 300 mm. Os deslocamentos foram medidos por um LVDT posicionado no meio do vão. A Figura 3.10 ilustra o ensaio de flexão.



Figura 3.10 – Detalhe do ensaio de flexão: câmera acoplada ao ensaio para aquisição de imagens.

Nas Figura 3.11a e 3.11b são apresentadas as curvas de tensão *versus* deformação dos ensaios de tração e compressão, respectivamente. Na Tabela 3.6 estão sumarizados os resultados (médios de três corpos de prova), de tensão, deformação e módulo de elasticidade. Os valores de desvio padrão estão entre parênteses. O módulo de

elasticidade foi obtido no trecho linear até 40% da carga máxima (obtido pela inclinação da linha de tendência da origem até 40% da carga máxima). A matriz apresentou resistência à tração de 1,66 MPa e módulo de 17,26 GPa. Quanto ao comportamento à compressão, os valores médios de resistência e módulo foram 59,59 MPa e 20,48 GPa, respectivamente.

A curva tensão equivalente de flexão *versus* deslocamento da matriz 40MK 10CV é apresentada na Figura 3.11c. São apresentados resultados médios de três amostras, na Tabela 3.6. Foram obtidos valores de tensão ($\sigma_{1^{a}f}$) e deslocamento ($\delta_{1^{a}f}$) de primeira fissura. Os valores de tensão foram calculados utilizando-se a equação 3.4.

$$\sigma = \frac{6M}{bd^2}$$
 Equação 3.4

Onde: " σ " é a tensão na flexão; "M" o momento fletor no meio do vão; e "b" e "d" dimensões da base e altura dos corpos de prova, respectivamente.

Tabela 3.6 – Resultados dos ensaios de tração, compressão e flexão da matriz 40MK 10CV. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.

Matriz	Tração		Compressão			Flexão			
40MK	σ _{max} (MPa)	ε _{max} (%)	E _t (GPa)	σ _{max} (MPa)	ε _{max} (%)	E _c (GPa)	P _{1^af} (kN)	σ _{1^afr} (MPa)	$\delta_{l^{a}fr}$ (mm)
100 0	1,66	0,012	17,26	59,59	0,51	20,48	0,12	5,50	0,55
	(0,07)	(0,004)	(3,73)	(0,35)	(0,054)	(1,38)	(0,03)	(0,85)	(0,24)



Figura 3.11 – Curva tensão *versus* deformação da matriz 40MK 10CV (a) na tração direta e (b) compressão e (c) curva tensão equivalente *versus* deslocamento da matriz 40 MK 10 CV.

3.4. CONCLUSÃO

Nesse Capítulo foram apresentadas a definição e caracterização da matriz. Ensaios de consistência padrão e termogravimetria na definição da matriz foram realizados. Como o objetivo era utilizar uma matriz com baixo teor de hidróxido de cálcio para aumentar a durabilidade de compósitos reforçados com fibras vegetais, substituição parcial do cimento por metacaulinita e cinza volante foi realizada. Diferentes teores de metacaulinita e cinza foram estudados e com base nos resultados de análise

termogravimétrica, a matriz escolhida foi a que apresentou menor teor de hidróxido de cálcio (40MK 10CV – 0,69% de CH). Definida a matriz, foi determinado o teor ótimo do superplastificante, de 2,5%, com base no ensaio de consistência padrão. Esse teor proporcionou uma matriz fluida, requisito importante na produção de compósitos com o tipo de reforço empregado. A caracterização mecânica da matriz 40MK 10CV foi realizada através de ensaios de tração, compressão e flexão. A matriz apresentou resistência à tração foi de 1,66 MPa, resistência à compressão de 60 MPa.

4. CARACTERIZAÇÃO DO REFORÇO

4.1. PROGRAMA EXPERIMENTAL

Nesse Capítulo é apresentada a caracterização da fibra de juta. No filamento de juta foi realizada análise da composição química, morfologia, índice de cristalinidade, bem como seu comportamento mecânico sob tração direta. O polímero estireno butadieno empregado no tratamento por impregnação também é apresentado, bem como a determinação do período de tratamento. As fibras de juta na forma de cordão e tecido, sem e com tratamento com polímero foram também testados sob tração direta, como ilustra o programa experimental (Figura 4.1).



Figura 4.1 – Programa experimental de caracterização do reforço.

Além do estudo realizado na fibra de juta, são apresentados também os resultados de tração de outras fibras naturais (sisal, curauá, piaçava e coco) e realizado um comparativo quanto à influência da morfologia e composição química na resistência à tração dessas fibras.

4.2. MATERIAIS E MÉTODOS

4.2.1. Fibras de sisal, coco, piaçava e curauá

As fibras sob a forma de filamento de sisal, coco, piaçava, curauá e juta foram submetidas a ensaios de tração, para comparativo quanto à influência da morfologia e composição química na resistência à tração. A fibra de sisal foi fornecida pela Associação de Desenvolvimento Sustentável e Solidário da Região Sisaleira (APAEB), do município de Valente, Bahia. A fibra de sisal é extraída da folha da planta *Agave sisalana* pelo processo mecânico chamado decorticação. Nesse processo, as folhas são esmagadas por um rolo em movimento coberto de facas, onde somente as fibras prevalecem.

A fibra de curauá foi fornecida pela empresa Pematec (Santarém, Pará). A fibra de curauá, produzida na região Amazônica, é extraída da folha da planta *Ananas Erectifolius*, por um processo semelhante ao utilizado no sisal. A fibra de piaçava é da região de Ilhéus, Bahia, extraída do talo das folhas da planta *Attalea funifera*, mais especificamente do pecíolo das folhas. O processo utilizado para a extração da fibra foi manual. A fibra de coco foi fornecida pela Cooperativa de beneficiamento da casca do coco verde (Coobcoco) de Fortaleza, Ceará. A fibra de coco é uma fibra de superfície, pois é retirada da casca do coco. O processo de extração da fibra é tradicionalmente feito por maceração e alguns procedimentos de decorticação.

4.2.2. Fibra de juta: filamento, cordão e tecido

A fibra de juta provém da região Amazônica. É extraída entre a casca e o talo interno da planta *Corchorus capsularis* por uma combinação de processos que consiste nas seguintes etapas: corte, maceração, desfibramento, secagem, enfardamento e classificação.
A fibra de juta apresenta a seguinte composição química: 72 % de celulose, 8,1 % de lignina e 12,8 % de hemicelulose. O índice de cristalinidade é de 75,2 % (a obtenção desses teores é apresentada no comparativo com as outras fibras naturais). A morfologia do filamento de juta apresenta grande variabilidade quanto à espessura das paredes celulares, número e diâmetro dos lumens, como pode ser observado Figura 4.2.



Figura 4.2 – Diferentes morfologias das fibras de juta (imagens obtidas em MEV).

A fibra de juta, encontrada comercialmente sob a forma de tecido, foi utilizada na produção dos compósitos. O "tex" é unidade têxtil para densidade linear, equivalente a g/km, ou seja, a massa em gramas de 1000 m de fio. O cordão de juta sem tratamento possui densidade linear 326 tex e o cordão tratado 639 tex. No tecido, os fios na direção longitudinal têm espaçamento diferente dos fios dispostos transversalmente. Na direção transversal a abertura da malha é 2,7 cordões/cm, e na direção longitudinal 3,5 cordões/cm. A Figura 4.3 ilustra o tecido utilizado. A massa específica da juta é 1,61 g/cm³ e foi determinada em picnômetro a gás hélio.



Direção longitudinal (3,5 cordões/cm)

Figura 4.3 – Detalhe da abertura da trama do tecido de juta.

4.2.3. Tratamento por impregnação

Como apresentado na revisão bibliográfica, existem vários tipos de tratamento de fibras. O tratamento empregado nessa pesquisa foi o tratamento por impregnação com polímero estireno butadieno. Além da modificação na matriz através da substituição parcial do cimento, o tratamento da fibra apresenta-se como alternativa na melhoria da durabilidade do compósito, uma vez que o polímero tem como finalidade formar uma barreira física para proteger a fibra do contato com os produtos de hidratação. Esse tratamento foi escolhido com base em resultados obtidos anteriormente e como continuidade da pesquisa de Pós-Doutorado do Prof. Romildo Dias Toledo Filho, cujo trabalho é apresentado no artigo de durabilidade química, anexado a essa tese (Anexo IV). A Tabela 4.1 apresenta a estrutura molecular e propriedades físicas do polímero estireno butadieno, fornecidas pelo fabricante.

Tabela 4.1 - Estrutura molecular e propriedades físicas do estireno butadieno.

Estrutura Molecular	Propriedades físicas		
	Aspecto: Líquido branco com		
	odor característico		
	Teor de sólidos: $50 \pm 1 \%$		
	Viscosidade dinâmica (20°C):		
\sim	400 – 850 mPa.s		
	pH: 6,5 ± 1,5		
	Massa específica: 1 g/cm ³		

4.2.3.1. Capacidade de absorção do tecido em água e polímero

Para definir o tempo de impregnação do tecido com polímero foi realizado ensaio de absorção do tecido em água e no polímero. Para isso, foram utilizadas cinco amostras para cada ensaio, retiradas do tecido, de dimensões 10 cm x 10 cm. As amostras foram secas em estufa (40°C) até constância de massa. Posteriormente, foram imersas em água e polímero e leituras de massa foram feitas inicialmente a cada 2 min, depois a cada 10 min até 1 h, além de leituras a 120 e 210 min. Para efeito comparativo, ensaio de absorção na fibra tratada também foi realizado.

4.2.4. Comportamento mecânico

4.2.4.1. Ensaio de tração direta nos filamentos

Os testes de tração foram realizados em uma máquina de ensaios universais modelo Shimadzu AGX 100 kN. Os ensaios foram conduzidos por controle do deslocamento a uma taxa de deformação de 0,005 min⁻¹. Foram realizados ensaios em diferentes comprimentos (10 a 60 mm para o filamento de juta; 40 mm para as demais fibras) e selecionados os resultados de 15 amostras por comprimento, realizados com sucesso. Foi utilizada célula de carga de 1 kN. A Figura 4.4 mostra as garras utilizadas nesse ensaio e o detalhe do corpo de prova.



Figura 4.4 – (a) Arranjo do ensaio de tração conforme ASTM C1557: (a) detalhe das garras e (b) corpo de prova.

As fibras foram testadas nas condições em que foram recebidas. Foram utilizados na preparação dos corpos de prova: papel 90 g/m², fita crepe e fita metálica de alumínio. A preparação do corpo de prova foi feita conforme a norma ASTM C1557, como ilustra a Figura 4.5.



Figura 4.5 – Montagem do corpo de prova: (a) molde de papel para fixação das fibras; (b) preparação do corpo de prova para o ensaio e (c) detalhe do corte do papel antes do ensaio.

A flexibilidade da máquina foi obtida através da curva deslocamento/força *versus* comprimento, conforme metolodogia aplicada por SILVA *et al.* (2008), CHAWLA *et al.* (2005) e proposta pela ASTM C1557. O deslocamento total do sistema, durante a realização do teste de tração na fibra, δ_t , é dado por:

$$\frac{\delta_t}{E} = \left[\frac{1}{EA}\right]l + c$$
Equação 4.1

Sendo *c* a flexibilidade da máquina, *F* a força aplicada, *E* o módulo de elasticidade da fibra e *A* a área da seção transversal da fibra. Através dos pontos δ_t /F *versus* comprimento (l), obteve-se uma reta com inclinação 1/EA, sendo *c* o ponto que intercepta o eixo vertical. O desenvolvimento da fórmula se encontra no Anexo I.

4.2.4.2. Ensaio de tração direta no cordão e no tecido de juta

Os ensaios de tração no cordão e no tecido foram realizados na mesma máquina de ensaios do filamento, porém para o cordão foram utilizadas garras diferentes, apropriadas para o cordão, como ilustra a Figura 4.6. As amostras de cordões foram retiradas do tecido. Para o ensaio no cordão foi utilizada célula de carga de 5 kN e velocidade de ensaio de 1,25 mm/min. As amostras possuíam 250 mm de comprimento e o deslocamento foi medido com o auxílio de extensômetro (*clip gage*) de 50 mm. Para

o tecido, foram utilizadas as mesmas garras do ensaio do filamento. Foi utilizada célula de carga de 1 kN, mesma velocidade do ensaio do cordão e *clip gage* de 200 mm. As amostras foram cortadas em retângulos de 60 mm x 250 mm (largura x comprimento) e devido à diferença na abertura da malha, as amostras foram separadas de acordo com o número de cordões. As amostras foram convencionadas como "direção longitudinal" as que possuíam 21 fios no comprimento de 60 mm e como "direção transversal" as que possuíam 16 fios em 60 mm. Uma fita adesiva foi colada na extremidade das amostras para facilitar a fixação às garras.



Figura 4.6 – Arranjo do ensaio de tração (a) no cordão e (b) no tecido de juta.

Para cálculo dos valores de tensão suportados pelo cordão e pelo tecido, a área da seção transversal foi estimada da seguinte forma: foi realizada contagem do número de filamentos em 5 amostras de cordão. O valor médio de filamentos em cada cordão foi de 141 filamentos de juta. Portanto, a área utilizada nos resultados do cordão foi estimada em 141 x área média do filamento⁵ (141 x 0,0034 mm² = 0,48 mm²). No tecido, como a abertura da malha é diferente nas duas direções, a área estimada foi: número de cordões x área estimada do cordão. A Figura 4.7 ilustra a seção transversal do cordão.

⁵ A área do filamento considerada foi a média das áreas da seção transversal de todos os corpos de prova de fibra de juta testados, em diferentes comprimentos, obtidas em MEV e medidas no ImageJ.



Figura 4.7 – Micrografia do cordão de juta.

4.2.5. Análise Microestrutural

Para análise microestrutural foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura (MEV) FEI Quanta 400, do Laboratório Multiusuário do Setor de Caracterização Tecnológica do CETEM (Centro de Tecnologia Mineral). As fibras foram previamente recobertas com aproximadamente 20 nm de prata para se tornarem condutoras e mais adequadas à análise ao MEV. O MEV foi operado sob uma tensão de aceleração de 25 kV e uma distância de trabalho de aproximadamente 30 mm. Posteriormente, com as imagens obtidas, foi medida a área da seção transversal de cada fibra no software ImageJ. Foi feito um contorno na seção transversal da fibra para obtenção da área, como ilustrado na Figura 4.8. Com o valor da área foi feito o cálculo da tensão suportada pela fibra. As imagens foram também utilizadas para o comparativo das fibras quanto à morfologia em relação à espessura de parede celular e área de lumens.



Figura 4.8 – Contorno ImageJ para determinação da área das seções transversais das fibras (filamentos).

4.2.6. Composição química e índice de cristalinidade

As análises químicas das fibras foram realizadas no Laboratório de Celulose e Papel, da Universidade Federal de Viçosa. Foi feita avaliação química fina das amostras quanto aos seus teores de celulose, hemiceluloses, ligninas solúveis e insolúveis em ácido, bem como teor de extrativos. Foi informado pelo laboratório que a preparação das amostras e a determinação do teor de umidade foram realizadas de acordo com o procedimento padrão da *Technical Association of the Pulp and Paper Industry* (TAPPI), T257 cm-85. Os teores de extrativos totais foram determinados conforme o procedimento padrão da TAPPI, T264 cm-97.

Os teores de celulose e de hemicelulose foram calculados a partir dos açúcares individuais. Os teores de lignina solúveis em ácido foram determinados de acordo o procedimento padrão da TAPPI, *Useful method* UM 250 (1), e os de lignina insolúveis de acordo com uma adaptação do procedimento padrão da TAPPI, T222 om-98.

A celulose é um constituinte importante na resistência da fibra. É importante o conhecimento da cristalinidade da fibra, diretamente relacionada à celulose. A fim de comparar os resultados dos teores de celulose das fibras, foi utilizada a técnica de difratometria de raios X para determinar o índice de cristalinidade das fibras de sisal, juta e curauá. Foi utilizado o difratômetro da marca Bruker, modelo D8 Focus, com

radiação de cobre (Cu-k α , $\lambda = 1,5418$ Å), operando a 30 kV e 35 mA, do Laboratório de Técnicas Analíticas (Labest/COPPE/UFRJ). As amostras foram apicoadas em partículas de tamanho menor que 1 mm e compactadas em porta-amostra. Para determinação das fases, foram realizadas varreduras com velocidade angular de 0,05° por segundo e intervalo de medida entre os ângulos de Bragg (2 θ) de 10° e 40°. Uma forma bastante empregada na determinação do índice de cristalinidade (IC) é através da equação empírica de SEGAL *et al.* (1959) apud RONCERO *et al.* (2003):

$$IC(\%) = \frac{(I_{\text{max}} - I_{\text{min}})}{I_{\text{max}}} x100$$
 Equação 4.2

Onde o índice de cristalinidade é uma relação entre os picos de intensidade máxima (I_{max}), atribuída à região cristalina ($2\theta = 22,5^{\circ}$), e o pico de intensidade mínima (I_{min}), referente à região não cristalina ($2\theta = 18^{\circ}$).

4.3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.3.1. Resultados dos ensaios de tração direta no filamento, cordão e tecido de juta sem tratamento

Os resultados de módulo dos filamentos foram corrigidos através do cálculo de flexibilidade da máquina. Para cálculo da flexibilidade da máquina *c* foram utilizadas fibras de juta de 10, 20 e 30 mm, como apresentado na Figura 4.9a. A Figura 4.9b mostra a curva da fibra de juta com e sem correção do módulo. A flexibilidade da máquina foi obtida através da curva deslocamento/força *versus* comprimento, sendo *c* o ponto que intercepta o eixo vertical.



Figura 4.9 – (a) Curva deslocamento/força *versus* comprimento para obtenção da flexibilidade da máquina c e (b) tensão *versus* deformação da fibra de juta mostrando a diferença entre dados com e sem correção do módulo.

A Tabela 4.2 apresenta os resultados encontrados para os diferentes comprimentos, com os desvios padrões entre parênteses. São valores médios de 15 amostras selecionadas por comprimento. De acordo com a análise estatística de variância (ANOVA), ao nível probabilístico de significância de 5%, não houve diferença significativa nos valores de tensão para os diferentes comprimentos, enquanto os valores de módulo de elasticidade apresentaram variação significativa. A variabilidade no módulo está provavelmente relacionada à variabilidade na microestrutura das fibras de juta e possíveis danos ocorridos durante o processo de extração. Assim como observado para o módulo de elasticidade, a resistência à tração e a capacidade de deformação parecem não ser função do comprimento.

Juta	Tensão Máxima (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Deformação (%)	Módulo de Weibull	Área (mm²)
20 mm	314 (131)	35,2 (15,1)	0,9 (0,3)	2,09	0,004 (0,003)
30 mm	263 (65)	37,7 (9,2)	0,7 (0,2)	3,78	0,003 (0,001)
40 mm	249 (89)	43,9 (12,3)	0,6 (0,2)	2,74	0,004 (0,001)
50 mm	308 (130)	48,4 (13,3)	0,7 (0,2)	2,27	0,003 (0,001)
60 mm	258 (120)	41,3 (12,9)	0,6 (0,2)	2,33	0,003 (0,001)

Tabela 4.2 – Resultados ensaio de tração para a fibra de juta em diferentes comprimentos.

Posteriormente foram realizados ensaios de tração no cordão e no tecido de juta. A Figura 4.10 apresenta as curvas tensão *versus* deformação do cordão e do tecido. A

Tabela 4.3 apresenta os resultados médios e desvios padrões de força, deslocamento, deformação, tensão e módulo de elasticidade, de 15 ensaios realizados com sucesso. Observa-se na Figura 4.10 que o trecho inicial das curvas do cordão e tecido é praticamente paralelo ao eixo x. Esse comportamento pode ser atribuído ao efeito de estiramento dos fios causado pela remoção de folgas do sistema (GOWDA *et al.*, 1999). O módulo de elasticidade calculado no trecho não-horizontal foi considerado o módulo do cordão e tecido, como ilustra a Figura 4.11.



Figura 4.10 – Curvas típicas tensão *versus* deformação do (a) cordão e tecido (b) filamento, cordão e tecido de juta.



Figura 4.11 – Determinação do módulo de elasticidade do cordão e tecido de juta.

Com base nos resultados apresentados na Tabela 4.3 e na Figura 4.10 pode-se observar que, tanto para o cordão quanto para o tecido, os valores de módulo foram próximos,

considerando o desvio padrão. O cordão suportou maior tensão (104,38 MPa). Entre os tecidos, os da direção transversal (DT) suportaram tensão maior que os da direção longitudinal (DL).

	F _{max} (N)	δ _{max} (mm)	$rac{\epsilon_{\max}}{(\%)}$	σ _{max} (MPa)	E (GPa)	
Cordão	50,58 (8,77)	1,06 (0,40)	2,11 (0,80)	104,38 (18,10)	5,68 (1,57)	
Tecido - DT	517,65 (75,10)	6,00 (1,00)	3,00 (0,50)	66,77 (9,69)	4,83 (1,87)	
Tecido - DL	642,58 (127,19)	3,37 (1,32)	1,69 (0,66)	63,15 (12,50)	6,42 (3,17)	
F_{max} = força máxima; δ_{max} = deslocamento correspondente à força máxima;						

Tabela 4.3 – Resultados de tração no cordão e no tecido. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.

 $\mathbf{F}_{\text{max}} = 10$ rça maxima; $\mathbf{o}_{\text{max}} = \text{destocamento correspondente a l'orça maxima;}$ $\mathbf{E}_{\text{max}} = \text{deformação máxima;} \mathbf{\sigma}_{\text{max}} = \text{tensão máxima;} \mathbf{E} = \text{módulo de elasticidade.}$

4.3.2. Definição do tempo de impregnação

Para definir o tempo de impregnação do tecido com polímero, foi realizado ensaio de absorção do tecido na água e no polímero. A capacidade de absorção do tecido foi obtida dada pela Equação 4.3:

$$\% abs = \frac{(M_{ii} - M_{i0})}{M_{i0}} x100$$
 Equação 4.3

Onde M_{ti} é a massa do tecido no tempo *i* e M_{t0} a massa inicial ou massa seca. A Figura 4.12a, ganho de massa *versus* tempo, mostra que para o polímero o tempo de impregnação máximo (~300%) está em torno de 50 min. Após esse tempo não há ganho de massa expressivo. Para a água, o limite de ganho de massa acontece em aproximadamente 60 min e está em torno de 260. A taxa de absorção do tecido é a mesma para água e polímero até 200% de ganho de massa. A diferença entre 200% e 300% está relacionada à adesão do polímero na fibra, tendo o polímero grande capacidade de adsorção na superfície da fibra.

Na Figura 4.12b são apresentadas as curvas de ganho de massa da fibra tratada, juntamente com o tecido sem tratamento, em água. Pode-se observar que o tratamento diminui a capacidade de absorção de água pela fibra, devido ao seu comportamento

hidrofóbico, o que é benéfico para o comportamento da interface, pois diminui a variação volumétrica da fibra.



Figura 4.12 – (a) Ganho de massa do tecido de juta sem tratamento em água e polímero e (b) ganho de massa do tecido de juta tratada e não tratada em água.

Com base nos resultados de capacidade de absorção do tecido em polímero, as fibras (filamento, cordão e tecido) foram imersas em polímero por 50 minutos. Foram secas no equipamento ilustrado na Figura 4.13, em uma temperatura média de $38 \pm 2^{\circ}$ C, por 24 h. As fibras foram posteriormente utilizadas no ensaio de tração. O tecido impregnado foi utilizado também na produção dos compósitos têxteis.



Figura 4.13 - Equipamento utilizado para secagem das fibras impregnadas (MELO FILHO, 2012).

A seção transversal do filamento tratado é ilustrada na Figura 4.14a 4.14b. Foram utilizadas 20 amostras no cálculo da área média da seção transversal do filamento

tratado (área média = 0,0036 mm²). Para o cordão, a área foi estimada como sendo a área de um filamento tratado vezes o número de filamentos em um cordão (141 x $0,0036 \text{ mm}^2 = 0,51 \text{ mm}^2$). No tecido a área estimada foi: número de cordões x área estimada do cordão. As Figuras 4.14c e 4.14d ilustram a seção transversal do cordão tratado. Pode-se observar que nem sempre o polímero consegue penetrar em todo o interior do cordão.



(a)

(b)



(d)

Figura 4.14 – Seção transversal do (a)(b) filamento tratado e (c)(d) cordão tratado.

4.3.3. Resultados dos ensaios de tração direta no filamento, cordão e tecido com tratamento

Foram realizados ensaios de tração no filamento, cordão e tecido de juta, com tratamento. No filamento tratado foram realizados ensaios em comprimento de 40 mm. Os resultados estão apresentados na Tabela 4.4 e na Figura 4.15. O tratamento aumentou a tensão suportada e capacidade de deformação do filamento e tecido. No tecido a melhoria pode ser explicada pela junção dos cordões nas duas direções. O polímero presente nessas junções proporcionou aderência mecânica ao tecido. O polímero aumentou a resistência à tração no filamento em 13 %, no tecido em 22 % e no cordão, a tensão diminui 16 %.



Figura 4.15 – Curvas típicas tensão *versus* deformação do (a) filamento (b) cordão e (c) tecido de juta, com e sem tratamento.

A Tabela 4.4 apresenta os resultados médios do ensaio de tração, com e sem tratamento, para o filamento, cordão e tecido, com os respectivos desvios padrões entre parênteses. Foi realizada análise estatística de variância (ANOVA), entre os resultados com e sem tratamento, ao nível probabilístico de significância de 5% (p < 0.05). Isso significa que

espera-se rejeitar a hipótese nula (H₀) 5% das vezes, quando de fato H₀ for verdadeira. O princípio da análise de variância é comparar a média e a dispersão dos dados entre grupos de amostras com a dispersão observada dentro dos grupos. Esta análise admite como hipótese nula que os valores médios de todos os tratamentos são iguais ($F_{calculado}$ < F_{crit}). Se $F_{calculado} > F_{crit}$ rejeita-se a hipótese nula, o que significa que pelo menos um dos valores é diferente.

Para o caso do filamento, para os valores de força e tensão não houve diferença significativa nos valores de força e tensão. Isso significa que o tratamento não influenciou na resistência à tração do filamento de juta. O módulo e a deformação apresentaram variação significativa.

Para o cordão, não houve diferença significativa nos valores de força, módulo e deformação, embora, na média, o cordão com tratamento tenha apresentado valores de força e módulo inferiores aos do cordão sem tratamento. Houve um acréscimo na capacidade de deformação devido ao tratamento e diferença significativa nos valores de tensão. No tecido, os valores de força, deformação e tensão apresentaram diferença significativa, ou seja, o tratamento proporcionou maiores resultados para o tecido. Os valores de módulo foram estatisticamente iguais.

		F _{max} (N)	δ _{max} (mm)	ε _{max} (%)	σ_{max} (MPa)	E (GPa)
	Sem tratamento	1,05	0,24	0,6	248,63	43,9
Filamento	Sem tratamento	(0,38)	(0,07)	(0,2)	(88,89)	(12,3)
(40 mm)	Com tratamanta	1,01	0,33	0,8	281,13	34,71
		(0,45)	(0,08)	(0,2)	(123,48)	(7,81)
Cordão	Sam tratamanta	50,58	1,06	2,11	104,38	5,68
	Sem tratamento	(8,77)	(0,40)	(0,80)	18,10)	(1,57)
	Com tratamento	44,46	1,14	2,28	87,59	4,26
		(9,14)	(0,58)	(1,17)	18,01)	(1,99)
Tecido – DT	Sam tratamanta	517,65	6,00	3,00	66,77	4,83
	Sem tratamento	(75,10)	(1,00)	(0,50)	(9,69)	(1,87)
	Com tratamanta	640,24	8,67	4,3	81,32	3,90
	Com tratamento	(51,59)	(1,49)	(0,7)	(6,78)	(0,52)

Tabela 4.4 – Resultados do ensaio de tração no filamento, cordão e tecido de juta com tratamento. Valores entre parênteses correspondem ao desvio padrão.

DT = direção transversal;

 F_{max} = força máxima; δ_{max} = deslocamento correspondente à força máxima;

 ε_{max} = deformação máxima; σ_{max} = tensão máxima; E = módulo de elasticidade.

4.3.4. Comparação com outras fibras naturais

4.3.4.1. Comparativo quanto ao comportamento mecânico

Além da fibra de juta, foram realizados ensaios de tração nas fibras de curauá, coco, sisal e piaçava, a fim de investigar a influência da morfologia na resistência à tração das fibras. Foram utilizadas 15 amostras para cada fibra, com comprimento de 40 mm. Os ensaios foram realizados à uma velocidade de 0,2 mm/min.

A Tabela 4.5 apresenta os resultados do ensaio de tração para todas as fibras e a Figura 4.16 as curvas típicas tensão *versus* deformação. Como pode ser observado na Tabela 4.5 e na Figura 4.16, as fibras de piaçava e de coco apresentaram grande capacidade de deformação, porém baixa resistência à tração, enquanto as fibras de curauá, sisal e juta apresentaram comportamento oposto. A fibra de curauá apresentou maior módulo de elasticidade, seguida da juta e sisal.

Fibras (40 mm)	σ _{max} (MPa)	E (GPa)	ε _{max} (%)	m	Área (mm²)
Curauá	543 (260)	63,7 (32,5)	1,0 (0,2)	2,22	0,004 (0,002)
Juta	249 (89)	43,9 (12,3)	0,6 (0,2)	2,74	0,004 (0,001)
Coco	90 (35)	2,6 (0,7)	18,8 (9,1)	2,74	0,052 (0,030)
Piaçava	131 (36)	3,8 (0,9)	11,4 (3,6)	3,68	0,585 (0,279)
Sisal	484 (135)	19,5 (4,5)	3,3 (1,6)	3,70	0,023 (0,007)

Tabela 4.5 - Resultados do ensaio de tração para as fibras de curauá, juta,coco, piaçava e sisal.

 σ_{max} = tensão máxima; ε_{max} = deformação máxima; E = módulo de elasticidade; m = módulo de Weibull.



Figura 4.16 – Curvas típicas tensão *versus* deformação para as fibras de: (a) curauá, sisal e juta e (b) piaçava e coco.

4.3.4.1.1. Análise estatística de Weibull

A aplicação da distribuição de Weibull na resistência à tração de fibras é descrita por diversos autores (DEFOIRDT *et al.*, 2010; SILVA *et al.*, 2008; CHAWLA *et al.*, 2005; TRIPATHY *et al.*, 2000). Nesse trabalho, foi utilizada a forma apresentada por SILVA *et al.* (2008). Conforme a distribuição de Weibull, a probabilidade de sobrevivência de uma fibra é dada por:

$$P(\sigma) = \exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right]$$
Equação 4.4

Onde σ é a resistência da fibra para uma dada probabilidade de sobrevivência, *m* é o módulo de Weibull e σ_0 é definida como a resistência característica, correspondente à probabilidade de sobrevivência de 37% ($\sigma = \sigma_0 \rightarrow P(\sigma) = 1/e = 0,37$). Quanto maior o valor de *m*, menor a variabilidade na resistência. O *ranking* dos valores de resistência é encontrado utilizando-se como estimador:

$$P(\sigma)_i = 1 - \frac{\iota}{N+1}$$
 Equação 4.5

Sendo $P(\sigma)$ a probabilidade de sobrevivência correspondente ao valor de resistência *i*, N o número total de fibras testadas. Substituindo-se (Eq. 4.5) em (Eq. 4.4), tem-se:

$$\ln \ln \left[\frac{N+1}{N+1-i} \right] = m \ln \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)$$
Equação 4.6

A linha reta encontrada através dos pontos ln ln [(N+1)/(N+1-i)] versus ln σ/σ_0 tem inclinação *m*.

A Figura 4.17a apresenta a variação do módulo de Weibull "m" para as fibras de juta em vários comprimentos. Pode-se dizer que, para os diferentes comprimentos de juta, houve uma oscilação nos valores de *m* (Tabela 4.5), não sendo possível perceber a variabilidade nos valores de resistência. Comparando as fibras (Fig. 4.17b), pode-se observar que as fibras de juta e coco têm mesmo valor de *m*, enquanto as fibras de piaçava e sisal apresentaram valores muito próximos. O módulo de Weibull é uma medida de variabilidade na resistência das fibras. Um valor alto de *m* significa baixa variabilidade na resistência e as de piaçava e sisal, baixa variabilidade. Para efeito comparativo, cabe ressaltar que fibras sintéticas apresentam baixa variabilidade nos resultados de tração. As fibras de vidro e carbono por exemplo apresentaram módulo de Weibull de 3,3 e 5,7, respectivamente, no estudo realizado por PARDINI e MANHANI (2002) e a fibra de PVA módulo de 26,41 (MAGALHÃES *et al.*, 2013).



Figura 4.17 – (a) Distribuição de Weibull para a fibra de juta em diferentes comprimentos e (b) distribuição de Weibull para todas as fibras estudadas.

4.3.4.2. Comparativo quanto à morfologia

Apesar de apresentarem uma morfologia padrão, as fibras naturais se diferenciam por aspectos como a área transversal total e real (subtraída a área dos lumens), o número de fibrocélulas e espessura das paredes celulares. A Figura 4.18 mostra a microestrutura das fibras estudadas. Observando as morfologias típicas de cada fibra, buscou-se compará-las com os resultados dos ensaios mecânicos.



Figura 4.18 – Micrografias das fibras de (a) sisal; (b) curauá; (c) juta; (d) piaçava e (e) coco.

A fibra de curauá e a fibra de juta apresentaram menor área total, conforme Tabela 4.6. A fibra de curauá é composta por poucas fibrocélulas e suas paredes celulares são mais espessas quando comparada com as demais. Comparativamente às fibras de curauá e de juta, a fibra de sisal apresentou área total maior, sendo composta por um número maior de lumens. As paredes celulares do sisal são menos espessas que as do curauá. O sisal teve a segunda maior resistência à tração, conforme Tabela 4.5. A fibra de curauá apresentou menor área de lumens, paredes celulares mais espessas e maior resistência à tração. As fibras de juta e sisal apresentaram mesma espessura de parede celular, porém a fibra de juta, apesar de possuir menor área obteve resistência à tração menor que a do sisal (Figura 4.19). Isso mostra que não só a morfologia influencia nos resultados de ensaios de tração, mas também outros fatores como a composição química. Em 4.3.4.3 são apresentados os resultados de composição química das fibras estudadas e um comparativo quanto à resistência.

Tabela 4.6 - Área e diâmetro de lumens, quantidade e espessura de fibrocélulas.

Fibras	Área lumens (µm²)	Espessura da parede fibrocelular (µm)	Diâmetro dos lumens (µm)	Quantidade de fibrocélulas	Área Real (mm²)	Área Total (mm ²)
Curauá	162,2	3,5	4,0	12	0,003838	0,004
Juta	1014,1	2,5	6,7	26	0,002986	0,004
Sisal	5796,9	2,6	8,2	144	0,017203	0,023



Figura 4.19 - Influência da área total de lumens na resistência a tração das fibras de curauá, juta e sisal.

As fibras de coco e piaçava apresentaram as maiores áreas totais. Essas fibras apresentam um grande número de fibrocélulas e suas paredes celulares são as mais finas quando comparadas às do sisal, juta e curauá. Essas observações foram feitas a partir de imagens obtidas no MEV. Porém, tais imagens não puderam ser analisadas pelo software ImageJ para o cálculo da área dos lumens, espessura da parede fibrocelular, diâmetro dos lumens e quantidade de fibrocélulas. Essas fibras, além de muito espessas,

apresentam grande rigidez. Por isso, os cortes transversais alteraram a microestrutura e consequentemente as medidas obtidas destas amostras não seriam acuradas.

Os ensaios mecânicos de fibras naturais não são triviais. Cada tipo de fibra possui uma morfologia característica. Portanto, devem ser considerados aspectos referentes à morfologia, bem como a composição química das fibras estudadas e o ângulo microfibrilar, para assim compará-las com os resultados dos ensaios mecânicos de resistência à tração.

4.3.4.3. Comparativo quanto à composição química e índice de cristalinidade

As fibras vegetais são basicamente constituídas de celulose, lignina e hemicelulose. A celulose é um polímero linear de glicose com elevado grau de polimerização e alto índice de cristalinidade. É um polissacarídeo de fórmula geral $(C_6H_{10}O_5)_n$, composto por unidades de anidro-glicose, as quais contêm grupos de hidroxila que estabelecem interações por ligações de hidrogênio intra e intermolecular. Embora a estrutura química da celulose seja a mesma para diferentes fibras naturais, há variação no grau de polimerização, o qual afeta as propriedades mecânicas das fibras (MOHANTY, 2005).

A hemicelulose é formada por um grupo de polissacarídeos, constituído de vários tipos de unidades de açúcares, solúveis em álcalis. Possui grande capacidade de absorção de água, devido entre outros fatores, à ausência de cristalinidade e à baixa massa molecular. A hemicelulose pouco contribui na resistência mecânica das fibras. A lignina é um polímero amorfo constituído por unidades de fenilpropano, sendo uma de suas funções, juntamente com a hemicelulose, agir como barreira à degradação causada por microorganimos, além de conferir rigidez à fibra. Os extrativos são os solventes orgânicos, tais como terpenos, graxas, ceras e fenóis. Por serem naturais, a composição química e o percentual de cada componente variam de acordo com a espécie, a região da fibra onde é retirada a amostra, do estado de maturação, de fatores ambientais, como solo e clima, região de cultivo, entre outros (ROWELL *et al.*, 2005; PERISSOTO, 2005).

A composição química das fibras foi determinada com o objetivo de correlacioná-la, juntamente com a morfologia, com o comportamento mecânico das fibras. Mas devido a

vários fatores mencionados anteriormente, há grande dificuldade em correlacionar esses parâmetros. O teor da celulose da juta foi maior que a do sisal e curauá, embora outros trabalhos atribuam à juta valores inferiores de celulose. A fibra de curauá apresentou teor de celulose menor que a juta e o sisal, porém resistência maior do que ambas. Como pode ser observado na Figura 4.20, não há uma relação direta entre teor de celulose e resistência mecânica. Os valores médios, expressos em percentual da biomassa total, são apresentados na Tabela 4.7.

Tabela 4.7 – Teores de Lignina, Celulose, Hemicelulose e Extrativos (%).

Fibras	Lignina Insolúvel	Lignina Solúvel	Lignina Total	Celulose	Hemicelulose	Extrativo Total	Outros*
Curauá	10,7	3,8	14,4	59,4	19,1	1,3	5,7
Juta	6,3	1,8	8,1	72,0	12,8	3,2	3,8
Coco	31,5	1,5	32,9	39,5	18,7	1,7	7,1
Piaçava	53,6	1,8	55,5	25,6	12,6	1,7	4,5
Sisal	8,6	3,3	11,9	59,5	18,4	1,7	8,6

*Outros: inorgânicos e grupos acetila.



Figura 4.20 – Gráfico tensão versus teor de celulose.

Para as três fibras mais resistentes, fibras de sisal, juta e curauá, foi determinado o índice de cristalinidade, através da difratometria de raios X. Como pode ser observado na Figura 4.21, o pico cristalino da celulose está em $2\theta = 22,5^{\circ}$. Esses espectros são similares aos encontrados na literatura (TOMCZAK *et al.*, 2007; CORRÊA *et al.*, 2010). O índice de cristalinidade foi estimado pela relação entre a intensidade dos picos de intensidade máxima ($2\theta=22,5^{\circ}$) e mínima ($2\theta=18^{\circ}$). Os resultados são apresentados

na Tabela 4.8. O índice de cristalinidade do curauá (80,1%), foi maior que o encontrado por TOMCZAK *et al.*, 2007 (66,3%), assim como o da juta (75,2%), foi maior do que o encontrado por ROY *et al.*, 2012 (50,4%). A cristalinidade do sisal (76,3%) também foi maior que a de SAIKIA, 2008 (51%).



Figura 4.21 – Difratogramas das fibras de curauá, sisal e juta.

A Tabela 4.8 apresenta um resumo das fibras de juta, sisal e curauá para comparativo entre comportamento mecânico, morfologia e composição química. Comparando comportamento mecânico com morfologia, a fibra de curauá apresentou maior resistência e segunda menor área real. A fibra de juta apesar de possuir menor área real, apresentou resistência menor que as fibras de curauá e sisal. Como não só a morfologia influencia no comportamento mecânico, a composição química foi realizada na tentativa de explicar o comportamento dessas fibras.

A cristalinidade das fibras está relacionada à proporção entre regiões com cadeias de celulose ordenadas e regiões não ordenadas (amorfas). A fibra de juta apresentou maior teor de celulose, porém índice de cristalinidade menor que o curauá e o sisal. A fibra de curauá, apesar de ter apresentado menor teor de celulose, comparada às demais, apresentou celulose mais cristalina. Embora seja complexo correlacionar apenas comportamento mecânico com morfologia e composição química, a análise dos resultados de difratometria de raios X permitiu, no caso dessas três fibras, associar resistência à tração ao índice de cristalinidade: quanto maior o índice de cristalinidade, maior a resistência da fibra.

		Juta	Sisal	Curauá
~	Módulo de Elasticidade (GPa)	43,9 (12,3)	19,5 (4,5)	63,7 (32,5)
Comportamento mecânico	Resistência (MPa)	249 (89)	484 (135)	543 (260)
	Capacidade de deformação (%)	0,6 (0,2)	3,3 (1,6)	1,0 (0,2)
	Área total (mm ²)	0,004	0,023	0,004
Morfologia	Área lumens (µm ²)	1014,1	5796,9	162,2
	Área real (mm ²)	0,0030	0,0172	0,0038
	Ângulo microfibrilar (°)	8*	20**	15**
	Índice de cristalinidade (%)	75,2	76,3	80,1
Composição química	Teor de celulose (%)	72,0	59,5	59,4
* Fonte: DEFOIRDT	et al., 2010;			
** Fonte: BLEDZKI e	GASSAN, 1999: TOMCZAK, 2010.			

Tabela 4.8 – Resultados de comportamento mecânico, morfologia e composição química das fibras de juta, sisal e curauá.

Além da cristalinidade, o ângulo microfibrilar também influencia no comportamento mecânico da fibra, sendo proporcional à capacidade de deformação. Através da comparação entre os valores de ângulo encontrados na literatura e os valores de deformação obtidos através dos ensaios de tração, tal comportamento foi observado: a fibra de sisal possui maior ângulo microfibrilar e maior capacidade de deformação (BLEDZKI e GASSAN, 1999; TOMCZAK, 2010).

O módulo de elasticidade é proporcional ao teor de celulose e inversamente proporcional ao ângulo microfibilar (KULKARNI *et al.*, 1981; DEFOIRDT *et al.*, 2010). A fibra de juta, por exemplo, tem alto teor de celulose (72%) e ângulo microfibrilar de 8° (DEFOIRDT *et al.*, 2010). No entanto, é uma fibra resistente, com alto módulo de elasticidade (43,9 GPa) e baixa capacidade de deformação (0,6%). Já a fibra de coco possui baixo teor de celulose (26%) e grande ângulo microfibrilar, variando entre 30-49° (DEFOIRDT *et al.*, 2010, KULKARNI *et al.*, 1981), o que explica o fato dessa fibra ter baixa resistência mecânica (90 MPa), baixo módulo (3,8 GPa) e grande capacidade de deformação (18,8%).

4.4. CONCLUSÃO

No Capítulo 4 foi apresentada a caracterização da fibra de juta na forma de filamento, cordão e tecido, bem como um comparativo com outras fibras naturais. Foi apresentado também o polímero estireno butadieno, utilizado no tratamento da fibra por

impregnação, bem como a determinação do tempo de tratamento e resultados de tração na fibra com e sem tratamento. A fibra de juta apresentou bom comportamento mecânico e por existir no mercado na forma de tecido, foi escolhida para produção dos compósitos.

A resistência à tração da juta foi de 249 MPa para o filamento sem tratamento, 281 MPa para o filamento tratado, 104 MPa para o cordão sem tratamento, 88 MPa para o cordão tratado, 67 MPa e 81 MPa para o tecido sem e com tratamento, respectivamente. Foi observado que para filamento, o tratamento não alterou significativamente a resistência à tração, enquanto que no cordão e tecido houve diferença significativa. No tecido, a aderência mecânica causada pelos fios da direção transversal pode ter sido responsável pelo aumento da tensão suportada e melhor capacidade de deformação.

Foram realizados ensaios de tração nas fibras de juta, sisal, curauá, coco e piaçava, com o objetivo de comparar o comportamento mecânico dessas fibras com a morfologia e composição química. Nas três fibras mais resistentes (curauá, sisal e juta) foi feita análise da morfologia quanto à área de lumens e espessura da parede celular, além da determinação do grau de cristalinidade, através de difratometria de raios X. A fibra de curauá apresentou maior índice de cristalinidade, maior resistência mecânica e maior módulo de elasticidade.

Quanto à composição química, a fibra de juta apresentou maior teor de celulose (principal constituinte responsável pela resistência), porém a fibra de curauá apresentou maior índice de cristalinidade. Foi mencionado, com base na literatura, que além da cristalinidade o ângulo microfibrilar também influencia no comportamento mecânico da fibra: a capacidade de deformação da fibra é proporcional ao ângulo microfibrilar e o módulo de elasticidade proporcional ao teor de celulose e inversamente proporcional ao ângulo microfibilar.

Como as fibras são naturais, a composição química e o percentual de cada componente variam, de acordo com a espécie, estado de maturação, de fatores ambientais, como solo e clima, região de cultivo, da parte da fibra onde foi extraída, dentre outros fatores, tornando-se uma tarefa complexa correlacioná-las quanto ao comportamento mecânico.

Por fim, análise de Weibull foi utilizada para analisar a variabilidade dos resultados de tração das fibras. As fibras de curauá apresentaram grande variabilidade nos resultados de tração, enquanto que as fibras de piaçava e sisal, baixa variabilidade.

5. INTERFACE FIBRA-MATRIZ

5.1. INTRODUÇÃO

O estudo da interface é de grande importância, pois é na interface que ocorrem transferências de tensões da matriz para a fibra. A eficiência das fibras como reforço em matriz cimentícia depende das interações fibra-matriz, dentre elas: adesão físico-química, fricção e ancoragem mecânica. A interação da fibra com a matriz depende, dentre outros fatores, de características químicas da superfície da fibra, bem como sua morfologia. A morfologia da fibra contribui não só para a adesão, mas também para o comportamento de adsorção da fibra. A adesão química baseia-se na adesão primária da interface, sendo o resultado de reações químicas que ocorrem entre o grupo químico da superfície da fibra e o grupo químico da matriz.

A aderência da fibra em forma de filamentos é completamente diferente da aderência de multifilamentos (cordão), pois nos cordões apenas os filamentos mais externos tem contato com matriz, ocorrendo apenas fricção entre os filamentos internos. O tratamento do cordão com polímero além de aumentar a afinidade química fibra-matriz, provoca ativação dos filamentos internos, melhorando a adesão fibra-matriz.

O estudo da interface da fibra de juta, filamento e cordão, com e sem tratamento com polímero, foi realizado na Technische Universitat Dresden (TU Dresden), em Dresden, Alemanha.

5.2. PROGRAMA EXPERIMENTAL

A análise da interface fibra-matriz foi realizada através de ensaios de *pullout* (arrancamento), em corpos de prova produzidos com a matriz 40MK 10CV. Foram produzidos corpos de prova com filamento e cordão, com e sem tratamento com polímero, e testados dentro de um microscópio eletrônico de varredura ambiental. Foram utilizados comprimentos de embebimento de 3, 5 e 10 mm para o filamento e 5 e 10 mm para o cordão de juta. Além desses, foram produzidos compósitos reforçados com uma camada de tecido de juta com e sem tratamento, comprimento de embebimento de 25 mm, submetidos ao ensaio de *pullout* a partir do cordão a partir do

tecido. Aplicação de um modelo analítico foi realizada na predição do comportamento da interface para todas as situações. Na Figura 5.1 está sintetizado o programa experimental desse Capítulo.



Figura 5.1 – Programa experimental da interface fibra – matriz.

5.2.1. Materiais, processamento e ensaio

5.2.1.1. Ensaios de arrancamento dentro do microscópio

A adesão fibra-matriz foi avaliada através de ensaios de *pullout* (arrancamento). A preparação das fibras para moldagem dos corpos de prova com filamento foi feita da seguinte forma: separação das fibras em filamentos; inserção dos filamentos nas cânulas; "colagem" da fibra na cânula com parafina e inserção das cânulas no molde (Figura 5.2b). Posteriormente foi produzida a matriz com substituição parcial do cimento por metacaulinita e cinza volante, em quantidade de material mínimo para um volume de 0,5 L. Foram moldados corpos de prova com filamento com e sem tratamento com polímero, nos comprimentos de embebimento de 3, 5 e 10 mm.

No caso do cordão, sua inserção foi feita diretamente no molde, sem cânulas, como ilustra a Figura 5.2c, fixados com massa para modelar. Os comprimentos de

embebimento do cordão foram 5 e 10 mm. Foi utilizado molde de PVC, o qual permitia a produção de 10 corpos de prova, de dimensões 100 mm x 100 mm x 80 mm (comprimento x largura x espessura). A Figura 5.2a ilustra a moldagem dos corpos de prova, realizada em mesa vibratória, com o auxílio de uma pistola de silicone. Após a moldagem, o molde foi encoberto por pano úmido e colocado em saco plástico, por 24 horas. Após esse período a desmoldagem foi realizada e os corpos de prova mantidos em câmara com temperatura e umidade controladas (20°C; 60 %), até a data de ensaio (28 dias).





(b)



(c)

Figura 5.2 – (a) Moldes utilizados na produção dos corpos de prova para o ensaio de *pullout*; (b) detalhe da fixação do filamento na cânula e (c) moldagem de corpos de prova com cordão.

Os ensaios de arrancamento foram realizados no interior do microscópio eletrônico de varredura, a fim de se avaliar a microestrutura da interface. O microscópio utilizado foi

o MEV ambiental Philips XL-30 ESEM (Figura 5.3c). As amostras foram analisadas em ambiente de vapor d'água, no modo baixo vácuo e pressão entre 0,6 e 0,8 Torr. O MEV foi operado sob uma tensão de aceleração de 20 kV e uma distância de trabalho entre 13 e 16 mm. As células de carga utilizadas foram de 5 e 50N, para o filamento e cordão, respectivamente, e velocidade de ensaio de 0,36 mm/min. A Figura 5.3a mostra o posicionamento do corpo de prova no sistema que posteriormente era colocado no interior do microscópio (Figura 5.3b).





Sistema de aquisição de dados acoplado ao MEV

(c)

Figura 5.3 - (a) Máquina de ensaio de *pullout*; (b) inserção do sistema no interior do microscópio e (c) microscópio eletrônico acoplado ao sistema de aquisição de dados.

5.2.1.2. Ensaios de arrancamento - cordão a partir do tecido

Foram realizados ensaios de arrancamento no cordão, a partir do tecido. Foram produzidos compósitos reforçados com uma camada de tecido (com e sem tratamento) e levados para serem testados na TU Dresden. As amostras foram cortadas e coladas às placas antes de serem feitos os entalhes. As dimensões das peças foram 200 mm \times 50 mm \times 12 mm (comprimento x largura x espessura). Na preparação dos corpos de prova para o ensaio de *pullout* do cordão foi realizada limpeza das áreas onde foram coladas as placas metálicas (com escova e acetona), em seguida foi realizada colagem com cola adesiva de resina epóxi. Após a secagem da cola, foi feito o corte (entalhe) e posteriormente o ensaio. A Figura 5.4 mostra a preparação dos corpos de prova.



Figura 5.4 - Preparação das amostras para ensaio de pullout do cordão, a partir do tecido: (a) colagem das placas e (b) corpos de prova com entalhe.

(a)

(b)

A Figura 5.5 ilustra o arranjo do ensaio e apresenta imagens do equipamento e do corpo de prova fixado à máquina. Foi utilizada a máquina de ensaios universais Zwick 1445. Os corpos de prova, com 25 mm de comprimento de embebimento, foram testados a uma taxa de deformação de 0,005min ⁻¹ e velocidade do ensaio de 0,5 mm/min. O objetivo era que apenas um cordão fosse puxado da matriz, porém devido à dificuldade para se fazer o entalhe e para que o corpo de prova não fraturasse quando posicionado na máquina, optou-se por manter dois cordões, como ilustra a Figura 5.5c. Os corpos de prova foram ensaiados aos 28 dias.



Figura 5.5 – Ensaio de arrancamento do cordão, a partir do tecido (a) dimensões dos corpos de prova (b) fixação do corpo de prova à máquina e (c) detalhe do entalhe.

5.3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A aderência por cisalhamento é o principal mecanismo de interação fibra-matriz. É determinada através de ensaios de arrancamento (*pullout*) da fibra. Através da análise das cargas e deslocamentos que ocorrem podem-se definir por modelos analíticos os valores de tensão de aderência. Foi aplicado o modelo analítico de SUEKI *et al.* (2007) e SORANAKOM (2008), que adaptaram o modelo proposto por NAAMAN (1991), com modificações nas condições de contorno e cuja formulação é apresentada a seguir.

5.3.1. Formulação do modelo analítico:

Na Figura 5.6 está ilustrada a curva típica para o arrancamento do cordão de juta. A curva pode ser dividida em três regiões, baseadas em estágios de distribuição de tensão de cisalhamento na fibra. A região I corresponde ao trecho elástico-linear, com aumento de carga a uma taxa elevada. Com o aumento da carga, em certo ponto da curva ascendente a resposta torna-se não-linear, região II, a qual define o ponto inicial de decoesão da fibra. O pico máximo ocorre na região II, em condições de decoesão parcial, onde a força de *pullout* atinge o valor máximo (P_{max}). O deslizamento "S" da fibra nesse ponto é definido como o deslizamento no ápice do pico e pode ser considerado como o comprimento de decoesão crítico. A resistência ao cisalhamento é

definida como tensão de adesão máxima (τ_{max}) (SORANAKOM, 2008; SUEKI *et al.*, 2007; SORANAKOM e MOBASHER, 2009; SILVA *et al.*, 2011b).

Na região III, a carga decresce para um valor fixo, mantendo-se constante. O comportamento de *pullout* na região pós-pico é governado pela resistência ao cisalhamento friccional da interface e continua até a fibra ser completamente descolada da interface. A resistência ao cisalhamento nessa região é definida como tensão friccional (τ_{fr}) (SUEKI *et al.*, 2007; SILVA *et al.*, 2011b).



Figura 5.6 - Curva típica para o arrancamento do cordão de juta. Adaptado de SUEKI *et al.*, (2007) e SILVA *et al.* (2011b).

A Figura 5.7 ilustra a distribuição de força e tensões de cisalhamento ao longo da interface e será utilizada na compreensão das equações seguintes. A Fig. 5.7a se refere à região linear I, a Fig.5.7b à região não-linear II e a Fig. 5.7c à região III.



Figura 5.7 – Esquema de distribuição de força e tensões de cisalhamento ao longo da interface. Fonte: SORANAKOM (2008).

O equilíbrio estático ao longo do comprimento de embebimento requer que a força no fio (F) seja transferida para a matriz (M) através da interface, segundo a forma diferencial:

$$\frac{dF}{dx} = -\frac{dM}{dx} = \psi\tau$$
 Equação 5.1

Onde ψ é a circunferência equivalente do cordão e τ a tensão de cisalhamento na interface fibra-matriz. Para pequenas cargas, a tensão de cisalhamento é função do deslizamento, com comportamento elástico-linear, com inclinação κ , definido a partir do diagrama de tensão de cisalhamento (Figura 5.6b). O deslizamento (S) é definido pela diferença entre o alongamento do fio (δy) e o encurtamento da matriz (δm):

$$\tau = \kappa S = \kappa (\delta_y - \delta_m) = \kappa \int_0^x [\mathcal{E}_y(x) - \mathcal{E}_m(x)] dx \qquad \text{Equação 5.2}$$

Onde ε_{y} = F/A_yE_y; ε_{m} = -F/A_mE_m; "A" é a área da seção transversal; "E" o módulo de elasticidade e os índices "y" e "m" se referem ao fio (cordão) e à matriz,

respectivamente. Substituindo a Equação 5.2 em 5.1 e fazendo a derivada em relação à x, tem-se a equação diferencial para a força de *pullout* no cordão:

$$\frac{d^2 F}{dx^2} - \beta^2 F = 0$$
 Equação 5.3

Onde $\beta^2 = \psi \kappa Q$ e Q = (1/A_yE_y) + (1/A_mE_m). A solução geral para a equação diferencial de segunda ordem tem a seguinte forma:

$$F(x) = C_1 e^{\beta x} + C_2 e^{-\beta x}$$
 Equação 5.4

Aplicando-se as condições de contorno F(0) = 0 e F(L) = P na equação 5.4 obtém-se a Equação 5.5, para a distribuição da força axial na fibra. Derivando-se a Equação 5.5 em relação a x, a distribuição das tensões de cisalhamento é obtida através da Equação 5.6:

$$F(0) = 0 \rightarrow 0 = C_1 e^{\beta \cdot 0} + C_2 e^{-\beta \cdot 0} \rightarrow C_2 = -C_1$$

$$F(L) = P \rightarrow P = C_1 e^{\beta L} + C_2 e^{-\beta L}$$

$$P = C_1 e^{\beta L} - C_1 e^{-\beta L}$$

$$P = C_1 (e^{\beta L} - e^{-\beta L}) \quad \text{dividindo-se por 2:}$$

$$\frac{P}{2} = C_1 \frac{(e^{\beta L} - e^{-\beta L})}{2}$$

$$\frac{P}{2} = C_1 \text{senh}(\beta L) \rightarrow C_1 = \frac{P}{2 \text{senh}(\beta L)}$$

Substituindo $C_1 e C_2 em Eq.5.4$, tem – se :

$$F(x) = \frac{P}{2senh(\beta L)}e^{\beta x} - \frac{P}{2senh(\beta L)}e^{-\beta x}$$

$$F(x) = \frac{P}{2senh(\beta L)}(e^{\beta x} - e^{-\beta x}) \quad \text{dividindo-se por 2:}$$

$$\frac{F(x)}{2} = \frac{P}{2senh(\beta L)}\frac{(e^{\beta x} - e^{-\beta x})}{2}$$

$$F(x) = P\frac{senh(\beta x)}{senh(\beta L)} \quad \text{Equação 5.5}$$

Derivando-se a Equação 5.5 em relação à x, tem-se:

$$F'(x) = \frac{P}{senh(\beta L)} \cosh(\beta x).\beta$$
$$F'(x) = P\beta \frac{\cosh(\beta x)}{senh(\beta L)}$$

Substituindo F'(x) por $\tau \psi$, tem - se :

$$\tau \psi = P\beta \frac{\cosh(\beta x)}{\operatorname{senh}(\beta L)}$$
$$\tau = \frac{P\beta}{\psi} \frac{\cosh(\beta x)}{\operatorname{senh}(\beta L)} \quad \text{Equação 5.6}$$

Enquanto a tensão de cisalhamento na interface é menor que a tensão máxima, o fio e a matriz estão totalmente ligados (região I), como ilustrado pela linha tracejada na Fig. 5.7a. A carga aplicada é inferior à carga máxima de aderência ($P_1 < P_{1b,max}$). O deslizamento na extremidade do fio é obtido através da Equação 5.7:

$$S(L)_{1} = \int_{0}^{L} \left[\frac{F(x)}{A_{y}E_{y}} + \frac{F(x)}{A_{m}E_{m}} \right] dx = \int_{0}^{L} \left(\frac{1}{A_{y}E_{y}} + \frac{1}{A_{m}E_{m}} \right) F(x) dx$$
$$S(L)_{1} = Q \int_{0}^{L} F(x) dx = Q \int_{0}^{L} \frac{Psenh(\beta x)}{senh(\beta L)} dx$$
$$S(L)_{1} = \frac{P_{1}Q}{\beta senh(\beta L)} [cosh(\beta L) - 1] \qquad \text{Equação 5.7}$$

Quando a tensão de cisalhamento em x = L atinge o valor máximo, termina o estágio elástico e a carga máxima adesional é calculada através da equação:
Fazendo x = L na Equação 5.6, tem - se :

$$\tau(L) = \frac{P\beta}{\psi} \frac{\cosh(\beta L)}{\sinh(\beta L)} \to \tau(L) = \tau_{\max}$$
$$P_{1b,\max} = \frac{\tau_{\max}\psi}{\beta} \frac{\sinh(\beta L)}{\cosh(\beta L)} \to P_{1b,\max} = \frac{\tau_{\max}\psi}{\beta} \operatorname{tgh}(\beta L) \quad \text{Equação 5.8}$$

Acima do limite de elasticidade se inicia a região não-linear II. Nessa região, a tensão de cisalhamento excede a tensão máxima, o que leva à decoesão da fibra (lado com comprimento "d"), enquanto no lado "L-d" fibra e matriz estão perfeitamente aderidas, como mostra a Figura 5.7b. A distribuição de tensão cisalhante é regida pela tensão friccional (τ_{frc}) ao longo do trecho de decoesão da fibra. A força de *pullout* P₂ é calculada assumindo-se duas forças: a força de aderência P_{2b,max} e a força da região de decoesão P_d:

$$P_2 = P_d + P_{2b,\max} = \tau_{frc} \psi \, d + \frac{\tau_{\max} \psi}{\beta} tgh(\beta(L-d))$$
 Equação 5.9

Onde $P_{2b,max} = \tau_{max} \psi/\beta tgh(\beta(L-d))$. Utilizando as condições de contorno para a região não-linear F(0) = 0; $F(L - d) = P_{2b,max} e F(L) = P_2$, e aplicando essas condições na Equação 5.4, tem-se:

$$F(0) = 0 \rightarrow C_2 = -C_1$$

$$F(L-d) = P_{2b,\max} \rightarrow P_{2b,\max} = C_1 e^{\beta(L-d)} - C_1 e^{-\beta(L-d)}$$

$$\frac{P_{2b,\max}}{C_1} = e^{\beta(L-d)} - e^{-\beta(L-d)} \quad \text{dividindo - se por 2 :}$$

$$\frac{P_{2b,\max}}{2C_1} = senh(\beta(L-d)) \rightarrow C_1 = \frac{P_{2b,\max}}{2senh(\beta(L-d))}$$

Substituindo C1 e C2 na Eq.5.4, tem - se :

$$F_b(x) = P_{2b,\max} \frac{senh(\beta x)}{senh(\beta (L-d))}, \qquad 0 \le x \le L-d$$

. . . .

$$F_d(x) = P_{2b,\max} + \tau_{frc} \psi(x - L + d), \qquad \qquad L - d \le x \le L \qquad \text{Equação 5.10}$$

O deslizamento na extremidade do cordão é obtido da mesma forma que a Equação 5.7 para a região I, porém agora separando em duas regiões: perfeita adesão e zona de decoesão:

$$S(L)_{2} = \int_{0}^{L-d} \left[\frac{F_{b}(x)}{A_{y}E_{y}} + \frac{F_{b}(x)}{A_{m}E_{m}} \right] dx + \int_{L-d}^{L} \left[\frac{F_{d}(x)}{A_{y}E_{y}} + \frac{F_{d}(x)}{A_{m}E_{m}} \right] dx =$$

$$= \int_{0}^{L-d} \left[\frac{1}{A_{y}E_{y}} + \frac{1}{A_{m}E_{m}} \right] F_{b}(x) dx + \int_{L-d}^{L} \left[\frac{1}{A_{y}E_{y}} + \frac{1}{A_{m}E_{m}} \right] F_{d}(x) dx =$$

$$= Q \int_{0}^{L-d} F_{b}(x) dx + Q \int_{L-d}^{L} F_{d}(x) dx = Q \int_{0}^{L-d} \left[P_{2b,\max} \frac{senh(\beta x)}{senh(\beta(L-d))} \right] dx + Q \int_{L-d}^{L} \left[P_{2b,\max} + \tau_{frc} \psi(x-L+d) \right] dx$$

$$S(L)_{2} = \frac{P_{2b,\max}Q}{\beta} \frac{[\cosh(\beta(L-d))-1]}{\sinh(\beta(L-d))} + \frac{1}{2}Qd(\tau_{frc}\psi d + 2P_{2b,\max}) \qquad \text{Equação 5.11}$$

Até agora foram dadas as equações para o deslizamento para as regiões I e II. A região III é definida como região de resposta dinâmica, que consiste em dois estágios: inicial e movimento de corpo rígido. No estágio inicial supõe-se que o fio está completamente descolado ($\Delta_d = 0$), mas mantendo ainda a resistência ao cisalhamento τ_{frc} . Para deslocamentos $\Delta_d > 0$, que começam logo após a conclusão da descolagem, assume-se uma pequena tensão de cisalhamento, definida como resistência ao cisalhamento dinâmico τ_{din} , levando a um movimento de corpo rígido simplificado. Durante a fase inicial ($\Delta_d = 0$) a resistência ao cisalhamento é uniforme (τ_{frc}) ao longo do comprimento do fio, como pode ser observado na Figura 5.7c-1, resultando numa carga de *pullout* P_{3,1st} e deslizamento S(L)_{3,1st}:

$$P_{3,1st} = \tau_{frc} \psi L \qquad \qquad \text{Equação 5.12}$$

Sendo $F_d(x) = \tau_{frc} \psi x$, para $0 \le x \le L$, o deslizamento será :

$$S(L)_{3,1st} = \int_{0}^{L} \left[\frac{F_d(x)}{A_y E_y} + \frac{F_d(x)}{A_m E_m} \right] dx = \int_{0}^{L} \left[\frac{1}{A_y E_y} + \frac{1}{A_m E_m} \right] \tau_{frc} \psi x \, dx$$
$$S(L)_{3,1st} = \frac{1}{2} Q \tau_{frc} \psi L^2 \qquad \text{Equação 5.13}$$

Durante o movimento de corpo rígido ($\Delta_d > 0$) a resistência ao cisalhamento cai para τ_{din} , o comprimento de embebimento é reduzido para (L – Δ_d), e a força de *pullout* dinâmica é dada por:

$$P_{3,nth} = \tau_{din} \psi(L - \Delta_d)$$
 Equação 5.14

À medida que a carga continua a diminuir, o deslizamento continua aumentando, até o momento em que a carga cai abaixo de certo nível e o deslizamento também decresce devido ao descarregamento do material. O deslizamento final é imposto pelas garras do equipamento e a segunda fase dinâmica ocorre ($\Delta_d > 0$).

Considerando a Figura 5.7c2 e o equilíbrio estático, a distribuição da força pode ser escrita como:

$$F(x) = P_{3,nth} + \tau_{din} \psi(x - L + \Delta_d), \qquad 0 \le x \le L - \Delta_d \qquad \text{Equação 5.15}$$

O deslizamento na extremidade do fio pode ser calculado da mesma forma que a Equação 5.13:

$$S(L)_{3,nth} = \int_{0}^{L-\Delta_d} \left[\frac{F(x)}{A_f E_f} + \frac{F(x)}{A_m E_m} \right] dx = -\frac{\tau_d \psi Q}{2} (L - \Delta_d)^2 + P_{3,nth} Q(L - \Delta_d)$$
 Equação 5.16

O deslizamento total na região dinâmica é o deslizamento no final da região II (estática), S(L)_{2,last}, somado ao deslizamento dinâmico na região III:

$$S_{total}(L)_{3,1st} = S(L)_{2,last} + S(L)_{3,1st} \quad \text{para } \Delta_{d} = 0$$

$$S_{total}(L)_{3,nth} = S(L)_{2,last} + S(L)_{3,nth} \quad \text{para } \Delta_{d} > 0$$

Equação 5.17

O deslocamento medido experimentalmente na região III $(D_{medido}(L)_{3,nth})$, consiste no deslizamento total dado pela Equação 5.17 e o deslocamento do corpo rígido Δ_d :

$$D_{medido}(L)_{3,nth} = S(L)_{2,last} + S(L)_{3,nth} + \Delta_d$$
 Equação 5.18

A resposta ao arrancamento obtida a partir de resultados experimentais pode ser simulada, utilizando o modelo analítico descrito nas equações anteriores. O procedimento de simulação pode ser resumido da seguinte forma:

- Cálculo da média e desvio padrão dos resultados experimentais de ensaios de *pullout* de *n* corpos de prova a fim de se obter uma curva representativa;
- Na região elástica I, assume-se uma carga de arrancamento P₁ e calcula-se os deslizamentos S(L)₁ através da Equação 5.7. Aumenta-se o valor de P₁ até atingir P_{1b, max} (Equação 5.8), o qual define o final da região I;
- Na região não-linear II, definem-se valores de comprimento "d" e calcula-se P₂ e o deslizamento correspondente S(L)₂ (Equações 5.9 e 5.11). Assume-se que no final da região II o modo dinâmico começa, quando o deslizamento calculado S(L)₂ começa a diminuir, e
- Na região dinâmica III, a primeira resposta medida (P_{3,1st}, S_{total}(L)_{3,1st}), em que não ocorre deslizamento (Δ_d = 0), pode ser determinado pelas Equações 5.11-13 e 5.17. Quando o fio começa a deslizar dinamicamente (Δ_d > 0), a carga total e o deslizamento (P_{3,nth},S_{total}(L)_{3,nth}) são calculados pelas Equações 5.11, 5.14, 5.16 e 5.17. O deslocamento medido inclui o deslocamento do corpo rígido definido pela Equação 5.18, sendo usado na simulação.

5.3.2. Resultados dos ensaios de pullout dentro do microscópio

A Figura 5.8 apresenta as curvas típicas força *versus* deslizamento para o filamento, comprimentos de embebimento 3, 5 e 10 mm. O tratamento com polímero aumentou a força adesional de 0,32 para 0,65 N no filamento com 3 mm de comprimento, de 0,35 para 0,81 N para o comprimento de 5 mm e de 0,41 para 0,78 N, para 10 mm de embebimento. O tratamento provoca forte adesão química, promovendo ruptura das fibras: a energia de fratura é reduzida enquanto a resistência aumenta, tornando o material forte, porém frágil (SIERRA BELTRAN e SCHLANGEN, 2008).

Apesar da diferença nos valores de força adesional entre os comprimentos de embebimento, aplicando-se a análise de variância (nível probabilístico de significância de 5%), não houve diferença significativa para os diferentes comprimentos tanto para o filamento sem tratamento, quanto para o filamento tratado.

Aplicando-se a ANOVA para o mesmo comprimento, a fim de se avaliar a influência do tratamento na interface, houve, para todos os comprimentos diferença significativa entre valores de força adesional, para os filamentos sem e com tratamento, indicando que o tratamento com polímero afetou significativamente o comportamento da interface.



Figura 5.8 – Curvas típicas força *versus* deslizamento para o filamento, comprimento de embebimento de (a) 3 mm (b) 5 mm e (c) 10 mm.

A Figura 5.9 ilustra imagens do filamento, sem tratamento, dentro do microscópio. As imagens foram obtidas em vários momentos no decorrer do ensaio. As Figuras 5.9a e 5.9c são imagens obtidas no início do ensaio e as Figuras 5.9b e 5.9d no final do ensaio. Para o filamento sem tratamento (Fig. 5.9a e 5.9b), para todos os comprimentos de embebimento houve arrancamento da fibra, enquanto que para o filamento tratado houve fratura de fibra (Fig. 5.9c e 5.9d).



Figura 5.9 – Imagens obtidas durante o ensaio de arrancamento, dentro do microscópio, do filamento, comprimento de embebimento de 3mm: (a) e (b) sem tratamento e (c) e (d) com tratamento.

Os resultados dos ensaios de *pullout* do filamento estão sumarizados na Tabela 5.1. São apresentados os valores médios (de 5 a 10 corpos de prova) de força, tensão nominal e deslocamento, com os respectivos desvios padrões entre parênteses. Como mencionado anteriormente, no filamento sem tratamento houve arrancamento de fibra e no filamento tratado, fratura. Os resultados de tensão nominal da fibra de juta sem tratamento apresentaram comportamento similar aos da fibra de sisal, como apresentado por

SILVA *et al.* (2011b). Os autores investigaram a influência do comprimento de embebimento na aderência da fibra de sisal. Observaram aumento na força adesional com o aumento do comprimento, porém a adesão permaneceu constante, em torno de 0,36 MPa, aos 3 dias de cura. A fibra de sisal suportou tensão adesional de 0,67 MPa aos 28 dias.

Filamento	P _{max}	τ _{nom}	δ (mm)
	(N)	(MPa)	(correspondente à P _{max})
3mm - s/ trat.	0,32	0,51	0,06
	(0,11)	(0,18)	(0,04)
3mm – c/ trat.	0,65	1,02	0,11
	(0,20)	(0,31)	(0,08)
5mm – s/ trat.	0,35	0,33	0,10
	(0,15)	(0,15)	(0,08)
5mm – c/ trat.	0,81	0,76	0,10
	(0,38)	(0,36)	(0,04)
10mm – s/ trat.	0,41	0,20	0,13
	(0,16)	(0,08)	(0,05)
10mm – c/ trat.	0,78	0,37	0,17
	(0,25)	(0,12)	(0,11)

Tabela 5.1 - Resultados do ensaio de pullout - filamento.

s/trat. = sem tratamento; c/trat. = com tratamento.

 P_{max} = carga de arrancamento máxima; τ_{nom} = tensão nominal de aderência (máxima); δ = deslocamento referente à P_{max} .

Na Figura 5.10 estão apresentadas as curvas força *versus* deslizamento para o cordão. O tratamento com polímero aumentou a força adesional de 12,21 N para 15,81 N, para o comprimento de embebimento de 5 mm, e de 25,96 N para 27,15 N para o comprimento de 10 mm.

Aplicando-se a análise de variância para o cordão sem e com tratamento (nível probabilístico de significância de 5%), comparando os resultados dos comprimentos de embebimento 5 e 10 mm, houve diferença significativa nos valores de força adesional.

Aplicando-se a ANOVA para o mesmo comprimento de embebimento, a fim de se analisar a eficácia do tratamento, obteve-se, para o comprimento de embebimento de 5 mm, diferença significativa nos valores de força adesional. Ou seja, estatisticamente, o tratamento com polímero influenciou na aderência do cordão de juta. Já para o comprimento de 10 mm não houve diferença significativa nos valores de força. No caso do comprimento de 10 mm houve grande dispersão nos resultados.



Figura 5.10 – Curvas típicas força *versus* deslizamento para o cordão, comprimento de embebimento de (a) 5mm e (b) 10mm

A Figura 5.11 ilustra imagens do cordão, sem tratamento, dentro do microscópio. As imagens foram obtidas em vários momentos no decorrer do ensaio. A Figura 5.11a é uma imagem obtida no início do ensaio e a Figura 5.11d no final do ensaio. Nota-se que mesmo sem tratamento, a aderência não é tão ruim, pois há matriz presente na superfície da fibra.



Figura 5.11 – Imagens obtidas durante o ensaio de arrancamento, dentro do microscópio, do cordão, comprimento de embebimento de 5mm, sem tratamento: (a) início do ensaio (b) e (c) durante o ensaio e (d) final do ensaio.

A Figura 5.12 ilustra imagens do cordão, com tratamento, dentro do microscópio. O tratamento forma um filme, que protege a fibra, impermeabilizando-a, havendo diminuição da absorção de água pela fibra. Além da ativação dos filamentos internos, houve aumento da adesão química da fibra com a matriz e maior incorporação da matriz na superfície da fibra.



Figura 5.12 – Imagens obtidas durante o ensaio de arrancamento, dentro do microscópio, do cordão, comprimento de embebimento de 5mm, com tratamento (a) início do ensaio (b) e (c) durante o ensaio e (d) final do ensaio.

As Figuras 5.13a e 5.13b são imagens do cordão sem tratamento, comprimento de embebimento de 10 mm. A Figura 5.13a refere-se ao início do ensaio e a 5.13b ao fim do ensaio. Como observado para o cordão com 5 mm de comprimento sem tratamento, há matriz presente na superfície da fibra, indicando boa aderência dessa fibra na matriz. As Figuras 5.13c e 5.13d são do cordão tratado, referentes ao início e término do ensaio, respectivamente. Observa-se na Figura 5.13d grande quantidade de matriz aderida à superfície da fibra.



Figura 5.13 – Imagens obtidas durante o ensaio de arrancamento, dentro do microscópio, do cordão, comprimento de embebimento 10 mm (a) (b) sem tratamento e (c) e (d) com tratamento.

Na Tabela 5.2 estão os resultados do ensaio de *pullout* para o cordão, dentro do microscópio, comprimentos de embebimento de 5 e 10 mm. São apresentados os valores médios com os respectivos desvios padrões entre parênteses. Observa-se aumento nos valores de força com o aumento do comprimento de embebimento, além do aumento devido ao tratamento. Esse resultados se aproximam da adesão do cordão de cânhamo, apresentado no estudo de ASPRONE *et al.* (2001). A adesão de fibras de cânhamo sem tratamento foi de 1,02 e 2,20 MPa, para comprimentos de embebimento de 40 e 10 mm, respectivamente, enquanto que para as fibras tratadas com látex, a adesão foi de 1,68 e 2,06 MPa (40 e 10 mm). Os autores observaram o modo de fratura da fibra e relatam que a falha pode ter ocorrido entre os filamentos e o revestimento de látex, mostrando que a aderência do polímero. MÄDER *et al.* (2004) observaram aumento na adesão fibra-matriz em compósitos com fibras de vidro e carbono, em forma de cordão,

impregnadas com estireno-butadieno. Os autores relatam que a melhoria da adesão pode ser devido à forte interação entre o polímero e a matriz, causando variações na estrutura cristalina da interface.

Cordão	Cordão P _{max} (N)		δ (mm) (correspondente à P _{max})			
5mm – s/ trat.	12,21 (1,25)	0,99 (0,10)	0,22 (0,11)			
5mm – c/ trat.	15,81 (2,85)	1,25 (0,23)	0,41 (0,16)			
10mm – s/ trat.	25,96 (10,68)	1,05 (0,43)	0,49 (0,16)			
10mm – c/ trat.	27,15 (2,48)	1,08 (0,10)	0,64 (0,26)			
s/trat. = cordão sem tratamento; c/trat. = cordão com tratamento.						
P_{max} = carga de arrancamento máxima; τ_{nom} = tensão nominal de aderência (máxima);						

Tabela 5.2 - Resultados do ensaio de pullout - cordão.

5.3.3. Ensaio de arrancamento do cordão a partir do tecido

 δ = deslocamento referente à P_{max}.

Os resultados de *pullout* apresentados até agora foram realizados com fibras na forma de filamento e cordão, arrancados de uma matriz cimentícia. O ensaio de *pullout* do cordão a partir do tecido apresenta comportamento diferente, pois nesse caso, o cordão é puxado do tecido na matriz. Há, portanto, aderência adicional fornecida pelos fios da direção perpendicular. A análise do comportamento mecânico de adesão deve considerar as diferentes condições das áreas acima e abaixo do entalhe. Conforme apresentado na Figura 5.14, três diferentes regiões de aderência podem ser observadas: enquanto há aumento da região 1, a adesão foi ativada; na região 2 ocorre decréscimo da força de arrancamento provocado pela destruição da adesão e o descolamento da fibra a partir da matriz; na região 3 a força remanescente é determinada apenas por fricção da fibra (LORENZ e ORTLEPP, 2011).



Figura 5.14 - Relação força - deslizamento. Adaptado de LORENZ e ORTLEPP, 2011.

No Capítulo 6 é apresentado o estudo da durabilidade da interface. Nele, estão também os resultados de arrancamento para o cordão, comprimento de embebimento de 25 mm, sem e com tratamento. Comparando os resultados de arrancamento do cordão (a partir do tecido, Tabela 5.3), com os resultados de *pullout* tradicional (Capítulo 6: τ_{nom} = 0,47 MPa e 0,64 MPa, sem e com tratamento, respectivamente), pode-se observar que a tensão nominal é maior para o cordão puxado a partir do tecido. Isso pode ser devido ao fato de que, no ensaio do *pullout* do cordão a partir do tecido, os fios da direção transversal causam ancoragem mecânica, sendo necessário aplicar maior força para o arrancamento. Essa situação corresponde à situação real. A Figura 5.15 apresenta as curvas típicas força *versus* deslizamento.



Figura 5.15 – Curvas típicas força *versus* deslizamento para o cordão, comprimento de embebimento de 25mm - ensaio de arrancamento a partir do tecido.

O trecho inicial das curvas corresponde à fratura da matriz. A Tabela 5.3 apresenta os valores médios de força, tensão nominal e deslocamento, resultados do ensaio de

pullout do cordão a partir do tecido. O polímero aumentou a aderência do cordão, além de alterar o comportamento de arrancamento para fratura. O compósito reforçado com uma camada de tecido tratado apresentou tensão nominal de adesão média de 0,76 MPa, 43% maior que o com reforço sem tratamento.

Tabela 5.3 – Resultados do ensaio de pullout para o cordão, a partir do tecido. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.

Cordão	P _{max} (N)	τ _{nom} (MPa)	δ (mm)
25mm – s/ trat.	68,68 (24,67)	0,53 (0,20)	1,44 (0,53)
25mm – c/ trat.	110,44 (32,25)	0,76 (0,14)	0,79 (0,23)

s/trat. = cordão sem tratamento; c/trat. = cordão com tratamento.

 P_{max} = carga de arrancamento máxima; τ_{nom} = tensão nominal de aderência (máxima); δ = deslocamento referente à P_{max} .

5.3.4. Respostas das simulações

5.3.4.1. Filamento e cordão (pullout dentro do microscópio)

Módulo de Elasticidade (MPa)

O algoritmo de simulação do comportamento da interface foi cedido pelo Prof. Barzin Mobasher e sua utilização seguiu o roteiro presente no trabalho de SORANAKOM (2008). As propriedades do filamento e do cordão, utilizadas como parâmetros de entrada no programa, são apresentados na Tabela 5.4. Foram utilizados os resultados experimentais do filamento e cordão, comprimentos de embebimento de 3, 5 e 10 mm, com e sem tratamento com polímero. Os resultados experimentais foram apresentados anteriormente, nesse Capítulo. O modelo foi aplicado nas curvas representativas de cada situação.

Filamento Fio (cordão) Parâmetros s/ trat. c/ trat. s/ trat. c/ trat. Comprimento de embebimento (mm) 3, 5 e 10 3, 5 e 10 5 e 10 5 e 10 Diâmetro (mm) 0,066 0,068 0,785 0,804

43900

34710

5680

4260

Tabela 5.4 – Parâmetros de entrada utilizados nas simulações.

Os parâmetros da interface utilizados no modelo (τ_{max} , τ_{frc} , τ_{din} e fator de eficiência de rigidez η) foram estimados a fim de se obter uma correlação entre a simulação e os resultados experimentais (Tabela 5.5). O parâmetro fator de eficiência de rigidez η ,

definido com base na observação da rigidez de um fio (A_yE_y) , superestima os valores experimentais de forma significativa. Segundo SORANAKOM (2008) esse valor é superestimado devido a fatores como: variações de aderência ao longo da interface, distribuição não uniforme de todos os filamentos no início e durante o ensaio, curvatura inicial dos fios e falta de ligação de todos os filamentos do fio devido a imperfeições e porosidade. Esse parâmetro representa a porcentagem efetiva de filamentos que contribui para a rigidez da interface.

A fim de se obter um ajuste realista dos dados experimentais, o fator de eficiência foi introduzido como redução da rigidez nominal do cordão ($\eta < 1$), devido às ineficiências na adesão. Esse parâmetro representa o percentual de filamentos eficazes que de fato contribuem para a rigidez aparente ($\eta A_y E_y$). Nesse estudo o fator de eficiência foi relacionado ao polímero. No cordão, está ligado à ativação dos filamentos internos e no caso do filamento, está ligado à maior afinidade química da fibra com a matriz devido à utilização do polímero.

Os valores experimentais de carga, deslocamento e τ_{nom} são apresentados na Tabela 5.5, bem como os parâmetros utilizados na simulação. A tensão nominal (τ_{nom}) é a tensão máxima, dada por:

$$\tau_{nom} = \frac{P_{\text{max}}}{\pi \phi L}$$
 Equação 5.19

Onde P_{max} é a carga máxima, ϕ o diâmetro da fibra e "L" o comprimento de embebimento.

	Experimental		Simulação					
		P _{max} (N)	δ_{max} (mm)	τ _{nom} (MPa)	τ _{max} (MPa)	τ _{frc} (MPa)	τ _{din} (MPa)	η (%)
	3mm s/trat.	0,32 (0,11)	0,06 (0,04)	0,51 (0,18)	0,52	0,05	0,03	10
	3mm c/trat.	0,65 (0,20)	0,11 (0,08)	1,02 (0,31)	1,1	0	0	11
Ellomente	5mm s/trat.	0,35 (0,15)	0,10 (0,08)	0,33 (0,15)	0,3	0,05	0,05	10
Filamento	5mm c/trat.	0,81 (0,38)	0,10 (0,04)	0,76 (0,36)	0,77	0	0	18
	10mm s/trat.	0,41 (0,16)	0,13 (0,05)	0,20 (0,08)	0,2	0,05	0,05	10
	10mm c/trat.	0,78 (0,25)	0,17 (0,11)	0,37 (0,12)	0,38	0	0	35
Cordão	5 mm s/trat.	12,21 (1,25)	0,54 (0,32)	0,99 (0,10)	1,0	0,8	0,7	8,5
	5 mm c/trat.	15,81 (2,85)	0,88 (0,29)	1,25 (0,23)	2,0	1,1	1,1	12
	10 mm s/trat.	25,96 (10,68)	1,28 (0,51)	1,05 (0,43)	1,0	0,3	0,3	11
	10 mm c/trat.	27,15 (2,48)	2,09 (1,03)	1,08 (0,10)	1,85	1,1	1,1	18

Tabela 5.5 - Parâmetros obtidos nos experimentos e simulações. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.

s/trat. = sem tratamento; c/trat. = com tratamento.

 P_{max} = carga de arrancamento máxima; δ_{max} = deslocamento referente à P_{max} ;

 τ_{nom} = tensão nominal de aderência (máxima); τ_{frc} = tensão friccional; τ_{frc} = tensão de

cisalhamento dinâmico; n = fator de eficiência.

A aplicação do modelo assume que a seção transversal da fibra permanece constante ao longo do comprimento. A aplicação do modelo resultou em valores de tensão próximos aos valores de tensão nominal para o filamento, enquanto que para o cordão os valores de tensão para fibra tratada foram maiores que os resultados experimentais. De acordo com SORANAKOM (2008), uma vez que os valores de tensão nominal se aproximam dos parâmetros de resistência ao cisalhamento (τ_{max}), a tensão nominal pode ser utilizada para determinar a aderência característica do sistema fibra-matriz.

O fator de eficiência utilizado no modelo pode ser relacionado ao uso do polímero, sendo, portanto, maior para o cordão com tratamento (Tabela 5.5). Essa correlação implica que o polímero penetrou nos filamentos mais internos, melhorando a aderência da fibra com a matriz, contribuindo de forma mais eficiente para a rigidez da interface, comparado ao fio sem tratamento. No caso do filamento, o fator de eficiência também pode ser relacionado ao polímero, porém nesse caso pode-se relacionar com a alteração

da afinidade química da fibra com a matriz, proporcionada pelo polímero, sendo que, apesar do polímero provocar alterações na superfície do filamento, tornando a superfície mais homogênea e mais lisa, a afinidade química aumenta, contribuindo para maior aderência.

A correlação do modelo analítico com os resultados experimentais é mostrada nas figuras a seguir. Na Figura 5.16a estão ilustradas a curva experimental representativa, bem como a curva resultado da simulação, para o filamento com 3 mm de comprimento de embebimento, sem tratamento. Nesse caso o modelo se ajustou bem aos resultados experimentais. As Figuras 5.16b e 5.16c ilustram as distribuições de tensão de cisalhamento na interface e tração na fibra, como apresentado no item de formulação do programa. O programa fornece a distribuição de força de tração na fibra. Os valores de força foram divididos pelas respectivas áreas para obtenção dos valores de tensão.



Figura 5.16 - Filamento 3 mm sem tratamento: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.

Observando as Figuras 5.16a e 5.17a e como mencionado anteriormente, no caso dos corpos de prova com filamento sem tratamento houve arrancamento de fibra e nos com filamento tratado, fratura. As curvas para os comprimentos 5 e 10 mm apresentaram comportamento semelhante às de 3 mm e são mostradas no Anexo II.

Na Figura 5.16b e 5.16c são apresentadas as curvas distribuição de tensão de cisalhamento na interface e tração na fibra, respectivamente, ao longo do comprimento de embebimento. A tensão de aderência é alta e praticamente constante nas regiões I e II (0,52 MPa) e decresce na região III. Ocorre boa transferência de tensão para a fibra,

cerca de 95 MPa, sendo a capacidade de resistência da fibra sem tratamento de 249 ± 89 MPa (resultado do Capítulo 4).

As curvas distribuição de tensão de cisalhamento e tração na fibra para o filamento tratado são mostradas na Figura 5.17c e 5.17d. A tensão de aderência é maior que para o filamento sem tratamento, de 1,1 MPa e, como ocorre fratura da fibra, nula na região III. A transferência de tensão para a fibra também é elevada, cerca de 195 MPa, sendo a capacidade de resistência da fibra com tratamento de 281 ± 123 MPa. O tratamento aumentou a aderência em 112% e aumentou a transferência de tensão de tração na fibra em 108%, para o comprimento de embebimento de 3 mm.

Para o comprimento de embebimento de 5 mm, a aderência aumentou 157% e a transferência de tração 153%, devido ao tratamento. Para o comprimento de 10 mm o aumento tanto na aderência quanto na transferência de tensão de tração foi cerca de 90%.



Figura 5.17 - Filamento 3 mm com tratamento: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.

As Figuras 5.18 e 5.19 são do cordão, comprimento de embebimento de 5 mm, sem tratamento e com tratamento, respectivamente. Nas Figuras 5.18a e 5.19a, pode-se observar que a simulação mostrou bom ajuste em relação aos resultados experimentais até τ_{max} .



Figura 5.18 - Cordão 5 mm sem tratamento: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.

A Figura 5.18b ilustra a distribuição de tensão de cisalhamento no cordão sem tratamento, comprimento de embebimento de 5 mm. A aderência na região I é crescente entre aproximadamente 0,5 e 1,0 MPa. Na região II a aderência é crescente até τ_{max} (1,0 MPa) e diminui para 0,8 MPa, permanecendo constante ao longo do comprimento de embebimento. Na região III a tensão de cisalhamento é constante, $\tau_{frc} = 0,8$ MPa, antes do deslizamento da fibra ($\Delta d = 0$) e quando o cordão começa a deslizar dinamicamente ($\Delta d > 0$) a tensão cai para 0,7 MPa (τ_{din}). Na Figura 5.18c é apresentada a transferência

de tensão de tração para o cordão. Observa-se que a transferência máxima de tensão está em torno de 21 MPa, bem abaixo da capacidade de resistência do cordão sem tratamento, que é de 104 ± 18 MPa (resultado apresentado no Capítulo 4).

As curvas distribuição de tensão de cisalhamento e tração na fibra para o cordão tratado são mostradas na Figura 5.19c e 5.19d. A tensão de aderência é maior do que para o cordão sem tratamento, em todas as regiões. A transferência de tensão de tração para a fibra também é maior que a observada para o cordão sem tratamento, cerca de 36 MPa. A capacidade de resistência da fibra com tratamento é de 88 ± 18 MPa. O tratamento aumentou a aderência em 100% e aumentou a transferência de tensão de tração na fibra em 67,5%, para o comprimento de embebimento de 5 mm. Para o comprimento de embebimento de 10 mm a aderência aumentou 85% e a transferência de tração 47%, devido ao tratamento.



Figura 5.19 - Cordão 5 mm com tratamento: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.

5.3.4.2. Cordão a partir do tecido

Os parâmetros de entrada utilizados nas simulações para o cordão a partir do tecido, são apresentados na Tabela 5.6. Foram utilizados os mesmos parâmetros que para o cordão dentro do microscópio, com diferença no comprimento de embebimento.

Parâmetros	Sem tratamento	Com tratamento
Comprimento de embebimento (mm)	25	25
Diâmetro (mm)	0,785	0,804
Módulo de Elasticidade (MPa)	5680	4260

Tabela 5.6 – Parâmetros de entrada utilizados nas simulações.

Os parâmetros da interface utilizados no modelo (τ_{max} , τ_{frc} , τ_{din} e fator de eficiência de rigidez η) foram estimados a fim de se obter uma correlação entre a simulação e os resultados experimentais e são apresentados na Tabela 5.7. Os valores de tensão de cisalhamento da simulação foram maiores que τ_{nom} . O fator de eficiência nesse caso pode ser atribuído ao polímero e aos cordões na direção transversal, que, como mencionado anteriormente, provocam ancoragem mecânica aumentando a aderência.

Tabela 5.7 - Parâmetros obtidos nos experimentos e simulações.

	Experimental			Simulação				
	P _{max} (N)	δ _{max} (mm)	τ _{nom} (MPa)	τ _{max} (MPa)	τ _{frc} (MPa)	τ _{din} (MPa)	η (%)	
25mm s/trat.	68,68 (24,67)	1,44 (0,53)	0,53 (0,20)	0,85	0,20	0,20	10	
25mm c/trat.	110,44 (32,25)	0,79 (0,23)	0,76 (0,14)	1,05	0	0	60	

s/trat. = cordão sem tratamento; c/trat. = cordão com tratamento.

 P_{max} = carga de arrancamento máxima; δ_{max} = deslocamento referente à P_{max} ;

 τ_{nom} = tensão nominal de aderência (máxima); τ_{frc} = tensão friccional; τ_{frc} = tensão de cisalhamento dinâmico; η = fator de eficiência.

Na Figura 5.20a estão ilustradas as curvas experimental representativa e a curva resultado da simulação, para o cordão com 25 mm de comprimento de embebimento, sem tratamento. O modelo apresentou bom ajuste para essa situação. As Figuras 5.20b e 5.20c ilustram as distribuições de tensão de cisalhamento na interface e tração na fibra.



Figura 5.20 - Cordão 25 mm sem tratamento: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.

A Figura 5.20b ilustra a distribuição de tensão de cisalhamento no cordão sem tratamento, comprimento de embebimento de 25 mm. A aderência na região I é crescente entre aproximadamente 0,4 e 0,85 MPa. Na região II a aderência é crescente até τ_{max} (0,85 MPa) e diminui para 0,2 MPa, permanecendo constante ao final do comprimento de embebimento. Na região III a tensão de cisalhamento é constante de 0,2 MPa. Na Figura 5.19c é apresentada a transferência de tensão de tração para o

cordão. Observa-se que a transferência máxima de tensão está em torno de 70 MPa, bem próxima à capacidade de resistência do cordão sem tratamento, que é de 104 ± 18 MPa.

Na Figura 5.21a estão ilustradas as curvas experimental e simulação para o cordão com 25 mm de comprimento de embebimento, com tratamento. O modelo apresentou bom ajuste aos resultados experimentais. No cordão tratado houve fratura de fibra ($\tau_{frc} e \tau d_{in}$ foram iguais a zero).

As curvas distribuição de tensão de cisalhamento e tração na fibra para o cordão tratado são mostradas na Figura 5.21c e 5.21d. A tensão de aderência foi maior que para o cordão sem tratamento. A transferência de tensão de tração para a fibra foi muito elevada, de 100 MPa, praticamente máxima, uma vez que a capacidade de resistência da fibra com tratamento é de 88 ± 18 MPa. O tratamento aumentou a aderência em 23,5% e aumentou a transferência de tensão de tração na fibra em 49,5%, para o comprimento de embebimento de 25 mm.



Figura 5.21 - Cordão 25 mm com tratamento: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.

5.5. CONCLUSÃO

Nesse Capítulo foi apresentado o estudo da interface, realizado na TU Dresden, Alemanha. Os ensaios de *pullout* foram realizados aos 28 dias, dentro do microscópio ambiental. Para o filamento, foram feitos testes na fibra com e sem tratamento, nos comprimentos de embebimento de 3, 5 e 10 mm. Os valores de força adesional foram significativamente iguais com o aumento do comprimento: entre 0,32 N e 0,41 N para o filamento sem tratamento e entre 0,65 N e 0,81 N para o tratado. Para todos os comprimentos, a força adesional foi maior para o filamento com tratamento. O tratamento com polímero diminuiu a capacidade de absorção de água, melhorou a adesão química entre a fibra e a matriz e consequentemente, melhorou a transferência de tensões fibra-matriz.

No cordão, a tensão adesional do cordão tratado foi maior que a do cordão sem tratamento, para os dois comprimentos de embebimento: para o comprimento de 5 mm, a força adesional foi de 12 N e 16 N para o cordão sem e com tratamento, respectivamente; para o comprimento de 10 mm, a força adesional foi de 25,9 N e 27,1 N para o cordão sem e com tratamento. No ensaio do cordão a partir do tecido, os resultados também foram melhores para o cordão tratado. Esse ensaio apresenta um comportamento realista da interface, uma vez que o cordão é puxado do tecido. O acréscimo na aderência, comparado ao ensaio de *pullout* tradicional, se deve em parte à contribuição dos cordões na direção transversal, os quais podem causar ancoragem mecânica.

Um modelo analítico foi aplicado utilizando os resultados experimentais de *pullout* do filamento e cordão dentro do microscópio, além dos resultados do cordão a partir do tecido. O modelo demonstrou capacidade para se ajustar a várias curvas representativas apresentadas. A tensão máxima ao cisalhamento e a tensão friccional foram bem correlacionadas com a tensão nominal. Um parâmetro de eficiência da rigidez foi utilizado e relacionado à eficiência do polímero. O modelo forneceu curvas de distribuição de tensão de cisalhamento na interface, além da distribuição de tração na fibra, onde foi possível constatar quanto o tratamento com polímero melhorou a interface: devido ao tratamento, a transferência de tensão de cisalhamento na interface foi maior entre 90% e 157% do que os filamentos sem tratamento, entre os diferentes

comprimentos de embebimento, bem como a transferência de tensão de tração na fibra, entre 90% e 153%.

No cordão, o aumento provocado pelo tratamento para tensão de cisalhamento foi de 100% e 85 %, para os comprimentos de embebimento de 5 mm e 10 mm, respectivamente, e a transferência de tensão de tração para a fibra foi de 67,5 % (5 mm) e 47% (10 mm).

6. DURABILIDADE DA INTERFACE

6.1. INTRODUÇÃO

O estudo da durabilidade da interface foi realizado através de ensaios de *pullout*, na matriz com substituição parcial do cimento por metacaulinita e cinza volante (40MK 10CV). Foi utilizado cordão, sem e com tratamento com polímero, comprimento de embebimento de 25 mm. Os corpos de prova foram submetidos a 10 e 25 ciclos de molhagem e secagem.

6.2. PROGRAMA EXPERIMENTAL

6.2.1. Materiais, processamento e ensaio

A adesão fibra-matriz foi avaliada através de ensaio de arrancamento (*pullout*). Foram moldadas amostras com cordão de juta tratado e não tratado e comprimento de embebimento de 25 mm, como ilustra a Figura 6.1. Os moldes utilizados foram tubos de PVC, de comprimento e diâmetro de 25 mm, fixados em duas placas acrílicas. Essas placas apresentam orifícios por onde a fibra é inserida, além de orifícios para colocação da matriz. Com o molde montado (tubos fixados às placas), as fibras eram colocadas e coladas com fita adesiva na parte inferior. Posteriormente foi adicionada a matriz. As fibras foram levemente puxadas e coladas com fita adesiva na placa superior, a fim de mantê-las alinhadas. A desmoldagem se deu pela remoção das placas acrílicas. Os corpos de prova foram então armazenados em recipientes fechados e esses recipientes mantidos em câmara úmida (temperatura de 21 ± 1 °C e umidade relativa de 100%), por 28 dias. Após 28 dias de cura, os corpos de prova foram submetidos a 10 e 25 ciclos de molhagem e secagem. A duração dos ciclos de molhagem e secagem foi a mesma que para os compósitos: 24 h de molhagem e 48 h de secagem, como apresentado no Capítulo 8.



Figura 6.1 – Moldagem de corpos de prova para o ensaio de arrancamento.

A Figura 6.2a ilustra a etapa de molhagem. A secagem foi realizada em câmara de ventilação forçada com condições controladas: temperatura de 38 ± 2 °C e velocidade do vento de 0,5 m/s, como ilustra a Figura 6.2b. Foram também produzidos corpos de prova para referência, os quais foram submetidos ao ensaio de arrancamento aos 28 e 120 dias. Todos os corpos de prova foram ensaiados aos 120 dias (exceto os de referência 28 dias). Após o término de cada período de envelhecimento, os corpos de prova eram armazenados novamente em recipientes e mantidos em sala climatizada, a uma temperatura de 23°± 1°C, até a data de ensaio. Os corpos de prova de referência foram mantidos em câmara úmida até 25 e 117 dias, secos na câmara de ventilação forçada por 2 dias e testados aos 28 e 120 dias.



Figura 6.2 – Corpos de prova submetidos ao envelhecimento acelerado: (a) molhagem e (b) secagem.

6.2.2. Ensaio de arrancamento

Os ensaios de arrancamento foram realizados na máquina de ensaios Tytron 250, sistema MTS, com célula de carga de 50 N. Foram realizados ensaios no cordão, com comprimento de embebimento de 25 mm, a uma velocidade de deslocamento de 0,5 mm/min. A Figura 6.3b ilustra a fixação do corpo de prova ao equipamento.



Figura 6.3 - Ensaio de arrancamento: (a) vista geral da configuração de ensaio e (b) detalhe do encaixe do molde de PVC.

6.3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 6.4 são apresentadas as curvas típicas força de arrancamento *versus* deslizamento para os corpos de prova submetidos a 10 e 25 ciclos de molhagem e secagem, bem como referência 28 dias e referência 120 dias. Observa-se que houve fratura de fibra para todos os corpos de prova, exceto para os de referência-28d, fibra sem tratamento. Nota-se também que a rigidez é maior para os corpos de prova com fibra tratada. O polímero melhorou a aderência fibra-matriz, além de aumentar a rigidez da interface. O aumento na rigidez do cordão tratado implica que o cordão é ativado em pequenos deslocamentos e esse comportamento contribui no comportamento no compósito. Se o cordão tratado ativado em aberturas de fissuras menores pode haver limitação da abertura de fissuras de forma eficaz como um todo.



Figura 6.4 – Curvas típicas força de arrancamento versus deslizamento dos corpos de prova após período de envelhecimento acelerado.

Da mesma forma como apresentado no Capítulo 5, foi aplicado modelo analítico para predição da interface de SUEKI *et al.* (2007) e SORANAKOM (2008). Os parâmetros de entrada são os mesmos utilizados para o cordão no Capítulo 5, com diferença no comprimento de embebimento (Tabela 6.1):

Darâmetros	Fio (cordão)		
	s/ trat.	c/ trat.	
Comprimento de embebimento (mm)	25	25	
Diâmetro (mm)	0,785	0,804	
Módulo de Elasticidade (MPa)	5680	4260	

Tabela 6.1 – Parâmetros de entrada utilizados nas simulações.

Os parâmetros da interface utilizados no modelo (τ_{max} , τ_{frc} , τ_{din} e fator de eficiência de rigidez η) foram estimados a fim de se obter uma correlação entre a simulação e os resultados experimentais (Tabela 6.2). Pode ser observado que os valores de τ_{nom} foram praticamente iguais aos valores de τ_{max} , e a eficiência do reforço (η) maior para o cordão tratado. Como mencionado no Capítulo 5, o polímero aumenta o percentual de filamentos que contribui para a adesão, o que justifica maiores valores de eficiência. A aderência do cordão tratado foi maior que a o cordão sem tratamento, em todos os períodos de envelhecimento. Quanto à durabilidade, mesmo após 25 ciclos a adesão do cordão sem tratado após 25 ciclos apresentou tensão de aderência de 0,39 MPa, (redução de 39% em relação à referência-28 dias).

	Experimental		Simulação				
	P _{max} (N)	τ _{nom} (MPa)	δ _{max} (mm)	τ _{max} (MPa)	τ _{frc} (MPa)	τ _{din} (MPa)	η (%)
Ref.28d – s/trat.	28,97 (4,00)	0,47 (0,06)	1,38 (0,54)	0,45	0,32	0,32	12
Ref.12d – s/trat.	23,03 (4,03)	0,37 (0,07)	0,64 (0,19)	0,41	0	0	19
10 ciclos – s/trat.	20,15 (6,75)	0,33 (0,11)	0,90 (0,53)	0,44	0	0	19,5
25 ciclos – s/trat.	18,90 (3,61)	0,31 (0,06)	0,84 (0,29)	0,31	0	0	8
Ref.28d – c/trat.	39,18 (5,79)	0,64 (0,09)	0,65 (0,12)	0,64	0	0	35
Ref.120d – c/trat.	32,14 (8,30)	0,52 (0,13)	0,68 (0,24)	0,56	0	0	42
10 ciclos – c/trat.	23,93 (5,61)	0,39 (0,09)	0,41 (0,17)	0,41	0	0	40
25 ciclos – c/trat.	21,76 (5,66)	0,35 (0,09)	0,32 (0,13)	0,39	0	0	44

Tabela 6.2 – Parâmetros obtidos nos experimentos e simulações. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.

s/trat. = cordão sem tratamento; c/trat. = cordão com tratamento.

 P_{max} = carga de arrancamento máxima; δ_{max} = deslocamento referente à P_{max} ;

 τ_{nom} = tensão nominal de aderência (máxima); τ_{frc} = tensão friccional; τ_{frc} = tensão de

cisalhamento dinâmico; η = fator de eficiência.

Na Figura 6.5a estão ilustradas a curva experimental representativa e a curva resultado da simulação, para o cordão com 25 mm de comprimento de embebimento, sem tratamento. Essas curvas são para a referência, 28 dias. As Figuras 6.5b e 6.5c ilustram as distribuições de tensão de cisalhamento na interface e tração na fibra, em função do comprimento de embebimento.



Figura 6.5 - Cordão 25 mm sem tratamento – 28 dias: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.

A Figura 6.5b ilustra a distribuição de tensão de cisalhamento na interface, para o cordão sem tratamento, comprimento de embebimento de 25 mm, 28 dias. A aderência nas regiões I e II é crescente entre aproximadamente 0,32 e 0,45 MPa. Na região III a tensão de cisalhamento é constante de 0,32 MPa. Na Figura 6.5c é apresentada a transferência de tensão de tração para o cordão. Observa-se que a transferência máxima de tensão está em torno de 51 MPa, praticamente metade da capacidade de resistência do cordão sem tratamento, que é de 104 \pm 18 MPa (resultado apresentado no Capítulo 4).



Figura 6.6 - Cordão 25 mm com tratamento – 28 dias: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.

Na Figura 6.6a estão ilustradas a curva experimental representativa e a curva resultado da simulação, para o cordão com tratamento, comprimento de embebimento de 25 mm. As curvas distribuição de tensão de cisalhamento e tração na fibra *versus* comprimento de embebimento para o cordão tratado são mostradas nas Figuras 6.6b e 6.6c. A tensão de aderência é maior que para o cordão sem tratamento. A transferência de tensão de tração para a fibra foi 76 MPa, bem elevada (resistência da fibra com tratamento é de 88 \pm 18 MPa). O tratamento aumentou a aderência em 42,2% e a transferência de tensão de tração na fibra em 47,2%, para a referência.
No caso de 120 dias, referência, o tratamento aumentou a aderência em 36,6% e a transferência de tensão de tração na fibra em 37,4%. Para 25 ciclos de molhagem e secagem, o aumento na aderência foi de 25,8% e a transferência de tração para a fibra foi de 37,6%, devido ao tratamento. Para 10 ciclos de molhagem e secagem, houve redução nos valores de aderência e transferência de tração na fibra em torno de 6,8%. As curvas força *versus* deslocamento (experimental e simulação), bem como as curvas distribuição de tensão de cisalhamento e tração *versus* comprimento de embebimento para referência-120 dias, 10 e 25 ciclos de molhagem e secagem são apresentadas no Anexo III.

6.4. CONCLUSÃO

O estudo da durabilidade da interface foi realizado através de ensaios de arrancamento em corpos de prova produzidos com cordão de juta, sem e com tratamento com polímero, submetidos a 10 e 25 ciclos de molhagem e secagem. O modelo analítico de SUEKI *et al.* (2007) e SORANAKOM (2008) foi utilizado na determinação da distribuição das tensões de cisalhamento na interface e distribuição de tração na fibra. O polímero aumentou a aderência do cordão na matriz cimentícia. Além disso, mesmo após 25 ciclos de molhagem e secagem, os cordões apresentaram aderência de 0,31 MPa para o cordão sem tratamento e 0,39 MPa para o cordão tratado, valores 31 e 39% menores que os valores de referência-28dias.

Apesar de não ter sido realizado estudo da durabilidade da interface em matriz apenas de cimento, os resultados desse Capítulo podem ser correlacionados com os resultados do artigo de durabilidade química em anexo (Anexo IV), onde foi relatado que a aplicação do tratamento juntamente com a substituição parcial do cimento por pozolana proporcionam bom comportamento mecânico aos compósitos. O tratamento com polímero melhora a aderência através da ativação dos filamentos internos, além de proporcionar adesão química. Ainda, as reações pozolânicas consomem o hidróxido de cálcio protegendo não apenas a fibra, como também o polímero do processo de degradação.

7. DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DOS COMPÓSITOS

7.1. INTRODUÇÃO

Nesse Capítulo são apresentados a produção e comportamento mecânico dos compósitos têxteis reforçados com fibra de juta. Como mencionado anteriormente, essa fibra foi escolhida por ser encontrada comercialmente na forma de tecido e devido ao bom desempenho à tração. Foram moldados compósitos com a matriz 40MK 10CV, reforçados com 1, 3 e 5 camadas, sendo que para o compósito com 5 camadas foram produzidos compósitos com reforço impregnado com polímero. Os corpos de prova foram submetidos à teste de tração aos 28 dias.

7.2. PROGRAMA EXPERIMENTAL

7.2.1. Materiais e processamento

Foram realizadas moldagens com 1, 3 e 5 camadas de tecido de juta, com tecido sem tratamento (fração volumétrica de 2, 6 e 10%, respectivamente), e moldagens com 5 camadas com tecido impregnado por 10 e 50 min. O tratamento consistiu na imersão do tecido no polímero estireno butadieno por 10 ou 50 minutos, como ilustra a Figura 7.1. Posteriormente, os tecidos eram esticados num quadro de madeira com pregos e colocados para secar em ambiente com temperatura controlada, de $38 \pm 2^{\circ}$ C, por 24 h.





Figura 7.1 – Tratamento por impregnação: (a) imersão do tecido de juta no polímero; (b) quadro de madeira com pregos para fixação do tecido impregnado; (c) fixação do tecido no quadro de madeira e (d) posição do quadro para etapa de secagem.

O traço adotado foi de 1:1:0,4, com 2,5% de superplastificante e substituição parcial do cimento por 40% de metacaulinita e 10% de cinza volante. As misturas foram realizadas em argamassadeira com capacidade de 20 L, da seguinte forma: mistura dos materiais secos por 3 min na velocidade de 125 rpm; pausa de 30 s para remoção do material retido no fundo do recipiente; acréscimo do superplastificante diluído em água por 2 min mantendo-se a velocidade; pausa de 40 s para remoção do material retido. Posteriormente, foi realizada homogeneização da mistura por mais 2 min na velocidade de 220 rpm e por mais 1 min na velocidade 450 rpm. Foi utilizado o molde da Figura 7.2a, de dimensões 440 mm x 580 mm, confeccionado para essa pesquisa, para moldagem de compósitos têxteis.

A Figura 7.2b mostra o esquema de moldagem. As primeiras e últimas camadas eram de argamassa. A fim de garantir a espessura do compósito, foi utilizado o valor da massa específica da mistura fresca para calcular a massa utilizada por camada. O reforço foi

esticado e fixado nos parafusos do molde. A desmoldagem foi realizada 24h após a moldagem com auxílio de estilete e tesoura. A placa então foi mantida em câmara úmida, a uma temperatura de 21 ± 1 °C e umidade relativa de 100%, até 24 horas antes da data dos ensaios mecânicos. Antes dos ensaios, as placas foram submetidas ao corte em peças de 60 mm x 450 mm (largura x comprimento).



Figura 7.2 - (a) Molde utilizado para confecção de compósitos têxteis e (b) esquema de moldagem.

A Figura 7.3 ilustra o processo de produção dos compósitos. As réguas brancas, perfuradas, foram utilizadas para delimitar a área onde seria colocada a argamassa. Essas réguas foram colocadas e removidas em cada camada. Ao final da moldagem, uma placa de acrílico foi colocada sobre a placa, além de uma bandeja de plástico com 20 kg de água (exercendo pressão de 0,8 kPa), com a finalidade de manter os tecidos no lugar e obter uma mistura mais compacta.



Figura 7.3 – Processo de moldagem dos compósitos têxteis.

7.2.2. Comportamento mecânico

Os corpos de prova foram mantidos em câmara úmida, em 21 ± 1 °C, umidade relativa de 100%, e retirados 24 h antes da realização dos ensaios. Foram colocados na sala de ensaios, em temperatura de 23 ± 2 °C, e submetidos a testes de tração, aos 28 dias. As amostras foram moldadas com dimensões de 450 mm x 60 mm x 12 mm (comprimento x largura x espessura), conforme recomendações da RILEM para testes de tração em compósitos cimentícios têxteis (BRAMESHUBER, 2010). Foi utilizada célula de carga de 50 kN, velocidade de ensaio de 0,5 mm/min e obtenção dos deslocamentos através de dois LVDTs posicionados conforme mostrado na Figura 7.4. Os corpos de prova foram fixados em placas de aço, através de parafusos. A Figura 7.4 ilustra o arranjo experimental utilizado nos ensaios de tração direta. Os corpos de prova foram previamente pintados com tinta branca na região central, para melhor visualização das fissuras.



Figura 7.4 - Arranjo experimental de tração utilizado nos ensaios de tração direta dos compósitos.

Uma câmera de alta resolução foi acoplada ao ensaio para aquisição de imagens, como apresentado na Figura 7.5, para avaliação do padrão de fissuração. As imagens foram captadas a cada 30 s. Com o auxílio do software ImageJ e das referências milimétricas coladas às amostras, foram determinados os valores de espaçamento de fissuras. Através das imagens obtidas foi possível correlacionar o espaçamento de fissuras com a deformação e tensão aplicada.



Figura 7.5 – Detalhe do ensaio de tração direta: câmera acoplada ao ensaio para aquisição de imagens.

A densidade de fissuração na tração foi determinada pela razão entre número de fissuras e comprimento. As imagens obtidas no ensaio de tração foram utilizadas para o cálculo de espaçamento entre fissuras. O espaçamento entre fissuras foi determinado da seguinte forma:

(i) para um dado corpo de prova foram identificadas as fotos em que surgiram novas fissuras; (ii) para cada foto, foi medido o espaçamento entre as fissuras no software ImageJ e os resultados armazenados em planilha Excel, conforme Figura 7.6; (iii) no Excel, foi feito o cálculo das médias dos espaçamentos de cada foto e, de acordo com a posição da foto, foi identificado o tempo em que houve o aparecimento da fissura; (iv) com o valor do tempo foi possível localizar, na planilha de resultados de cada corpo de prova, a deformação correspondente a esse tempo; (v) posteriormente, foi traçada a curva espaçamento de fissuras *versus* deformação. Esse procedimento foi realizado para os compósitos com 3 e 5 camadas com reforço sem tratamento e para os compósitos com 5 camadas com reforço tratado por 10 e 50 min.



Figura 7.6 – Processo de determinação do espaçamento de fissuras: (a) imagem obtida no ensaio de tração; (b) medidas de espaçamento de fissuras obtidas no software ImageJ e (c) armazenamento das medidas em planilha Excel.

7.2.3. Análise microestrutural

A microestrutura dos compósitos reforçados com 5 camadas, com tecido com e sem tratamento, foi analisada através de imagens obtidas no MEV de bancada *Hitachi TM – 3000*, do Laboratório de Técnicas Análiticas (Labest/COPPE/UFRJ). As amostras foram analisadas sob uma tensão de aceleração de 15 kV e uma distância de trabalho de aproximadamente entre 9,5 e 13,1 mm.

7.3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados dos ensaios de tração para os compósitos com 1, 3 e 5 camadas de tecido sem tratamento, são apresentados na Figura 7.7 e na Tabela 7.1. Os compósitos com 3 e 5 camadas apresentaram maior capacidade de deformação e formação de múltiplas fissuras. Como pode ser observado na Figura 7.7, com o aumento do número de camadas, houve aumento do número de fissuras. O compósito reforçado com 1 camada apresentou apenas 1 fissura, enquanto o de 3 camadas apresentou 6 fissuras e o com 5 camadas 11 fissuras.



Figura 7.7 – Influência do número de camadas no comportamento à tração direta de compósitos cementícios têxteis: (a) curvas tensão *versus* deformação e (b) fotos de compósitos com 1, 3 e 5 camadas de tecido sem tratamento.

A Figura 7.8 refere-se aos compósitos com 5 camadas de tecido com tratamento, sendo o tecido impregnado por 10 e 50 min, comparados com o compósito reforçado com 5 camadas de tecido sem tratamento. Pode ser observado que os compósitos com tecido

tratado apresentaram mais fissuras e com menor espaçamento entre elas. O compósito reforçado com 5 camadas de tecido sem tratamento apresentou 11 fissuras, o com 5 camadas impregnado por 10 min 20 fissuras e o impregnado por 50 min 24 fissuras.



Figura 7.8 - Influência do tratamento no comportamento à tração direta de compósitos cementícios têxteis: (a) curvas tensão *versus* deformação e (b) fotos de compósitos com 5 camadas sem tratamento e com tratamento.

A Tabela 7.1 apresenta os resultados dos testes de tração dos compósitos. O módulo de elasticidade sofreu redução com o aumento do número de camadas. Comparando os compósitos reforçados com tecido com e sem tratamento, pode-se observar que os compósitos com tecido tratado apresentaram maiores valores de tensão última e capacidade de deformação.

Em comparação ao compósito reforçado com 3 camadas, o compósito reforçado com 5 camadas de tecido sem tratamento apresentou tensão última 8% maior ao de 3 camadas e capacidade de deformação 8,7% menor. O compósito com 5 camadas com tecido impregnado por 50 min, em relação ao compósito reforçado com 5 camadas sem tratamento, apresentou tensão última 46,7% maior e deformação 107,6% superior ao compósito sem tratamento.

	σ 1ªf	$\delta_{1^{af}}$	E 1ªf	σ	δ.	E.	E
	(MPa)	(mm)	(%)	(MPa)	(mm)	(%)	GPa
Referência	1,66 (0,07)	0,02 (0,006)	0,012 (0,004)	-	-	-	17,26 (3,73)
1 camada	3,45 (0,20)	0,24 (0,400)	0,121 (0,200)	-	-	-	22,23 (6,06)
3 camadas	2,39 (0,44)	0,021 (0,015)	0,010 (0,007)	4,38 (0,39)	6,98 (0,55)	3,491 (0,274)	28,34 (11,74)
5 camadas	2,31 (0,24)	0,02 (0,008)	0,011 (0,004)	4,73 (0,75)	6,38 (0,70)	3,187 (0,351)	23,50 (7,35)
5camadas impr. 10min	1,82 (0,10)	0,03 (0,013)	0,014 (0,007)	6,91 (0,29)	11,49 (0,71)	5,746 (0,354)	13,90 (5,00)
5camadas impr. 50min	1,86 (0,04)	0,03 (0,004)	0,015 (0,002)	6,94 (0,14)	13,23 (0,72)	6,617 (0,358)	12,40 (2,04)

Tabela 7.1 - Resultados dos ensaios de tração para os compósitos. Valores entre parênteses correspondem ao desvio padrão.

 $\sigma_{1^{a}f}$ = tensão de primeira fissura; $\delta_{1^{a}f}$ = deslocamento correspondente à primeira fissura; $\epsilon_{1^{a}f}$ = deformação correspondente à primeira fissura; σ_{u} = tensão última; δ_{u} = deslocamento correspondente à tensão última; ϵ_{u} = deformação última; E = módulo de elasticidade.

Na Figura 7.9a, de densidade de fissuras *versus* número de camadas, tem-se que à medida em que aumentou o número de camadas aumentou também o número de fissuras e, para o caso de 5 camadas, à medida em que aumentou o tempo de impregnação com o polímero, aumentou também o número de fissuras. Na Figura 7.9b, de espaçamento de fissuras *versus* deformação, comprova-se tal comportamento. O compósito com 5 camadas, com tecido impregnado por 50 min apresentou maior número de fissuras e com menor espaçamento entre elas.



Figura 7.9 – (a) Densidade de fissuras e (b) espaçamento de fissuras.

A Figura 7.10 ilustra o mecanismo de fissuração, como apresentado por SILVA *et al.* (2009). A formação de fissuras é dividida em zonas. A zona I corresponde ao intervalo elástico linear onde fibra e matriz apresentam comportamento linear. Após o surgimento da primeira fissura, outras fissuras começam a surgir e propagar ao longo do corpo de prova. O intervalo de deformação dentro da zona II é associado à formação de fissuras da matriz. A zona III é caracterizada pela formação e distribuição de fissuras. Nessa fase, com o aumento da deformação mais fissuras são formadas e o espaçamento entre fissuras decresce de forma exponencial. A rigidez do compósito é suficientemente alta e mantém a formação de novas fissuras, promovendo o comportamento de múltipla fissuração. A zona IV corresponde ao término da fase de surgimento de fissuras e ao início da decoesão. Nessa fase ocorrem danos progressivos e é caracterizada pelo estágio de abertura de uma fissura, levando à ruptura da fibra por arrancamento. O mecanismo dominante de falha no estágio IV é caracterizada pela fase póspico.



Figura 7.10 – Mecanismo de formação de fissuras (compósito reforçado com 5 camadas de tecido impregnado por 10 min).

Através das áreas sob as curvas força *versus* deslocamento foi calculada a tenacidade dos compósitos. A tenacidade está relacionada à capacidade de absorção de energia dos compósitos, principalmente na região pós-fissuração onde a atuação das fibras é predominante. A Tabela 7.2 apresenta os valores de tenacidade na tração, correspondentes aos deslocamentos de primeira fissura, 1 mm, 2 mm, 4 mm, 6 mm e ao deslocamento referente à ruptura do compósito. Quanto ao deslocamento de primeira fissura, não houve ganho de tenacidade. Quanto ao deslocamento correspondente à

ruptura e comparando-se os compósitos com 3 e 5 camadas sem tratamento, a tenacidade para compósito com 5 camadas foi 13,3% maior que o de 3 camadas. Já o compósito reforçado com 5 camadas de fibras tratadas por 50 min apresentou tenacidade 155,7 % maior em comparação ao compósito com 5 camadas sem tratamento.

	Tenacidade (N.m)						
	W _{1^a fissura}	W _{1,0}	W _{2,0}	W _{4,0}	W _{6,0}	Wúltimo	
Referência	0,020 (0,008)	-	-	-	-	-	
1 camada	0,013 (0,004)	-	-	-	-	-	
3 camadas	0,019 (0,016)	1,150	2,537	5,630	9,589	12,670	
		(0,166)	(0,173)	(0,457)	(0,267)	(0,655)	
5 camadas	0,022 (0,010)	1,553	3,333	7,404	13,312	14,354	
		(0,047)	(0,241)	(0,371)	(0,654)	(4,151)	
5camadas	0,023 (0,011)	1,436	3,198	6,997	11,721	32,817	
impr. 10min		(0,083)	(0, 144)	(0,417)	(0,716)	(0,953)	
5camadas	0.025 (0.004)	1,251	2,636	5,747	9,824	36,693	
impr*. 50min	0,023 (0,004)	(0,018)	(0,059)	(0,193)	(0,319)	(1,714)	

Tabela 7.2 – Resultados de tenacidade na tração. Valores entre parênteses correspondem ao desvio padrão.

*impr. se referem à "impregnadas por polímero"

As Figuras 7.11 e 7.12 são de amostras retiradas de compósitos submetidos a ensaios de tração direta. As Figuras 7.11a e 7.12a são imagens das amostras fraturadas feitas com câmera de alta resolução, para visualização da superfície da fibra. Como pode ser observado na Figura 7.11, do compósito com fibra sem tratamento, a matriz penetrou entre os fios mais externos e ao redor das fibras, indicando que a matriz possui reologia adequada para a produção desse compósito. As Figuras 7.11b e 7.11c são imagens obtidas no MEV. Observa-se, no encontro dos fios transversais com os longitudinais, presença vazios na interface fibra-matriz.



Figura 7.11 – (a) Imagem fraturada e micrografias do compósito reforçado com 5 camadas sem tratamento (b) sentido longitudinal e (c) seção transversal.

No compósito reforçado com fibra tratada (Figura 7.12) pode-se observar que o polímero se tornou uma barreira física aos produtos de hidratação. Houve melhoria, devido à estabilidade volumétrica das fibras, no comportamento à tração desses compósitos, como apresentado anteriormente. Além de ganho na capacidade de absorção de energia, o tratamento melhorou o comportamento de formação de fissuras (quantidade e espaçamento), além de aumento na tensão última. A aderência fibramatriz e o comportamento de transferência de tensões foram avaliados através de ensaios de arrancamento, como apresentado no Capítulo 5.



Embora o polímero melhore a aderência fibra-matriz devido à ativação dos filamentos internos e melhore a aderência química, observa-se na Figura 7.12b, como mencionado no Capítulo 4, que nem sempre o polímero consegue garantir total penetração nos filamentos mais internos do cordão, sendo esses "defeitos" possíveis pontos fracos, os quais podem comprometer o comportamento mecânico da interface. Na Figura 7.12c observa-se presença de vazios.

Figura 7.12 – (a) Imagem fraturada e micrografias do compósito reforçado com 5 camadas com tratamento (b) sentido longitudinal e (c) seção transversal.

TM3000_2090

(c)

TM3000_2088

2014/

(b)

7.4. CONCLUSÃO

Nesse Capítulo foram apresentados os resultados dos ensaios de tração direta em compósitos cimentícios têxteis. Foram produzidos compósitos reforçados com 1, 3 e 5 camadas de tecido de juta sem tratamento e compósitos com 5 camadas de tecido tratado com polímero. Foi utilizada a matriz definida no Capítulo 3, com substituição parcial do cimento por metacaulinita e cinza volante.

Os compósitos reforçados com 3 e 5 camadas apresentaram comportamento *strain hardening*, com múltipla fissuração, sob tração direta. Nos compósitos com tecido tratado houve aumento da resistência e da capacidade de deformação, em comparação aos compósitos reforçados com tecido sem tratamento. Comparando os compósitos quanto ao número de camadas, observou-se aumento no número de fissuras e diminuição no espaçamento entre elas com o aumento de camadas. Os compósitos reforçados com 5 camadas de fibra tratada apresentaram valores de tensão última cerca de 7 % e capacidade de deformação entre 5,7 % e 6,6%.

Através de análise de imagens observou-se que o tratamento com polímero se comportou como uma barreira física aos produtos de hidratação, protegendo a fibra do ataque alcalino. Embora o processo de impregnação pareça não ter garantido completa cobertura das superfícies dos cordões, o tratamento melhora a aderência entre fibramatriz através da ativação dos filamentos internos, além de aumentar a aderência química, como observado no Capítulo 5.

Com base nos bons resultados proporcionados pelo tratamento, nos compósitos reforçados com 5 camadas de tecido foi realizado o estudo de durabilidade apresentado no Capítulo 8.

8. DURABILIDADE DE COMPÓSITOS TÊXTEIS SUBMETIDOS AOS ENVELHECIMENTOS ACELERADO E NATURAL

8.1. INTRODUÇÃO

O estudo da durabilidade é de grande importância em compósitos reforçados com fibras vegetais, devido ao processo de degradação das fibras causado pelo meio alcalino em que estão inseridas. Conforme apresentado no Capítulo de revisão, os produtos de hidratação do cimento, principalmente o hidróxido de cálcio (CH), migram para as os vazios e lumens das fibras, provocando sua mineralização.

Diversos estudos buscam alternativas como modificações na composição da matriz cimentícia e tratamentos nas fibras a fim de melhorar o comportamento mecânico e a durabilidade desses compósitos. Na matriz, a substituição parcial do cimento por pozolanas é requisito, pois as reações pozolânicas consomem o CH, evitando a mineralização das fibras. A redução na resistência mecânica dos compósitos está também relacionada aos danos ocorridos na interface fibra-matriz, devido à incompatibilidade física entre fibra-matriz. As variações volumétricas nas fibras com o processo de molhagem e secagem induzem tensões na interface que progressivamente destroem a ligação fibra-matriz. Para as fibras, existem diversos tratamentos que buscam melhorar a estabilidade volumétrica, como por exemplo, o tratamento com polímero, o qual, além de reduzir a absorção de água pelas fibras, as protege do contato com os produtos de hidratação e melhora a interface devido à ativação dos filamentos mais internos dos cordões e à boa adesão química.

8.2. PROGRAMA EXPERIMENTAL

A Figura 8.1 apresenta os ensaios realizados para estudo da durabilidade dos compósitos. A produção dos corpos de prova foi realizada da mesma forma como apresentado no Capítulo 7. Foram produzidos compósitos com matriz apenas de cimento e matriz com substituição parcial do cimento por metacaulinita e cinza volante (40MK 10CV), reforçados com tecido de juta com e sem tratamento com polímero estireno butadieno. Os processos de envelhecimento acelerado e natural foram iniciados

após 28 dias de cura em câmara úmida $(21 \pm 1^{\circ}C)$, umidade relativa de 100%) de prova. Os compósitos foram submetidos a condições de envelhecimento acelerado, através de 5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem, os quais simulam o comportamento do compósito quando exposto a sol e chuva. O processo de envelhecimento natural foi realizado Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, em Belo Horizonte, onde há uma estação meteorológica que possibilitou o registro de temperatura, chuva, velocidade e direção do vento, umidade relativa do ar e pressão atmosférica . Os corpos de prova foram expostos por 4, 8 e 12 meses ao intemperismo natural.

Após os períodos de envelhecimento, os corpos de prova foram submetidos a testes de tração direta. Em seguida, amostras de fibras e matrizes foram extraídas dos compósitos para análises termogravimétricas. Foram também realizados ensaios de tração direta em fibras extraídas de compósitos com matriz com metacaulinita e cinza volante. Análise microestrutural foi realizada em algumas fibras, extraídas das duas matrizes.



Figura 8.1 – Programa experimental do estudo de durabilidade através dos processos de envelhecimento acelerado e natural.

8.2.1. Materiais e processamento

Foram produzidos compósitos reforçados com 5 camadas de tecido de juta, com e sem tratamento com polímero, matriz com e sem substituição parcial do cimento. Os compósitos foram produzidos conforme apresentado no Capítulo 7 (seção 7.2.1). Foram produzidos corpos de prova para 5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem, além de corpos de prova para 4, 8 e 12 meses de exposição ao intemperismo natural. A

Tabela 8.1 apresenta o consumo de materiais na produção dos compósitos. O traço adotado foi 1:1:0,4 (material cimentício: areia: água/material cimentício), com teor de superplastificante de 2,5% para matriz com substituição e 0,5% para matriz apenas de cimento. A matriz utilizada foi a mesma apresentada no Capítulo 7: 40 MK 10 CV (substituição parcial do cimento por 40% de metacaulinita e 10% de cinza volante).

Consumo de materiais (kg/m ³)					
	Matriz apenas de cimento	Matriz com substituição parcial			
Cimento	920	447			
Metacaulinita	-	358			
Cinza volante	-	89			
Areia	920	895			
Água	368	358			
Superplastificante	4,6	22			

Tabela 8.1 - Consumo de materiais utilizados na produção dos compósitos.

8.2.2. Envelhecimento acelerado: definição dos ciclos

Com o objetivo de definir a duração dos ciclos de molhagem e secagem, 4 corpos de prova de compósitos com matriz com metacaulinita e cinza volante, tecido sem tratamento, foram submetidos a ensaios de molhagem e secagem. Os corpos de prova foram inicialmente retirados da câmara úmida e secos até constância de massa. Em seguida, foram imersos em água e leituras de massa foram feitas até estarem completamente saturados. Feito isso, foi realizada a secagem dos corpos de prova em câmara de ventilação forçada ($38 \pm 2^{\circ}$ C), até constância de massa. A variação da massa (%) foi obtida pela equação 8.1:

$$VM(\%) = \frac{m_t - m_i}{m_i} x100$$
 Equação 8.1

Onde *VM* é a variação de massa percentual; m_t é a massa num instante "t" e m_i a massa de referência (massa do corpo de prova seco).

8.2.3. Envelhecimento natural

Da mesma forma que no envelhecimento acelerado, duas matrizes foram utilizadas na produção dos compósitos: matriz sem substituição parcial do cimento e matriz com substituição parcial do cimento por metacaulinita e cinza volante. Os corpos de prova foram submetidos a 4, 8 e 12 meses de exposição. O processo de envelhecimento foi realizado no Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET / MG). A Figura 8.2a ilustra a estação meteorológica e disposição dos corpos de prova nos suportes. Os corpos de prova foram dispostos em suporte metálico com inclinação de 45° em relação à horizontal, apoiados nas extremidades e orientação para o norte verdadeiro, a fim de maximizar a incidência de raios solares (Figura 8.2b).



Figura 8.2 – Local onde foi realizado o processo de envelhecimento natural: (a) estação meteorológica e (b) suporte e disposição dos corpos de prova.

O envelhecimento natural ocorreu entre junho de 2013 à julho de 2014. Os valores médios mensais com as respectivas barras de erro de velocidade do vento, temperatura, umidade relativa e insolação e o acumulado de precipitação são apresentados na Figura 8.3.



Figura 8.3 – Parâmetros meteorológicos de junho/2013 à julho/2014: (a) precipitação; (b) velocidade do vento; (c) temperatura; (d) umidade relativa e (e) insolação.

Os dados de 2013 foram coletados na estação meteorológica do CEFET / MG. Devido à problemas técnicos na coleta dos dados entre janeiro e julho de 2014, optou-se por utilizar dados da estação climatológica principal do Instituto Nacional de Meteorologia (INMET), localizada em Belo Horizonte (latitude: -19.934167° e longitude: -43.952222°), referentes a esse período.

De junho à dezembro de 2013 os valores médios de umidade relativa mantiveram-se entre 60 e 80% e temperatura entre 20 e 24°C. O tempo de insolação médio se manteve entre 6 e 8 horas e a velocidade do vento entre 0,9 e 1,3 m/s. Entre abril e setembro a estação em Minas é definida como seca e entre outubro e março, chuvosa. A incidência de chuvas foi maior em dezembro, com o acumulado de 500 mm.

Entre janeiro e julho de 2014, os valores médios de temperatura, umidade relativa e velocidade do vento mantiveram-se em torno de 22°C, 62% e 1,3 m/s, respectivamente. A incidência de chuvas nesse período foi mais expressiva em abril (235 mm), e o tempo de insolação médio de 7,4 horas. Na Tabela 8.2 estão listados os períodos em que cada compósito foi submetido ao envelhecimento natural.

Período de exposição				
	Matriz sem substituição parcial	Matriz com metacaulinita e cinza		
	de cimento	volante		
04 meses s/ trat.	Agosto à Novembro /2013	Junho à Setembro /2013		
04 meses c/ trat.	Agosto à Novembro /2013	Junho à Setembro /2013		
08 meses s/ trat.	Agosto/2013 à Março/2014	Junho/2013 à Janeiro/2014		
08 meses c/ trat.	Agosto/2013 à Março/2014	Junho/2013 à Janeiro/2014		
12 meses s/ trat.	Agosto/2013 à Julho/2014	Junho/2013 à Maio/2014		
12 meses c/ trat.	Agosto/2013 à Julho/2014	Junho/2013 à Maio/2014		
s/trat = compósitos reforçados com tecido sem tratamento;				

Tabela 8.2 – Período de exposição dos compósitos.

c/trat = compósitos reforçados com tecido tratado com polímero.

8.2.4. Ensaio de tração direta nos compósitos

Os corpos de prova foram submetidos a testes de tração direta, conforme apresentado no Capítulo 7. Os compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado foram todos testados aos 120 dias, independentemente do número de ciclos. Foi adotada a idade de ensaio com base no maior período de duração de ciclos (25 ciclos). Foram realizados

ensaios em corpos de prova de referência (não envelhecidos), na idade de 120 dias. Foram utilizados também os resultados de referência aos 28 dias apresentados no Capítulo 7. Os compósitos submetidos ao envelhecimento natural foram testados após os períodos de exposição. Foi utilizada célula de carga de 50 kN, velocidade de ensaio de 0,5 mm/min e obtenção dos deslocamentos através de dois LVDTs posicionados nas laterais dos corpos de prova. Os corpos de prova foram previamente pintados com tinta branca na região central, para melhor visualização das fissuras.

8.2.5. Análise termogravimétrica

Foram realizadas análises termogravimétricas em amostras de fibras e matrizes, retiradas de corpos de prova após os ensaios de tração direta, para todas condições de estudo. As análises foram realizadas no equipamento modelo SDT Q600 TGA/DTA/DSC Simultâneo da TA Instruments. O equipamento operou a uma taxa de aquecimento de 10°C / min, da temperatura ambiente até aproximadamente 1000°C, em atmosfera de nitrogênio e fluxo do registrador de 100 mL/min. Os ensaios foram feitos em cadinhos de platina.

8.2.6. Ensaio de tração direta nas fibras

Foram realizados testes de tração nas fibras extraídas dos compósitos após os processos de envelhecimento. Foram testadas fibras de compósitos com substituição parcial do cimento, submetidos a 10 e 25 ciclos de molhagem e secagem, a 4, 8 e 12 meses de exposição e fibras extraídas de compósitos de referência-120 dias. Foi utilizada a máquina de ensaios Tytron 250, sistema MTS. A confecção dos corpos de prova foi da mesma forma como apresentado para tração no filamento, no Capítulo 4: os cordões foram colados em moldes de papel, com comprimento de 10 mm. Foi utilizada célula de carga de 50 N e velocidade de ensaio de 0,1 mm/min. A Figura 8.4 ilustra o equipamento utilizado e a fixação dos corpos de prova nas garras.





(c)
(d)
Figura 8.4 – Ensaio de tração direta nos cordões extraídos dos compósitos: (a) corpos de prova
(b) equipamento utilizado (c) (d) detalhe da fixação dos corpos de prova nas garras.

8.2.7. Análise microestrutural

Imagens dos compósitos após 25 ciclos de molhagem e secagem foram obtidas no MEV de bancada *Hitachi TM – 3000*, com detector de elétrons retroespalhados, do Laboratório de Técnicas Analíticas (Labest/COPPE/UFRJ). As amostras foram analisadas sob uma tensão de aceleração de 15 kV e uma distância de trabalho de aproximadamente entre 7,7 e 11,3 mm. A microestrutura de fibras extraídas de compósitos submetidos aos processos de envelhecimento foi analisada através de imagens obtidas no MEV, modelo JEOL JSM-6460, do Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica e Microanálise, do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PEMM/COPPE/UFRJ). O MEV possui detector de elétrons retroespalhados, com sistema de espectroscopia de raios X por energia dispersiva (EDS) acoplado. As observações foram realizadas sob tensão de aceleração de 20 kV em amostras recobertas com fina camada de ouro.

8.3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

8.3.1. Definição dos ciclos de molhagem e secagem

Para definição do período de duração dos ciclos, foram realizados ensaios de imersão e secagem em corpos de prova de compósitos reforçados com 5 camadas de tecido sem tratamento, matriz com metacaulinita e cinza volante. A etapa de molhagem consistiu na imersão de 4 corpos de prova em água e registrados os valores de massa até sua constância, enquanto na secagem os corpos de prova foram secos em câmara de ventilação forçada até constância de massa. Posteriormente foi traçada a curva variação de massa *versus* tempo (Figura 8.5a). A Figura 8.5b é uma ampliação do trecho inicial da curva da Figura 8.5a. Os ciclos foram definidos em 24 horas de molhagem e 48 horas de secagem. Como indicado na Figura 8.5b, em 24 horas de imersão os corpos de prova estavam 97% saturados. Após 72 horas (48 horas de secagem), os corpos de prova estavam 82% secos. Os corpos de prova foram submetidos a 5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem, após 28 dias de cura em câmara úmida.



Figura 8.5 – Curva típica (a) variação de massa *versus* tempo e (b) ampliação do trecho inicial de (a).

A Figura 8.6 ilustra o processo de envelhecimento: após 28 dias de cura em câmara úmida os compósitos foram submetidos às etapas de molhagem e secagem, em uma mesma sala. A secagem foi realizada em câmara de ventilação forçada com condições controladas: temperatura de $38 \pm 2^{\circ}$ C e velocidade do vento de 0,5 m/s. Após o término

de cada período de envelhecimento, os corpos de prova foram colocados em sacos plásticos e armazenados em sala climatizada, a uma temperatura de $23^{\circ}\pm 1^{\circ}$ C, até a data de ensaio. Os corpos de prova de referência-120 dias foram mantidos em câmara úmida até 117 dias, secos na câmara de ventilação forçada por 2 dias e testados aos 120 dias.



(a)

(b)



(c)

Figura 8.6 – (a) Câmara de ventilação forçada; (b) ciclos de molhagem e (c) secagem.

8.3.2. Ensaios de tração direta nos compósitos após envelhecimento acelerado

8.3.2.1. Compósitos com matriz de cimento

As curvas típicas tensão *versus* deformação dos compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado, matriz de cimento (sem substituição parcial do cimento), são apresentadas na Figura 8.7. As Figuras 8.7a e 8.7b referem-se aos compósitos

reforçados com tecido sem tratamento e as Figuras 8.7c e 8.7d aos compósitos com reforço tratado. Os valores médios de tensão, deformação, deslocamento e módulo de 3 corpos de prova, com os respectivos desvios padrões entre parênteses, são sumarizados na Tabela 8.3. Pode-se observar que os compósitos de referência-120 dias (tecido sem tratamento), apresentaram múltiplas fissuras, assim como os submetidos a 5 ciclos. Os submetidos aos demais ciclos apresentaram entre 1 e 2 fissuras e queda no valor de tensão suportada. As curvas foram transladadas no eixo x para melhor visualização.

A Figura 8.7c refere-se aos compósitos com matriz de cimento, reforçados com tecido tratado com polímero. Pode-se observar que os valores de tensão foram similares para referência-120d, 5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem (ver também: Figura 8.8a). Comparando os resultados dos compósitos com tecido tratado quanto ao período de envelhecimento, pode-se dizer que o polímero protegeu, em parte, a fibra do ataque alcalino e melhorou sua estabilidade volumétrica, visto que os compósitos não sofreram alteração no comportamento mecânico com o aumento do número de ciclos.

As curvas da Figura 8.7c foram traçadas na mesma escala que as da Figura 8.7a, para comparação entre os resultados com e sem tratamento com polímero. Comparando os resultados dos compósitos com e sem tratamento, observa-se que para referência-120 dias o polímero não melhorou o comportamento mecânico do compósito. Esperava-se que os resultados mecânicos dos compósitos reforçados com tecido tratado fossem melhores em todas as condições, devido à formação do filme polimérico que tem a função de proteger a fibra dos produtos de hidratação. Uma hipótese é que, no caso da referência-120 dias, onde os corpos de prova foram mantidos em câmara úmida por 117 dias, devido à presença de água constante do ambiente, maior quantidade de água havia também nos poros, e essa água pode ter dissolvido o hidróxido de cálcio, facilitando a absorção dos cátions Ca^{2+} da matriz pelo polímero, formando água como um subproduto e, consequentemente afetando a integridade do tratamento (YANG *et al.* (2009), CHAKRABORTY *et al.* (2013) e KUNDU *et al.* (2012). Uma abordagem sobre a interface fibra – polímero – matriz será apresentada adiante.



Figura 8.7 – Compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado, matriz de cimento: (a) curvas tensão *versus* deformação e (b) modo de fratura dos corpos de prova com tecido sem tratamento; (c) curvas tensão *versus* deformação e (d) modo de fratura dos corpos de prova com tecido tratado.

Na Figura 8.8a foram traçados os valores de tensão de primeira fissura *versus* período de envelhecimento com as respectivas barras de erro de desvio padrão, para os compósitos com matriz de cimento. Nos compósitos com reforço sem tratamento houve queda no valor da tensão de primeira fissura entre referência-120d e 5 ciclos. Entre 5 e 15 ciclos os valores de tensão foram similares, entre 1,74 e 1,96 MPa, com crescente queda a partir de 20 ciclos. A redução nos valores de tensão está relacionada à fadiga hídrica das fibras, devido ao processo de molhagem e secagem. As fibras vegetais,

devido ao seu comportamento higroscópico e hidrofílico, sofrem variação volumétrica maiores que as variações da matriz. Devido à incompatibilidade física entre fibra e matriz, os ciclos de molhagem e secagem são responsáveis pelas tensões introduzidas na interface que progressivamente vão enfraquecendo-a, reduzindo a ductilidade dos compósitos.

Nas imagens das laterais dos corpos de prova mostradas na Figura 8.8b não são visíveis modificações na matriz entre referência-120d e 25 ciclos, embora nota-se diferença nas seções transversais da fibra, como uma camada de deposição de produtos decorrentes das ciclagens. Nas imagens de MEV dos compósitos após 25 ciclos (Figuras 8.8c, 8.8d, 8.8e e 8.8f) podem ser observados, na seção transversal da fibra sem tratamento (Fig. 8.8d) vazios entre os filamentos. Elevada porosidade afeta o comportamento mecânico dos compósitos. Para compósitos com fibra tratada não foram notadas diferenças nas fibras observadas nas imagens das laterais dos corpos de prova (Fig. 8.8b), embora seja notada presença de vazios próximos à interface (Fig 8.8f).





Como pode ser observado na Tabela 8.3, exceto para a referência (120 dias), os resultados de tensão dos compósitos com tecido com tratamento foram similares (5, 10

e 15 ciclos) ou melhores do que os sem tratamento (20 e 25 ciclos). Enquanto nos compósitos de referência-120 dias reforçado com tecido sem tratamento a tensão de primeira fissura foi de 2,76 MPa, nos compósitos com reforço traçado a tensão suportada foi de 2,31 MPa. No entanto, em 20 e 25 ciclos as tensões suportadas pelos compósitos com tecido tratado com polímero (2,23 e 1,96 MPa), foram 66 e 130% maiores do que os sem tratamento (1,35 e 0,85 MPa).

O módulo de elasticidade foi calculado no trecho linear elástico, até 40% da tensão de primeira fissura. Nesse trecho, fibra e matriz trabalham em conjunto. Houve grande variação nos valores de módulo, entre 16 e 25 MPa, para todos os ciclos, com e sem tratamento com polímero. Não foi realizado o cálculo da tenacidade, uma vez que a maioria dos corpos de prova apresentou comportamento de ruptura mais frágil, com apenas 01 fissura.

	$\sigma_{1^{\underline{a}}f}$	$\delta_{1^{\underline{a}}f}$	$\epsilon_{1^{a}f}$	σ_{u}	δ_{u}	ε _u	Е
	(MPa)	(mm)	(%)	(MPa)	(mm)	(%)	GPa
Ref.120d -	2,76	0,047	0,024	4,38	5,64	2,82	19,25
s/trat.	(0,26)	(0,032)	(0,016)	(0,44)	(0,52)	(0,26)	(6,81)
05 ciclos –	1,96	0,033	0,016	3,10	5,355	2,678	23,52
s/trat.	(0,16)	(0,014)	(0,007)	(0,32)	(0,927)	(0,464)	(5,27)
10 ciclos –	1,74	0,069	0,034				25,34
s/trat.	(0,52)	(0,063)	(0,046)	-	-	-	(9,80)
15 ciclos –	1,99	0,035	0,017				20,17
s/trat.	(0,36)	(0,020)	(0,010)	-	-	-	(6,17)
20 ciclos –	1,35	0,024	0,012				21,46
s/trat.	(0,23)	(0,020)	(0,011)	-	-	-	(4,52)
25 ciclos –	0,85	0,071	0,036				21,89
s/trat.	(0,10)	(0,070)	(0,050)	-	-	-	(5,04)
Ref.120d -	2,31	0,040	0,020				16,84
c/trat.	(0,10)	(0,010)	(0,005)	-	-	-	(2,86)
05 ciclos –	2,22	0,039	0,020				20,47
c/trat.	(0,12)	(0,018)	(0,009)	-	-	-	(5,91)
10 ciclos –	2,12	0,031	0,016				17,67
c/trat.	(0,06)	(0,013)	(0,006)	-	-	-	(1,22)
15 ciclos –	2,09	0,026	0,013				21,19
c/trat.	(0,24)	(0,009)	(0,004)	-	-	-	(1,04)
20 ciclos –	2,23	0,043	0,021				22,30
c/trat.	(0,13)	(0,022)	(0,011)	-	-	-	(4,48)
25 ciclos –	1,96	0,030	0,015				19,90
c/trat.	(0,17)	(0,002)	(0,001)	-	-	-	(6,67)

Tabela 8.3 – Resultados para compósitos reforçados com 5 camadas de tecido, com e sem tratamento, após 5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem – matriz de cimento. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.

s/trat = compósitos reforçados com tecido sem tratamento;

c/trat = compósitos reforçados com tecido tratado;

Ref.120d = referência 120 dias;

 $\sigma_{1^{a_{f}}}$ = tensão de primeira fissura; $\delta_{1^{a_{f}}}$ = deslocamento correspondente à primeira fissura;

 $\varepsilon_{1^{a}f}$ = deformação correspondente à primeira fissura; σ_u = tensão última; δ_u = deslocamento último; ε_u = deformação última; E = módulo de elasticidade.

8.3.2.2. Compósitos com matriz com metacaulinita e cinza volante

Nas Figuras 8.9 e 8.11 são apresentadas as curvas tensão *versus* deformação, modo de fratura dos corpos de prova, espaçamento e abertura de fissuras, para os compósitos reforçados com tecido de juta sem e com tratamento com polímero, na matriz com substituição parcial do cimento por metacaulinita e cinza volante, respectivamente. Os resultados (médios de 3 corpos de prova) de tensão, deformação, deslocamento e módulo estão sumarizados na Tabela 8.5. Comparando os resultados dos compósitos sem tratamento, nas duas matrizes, pode-se observar que a substituição parcial do

cimento por metacaulinita e cinza foi muito benéfica para a durabilidade, como esperado. Enquanto que nos compósitos de matriz de cimento a maioria apresentou apenas uma fissura, nos compósitos com metacaulinita e cinza volante o comportamento foi de *strain-hardening* com múltipla fissuração. Na matriz com substituição parcial do cimento, a metacaulinita e a cinza volante são responsáveis pela redução da porosidade da zona de transição, contribuindo num melhor desempenho da interface fibra-matriz (TOLEDO FILHO, 1997). As reações pozolânicas provocam densificação da matriz através do refinamento dos poros, levando à melhoria da resistência e menor susceptibilidade à degradação das fibras (RODRIGUES *et al.*, 2010).

Comparando os resultados entre os diferentes períodos de envelhecimento para os compósitos com tecido sem tratamento (Fig. 8.9a), os valores de tensão de primeira fissura foram semelhantes até 20 ciclos, com queda aos 25 ciclos (ver também Fig. 8.10a). Os valores de tensão última decresceram de 4,73 MPa (referência, 28 dias) para 2,66 MPa (25 ciclos). Como a matriz não é totalmente livre de hidróxido de cálcio, no período máximo de envelhecimento pode ter ocorrido degradação da fibra devido ao processo de mineralização, levando à perda de ductilidade dos compósitos. A capacidade de deformação referente à primeira fissura foi semelhante para todos os ciclos (cerca de 0,01%), enquanto a capacidade de deformação referente à tensão última diminuiu de 6,38 % (referência, 28 dias) para 2,43% (25 ciclos), com o aumento do número de ciclos.



Figura 8.9 – Compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado (tecido sem tratamento, matriz com subst. parcial de cimento): (a) curvas tensão *versus* deformação; (b) modo de fratura dos corpos de prova; (c) espaçamento de fissuras *versus* deformação e (d) abertura de fissuras *versus* deformação.

Na Figura 8.10a foram traçados os valores de tensão de primeira fissura *versus* período de envelhecimento para compósitos com matriz com metacaulinita e cinza volante. Diferentemente do que ocorreu na matriz apenas de cimento, não houve grande variação até 20 ciclos. Como poder ser observado nas imagens da Figura 8.10b, não há modificação visível nas fibras, através da observação das imagens das laterais dos corpos de prova.

Nas imagens de MEV (Figuras 8.10c, 8.10d, 8.10e e 8.810f) dos compósitos após 25 ciclos de molhagem e secagem, pode ser observado, na seção transversal da fibra sem tratamento (Fig. 8.10d) presença de vazios nos pontos de encontro dos cordões da direção longitudinal com os da direção transversal. No compósito com fibra tratada os cordões parecem bem aderidos à matriz (Fig 8.10f).



Figura 8.10 – (a) Tensão de primeira fissura *versus* número de ciclos; (b) fotografias das laterais dos corpos de prova; (c)(d) micrografias do compósito após 25 ciclos, tecido sem tratamento e (e)(f) micrografias do compósito após 25 ciclos, tecido tratado - matriz com metacaulinita e cinza volante.

Na Figura 8.11 são apresentadas as curvas tensão *versus* deformação para os compósitos reforçados com tecido tratado (matriz com metacaulinita e cinza volante). Os valores de
tensão de primeira fissura foram semelhantes, exceto para 5 e 15 ciclos (Figura 8.10a). Comparando com os resultados dos compósitos com tecido sem tratamento, nesse caso, o polímero melhorou significativamente o comportamento mecânico. Os valores de tensão última foram superiores para os compósitos com tecido tratado: 6,94 e 3,62 MPa para referência (28 dias) e 25 ciclos (tecido tratado) e 4,73 e 2,66 MPa para referência e 25 ciclos (tecido sem tratamento), ou seja, a tensão última foi cerca de 46,7 e 36,1% maiores que os compósitos com tecido sem tratamento.

O polímero melhorou a aderência fibra-matriz, através do aumento da adesão química, ativação dos filamentos internos dos cordões, bem como seu acúmulo nos pontos de encontro dos cordões da direção longitudinal com a transversal, aumentando a ancoragem mecânica. A utilização de pozolanas contribuiu não apenas na proteção das fibras através do consumo de CH, bem como na proteção do polímero, mantendo sua integridade.



Figura 8.11 – Compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado (tecido tratado, matriz com subst. parcial de cimento): (a) curvas tensão *versus* deformação; (b) modo de fratura dos corpos de prova; (c) espaçamento de fissuras *versus* deformação e (d) abertura de fissuras *versus* deformação.

Os compósitos com reforço sem tratamento apresentaram entre 1 e 7 fissuras, enquanto nos compósitos com reforço tratado o número de fissuras foi entre 7 e 15. Os valores de espaçamento de fissuras foram menores para os compósitos reforçados com tecido tratado (Tabela 8.4): os valores variaram entre 12 e 18 mm para os compósitos com tecido tratado e entre 23 e 40 mm para os com tecido sem tratamento. Além disso, houve redução na abertura de fissuras devido ao tratamento, entre 44 e 85% comparado aos compósitos com tecido sem tratamento. Esses valores mostram que o polímero contribuiu na aderência fibra-matriz, retardando a propagação de fissuras.

	Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.							
		Sem tratamento		Com tratamento				
	Número	Espaçamento	Abertura	Número	Espaçamento	Abertura		
	de	de Fissuras	de Fissuras	de	de Fissuras	de Fissuras		
	Fissuras	(mm)	(mm)	Fissuras	(mm)	(mm)		
Ref.120d	7,0	23,28 (14,28)	0,911	14,3	12,05 (5,11)	0,504		
05 ciclos	3,7	32,00 (14,97)	1,100	15,0	10,65 (3,83)	0,425		
10 ciclos	3,0	27,90 (15,42)	1,010	14,3	13,91 (5,83)	0,407		
15 ciclos	3,3	39,09 (16,76)	1,260	15,0	14,28 (8,59)	0,189		
20 ciclos	4,0	40,41 (15,83)	2,018	15,0	11,79 (5,09)	0,354		
25 ciclos	1,0	-	0,939	7,0	17,84 (11,85)	0,267		

Tabela 8.4 – Espaçamento e abertura de fissuras (mm). Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.

Observa-se na Tabela 8.5 que os valores de módulo de elasticidade apresentaram grande variação, assim como nos compósitos com matriz de cimento. Os valores foram entre 16 e 30 MPa, para todos os ciclos, nos compósitos com reforço sem tratamento e entre 9 e 35 MPa nos compósitos com tecido tratado. Na maioria dos casos, os compósitos com tecido tratado comparados aos sem tratamento, apresentaram menores valores de módulo.

	σ 1af	δ_{1af}	E _{1af}	σ"	δ.	E .,	E
	(MPa)	(mm)	(%)	(MPa)	(mm)	(%)	GPa
Referência	1.66	0.02	0.012	()	()	(,-)	17.26
(matriz-28 dias)	(0.07)	(0.006)	(0.004)	-	-	-	(3.73)
(2.31	0.02	0.011	4.73	6.38	3.187	23.50
Ref.28d – s/trat.	(0.24)	(0.008)	(0.004)	(0.75)	(0.70)	(0.351)	(7.35)
	2.91	0.04	0.019	4.62	6.43	3.216	19.75
Ref.120d – s/trat.	(0.03)	(0.003)	(0.001)	(0.75)	(1.31)	(0.655)	(5.09)
05.1.4	2,49	0,02	0,010	4,04	5,67	2,835	28,86
05 ciclos - s/trat.	(0,22)	(0,01)	(0,007)	(0,25)	(0,22)	(0,112)	(12, 27)
10 : 1 // /	2,31	0,02	0,011	3,65	4,00	2,001	19,26
$10 \operatorname{ciclos} - \mathrm{s/trat.}$	(0,16)	(0,01)	(0,005)	(0,08)	(1,81)	(0,903)	(5,92)
15 1 4 4	2,14	0,02	0,010	3,98	4,92	2,460	22,88
$15 \operatorname{c1clos} - \mathrm{s/trat.}$	(0,15)	(0,02)	(0,009)	(0,18)	(0,64)	(0,321)	(13,79)
20 - 1 - 1	2,13	0,02	0,008	3,96	4,51	2,254	30,05
$20 \operatorname{ciclos} - \operatorname{s/trat.}$	(0,36)	(0,01)	(0,007)	(0,37)	(1,13)	(0,566)	(4,19)
25 sister start	1,18	0,02	0,009	2,66	2,43	1,212	16,16
25 ciclos - s/trat.	(0,25)	(0,02)	(0,007)	(0,22)	(0,73)	(0,365)	(9,00)
$\mathbf{D} = \mathbf{f} \mathbf{Q} \mathbf{Q} 1 = \mathbf{f} \mathbf{h} \mathbf{u} \mathbf{r} \mathbf{f}$	1,86	0,03	0,015	6,94	13,23	6,617	12,40
Ker.280 - c/trat.	(0,04)	(0,004)	(0,002)	(0,14)	(0,72)	(0,358)	(2,04)
Def 120d altrat	2,83	0,04	0,018	6,66	7,94	3,970	16,16
$\mathbf{Ke1.1200} = \mathbf{C}/\mathbf{Ual}.$	(0,33)	(0,02)	(0,012)	(0,46)	(0,00)	(0,000)	(5,93)
05 aigles altrat	2,30	0,03	0,016	5,30	7,95	3,974	21,65
05 ciclos – c/trat.	(0,26)	(0,01)	(0,004)	(0, 14)	(0,04)	(0,020)	(8,09)
10 aiglas altrat	2,86	0,04	0,018	5,99	7,38	3,691	15,62
$10 \operatorname{crctos} - c/\operatorname{trat}$.	(0,17)	(0,02)	(0,007)	(0,08)	(0,24)	(0,120)	(1,84)
15 aiglas altrat	1,68	0,04	0,017	4,70	9,07	4,535	34,82
$15 \operatorname{clclos} - c/\operatorname{trat.}$	(0,24)	(0,02)	(0,007)	(0,48)	(2,34)	(1, 170)	(5,50)
20 sistes altrat	2,68	0,03	0,017	5,04	8,13	4,062	17,44
20 ciclos – c/trat.	(0,56)	(0,001)	(0,001)	(0,25)	(0,77)	(0,387)	(1,54)
25 gialog altrat	2,77	0,23	0,116	3,62	3,40	1,698	9,34
25 ciclos – c/trat.	(0,08)	(0,21)	(0,104)	(0,13)	(0,09)	(0,044)	(5,57)

Tabela 8.5 – Resultados para compósitos reforçados com 5 camadas de tecido, com e sem tratamento, após 5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem – matriz com metacaulinita e cinza volante. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.

s/trat = compósitos reforçados com tecido sem tratamento;

c/trat = compósitos reforçados com tecido tratado;

Ref.28d = referência 28 dias (resultado do Capítulo 7); Ref.120d = referência 120 dias; σ_{1^af} = tensão de primeira fissura; δ_{1^af} = deslocamento correspondente à primeira fissura; ϵ_{1^af} = deformação correspondente à primeira fissura; σ_u = tensão última; δ_u = deslocamento último; ϵ_u = deformação última; E = módulo de elasticidade.

A tenacidade foi obtida através da área da curva força *versus* deslocamento (Tabela 8.6). Foram registrados os valores de tenacidade correspondentes aos deslocamentos de primeira fissura, 1 mm, 2 mm, 4 mm, 6 mm e ao deslocamento último. Os compósitos com matriz com metacaulinita e cinza volante apresentaram comportamento dúctil, com múltipla fissuração, tanto para os compósitos reforçados com tecido tratado quanto os com tecido sem tratamento (exceto para 25 ciclos sem tratamento). Para os compósitos

com reforço sem tratamento a tenacidade última foi de 14,35 N.m (referência-28dias) e 3,52 N.m (25 ciclos), enquanto que nos compósitos com reforço tratado foi de 36,69 N.m (referência-28d) e 8,26 N.m (25 ciclos). O tratamento com polímero contribuiu no aumento da ductilidade dos compósitos, o que é de grande importância, pois a fibra é utilizada para trabalhar na pós-fissuração. A redução da tenacidade aos 25 ciclos pode estar relacionada à degradação das fibras, pois embora tenham sido utilizadas pozolonas na substituição parcial do cimento, a matriz não era totalmente livre de CH. Essa degradação acarretou em perda de resistência das fibras e consequente redução de ductilidade dos compósitos.

Tabela 8.6 – Tenacidade dos compósitos reforçados com 5 camadas de tecido, com e sem tratamento, após 5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem – matriz com metacaulinita e cinza volante. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.

			Tenacida	ade (N.m)		
	W1ª fissura	$W_{1,0}$	W _{2,0}	W4,0	W _{6,0}	W _{último}
Ref.28d -	0,022	1,553	3,333	7,404	13,312	14,354
s/trat.	(0,010)	(0,047)	(0,241)	(0,371)	(0,654)	(4,151)
Ref.120d -	0,044	1,555	3,321	7,451	12,247	14,434
s/trat.	(0,004)	(0,045)	(0,120)	(0,205)	(0,448)	(4,380)
05 ciclos –	0,020	1,393	3,133	6,879	12,853	11,679
s/trat.	(0,014)	(0,229)	(0,612)	(1,157)	(0,288)	(2,247)
10 ciclos –	0,022	1,440	3,150	7,096		8,337
s/trat.	(0,011)	(0,128)	(0,391)	(0,637)	-	(2,713)
15 ciclos –	0,016	1,400	2,867	6,638		9,733
s/trat.	(0,016)	(0,080)	(0,334)	(0,677)	-	(0,911)
20 ciclos –	0,011	1,513	3,219	7,197		9,814
s/trat.	(0,011)	(0,058)	(0,025)	(0,803)	-	(3,312)
25 ciclos –	0,009	0,975	2,172			3,524
s/trat.	(0,007)	(0,037)	(0,159)	-	-	(0,710)
Ref.28d –	0,025	1,251	2,636	5,747	9,824	36,693
c/trat.	(0,004)	(0,018)	(0,059)	(0,193)	(0,319)	(1,714)
Ref.120d -	0,037	2,016	4,169	8,839	14,349	21,557
c/trat.	(0,021)	(0,096)	(0,264)	(0,593)	(0,790)	(1,178)
05 ciclos –	0,032	1,680	3,499	7,556	12,357	18,597
c/trat.	(0,008)	(0,179)	(0,350)	(0,800)	(1,294)	(1,656)
10 ciclos –	0,038	1,954	4,085	8,702	14,449	21,003
c/trat.	(0,005)	(0,106)	(0,249)	(0,476)	(0,693)	(0,287)
15 ciclos –	0,036	1,722	3,771	8,222	13,513	23,956
c/trat.	(0,019)	(0,098)	(0,205)	(0,399)	(0,937)	(6,634)
20 ciclos –	0,040	2,048	4,371	9,416	15,333	23,117
c/trat.	(0,001)	(0,131)	(0,292)	(0,703)	(0,794)	(2,200)
25 ciclos –	0,125	1,814	4,004	8,794		8,256
c/trat.	(0,097)	(0,308)	(0,310)	(0,106)	-	(0,934)

s/trat = compósitos reforçados com tecido sem tratamento; c/trat = compósitos reforçados com tecido tratado; Ref.28d = referência 28 dias (resultado do Capítulo 7); Ref.120d = referência 120 dias; $w_{1^* \text{fissura}}$ = tenacidade referente ao deslocamento de primeira fissura; $w_{1,0}$, $w_{2,0}$, $w_{4,0}$, $w_{6,0}$ e $w_{\text{último}}$ = tenacidades referentes aos deslocamentos de 1, 2, 4 e 6 mm e ao deslocamento último respectivamente.

Como mencionado anteriormente, geralmente os trabalhos encontrados relatam o comportamento de compósitos quanto à durabilidade através de ensaios de flexão. Apenas para ponderar os resultados apresentados, a durabilidade dos compósitos com fibra de juta sem tratamento apresentaram tendência de comportamento semelhante a compósitos reforçados com fibra longa de sisal, até 20 ciclos: MELO FILHO *et al.* (2013) relatam perda total de resistência e ductilidade de compósitos após 25 ciclos de molhagem e secagem em matriz apenas de cimento. Na matriz com substituição parcial do cimento por metacaulinita, os autores relatam que o comportamento mecânico dos compósitos foi levemente afetado pelo processo de envelhecimento: não houve mudanças no padrão de fissuração e pequena redução nos valores de resistência e tenacidade.

As Figuras 8.12a e 8.12b foram elaboradas com o objetivo de ilustrar a tendência do comportamento mecânico após os períodos de envelhecimento acelerado, para matriz de cimento e matriz com metacaulinita e cinza volante, respectivamente. Foram traçados gráficos com os valores médios de tensão última e tenacidade última com as respectivas barras de erro dos valores de desvio padrão e aplicado ajuste exponencial. Observa-se na Figura 8.12a, matriz de cimento, que para os compósitos com tecido sem tratamento a perda de resistência foi mais acentuada que para os compósitos com tecido tratado. Entretanto, na matriz com metacaulinita e cinza volante, as linhas de tendência apresentaram comportamento similar na queda dos valores de tensão com o aumento no número de ciclos de molhagem e secagem. Quanto à tenacidade (Figura 8.12c) a queda foi mais severa aos 25 ciclos de molhagem e secagem, tanto para os compósitos com tecido sem tratamento quanto nos compósitos com tecido tratado, na matriz com metacaulinita e cinza volante (na matriz de cimento não foi realizado o cálculo de tenacidade, devido à ruptura frágil da maioria dos compósitos).



Figura 8.12 – (a) Tensão *versus* período de envelhecimento acelerado - matriz de cimento; (b) tensão *versus* período de envelhecimento acelerado - matriz com metacaulinita e cinza volante e (c) tenacidade *versus* período de envelhecimento acelerado - matriz com metacaulinita e cinza volante.

8.3.3. Ensaios de tração direta nos compósitos após envelhecimento natural

8.3.3.1. Compósitos com matriz de cimento

Os resultados para o envelhecimento natural são apresentados nas curvas das Figuras 8.13a, 8.13c e Tabela 8.7. O compósito de referência foi o mesma utilizada no envelhecimento acelerado (referência-120 dias), que corresponde à idade de 4 meses de exposição, podendo então ser comparado com os compósitos expostos por esse período. No envelhecimento natural, os resultados com tratamento, exceto referência, foram

melhores que os sem tratamento. Os corpos de prova referentes a 12 meses com tecido sem tratamento não foram testados, pois os mesmos fraturaram durante à exposição. Uma das hipóteses para explicar a fratura desses corpos de prova está relacionada aos efeitos do vento, que pode ter ocasionado grandes deslocamentos e deformações no meio do vão, uma vez que os corpos de prova estavam apoiados apenas nas extremidades. Além disso, as grandes amplitudes de temperatura e umidade também podem ter afetado o comportamento mecânico desses compósitos, causando estresse do material.

Comparando os resultados dos compósitos sem e com tratamento com polímero do envelhecimento natural (Fig. 8.13 e Tabela 8.7), com os resultados do envelhecimento acelerado (Fig. 8.7 e Tabela 8.5), pode-se observar que 8 meses de envelhecimento natural, para os compósitos com tecido sem tratamento, foram tão severos quanto 20 ciclos de molhagem e secagem, quanto à tensão de ruptura (1,43 MPa – 8 meses; 1,35 MPa – 20 ciclos). Para os compósitos com tecido tratado, os corpos de prova expostos a 12 meses de envelhecimento suportaram tensão menor (1,62 MPa), que os submetidos a 25 ciclos de molhagem e secagem (1,96 MPa).

Exceto para o compósito referência-120d, tecido sem tratamento, os demais apresentaram ruptura mais frágil, com apenas uma fissura. A utilização do polímero não contribuiu na durabilidade dos compósitos, a não ser para o caso de 12 meses de exposição, onde os compósitos com tecido sem tratamento romperam antes mesmo de serem testados. Mais estudos devem ser feitos a fim de se explicar o que ocorre com o polímero na interface de matriz apenas de cimento.



Figura 8.13 – Compósitos submetidos ao envelhecimento natural, matriz de cimento: (a) curvas tensão versus deformação e (b) modo de fratura dos corpos de prova com tecido sem tratamento; (c) curvas tensão versus deformação e (d) modo de fratura dos corpos de prova com tecido tratado.

Como pode ser observado na Figura 8.13 e na Tabela 8.7, entre 4 e 8 meses de exposição, os compósitos com tecido sem tratamento mantiveram a tensão suportada (entre 1,57 e 1,62 MPa). A capacidade de deformação sofreu grande variação nos compósitos com 4 meses (tecido sem tratamento). Os valores de módulo de elasticidade foram similares para todas as condições, apesar de apresentarem grande dispersão.

	$\sigma_{1^{\underline{a}}f}$	$\delta_{1^{\underline{a}}f}$	$\epsilon_{1^{a}f}$	σ_{u}	δ_{u}	Eu	Е
	(MPa)	(mm)	(%)	(MPa)	(mm)	(%)	GPa
Ref.120d	2,76	0,047	0,024	4,38	5,64	2,82	19,25
– s/trat.	(0,26)	(0,032)	(0,016)	(0,44)	(0,52)	(0,26)	(6,81)
04 meses	1,57	0,114	0,057				19,23
– s/trat.	(0,29)	(0, 100)	(0,050)	-	-	-	(4,08)
08 meses	1,62	0,009	0,004				37,97
– s/trat.	(0,11)	(0,005)	(0,003)	-	-	-	(6,53)
12 meses							
– s/trat.	-	-	-	-	-	-	-
Ref.120d	2,31	0,040	0,020				16,84
– c/trat.	(0,10)	(0,010)	(0,005)	-	-	-	(2,86)
04 meses	1,79	0,037	0,029				15,26
– c/trat.	(0,17)	(0,030)	(0,003)	-	-	-	(1,99)
08 meses	1,43	0,041	0,021				16,86
– c/trat.	(0,21)	(0,020)	(0,010)	-	-	-	(4,51)
12 meses	1,62	0,076	0,038				14,53
– c/trat.	(0,18)	(0,046)	(0,023)	-	-	-	(2,07)

Tabela 8.7 – Resultados para compósitos reforçados com 5 camadas de tecido, com e sem tratamento, após envelhecimento natural – matriz de cimento. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.

s/trat = compósitos reforçados com tecido sem tratamento;

c/trat = compósitos reforçados com tecido tratado;

Ref.120d = referência 120 dias;

 $\sigma_{1^{a_{f}}}$ = tensão de primeira fissura; $\delta_{1^{a_{f}}}$ = deslocamento correspondente à primeira fissura;

 $\varepsilon_{1^{n}f}$ = deformação correspondente à primeira fissura; σ_{u} = tensão última; δ_{u} = deslocamento último; ε_{u} = deformação última; E = módulo de elasticidade.

Na Figura 8.14 foram traçados os valores de tensão de primeira fissura (que entre 4 e 12 meses são iguais aos valores de tensão última), para matriz de cimento, tecido sem e com tratamento. Embora tenha ocorrido queda expressiva entre referência-120d e 4 meses, entre 4 e 12 meses os valores de tensão foram similares (comparando os resultados sem tratamento e com tratamento, entre si). Uma hipótese sobre a perda de resistência é de que o processo de envelhecimento tenha removido parte da hemicelulose e lignina que, segundo MACVICAR *et al.* (1999) os compósitos reforçados com fibras com altos teores de lignina e hemicelulose são mais sensíveis ao processo de envelhecimento natural, pois a água presente nos poros dissolve esses constituintes, tornando a fibra mais suscetível ao ataque alcalino (os valores de redução nos teores de hemicelulose são apresentados na análise termogravimétrica, na seção 8.3.5.4. Na matriz com tecido sem tratamento, a redução média na perda de massa referente à hemicelulose foi de 50%, comparada à fibra *in natura*).

Além disso, no envelhecimento natural, pode haver perda de resistência do material devido ao mecanismo de carbonatação, pois o processo de carbonatação preenche apenas os pequenos poros da matriz, e poderia proteger as fibras contra o ataque alcalino, uma vez que consome os álcalis presentes nos poros, porém o compósito pode sofrer lixiviação pela água alguns produtos menos estáveis gerados pela carbonatação, aumentando a porosidade do material, comprometendo seu desempenho mecânico (SAVASTANO Jr. *et al.*, 2002; TONOLI *et al.*, 2011).



Figura 8.14 – Tensão de primeira fissura *versus* período de exposição (meses) – matriz de cimento – envelhecimento natural.

8.3.3.2. Compósitos com matriz com metacaulinita e cinza volante

Nas Figuras 8.15 e 8.17 são apresentadas as curvas tensão *versus* deformação, modo de fratura, espaçamento e abertura de fissuras, para os compósitos reforçados com tecido de juta sem e com tratamento com polímero, respectivamente, na matriz com substituição parcial do cimento por metacaulinita e cinza volante, submetidos ao envelhecimento natural. Os resultados (valores médios de 3 corpos de prova) de tensão, deformação, deslocamento e módulo estão sumarizados na Tabela 8.8. Comparando os resultados dos compósitos sem tratamento, nas duas matrizes, pode-se observar que, como no envelhecimento acelerado, nos compósitos com metacaulinita e cinza volante o comportamento foi de *strain-hardening* com múltipla fissuração. Os corpos de prova dos compósitos reforçados com tecido sem tratamento, submetidos a 4 meses de exposição foram testados pré-fissurados, o que significa que os valores de tensão de primeira fissura não correspondem à realidade.



Figura 8.15 – Compósitos submetidos ao envelhecimento natural (tecido sem tratamento, matriz com subst. parcial de cimento): (a) Curvas tensão *versus* deformação; (b) modo de fratura dos corpos de prova; (c) espaçamento de fissuras *versus* deformação e (d) abertura de fissuras *versus* deformação.

Na Figura 8.16 foram traçados os valores de tensão de primeira fissura *versus* período de envelhecimento natural (meses), com as respectivas barras de erro de desvio padrão. Houve queda nos valores comparando os períodos de envelhecimento com a referência-120d e 4 meses, tanto para compósitos com tecido tratado quanto nos compósitos reforçados com tecido sem tratamento. Entre 4 e 12 meses houve aumento na tensão de primeira fissura, com grande dispersão em 8 meses. Cabe ressaltar que os corpos de prova referentes a 4 meses de exposição, tecido sem tratamento, foram testados préfissurados, o que pode levar à uma comparação equivocada. Os valores de tensão de primeira fissura dos corpos de prova referentes a 8 meses foram baixos e pode ser devido à presença de fissuras não observadas no momento do ensaio. Essas fissuras podem ter sido ocasionadas pela ação do vento, sendo que no período de exposição desses corpos de prova houve grande variação nos parâmetros meteorológicos de vento, temperatura e incidência de chuvas.



Figura 8.16 – Tensão de primeira fissura *versus* período de exposição (meses) – matriz com metacaulinita e cinza volante – envelhecimento natural.

Comparando as Figuras 8.15 e 8.17 observa-se que nos compósitos com tecido tratado houve maior formação de fissuras de menor abertura e com menor espaçamento entre elas. O polímero melhorou o comportamento da interface, como apresentado nos Capítulos 5 e 6. Analisando também a Tabela 8.8 pode-se dizer que a tensão última para os compósitos com tecido tratado foi 2% maior após 4 meses de exposição, 47% para 8 meses e 6% para 12 meses de exposição que a dos compósitos com tecido sem tratamento. O tratamento com polímero aumentou também a capacidade de deformação última dos compósitos.



Figura 8.17 – Compósitos submetidos ao envelhecimento natural (tecido tratado, matriz com subst. parcial de cimento): (a) curvas tensão *versus* deformação; (b) modo de fratura dos corpos de prova; (c) espaçamento de fissuras *versus* deformação e (d) abertura de fissuras *versus* deformação.

	$\sigma_{1^{\underline{a}}f}$	$\delta_{1^{\underline{a}}f}$	$\epsilon_{1^{a}f}$	σ_{u}	δ_{u}	ε _u	E
	(MPa)	(mm)	(%)	(MPa)	(mm)	(%)	GPa
Referência(matriz-	1,66	0,02	0,012				17,26
28 dias)	(0,07)	(0,006)	(0,004)	-	-	-	(3,73)
Def 29d altrat	2,31	0,02	0,011	4,73	6,38	3,187	23,50
Re1.280 - s/trat.	(0,24)	(0,008)	(0,004)	(0,75)	(0,70)	(0,351)	(7,35)
Dof 120d altrat	2,91	0,04	0,019	4,62	6,43	3,216	19,75
$\mathbf{Re1.1200} = \mathbf{S}/\mathbf{U}\mathbf{a}\mathbf{L}.$	(0,03)	(0,003)	(0,001)	(0,75)	(1,31)	(0,655)	(5,09)
01 magaza altrat *	1,16	0,36	0,178	5,48	6,53	3,266	1,90
04 meses - s/trat.*	(0,02)*	(0,21)*	(0,105)*	(0,51)	(0,09)	(0,042)	(1,07)*
00 magaz altrat	1,14	0,08	0,042	3,27	3,82	1,623	2,26
08 meses - s/trat.	(0,31)	(0,09)	(0,043)	(0,77)	(1,56)	(0,855)	(0,82)
12 magaz altrat	1,43	0,02	0,009	3,20	3,82	1,909	16,68
12 meses – s/trat.	(0,17)	(0,001)	(0,001)	(0,24)	(1,11)	(0,556)	(2,35)
Def 20 d altrat	1,86	0,03	0,015	6,94	13,23	6,617	12,40
Re1.280 - S/trat.	(0,04)	(0,004)	(0,002)	(0,14)	(0,72)	(0,358)	(2,04)
Def 120d altret	2,83	0,04	0,018	6,66	7,94	3,970	16,16
Ref. 1200 - s/trat.	(0,33)	(0,02)	(0,012)	(0,46)	(0,00)	(0,000)	(5,93)
04 maggage altrat	1,78	0,12	0,062	5,81	7,67	3,834	9,31
04 meses - c/trat.	(0,11)	(0,07)	(0,037)	(0,72)	(0,33)	(0,162)	(4,52)
00 magaza altrat	2,06	0,09	0,043	4,96	7,49	3,745	18,93
00 meses – c/trat.	(0,52)	(0,07)	(0,037)	(0,25)	(0,29)	(0,143)	(8,50)
12 massa altrat	2,47	0,05	0,026	3,26	5,08	2,539	19,53
12 meses - c/trat.	(0,16)	(0,02)	(0,012)	(0,41)	(1,02)	(0,509)	(7, 82)

Tabela 8.8 – Resultados para compósitos reforçados com 5 camadas de tecido, com e sem tratamento, após envelhecimento natural – matriz com metacaulinita e cinza volante. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.

*Corpos de prova pré-fissurados.

s/trat = compósitos reforçados com tecido sem tratamento;

c/trat = compósitos reforçados com tecido tratado;

Ref.120d = referência 120 dias;

 $\sigma_{1^{a_{f}}}$ = tensão de primeira fissura; $\delta_{1^{a_{f}}}$ = deslocamento correspondente à primeira fissura;

 $\varepsilon_{1^{a_{f}}}$ = deformação correspondente à primeira fissura; σ_{u} = tensão última; δ_{u} = deslocamento último; ε_{rup} = deformação última; E = módulo de elasticidade.

Os compósitos com reforço sem tratamento apresentaram entre 4 e 8 fissuras, enquanto nos com reforço tratado o número de fissuras foi entre 13 e 15. Os valores de espaçamento de fissuras foram menores para os compósitos reforçados com tecido tratado (Tabela 8.9): os valores variaram entre 12 e 15 mm para os compósitos com tecido tratado e entre 23 e 35 mm para os com tecido sem tratamento. Além disso, houve redução na abertura de fissuras devido ao tratamento, entre 44 e 67% comparado aos compósitos com tecido sem tratamento. A curva de abertura de fissuras referente a 4 meses sem tratamento apresenta comportamento diferente das demais, pois os corpos de prova foram testados pré-fissurados. As fissuras surgiram durante o período de exposição.

		Sem tratamento)	Com tratamento			
	Número	Espaçamento	Abertura	Número	Espaçamento	Abertura	
	de	de Fissuras	de Fissuras	de	de Fissuras	de Fissuras	
	Fissuras	(mm)	(mm)	Fissuras	(mm)	(mm)	
Ref.120d	7,0	23,28 (14,28)	0,911	14,3	12,05 (5,11)	0,504	
04 meses	8,3	19,78 (10,66)	0,860	15,0	12,09 (4,92)	0,287	
08 meses	5,7	34,38 (16,53)	0,712	13,0	14,00 (3,08)	0,445	
12 meses	4,3	34,06 (20,89)	0,781	13,0	14,70 (7,37)	0,300	

Tabela 8.9 – Espaçamento e Abertura de fissuras (mm). Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.

Comparando os resultados do envelhecimento natural com o envelhecimento acelerado para matriz com metacaulinita e cinza volante, observa-se que os valores médios de tensão e deformação últimas referentes a 12 meses de exposição estão entre os valores de 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem, para os compósitos com tecido sem tratamento (Figura 8.18). No caso dos compósitos com tecido tratado, os valores médios de tensão última após 12 meses de exposição são inferiores aos valores referentes a 25 ciclos e os valores de deformação última estão entre 20 e 25 ciclos.



Figura 8.18 – Comparativo entre envelhecimento acelerado e natural: (a) valores médios de tensão última em relação aos períodos de envelhecimento e (b) deformação última em relação ao períodos de envelhecimento.

Os valores de tenacidade correspondentes aos deslocamentos de primeira fissura, 1 mm, 2 mm, 4 mm, 6 mm e ao deslocamento último são apresentados na Tabela 8.10 com os respectivos desvios padrões entre parênteses. Para os compósitos com reforço sem tratamento a tenacidade última foi de 6,69 N.m (12 meses), enquanto que nos

compósitos com reforço tratado foi de 10,48 N.m (12 meses). Os valores de tenacidade aos 12 meses estão entre os valores de 20 e 25 ciclos do envelhecimento acelerado.

	Tenacidade (N.m)						
	W _{1^a fissura}	W _{1,0}	W _{2,0}	W4,0	W _{6,0}	W _{último}	
Ref.28d -	0,022	1,553	3,333	7,404	13,312	14,354	
s/trat.	(0,010)	(0,047)	(0,241)	(0,371)	(0,654)	(4,151)	
Ref.120d -	0,044	1,555	3,321	7,451	12,247	14,434	
s/trat.	(0,004)	(0,045)	(0,120)	(0,205)	(0,448)	(4,380)	
04 meses –	0,183	0,760	1,921	4,927	9,761	12,286	
s/trat.*	(0, 100)	(0,119)	(0,404)	(0,903)	(1,112)	(1,031)	
08 meses –	0,048	1,282	2,995	5,416	-	6,649	
s/trat.	(0,042)	(0,255)	(0,420)	(0,867)		(2,491)	
12 meses –	0,010	1,195	2,773			6,687	
s/trat.	(0,001)	(0,111)	(0,344)	-	-	(1,668)	
Ref.28d -	0,025	1,251	2,636	5,747	9,824	36,693	
c/trat.	(0,004)	(0,018)	(0,059)	(0,193)	(0,319)	(1,714)	
Ref.120d -	0,037	2,016	4,169	8,839	14,349	21,557	
c/trat.	(0,021)	(0,096)	(0,264)	(0,593)	(0,790)	(1,178)	
04 meses –	0,079	1,349	3,040	7,113	12,326	18,328	
c/trat.	(0,068)	(0,194)	(0,364)	(0,739)	(1,074)	(2,280)	
08 meses –	0,110	1,540	3,283	7,132	11,913	17,847	
c/trat.	(0,126)	(0,139)	(0,327)	(0,507)	(0,721)	(0,599)	
12 meses –	0,064	1,798	3,721	8,089		10,481	
c/trat.	(0,035)	(0, 105)	(0,243)	(0,544)	-	(3,037)	

Tabela 8.10 – Tenacidade dos compósitos reforçados com 5 camadas de tecido, com e sem tratamento, após envelhecimento natural – matriz com metacaulinita e cinza volante. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.

*Corpos de prova pré-fissurados

s/trat = compósitos reforçados com tecido sem tratamento;

c/trat = compósitos reforçados com tecido tratado;

Ref.28d = referência 28 dias (resultado do Capítulo 7);

Ref.120d = referência 120 dias;

 $w_{1^{a} \text{ fissura}}$ = tenacidade referente ao deslocamento de primeira fissura;

 $w_{1,0}$, $w_{2,0}$, $w_{4,0}$ e $w_{6,0}$ = tenacidades referentes aos deslocamentos de 1, 2, 4 e 6 mm

respectivamente; w_{último}= tenacidade referente ao deslocamento último.

Da mesma forma como no envelhecimento acelerado, foram traçados os valores médios de tensão última e tenacidade com as respectivas barras de erro dos valores de desvios padrões e aplicado ajuste exponencial, para os compósitos submetidos ao envelhecimento natural. A Figura 8.19a refere-se à matriz de cimento e observa-se que para os compósitos com tecido sem tratamento o ajuste exponencial não foi uma boa representação da tendência do comportamento mecânico. A perda de resistência após os períodos de envelhecimento não foi tão severa para os compósitos com tecido tratado na matriz de cimento, quanto para os compósitos com reforço sem tratamento (comparando

o período de envelhecimento em cada compósito e não a eficiência do tratamento). Para matriz com metacaulinita e cinza volante, as linhas de tendência apresentaram comportamento similar de queda nos valores de tensão com o aumento do período de exposição. Quanto à tenacidade (Figura 8.19c) para matriz com metacaulinita e cinza volante, a queda foi mais acentuada aos 12 meses de exposição para os compósitos com tecido com tratamento, enquanto que nos compósitos com tecido sem tratamento, os valores para 8 e 12 meses foram similares, cerca de 6,7 N.m.



Figura 8.19 – (a) Tensão *versus* período de envelhecimento natural - matriz de cimento; (b) tensão *versus* período de envelhecimento natural - matriz com metacaulinita e cinza volante e (c) tenacidade *versus* período de envelhecimento natural - matriz com metacaulinita e cinza volante e volante.

8.3.4. Comentário sobre interface fibra – polímero – matriz

Nesse item são abordados trabalhos que buscam explicar o que acontece na interface fibra – polímero – matriz. Essa análise contribui para o entendimento dos resultados de tração direta nos compósitos e análise termogravimétrica realizada em amostras de fibra e matriz após os períodos de envelhecimento.

Uma reação que pode ocorrer entre o polímero estireno butadieno e a fibra de juta está ilustrada na Figura 8.20. O principal constituinte da fibra de juta é a celulose, que contém grande número de grupos hidroxila (-OH), os quais reagem com os ácidos carboxílicos do polímero, formando água como subproduto (ADHIKARI *et al.*, 2011).



Figura 8.20 - Reação entre polímero e celulose. Fonte: ADHIKARI et al. (2011).

Na Figura 8.21 está ilustrada uma possível reação que acontece entre fibra, polímero e matriz de cimento. YANG *et al.* (2009), CHAKRABORTY *et al.* (2013) e KUNDU *et al.* (2012) observaram que os ácidos carboxílicos do polímero estireno butadieno, além de se ligarem aos grupos de hidroxila da celulose, parte deles reage com o hidróxido de cálcio formando, também, água como um subproduto. Como pode ser observado na Figura 8.21 o polímero forma uma "ponte" de ligação entre fibra e matriz e, além de tornar a superfície da fibra mais homogênea, provoca forte aderência entre fibra/matriz. Uma hipótese sobre a "ponte" entre fibra e matriz fornecida pelo polímero está

relacionada à retração da fibra após a secagem do polímero, pois o polímero é uma dispersão aquosa e a fibra absorve água no momento do tratamento.



Figura 8.21 – (a) Micrografia da interface fibra – polímero – matriz e (b) esquema explicativo da ligação entre fibra – polímero – matriz. Fonte: KUNDU *et al.* (2012).

Os resultados apresentados no artigo de durabilidade (Anexo IV) mostraram que para compósitos com matriz apenas de cimento, os corpos de prova não resistiram ao período de 365 dias de imersão (processo de envelhecimento). Entretanto os resultados de durabilidade apresentados nesse trabalho mostraram que quando a matriz é somente de cimento, os compósitos de referência-120 dias com reforço tratado demonstraram resultados inferiores aos compósitos com tecido sem tratamento.

Uma hipótese que foi apresentada no artigo e com base na discussão acima é de que na matriz apenas de cimento, onde a quantidade de hidróxido de cálcio é maior que na matriz com substituição parcial do cimento por pozolana, houve maior absorção do Ca(OH)₂ pelo polímero, formando maior quantidade de água como um subproduto, levando à perda de integridade do polímero. No entanto, a utilização do polímero, juntamente com a utilização de pozolanas proporcionou melhor comportamento mecânico dos compósitos. As reações pozolânicas consomem o hidróxido de cálcio, evitando a degradação das fibras, bem como a absorção do mesmo pelo polímero. Mais

estudos devem ser feitos a fim de explicar essas interações entre fibra, polímero e matriz.

8.3.5. Análise termogravimétrica

8.3.5.1. TG / DTG de amostras de matrizes retiradas de compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado

Na Figura 8.22 são apresentadas as curvas de termogravimetria (TG) e termogravimetria derivada (DTG), para amostras de matrizes, retiradas de compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado, reforçados com tecido de juta tratado e não tratado. As curvas DTG foram deslocadas a fim de permitir melhor visualização, pois ocorreu sobreposição das mesmas.

Observa-se nas Figuras 8.22a e 8.22b que as curvas foram similares em todos os ciclos, tanto nas amostras de matriz retiradas de compósitos com tecido tratado, quanto nas retiradas de compósitos com tecido sem tratamento, matriz de cimento. Como mencionado no Capítulo 3, o pico na curva de DTG entre 50° e 200°C corresponde à decomposição da etringita e do silicato de cálcio hidratado (C-S-H). Entre 380° e 450°C ocorre a desidroxilação do hidróxido de cálcio e entre 600° e 700°C ocorre a carbonatação do carbonato de cálcio. Nas Figuras 8.22c e 8.22d, curvas de DTG, para matriz com metacaulinita e cinza volante, não há pico referente ao Ca(OH)₂, devido ao consumo do hidróxido de cálcio (CH) pelas pozolanas. No entanto, o teor de CH é obtido através das curvas de TG.



Figura 8.22 – Curvas TG / DTG de amostras de matrizes retiradas de compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado – (a) (b) matriz de cimento – compósitos reforçados com tecido sem e com tratamento, respectivamente (c) (d) matriz com metacaulinita e cinza volante – compósitos reforçados com tecido sem e com tratamento, respectivamente.

Na Tabela 8.11 são apresentados os teores de hidróxido de cálcio⁶ (CH) e carbonato de cálcio (CaCO₃) em relação à massa calcinada da amostra, calculados a partir das perdas de massa obtidas nas curvas de TG. Como pode ser observado na Tabela 8.11 e na Figura 8.22, para matriz de cimento os valores de CH foram entre 5 e 11%, enquanto que para matriz com metacaulinita e cinza volante esses valores permaneceram entre 1,7 e 3,6 % (embora não ter sido possível a visualização dos picos referentes ao hidróxido de cálcio nas curvas de DTG). Os valores de carbonato de cálcio oscilaram entre 3 e

⁶ Os teores de CH e CaCO₃ foram obtidos através das equações estequiométricas apresentadas no Capítulo 3.

12%. Esses resultados podem ser analisados somente de forma qualitativa, devido à possível contaminação da amostra no momento da preparação. A separação fibra-matriz não foi perfeita e não se pode garantir homogeneização da mistura quanto ao quantitativo de areia, presença de fibras e polímero. Os valores de degradação da celulose (315 a 400°C) e do polímero (374 a 500°C) se encontram em faixa de temperatura que coincide com a da desidroxilação do hidróxido de cálcio, por exemplo. Portanto, optou-se por apresentar os resultados em relação à massa calcinada da amostra.

	Amostras	СН	CaCO ₃
	1 mostrus	(%)	(%)
	Ref.120d s/ trat.	6,27	4,11
	05 ciclos s/ trat.	9,71	6,80
	10 ciclos s/ trat.	7,90	8,01
	15 ciclos s/ trat.	9,38	9,27
	20 ciclos s/ trat.	11,11	9,48
Matriz cimento	25 ciclos s/ trat.	8,84	8,23
	Ref.120d c/ trat.	7,78	8,31
	05 ciclos c/ trat.	7,18	6,85
	10 ciclos c/ trat.	7,35	10,54
	15 ciclos c/ trat.	10,46	9,91
	20 ciclos c/ trat.	11,00	9,07
	25 ciclos c/ trat.	5,40	12,02
	Ref.120d s/ trat.	2,78	3,01
	05 ciclos s/ trat.	2,57	3,59
	10 ciclos s/ trat.	1,70	4,74
	15 ciclos s/ trat.	1,75	3,89
Matriz com	20 ciclos s/ trat.	2,40	4,25
metacaulinita e	25 ciclos s/ trat.	2,54	4,87
cinza volante	Ref.120d c/ trat.	2,35	2,95
	05 ciclos c/ trat.	2,58	3,21
	10 ciclos c/ trat.	3,63	4,39
	15 ciclos c/ trat.	2,36	4,11
	20 ciclos c/ trat.	1,87	4,10
	25 ciclos c/ trat.	2,22	6,06

Tabela 8.11 – Teores de CH e CaCO3 obtidos a partir das curvas de TG para amostras de matrizes – envelhecimento acelerado, em relação à massa calcinada da amostra.

s/trat. = amostras retiradas de compósitos reforçados com tecido sem tratamento;

c/trat. = amostras retiradas de compósitos reforçados com tecido com tratamento;

CH = hidróxido de cálcio;

 $CaCO_3$ = carbonato de cálcio.

A Figura 8.23 foi elaborada com os valores da Tabela 8.11 para melhor visualização. Observa-se que na matriz com metacaulinita e cinza volante o teor de hidróxido de cálcio é reduzido em relação à matriz apenas de cimento, devido às reações pozolânicas. O carbonato de cálcio também foi menor na matriz com metacaulinita e cinza volante, entretanto, na matriz com metacaulinita e cinza volante a quantidade de cimento também é menor.



Figura 8.23 – (a) Teor de CH *versus* número de ciclos e (b) teor de CaCO₃ *versus* número de ciclos – envelhecimento acelerado.

8.3.5.2. TG / DTG de amostras de fibras retiradas de compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado

As técnicas de TG e DTG foram utilizadas para analisar a decomposição da fibra de juta através da perda de massa, quando submetida à variação de temperatura. A Figura 8.24a apresenta as curvas do cordão de juta *in natura*. As faixas de temperatura de decomposição da fibra de juta são semelhantes às de outras fibras vegetais, como sisal e curauá (MARTIN *et al.*, 2009; MELO FILHO, 2012 e TOMCZAK *et al.*, 2007). Entre 24° e 102°C ocorreu perda de massa referente à umidade presente na amostra. O segundo pico, entre 200° e aproximadamente 315°C refere-se à perda de massa devido à decomposição da hemicelulose. O terceiro pico, entre 315° e 400°C corresponde à

decomposição da celulose. Como a decomposição da lignina ocorre em várias etapas até 1000°C, não é possível visualizar o pico correspondente.

Na Figura 8.24c estão as curvas de TG / DTG do polímero. Segundo informações encontradas na literatura (SEIDELT *et al.*, 2006; STEPHEN *et al.*, 2007), a perda de massa que ocorre até 100°C é atribuída à eliminação da água utilizada na dispersão do polímero. O pico na faixa de 320 à 480°C corresponde à temperatura de decomposição do estireno e do butadieno, que ocorre simultaneamente.

A Figura 8.24b é do cordão tratado com polímero. Nota-se diminuição do pico atribuído à celulose e presença de pico em 400°C referente ao polímero. A diminuição do pico da celulose está relacionada não à diminuição do teor de celulose em si, mas ao fato de que a massa da amostra não é apenas de fibra, mas de fibra e polímero. Os valores de perdas de massa do cordão sem e com tratamento estão na Tabela 8.12. A Figura 8.24d referese à sobreposição das curvas das Figuras 8.24a, 8.24b e 8.24c.



Figura 8.24 – Curvas TG / DTG (a) cordão de juta *in natura*; (b) cordão de juta tratado com polímero; (c) polímero estireno butadieno e (d) sobreposição das curvas (a)(b)(c).

Tabela 8.12 – Perdas de massa obtidas através das curvas de TG para cordão de juta em relação à massa inicial da amostra.

	Perda de massa (%)					
	Umidade presente na amostra (24 – 102°C)	Hemicelulose (200 – 315°C)	Celulose (315 – 400°C)	"Polímero" (374° e 500°C)	Cinzas (1000°C)	
Cordão in natura	8,59	14,07	60,39	-	15,04	
Cordão tratado	6,48	6,23	35,27	43,07	8,03	

Observando as curvas da Figura 8.25, tanto para o cordão tratado quanto para o sem tratamento, nas duas matrizes, a visualização do pico referente à hemicelulose não é tão clara quanto no cordão *in natura*. As curvas se assemelham com as da Figura 8.24 (fibra *in natura* e cordão tratado). Na maioria das curvas DTG da Figura 8.25 ocorreu pico em torno da temperatura de 700°C. Esse pico pode ser referente a algum resquício da matriz, pois as amostras foram retiradas dos compósitos após envelhecimento, não sendo possível garantir perfeita separação de amostras de fibra e matriz. Nas análises de matriz, esse pico está relacionado à presença de carbonato de cálcio.



Figura 8.25 – Curvas TG / DTG de amostras de fibras retiradas de compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado – (a) (b) fibras sem tratamento e com tratamento, matriz de cimento (c) (d) fibras sem tratamento e com tratamento, matriz com metacaulinita e cinza volante.

As Figuras 8.25a e 8.25b são de amostras de fibras retiradas de compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado, matriz de cimento, sem e com tratamento com polímero. As Figuras 8.25c e 8.25d são de fibras de compósitos de matriz com substituição parcial do cimento por metacaulinita e cinza volante, reforçados com tecido sem e com tratamento. Os valores foram obtidos em relação à massa seca da amostra, para efeito comparativo (após perda de umidade presente na amostra, em torno de 102°C). Observando a Figura 8.25 e a Tabela 8.13, pode-se dizer que entre referência-120d e 25 ciclos não houve degradação da fibra, pois os valores de perda de massa referentes à celulose sofreram pouca variação no processo de envelhecimento acelerado, tanto para a fibra sem tratamento, quanto para a fibra tratada, tanto na matriz apenas de cimento, quanto na matriz com substituição parcial por metacaulinita e cinza volante.

Porém, comparando os resultados do cordão sem tratamento com os da fibra *in natura*, matriz de cimento, observa-se redução nas perdas de massa referentes à celulose (redução média entre todos os períodos de envelhecimento) de 30%, indicando degradação da fibra devido à alcalinidade da matriz. Quanto ao cordão tratado na mesma matriz, comparando os que foram submetidos ao envelhecimento com o cordão apenas tratado sem envelhecimento, observa-se que as perdas de massa referentes à celulose não sofreram expressiva variação (4%), enquanto que a perda de massa relacionada ao polímero sofreu redução média de 48%. Essa análise indica que, ao mesmo tempo em o polímero protegeu a fibra do meio alcalino, parte dele pode ter sido perdida, podendo ser explicado pelo comentário apresentado anteriormente, onde foi mencionado que na matriz apenas de cimento pode ocorrer absorção de Ca(OH)₂ pelo polímero, levando em parte, à perda de sua integridade.

Nas fibras sem tratamento retiradas de matriz com metacaulinita e cinza volante a redução nas perdas de massa referentes à celulose foi menor, cerca de 16% para a fibra sem tratamento, enquanto na fibra tratada a variação média foi de 5% e o pico referente ao polímero foi de 28%, comparando com as fibras sem envelhecimento. MELO FILHO *et al.* (2013) observaram redução na perda de massa referente à celulose em 15% em fibras de sisal em matriz apenas de cimento e de 5% em matriz com substituição parcial do cimento por metacaulinita.

Comparando as matrizes com tecido tratado, observa-se que a perda de massa correspondente ao "polímero" é menor na matriz com metacaulinita e cinza volante, indicando que a integridade do polímero foi melhor preservada na matriz com pozolanas.

Não foi observada degradação da hemicelulose, comparada às fibras sem envelhecimento, para a fibra de referência-120 dias sem tratamento, matriz de cimento. A redução média na perda de massa para os demais ciclos, sem tratamento, foi cerca de 38%. Essa redução indica degradação da hemicelulose. Para as fibras tratadas, não foi observada degradação da hemicelulose, onde os valores de perda de massa foram iguais ou mesmo maiores que os do cordão tratado sem envelhecimento.

Na matriz com metacaulinita e cinza volante, para a fibra sem tratamento, a redução na perda de massa média referente à hemicelulose foi de 40% e nas fibras tratadas não foi observada degradação desse constituinte.

	nento declerado, em			uniostru.
		Hemi-	Celulose	"Polímero"
		celulose	(215	(2740
		(200 –	(315 - 10000)	(3/4° e
		<u>315°C)</u>	400°C)	500°C)
	Cordão <i>in natura</i>	15,52	66,61	-
	Cordão tratado	6,63	37,52	45,81
	Ref.120d s/trat	16,93	40,91	-
	5 ciclos s/trat	12,50	42,65	-
	10 ciclos s/trat	10,41	45,97	-
	15 ciclos s/trat	8,22	49,71	-
Compágitor	20 ciclos s/trat	8,23	47,80	-
Composito. Motriz	25 ciclos s/trat	9,43	51,06	-
viautz	Ref.120d c/ trat	8,86	38,78	21,88
cimento	5 ciclos c/trat	9,85	34,60	22,33
	10 ciclos c/trat	5,99	36,13	26,28
	15 ciclos c/trat	6,57	36,82	23,81
	20 ciclos c/trat	7,63	39,25	26,09
	25 ciclos c/trat	7,62	36,25	23,59
	Ref.120d s/ trat	8,70	56,87	-
	5 ciclos s/trat	10,83	57,78	-
	10 ciclos s/trat	9,01	55,85	-
a ()	15 ciclos s/trat	12,30	54,14	-
Composito:	20 ciclos s/trat	10,04	57,73	-
Matriz com	25 ciclos s/trat	11,09	55,08	-
nietacauninta	Ref.120d c/ trat	6,75	34,97	36,96
e cinza	5 ciclos c/trat	9,19	39,00	30,27
volance	10 ciclos c/trat	10,08	40,07	24,30
	15 ciclos c/trat	8,32	38,47	36,04
	20 ciclos c/trat	7,08	35,11	38,88
	25 ciclos c/trat	7,79	38,71	32,97

Tabela 8.13 – Perdas de massa obtidas através das curvas de TG para amostras de fibras – envelhecimento acelerado, em relação à massa seca da amostra.

s/trat. = amostras retiradas de compósitos reforçados com tecido sem tratamento; c/trat. = amostras retiradas de compósitos reforçados com tecido com tratamento.

8.3.5.3. TG / DTG de amostras de matrizes retiradas de compósitos submetidos ao envelhecimento natural

Na Figura 8.26 são apresentadas as curvas de termogravimetria (TG) e termogravimetria derivada (DTG), para amostras de matrizes, retiradas de compósitos submetidos ao envelhecimento natural, reforçados com tecido de juta tratado e não tratado. As curvas DTG foram deslocadas a fim de permitir melhor visualização, pois ocorreu sobreposição das mesmas. As curvas foram semelhantes às do envelhecimento acelerado.



Figura 8.26 – Curvas TG / DTG de amostras de matrizes retiradas de compósitos submetidos ao envelhecimento natural – (a) (b) matriz de cimento – compósitos reforçados com tecido sem e com tratamento, respectivamente (c) (d) matriz de metacaulinita e cinza volante – compósitos reforçados com tecido sem e com tratamento, respectivamente.

Na Tabela 8.14 são apresentados os teores de CH e CaCO₃ relação à massa seca da amostra, calculados com os valores obtidos através das curvas de TG. Como pode ser observado na Tabela 8.14 e na Figura 8.26, para matriz de cimento os valores de Ca(OH)₂ foram entre 5,5 e 10%, enquanto que para matriz com metacaulinita e cinza volante esses valores permaneceram entre 2,3 e 4,6%. Os valores de carbonato de cálcio oscilaram entre 3 e 12%.

	Amostras	CH (%)	CaCO ₃ (%)
	Ref.120d s/t.	6,27	4,11
	04 meses s/t.	5,56	12,29
	08 meses s/t.	9,23	7,03
Matriz cimento	12 meses s/t.	10,18	10,79
	Ref.120d c/t.	7,78	8,31
	04 meses c/t.	6,01	11,70
	08 meses c/t.	7,09	12,23
	12 meses c/t.	7,61	10,77
	Ref.120d s/t.	2,78	3,01
	04 meses s/t.	4,42	6,81
Matriz com	08 meses s/t.	4,08	5,64
metacaulinita e	12 meses s/t.	2,95	10,70
cinza volante	Ref.120d c/t.	2,35	2,95
	04 meses c/t.	3,66	4,78
	08 meses c/t.	4,63	8,96
	12 meses c/t.	3,62	9,18

Tabela 8.14 – Teores de CH e CaCO₃ e resíduos obtidos a partir das curvas de TG para amostras de matrizes – envelhecimento natural, em relação à massa calcinada da amostra.

s/trat. = amostras retiradas de compósitos reforçados com tecido sem tratamento;
c/trat. = amostras retiradas de compósitos reforçados com tecido com tratamento;

CH = hidróxido de cálcio;

 $CaCO_3$ = carbonato de cálcio.

A Figura 8.27 foi elaborada com os valores da Tabela 8.14 para melhor visualização. Observa-se que na matriz com substituição parcial do cimento o teor de hidróxido de cálcio não foi totalmente consumido, mas reduzido em relação à matriz apenas de cimento, devido às reações pozolânicas. O teor de carbonato de cálcio foi praticamente o mesmo para as duas matrizes, após 12 meses de exposição.



Figura 8.27 – (a) Teor de CH *versus* número de ciclos e (b) teor de CaCO₃ *versus* número de ciclos – envelhecimento natural.

8.3.5.4. TG / DTG de amostras de fibras retiradas de compósitos submetidos ao envelhecimento natural

As curvas TG / DTG das fibras extraídas de compósitos submetidos ao envelhecimento natural se assemelham às curvas do processo de envelhecimento acelerado. Ocorreu também, na maioria das curvas DTG da Figura 8.28, pico em torno da temperatura de 700°C. Como mencionado anteriormente, a separação de amostras de fibra e matriz para análise térmica não foi perfeita, podendo esse pico ser atribuído a algum resquício da matriz. Nas análises de matriz, esse pico está relacionado à presença de carbonato de cálcio.



Figura 8.28 – Curvas TG / DTG de amostras de fibras retiradas de compósitos submetidos ao envelhecimento natural – (a) (b) fibras sem tratamento e com tratamento, matriz de cimento (c) (d) fibras sem tratamento e com tratamento, matriz com metacaulinita e cinza volante.

As Figuras 8.28a e 8.28b são de amostras de fibras retiradas de compósitos submetidos ao envelhecimento natural, matriz de cimento, sem e com tratamento com polímero. As Figuras 8.28c e 8.28d são de fibras de compósitos de matriz com substituição parcial do cimento por metacaulinita e cinza volante, sem e com tratamento.

Comparando os resultados do cordão sem tratamento com os da fibra *in natura*, matriz de cimento, observa-se diminuição na perda de massa referente à celulose média entre 4 e 12 meses de 32%, indicando degradação da fibra devido à alcalinidade da matriz. Quanto ao cordão tratado na mesma matriz, comparando os que foram submetidos ao

envelhecimento com o cordão apenas tratado sem envelhecimento, observa-se que a perda de massa referente à celulose não sofreu significativa variação (8,5%), enquanto que a perda de massa relacionada ao polímero sofreu redução média de 52%. Nas fibras sem tratamento retiradas da matriz com metacaulinita e cinza volante a redução na perda de massa da celulose foi menor, cerca de 13% para a fibra sem tratamento, enquanto na fibra tratada a variação média foi de 15% e o pico referente ao polímero 36%, comparando com as fibras que não foram submetidas aos processos de envelhecimento (fibra *in natura* e cordão tratado). Os resultados de análise térmica indicam maior degradação da fibra sob condições de envelhecimento natural, comparado ao acelerado, principalmente nos compósitos com tecido tratado.

A redução na perda de massa da hemicelulose para fibras sem tratamento, matriz de cimento, foi cerca de 50% (entre 4 e 12 meses), indicando degradação da hemicelulose. Para as fibras com tratamento, não foi observada degradação da hemicelulose, pois as perdas de massa foram maiores ou iguais aos do cordão tratado sem envelhecimento. Na matriz com metacaulinita e cinza volante, para a fibra sem tratamento, a redução média na perda de massa da hemicelulose foi de 15% em comparação à fibra não envelhecida, e na maioria das fibras tratadas não foi observada degradação da hemicelulose.

				1
		Hemi-	Celulose	"Polímero"
		(200 –	(315 –	(374° e
		315°C)	400°C)	500°C)
	Cordão in natura	15,52	66,61	-
	Cordão tratado	6,63	37,52	45,81
	Ref.120d s/t.	16,93	40,91	-
	04 meses s/t.	6,73	48,03	-
Compásitor	08 meses s/t.	7,61	46,38	-
Composito:	12 meses s/t.	9,10	42,79	-
imanto	Ref.120d c/t.	8,86	38,78	21,88
cilicito	04 meses c/t.	6,38	33,72	24,64
	08 meses c/t.	5,76	41,59	19,34
	12 meses c/t.	7,13	39,23	22,91
	Ref.120d s/t.	8,70	56,87	-
Compásitor	04 meses s/t.	10,90	57,84	-
Composito: Matriz com	08 meses s/t.	8,39	56,70	-
matrice com	12 meses s/t.	8,96	60,03	-
e cinza	Ref.120d c/t.	6,75	34,97	36,96
	04 meses c/t.	6,53	40,92	31,91
voidille	08 meses c/t.	5,92	43,20	28,50
	12 meses c/t.	7,09	45,76	27,84
s/trat. = amost	ras retiradas de cor	npósitos refe	orcados com tec	ido sem

Tabela 8.15 – Perdas de massa obtidas através das curvas de TG para amostras de fibras – envelhecimento natural, em relação à massa seca da amostra.

s/trat. = amostras retiradas de compósitos reforçados com tecido sem tratamento; c/trat. = amostras retiradas de compósitos reforçados com tecido com tratamento.

8.3.6. Ensaio de tração direta nas fibras

Ensaios de tração direta foram realizados em fibras retiradas de compósitos após os períodos de envelhecimento, a fim de se analisar a perda de resistência da fibra com os processos de envelhecimento. Foram utilizadas apenas fibras de compósitos com metacaulinita e cinza volante. Não foi possível realizar testes em fibras de compósitos com matriz apenas de cimento, devido à dificuldade para extrair amostras, pois as fibras estavam quebradiças e se desintegravam com facilidade.

Na Figura 8.29a estão traçadas as curvas tensão *versus* deformação para fibras retiradas de compósitos de referência-120d, bem como de compósitos submetidos a 10 e 25 ciclos de molhagem e secagem, além de fibras que não passaram por processo de envelhecimento (com e sem tratamento). Na Figura 8.29b estão as curvas, que
representam a média, das fibras retiradas de compósitos submetidos ao envelhecimento natural.



Figura 8.29 – Curvas tensão *versus* deformação de fibras retiradas de compósitos com metacaulinita e cinza volante, submetidos ao (a) envelhecimento acelerado e (b) envelhecimento natural; curva tensão máxima *versus* período de envelhecimento (c) acelerado e (d) natural.

Na Tabela 8.16 estão sumarizados os valores médios de força, deslocamento, deformação, tensão e módulo, com seus respectivos desvios padrões entre parênteses, de 6 corpos de prova. Através da Figura 8.29 e da Tabela 8.16 observa-se que as fibras tratadas suportaram tensão semelhante ou um pouco maior que as sem tratamento, para um determinado período de envelhecimento. Para as fibras extraídas de compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado, a tensão suportada pela fibra sem tratamento, após 25 ciclos de molhagem e secagem, sofreu redução de 58% comparada à fibra de

referência-120 dias. Comparada à fibra *in natura*, essa redução foi 68%. Para a fibra com tratamento, após 25 ciclos a redução na tensão foi de 38% em relação à referência-120 dias, e 52% comparado ao cordão tratado sem envelhecimento. Entretanto, o processo de degradação da fibra foi maior para a fibra sem tratamento.

Para as fibras extraídas de compósitos submetidos ao envelhecimento natural observa-se que após 12 meses de exposição a tensão da fibra sem tratamento sofreu redução de 65% comparada à fibra *in natura*. Para o cordão tratado, a redução foi de 26% em relação ao cordão tratado que não passou por processo de envelhecimento. A degradação das fibras foi também maior para as fibras sem tratamento (Figura 8.29d).

Os resultados encontrados são inferiores aos relatados por ADHIKARI *et al.* (2011). Os autores analisaram a durabilidade de fibras de juta tratadas e não-tratadas extraídas de matrizes de cimento após 7, 28, 42 e 90 dias de envelhecimento e observaram que a degradação da fibra sem tratamento foi de 18%, enquanto as fibras que passaram por tratamento alcalino e com polímero mantiveram a resistência mesmo após 90 dias de envelhecimento. O envelhecimento porém, foi menos severo que o apresentado nessa pesquisa, pois as fibras foram apenas mantidas na matriz de cimento durante o período de envelhecimento estipulado.

Quanto ao módulo de elasticidade, observa-se diminuição na fibra tratada em relação à sem tratamento, assim como nos resultados de tração apresentados no Capítulo 4. O polímero é flexível e possui grande capacidade de deformação, ocasionando na fibra menores valores de módulo e maiores valores de deformação.

	F_{max} (N)	δ_{max} (mm)	ϵ_{\max} (%)	σ_{max} (MPa)	E (GPa)		
Cordão in natura	53,91	1,14	11.39	111,24	1, 57		
(s/trat)	(4,94)	(0,36)	(3,63)	(10,20)	(0,09)		
Cordão c/trat.	54,59	1,45	14,48	107,55	1 29 (0 10)		
(s/envelh.)	(5,84)	(0,31)	(3,10)	(11,51)	1,38 (0,19)		
Ref.120d – s/trat.	41,09	1,01	10,05 (3,21)	84,80 (13,46)	1,37 (0,27)		
	(6,52)	(0,32)					
Ref.120d – c/trat.	42,19	1,39	13,93	83,11 (14,20)	1,01 (0,29)		
	(7,21)	(0,46)	(4,58)				
10 ciclos – s/trat.	27,17	0,82	8,24 (1,44)	56,07 (10,63)	1,07 (0,20)		
	(5,15)	(0,14)					
10 ciclos – c/trat.	27,59	1,04	10,35	54,35 (7,24)	0,76 (0,07)		
	(3,67)	(0,18)	(1,83)				
$25 \operatorname{ciclos} - s/\operatorname{trat}$	17,36	0,52	5,15 (0,88)	35,83 (8,51)	1,10 (0,24)		
25 ciclos – s/ trat.	(4,12)	(0,09)					
25 giglos of trat	26,04	0,98	9,81 (1,93)	51,30 (11,69)	0,64 (0,10)		
25 ciclos – c/ trat.	(5,93)	(0,19)					
4 meses – s/trat	35,33	0,81	8,14 (2,54)	72,91 (9,84)	1,34 (0,16)		
	(4,77)	(0,25)					
4 meses – c/trat	45,28	1,07	10,65 (1,83)	90,09 (15,09)	1,27 (0,23)		
+ meses eruat.	(6,75)	(0,18)					
8 meses – s/trat	19,82	0,43	4,29 (0,75)	40,90 (6,48)	1,10 (0,12)		
0 meses – s/uat.	(3,14)	(0,07)					
8 meses – c/trat	37,04	1,08	10,78 (3,88)	73,56 (8,11)	1,03 (0,24)		
0 mcscs – c/uat.	(3,98)	(0,39)					
12 meses – s/trat.	18,81	0,80	8,01 (1,18)	38,82 (2,15)	0,67 (0,12)		
	(1,04)	(0,12)					
12 meses – c/trat.	31,06	1,35	13,49	61,19 (10.01)	0,72 (0,05)		
	(5,08)	(0,30)	(3,02)	01,12 (10,01)			
s/envelh. = cordão de juta tratado não envelhecido;							
s/trat. = amostras extraídas de compositos reforçados com tecido sem tratamento;							
c/trat. = amostras extraídas de compósitos reforçados com tecido tratado.							

Tabela 8.16 – Resultados de ensaio de tração direta de fibras extraídas de compósitos submetidos ao envelhecimento. Valores entre parênteses se referem ao desvio padrão.

Sintetizando os resultados de durabilidade na interface com a durabilidade dos compósitos sob tração direta, comparando os resultados de referência-120 dias e 25 ciclos, matriz com metacaulinita e cinza volante, tem-se: a resistência dos compósitos sob tração direta sofreu redução de 42% e 46% para os compósitos sem e com tratamento, respectivamente. A resistência da fibra, obtida através de ensaios tração de fibras extraídas de compósitos submetidos ao envelhecimento, sofreu redução de 58% e 38% para cordão sem e com tratamento, respectivamente. A adesão aos 25 ciclos foi 24% e 30% menor para cordão sem e com tratamento, em comparação à referência-120 dias. E a redução na transferência de tensão de tração para a fibra foi de 30% tanto para

fibra tratada quanto para a não tratada. Ressalta-se que as consequências dos processos de envelhecimento foram mais severas para compósitos com fibra sem tratamento.

8.3.7. Análise microestrutural de fibras extraídas de compósitos após períodos de envelhecimentos acelerado e natural

Fibras extraídas de compósitos após processos de envelhecimento foram observadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) com sistema de EDS (espectroscopia por energia dispersiva) acoplado. Na Figura 8.30 são apresentadas imagens das seções transversais de fibras extraídas de compósitos de referência-120 dias e de compósitos submetidos a 25 ciclos de molhagem e secagem e 12 meses de exposição ao envelhecimento natural, matriz de cimento. A análise através de EDS permite uma análise qualitativa e semi-quantitativa da composição química do material analisado (CHINAGLIA e CORREA, 1997). As fibras foram extraídas dos compósitos, imersas em água por 24h e posteriormente cortadas com lâminas e coladas em porta-amostras. Foi realizada metalização com ouro. Foram considerados apenas os elementos C, O, Al, Ca e Si e os resultados foram normalizados para 100%.

Na maioria das imagens, fibra tratada e sem tratamento, não foi possível visualização de degradação das fibras, embora as seções transversais pareçam alteradas devido à diminuição da área de lumens e expansão das paredes celulares. A análise por EDS indica a incidência de elementos químicos relacionados à matriz de cimento, bem como elementos relacionados também à fibra e ao polímero, como carbono e oxigênio.

Através da Figura 8.30 e Tabela 8.17 observam-se maiores valores de cálcio para as fibras sem tratamento, provenientes das fases de cimento, sendo visível a deposição de produtos de hidratação na fibra após 25 ciclos de molhagem e secagem (Figura 8.30c). Na fibra com tratamento extraída do compósito referência-120 dias (Figura 8.30b) observa-se certa "deformação" da seção transversal: apesar de a fibra não apresentar degradação visível, a análise de EDS indica presença de cálcio na fibra. Nas fibras extraídas de compósitos submetidos a 25 ciclos de molhagem e secagem e 12 meses de exposição, também foi observada presença de cálcio, relacionada aos produtos de hidratação do cimento.



(f) 12 meses c/ tratamento

Figura 8.30 - Micrografias da seção transversal de fibras extraídas de compósitos - matriz de cimento.

		С	0	Al	Ca
Ref.120d s/trat.	ponto 1	92,87	6,17	0,00	0,95
	ponto 2	10,91	10,33	0,00	78,76
	ponto 3	91,22	7,20	0,00	1,58
Ref.120d c/trat.	ponto 1	87,68	10,56	0,00	1,76
	ponto 2	92,10	6,60	0,00	1,30
	ponto 3	99,17	0,00	0,00	0,83
	ponto 4	98,81	0,00	0,08	1,11
25 ciclos s/trat.	ponto 1	0,00	0,00	3,51	96,49
	ponto 2	38,61	0,00	3,20	58,19
	ponto 3	46,97	13,53	0,00	39,50
25 ciclos c/trat.	ponto 1	85,61	0,00	0,00	14,39
	ponto 2	97,95	0,00	0,00	2,05
	ponto 3	87,64	9,20	0,00	3,15
12 meses s/trat.	ponto 1	69,29	12,44	1,46	16,81
	ponto 2	47,62	8,74	3,87	39,77
	ponto 3	62,81	9,84	0,00	27,34
12 meses c/trat.	ponto 1	84,26	8,15	0,23	7,36
	ponto 2	91,25	7,71	0,00	1,03
	ponto 3	90,95	6,98	0,00	2,07
	ponto 4	85,75	8,90	0,00	5,35

Tabela 8.17- Microanálise por EDS de fibras extraídas de compósitos com matriz de cimento.

Ref.120d = compósitos de referência – 120 dias; s/trat = amostras retiradas de compósitos reforçados com tecido sem tratamento; c/trat. = amostras retiradas de compósitos reforçados com tecido tratado; C = Carbono; O = Oxigênio; Al = Alumínio e Ca = Cálcio.

Da mesma forma como mencionado para matriz de cimento, nas fibras extraídas de compósitos com matriz com metacaulinita e cinza volante não observa-se degradação das fibras, como pode ser visto na Figura 8.31. Na fibra tratada é possível visualização de polímero entre as fibrocélulas, mesmo após 12 meses de exposição. Observa-se que nas fibras sem tratamento (Tabela 8.17), os valores de cálcio são menores do que os encontrados para matriz apenas de cimento.

Embora não se possa correlacionar o processo de envelhecimento dos compósitos com o processo de hornificação⁷ das fibras, pois são situações diferentes, observa-se através das imagens de MEV comportamento similar ao relatado por FERREIRA (2012). Relata o autor que os processos de molhagem e secagem provocam alterações na

⁷ Hornificação: Tratamento de fibras que consiste em ciclos de molhagem e secagem.

morfologia da fibra, devido ao inchamento e secagem das fibras, causando enrijecimento da estrutura polimérica das fibrocélulas e fechamento progressivo dos vazios capilares. O processo de hornificação provoca diminuição da capacidade de absorção das fibras.



Figura 8.31 – Micrografias da seção transversal de fibras extraídas de compósitos – matriz com metacaulinita e cinza volante.

		С	0	Al	Ca	Si
Ref.120d s/trat.	ponto 1	86,31	12,74	0,00	0,95	0,00
	ponto 2	97,80	0,00	0,00	2,20	0,00
	ponto 3	90,66	8,75	0,15	0,44	0,00
Ref.120d c/trat.	ponto 1	92,57	6,30	0,35	0,77	0,00
	ponto 2	91,57	8,43	0,00	0,00	0,00
	ponto 3	92,56	7,44	0,00	0,00	0,00
	ponto 4	91,70	6,74	0,00	1,57	0,00
	ponto 5	80,22	15,41	1,35	3,02	0,00
25 ciclos s/trat.	ponto 1	91,54	7,08	0,00	1,38	0,00
	ponto 2	91,81	7,42	0,00	0,77	0,00
25 ciclos c/trat.	ponto 1	91,90	6,20	0,00	1,90	0,00
	ponto 2	86,09	7,99	0,35	5,24	0,33
	ponto 3	99,37	0,00	0,00	0,63	0,00
	ponto 4	95,72	1,55	0,00	2,73	0,00
12 meses s/trat.	ponto 1	89,09	9,17	0,00	1,74	0,00
	ponto 2	91,31	7,09	0,25	1,36	0,00
	ponto 3	90,47	8,10	0,00	1,43	0,00
12 meses c/trat.	ponto 1	96,86	0,00	0,00	3,14	0,00
	ponto 2	100,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	ponto 3	92,15	6,36	0,00	1,49	0,00
	ponto 4	88,60	6,32	0,00	5,08	0,00

Tabela 8.18- Microanálise por EDS de fibras extraídas de compósitos com matriz com metacaulinita e cinza volante.

Ref.120d = compósitos de referência – 120 dias;

s/trat = amostras retiradas de compósitos reforçados com tecido sem tratamento;

c/trat. = amostras retiradas de compósitos reforçados com tecido tratado; C = Carbono; O = Oxigênio; Al = Alumínio; Ca = Cálcio e Si = Silício.

8.4. CONCLUSÃO

Nesse capítulo foi apresentado o estudo da durabilidade de compósitos têxteis, reforçados com fibra de juta sem e com tratamento com polímero estireno butadieno. Corpos de prova foram submetidos ao envelhecimento acelerado através de ciclos de molhagem e secagem e ao envelhecimento natural, onde os corpos de prova foram submetidos a 4, 8 e 12 meses de exposição ao intemperismo. Foram produzidos, para os dois processos de envelhecimento, compósitos com matriz apenas de cimento, além de compósitos com substituição parcial do cimento por metacaulinita e cinza volante.

Os corpos de prova submetidos ao envelhecimento acelerado foram testados sob tração direta aos 120 dias. Os compósitos com matriz de cimento reforçados com tecido sem tratamento, exceto para referência-120d e 5 ciclos, apresentaram ruptura frágil e queda no valor de tensão suportada com o aumento de ciclos, de 4,38 MPa para 1,35 MPa. Nos com reforço tratado, os valores de tensão foram semelhantes para todos os ciclos (entre 1,96 e 2,31 MPa).

Os compósitos com matriz com substituição parcial do cimento por metacaulinita e cinza volante, exceto para 25 ciclos sem tratamento, apresentaram comportamento *strain-hardening* com múltipla fissuração. Comparando os resultados sem e com tratamento, foi observada melhoria no comportamento mecânico nos compósitos com reforço tratado: maior número de fissuras, com menor espaçamento e menor abertura. Os valores de tensão última foram de 6,94 e 3,62 MPa para referência-28d e 25 ciclos (tecido tratado) respectivamente e de 4,73 e 2,66 MPa para referência-28d e 25 ciclos (tecido sem tratamento), ou seja, a tensão última foi cerca de 46,7 e 36,1% maior que os compósitos com tecido sem tratamento.

No caso do envelhecimento natural, a tendência do comportamento mecânico dos compósitos foi semelhante aos submetidos ao envelhecimento acelerado. Os corpos de prova com matriz de cimento, reforço sem tratamento e expostos por 12 meses fraturaram antes do ensaio mecânico. Os expostos a 4 meses foram testados pré-fissurados. Os compósitos com reforço tratado, matriz de cimento, suportaram tensão entre 1,43 e 1,79 MPa.

Nos compósitos com matriz com metacaulinita e cinza volante, a tensão última para o compósito com tecido tratado foi cerca de 6% maior após 12 meses de exposição que o compósito com reforço sem tratamento. O tratamento com polímero aumentou também a capacidade de deformação última dos compósitos.

Quanto à tenacidade, não foi possível sua obtenção em matriz de cimento, pois a ruptura dos corpos de prova foi frágil. Nos compósitos com metacaulinita e cinza volante, envelhecimento acelerado, com reforço sem tratamento a tenacidade última foi de 14,35 N.m (referência, 28 dias) e 3,52 N.m (25 ciclos), enquanto que nos compósitos com reforço tratado a tenacidade foi de 36,69 N.m (referência) e 8,26 N.m (25 ciclos). No

envelhecimento natural, os compósitos com reforço sem tratamento apresentaram tenacidade última de 6,69 N.m (12 meses), enquanto que nos compósitos com reforço tratado a tenacidade foi 10,48 N.m (12 meses).

A análise termogravimétrica de amostras de matrizes extraídas dos compósitos após os processos de envelhecimento serviu apenas para análise qualitativa das amostras, devido à possível contaminação no preparo das amostras.

Na análise térmica em amostras de fibras retiradas de compósitos após os processos de envelhecimento, comparando os resultados de TG do cordão sem tratamento com os da fibra *in natura*, para o caso de fibras extraídas de compósitos submetidos a ciclos de molhagem e secagem, matriz de cimento, houve diminuição média na perda de massa referente à celulose de 30%, e no cordão tratado 4%, enquanto que a perda de massa relacionada ao polímero sofreu redução média de 48%. Esses resultados são um indicativo de que o polímero protegeu a fibra do meio alcalino e de que na matriz de cimento houve maior absorção de Ca(OH)₂ pelo polímero. Nas fibras sem tratamento retiradas de matriz com metacaulinita e cinza volante a redução na perda de massa da celulose foi menor, cerca de 16% para a fibra sem tratamento, enquanto que na fibra tratada a variação foi de 5%.

Foram realizados também ensaios de tração direta em fibras extraídas de compósitos submetidos aos processos de envelhecimento, matriz com substituição parcial do cimento. Para as fibras extraídas de compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado, a tensão suportada pela fibra sem tratamento, após 25 ciclos de molhagem e secagem, sofreu redução de 58%, comparada à fibra extraída do compósito de referência-120 dias, e na fibra tratada a redução foi de 38%. Para as fibras extraídas de compósitos submetidos ao envelhecimento natural, observa-se que após 12 meses de exposição a tensão da fibra sem tratamento sofreu redução de 54% comparada à referência e o cordão tratado, 26%.

Na análise microestrutural das fibras extraídas dos compósitos, na maioria dos casos, não foi possível visualização da degradação da fibra, mesmo após períodos extremos de envelhecimento. Embora os resultados de análise térmica tenham apresentado redução nas perdas de massa indicando degradação da celulose e hemicelulose após os períodos de envelhecimento, a morfologia não sofreu grande modificação.

As conclusões do artigo de durabilidade (Anexo IV) se aplicam a esse estudo: no artigo é relatado que nos compósitos com matriz de cimento os corpos de prova não resistiram ao maior período de envelhecimento (365 dias de imersão). Nesse estudo, os resultados de tração para os compósitos de referência-120 dias, com tecido sem tratamento, foram muito superiores aos compósitos com fibra tratada. A hipótese apresentada foi de que, na matriz apenas de cimento, ocorreu reação do polímero com Ca(OH)₂, enquanto na matriz com metacaulinita e cinza volante, a utilização do polímero, combinada à utilização de pozolanas proporcionou melhor comportamento mecânico dos compósitos. As reações pozolânicas consomem o hidróxido de cálcio gerado nas reações de hidratação do cimento, evitando a degradação das fibras, bem como a absorção do mesmo pelo polímero. Mais estudos devem ser feitos a fim de explicar essas interações entre fibra, polímero e produtos de hidratação do cimento.

Os resultados apresentados confirmam que a composição de uma matriz adequada, com substituição parcial do cimento por pozolanas, é um pré-requisito para comportamento mecânico favorável dos compósitos têxteis com fibras vegetais. Além disso, o tratamento com polímero na matriz apenas de cimento não foi método eficaz, devido à possível absorção de Ca(OH)₂ pelo polímero. Entretanto, a utilização de pozolana juntamente com o polímero propiciaram melhores resultados. Pode-se, a partir desses resultados, buscar alternativas que otimizem a produção e aplicação de compósitos têxteis reforçados com fibras vegetais.

9. CONCLUSÕES

A definição da matriz empregada na produção de compósitos têxteis reforçados com fibra vegetal foi feita com base nos resultados de análise termogravimétrica. A substituição parcial do cimento por 40% de metacaulinita e 10% de cinza volante proporcionou maior consumo do hidróxido de cálcio aos 28 dias. Uma matriz com menor consumo de cimento é favorável não só às fibras vegetais, as quais sofrem degradação em ambiente alcalino, mas também ao meio ambiente, pois a produção de cimento é responsável por alta emissão de CO₂. Além disso, a matriz apresentou boas propriedades reológicas que facilitaram a melhor penetração da matriz no tecido de juta, sendo adequada para utilização em compósitos têxteis.

A fibra utilizada como reforço foi a juta, por existir no mercado na forma de tecido e por apresentar bom comportamento mecânico. A caracterização de outras fibras naturais quanto resistência à tração, morfologia e composição química foi realizada. Foram utilizadas fibras de sisal, curauá, piaçava, coco e juta. Vários fatores influenciam no comportamento mecânico das fibras. A composição química e morfologia não se relacionam diretamente à resistência. As fibras mais resistentes foram curauá, sisal e juta. A de coco apresentou maior capacidade de deformação. Análise estatística de Weibull foi aplicada para verificar a variabilidade nos resultados de tração: as fibras de curauá apresentaram grande variabilidade e as de piaçava e sisal, baixa variabilidade. O tratamento da fibra de juta com polímero estireno butadieno foi realizado. A resistência da fibra tratada foi maior para filamento e tecido de juta.

A interface fibra matriz foi avaliada através de ensaios de arrancamento. Foram produzidos corpos de prova com filamento sem e com tratamento com polímero, comprimentos de embebimento de 3, 5 e 10 mm, além de corpos de prova com cordão sem e com tratamento, comprimentos de 5 e 10 mm. Os ensaios foram realizados no interior do microscópio eletrônico de varredura, com o objetivo de se observar a superfície da fibra no decorrer do ensaio. Além desses, foram também realizados ensaios de arrancamento em compósitos reforçados com uma camada de tecido sem e com tratamento. Um modelo analítico para predição do comportamento da interface foi aplicado. Através do modelo, curvas de distribuição de tensão de cisalhamento da

interface e tração na fibra foram traçadas. O tratamento com polímero aumentou a adesão em todos os casos. O filamento sem tratamento apresentou tensão nominal de aderência entre 0,20 e 0,51 MPa e o com tratamento entre 0,37 e 1,02 MPa.

A caracterização mecânica dos compósitos têxteis reforçados com 1, 3 e 5 camadas de tecido sem tratamento sob tração direta foi realizada. Com o aumento do número de camadas, maior a formação de fissuras e maiores os valores de tensão última. Foram produzidos também compósitos reforçados com tecido tratado por 10 e 50 minutos de impregnação com polímero. Foi observado que o tratamento foi benéfico, pois foi responsável pelo aumento da tenacidade em 155,7%. Além disso, o tratamento melhorou o comportamento de formação de fissuras (quantidade e espaçamento), além de aumento na tensão última. O compósito reforçado com 5 camadas de tecido sem tratamento resistiu a 4,73 MPa, enquanto que o compósito com reforço tratado por 50 min a tensão última foi de 6,94 MPa.

A durabilidade dos compósitos têxteis foi avaliada através do envelhecimento acelerado e natural. As consequências dos processos de envelhecimento foram mais severas nos compósitos com matriz apenas de cimento. Nos compósitos com matriz de cimento ocorreu, em grande parte, fratura frágil. Na maioria dos compósitos com substituição parcial do cimento por pozolana houve bom desempenho mecânico, mesmo após grandes períodos de envelhecimento (até 20 ciclos e 8 meses), com comportamento *strain-hardening* e múltipla-fissuração: para referência-120 dias, a tensão última foi de 4,62 MPa para o compósito com tecido sem tratamento e 6,66 MPa para o compósito com tecido tratado. Após 25 ciclos os valores de tensão foram 2,66 e 3,62 MPa, para compósito com reforço sem e com tratamento, respectivamente. Após 12 meses de envelhecimento natural, a tensão última foi de 3,20 MPa para compósitos com tecido sem tratamento e 3,26 MPa para os compósitos com reforço tratado. Os períodos de envelhecimento 25 ciclos e 12 meses foram os severos quanto à durabilidade dos compósitos.

Através de análise microestrutural das fibras extraídas dos compósitos após os períodos de envelhecimento não foi possível observar degradação das fibras. A durabilidade da interface para matriz com metacaulinita e cinza volante também foi estudada. Após 25 ciclos de molhagem e secagem a aderência foi de 0,31 MPa para o cordão sem

tratamento e 0,39 MPa para o cordão tratado, valores 31 e 39% menores que os valores de referência.

Os melhores resultados de durabilidade foram para os compósitos têxteis com matriz com substituição parcial do cimento por pozolanas reforçados com fibras tratadas com polímero. Apesar dos bons resultados encontrados, mais estudos devem ser realizados a fim de melhor explicar o que acontece na interface fibra – polímero – matriz, por exemplo. Para que a utilização desse material seja viável, deve-se buscar alteração e / ou aperfeiçoamento da técnica de moldagem, aplicação de outros tratamentos na fibra, maior redução no teor de hidróxido de cálcio, entre outros. Talvez com essas modificações, um material com menor dispersão dos resultados físicos, químicos e mecânicos poderá ser obtido, possibilitando na obtenção de valores de projeto que viabilizem sua aplicação.

Uma sugestão para trabalhos futuros é a continuidade do estudo da durabilidade química, adotando maiores períodos de envelhecimento acelerado e natural, na matriz com substituição parcial de cimento. O estudo sobre durabilidade térmica pode ser realizado, a fim de se avaliar o comportamento do polímero na interface e o comportamento mecânico dos compósitos em altas temperaturas. É também importante a investigação do comportamento físico dos compósitos quanto à absorção total, absorção capilar e retração, pois esses estudos complementam o estudo da durabilidade. Ensaios de porosimetria por intrusão de mercúrio seriam uma análise importante, para a avaliar a estrutura dos poros de compósitos submetidos ao envelhecimento acelerado e natural. Além disso, estudos sobre resistência ao impacto e fluência na tração também podem ser realizados.

A investigação da degradação do polímero é necessária, visto o comportamento mecânico dos compósitos com matriz apenas de cimento. Deve ser avaliado como o meio alcalino e elevadas temperaturas afetam sua estrutura. Tal avaliação pode ser feita através da comparação de resultados de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), por exemplo.

Além disso, para trabalhos futuros sugere-se a produção de compósitos têxteis híbridos, através da adição de fibras curtas de curauá, por exemplo. A fibra de curauá apresenta

boa resistência mecânica e elevada rigidez. Espera-se que as fibras curtas em compósitos têxteis provoquem aumento no valor de tensão de primeira fissura e promova expansão da região de formação de múltiplas fissuras. BARHUM e MECHTCHERINE (2012) adicionaram fibras curtas de vidro e carbono em compósitos cimentícios reforçados com tecido de vidro e observaram melhoria na aderência entre o tecido e a matriz, devido aos pontos de adesão adicionais, fornecidos pela superfície das fibras curtas. No caso de fibras vegetais talvez o comportamento mecânico apresente tendência diferente, devido ao seu comportamento hidrofílico.

Outra sugestão é o desenvolvimento de um novo tecido com diferente geometria, mais adequada para aplicação em matriz cimentícia, uma vez que a geometria do tecido afeta a adesão fibra-matriz, devido aos complexos os mecanismos de interação entre fibra e matriz em compósitos têxteis.

Além disso, outro tipo de tratamento na fibra pode ser empregado, como por exemplo, impregnação do tecido em nanopartículas de *fillers* como sílica ativa e nanoargila, com o objetivo de melhorar a eficiência do reforço e consequentemente, a aderência fibra matriz. Segundo ZAMIR *et al.*, 2014, esse tipo de tratamento também pode contribuir no consumo de hidróxido de cálcio, através das reações pozolânicas, melhorando o comportamento mecânico dos compósitos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDULLAH, A., JAMALUDIN, S. B., NOOR, M. M., HUSSIN, K., 2011, "Composite Cement Reinforced Coconut Fiber: Physical and Mechanical Properties and Fracture Behavior", *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, v. 5, pp. 1228-1240.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 7215 / 1996 – Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão.

ADHIKARI, B., MAJUMDER, S. B., SEN, R., BASAK, R. K., KUNDU, S. P., CHAKRABORTY, S., ROY, A., 2011, "Development of Jute Fiber Reinforced Cement Concrete Composites", Final Technical Report, *Materials Science Centre*, Indian Institute of Technology, 78 p.

AGOPYAN, V., SAVASTANO JR, H., JOHN, V. M., CINCOTTO, M. A., 2005, "Developments on Vegetable Fibre–Cement Cased Materials in São Paulo, Brazil: an Overview", *Cement & Concrete Composites*, v. 27, pp. 527–536.

ALILA, S., BESBES, I., VILAR, M.R., MUTJÉ, P., BOUFI, S., 2013, "Non-woody Plants as Raw Materials for Production of Microfibrillated Cellulose (MFC): A Comparative Study", *Industrial Crops and Products*, v.41, pp. 250–259.

ARDANUY, M., CLARAMUNT, J., GARCÍA-HORTAL, J. A., BARRA, M., 2011, "Fiber-Matrix Interactions in Cement Mortar Composites Reinforced with Cellulosic Fibers", *Cellulose*, v. 18, pp. 281–289.

ARMAKAN, D. M., ROYE, A., 2009, "A Study on the Compression Behavior of Spacer Fabrics Designed for Concrete Applications", *Fibers and Polymers*, v.10, pp. 116-123.

ASASUTJARIT, C., HIRUNLABH, J., KHEDARI, J., CHAROENVAI, S. ZEGHMATI, B., CHEUL SHIN, U., 2007, "Development of Coconut Coir-Based Lightweight Cement Board", *Construction and Building Materia*ls, v. 21, pp. 277-288.

ASPRONE, D., DURANTE, M., PROTA, A., MANFREDI, G., 2011, "Potential of Structural Pozzolanic Matrix–Hemp Fiber Grid Composites", *Construction and Building Materials*, v.25, pp. 2867-2874.

ASTM, 2008. ASTM C1557, Standard Test Method for Tensile Strength and Young's Modulus of Fibers. American Society for Testing and Materials. West Conshohocken, Pennsylvania, USA.

BARHUM, R., MECHTCHERINE, V., 2012, "Effect of Short, Dispersed Glass and Carbon Fibres on the Behaviour of Textile-Reinforced Concrete Under Tensile Loading", *Engineering Fracture Mechanics*, v. 92, pp. 56–71.

BENTUR, A., MINDESS, S., 2007, *Fibre Reinforced Cementitious Composites*. Elsevier Applied Science. London and New York, 2ªedição.

BERGSTRÖM, S. G., GRAM, H-E., 1984, "Durability of Alkali-Sensitive Fibres in Concrete", *Cement Composites and Lightweight Concrete*, v. 6, pp.75-80.

BLEDZKI, A. K., GASSAN, J., 1999, "Composites Reinforced with Cellulose Based Fibres", *Progress in Polymer Science*, v.24, pp. 221-274.

BOSHOFF, W. P., MECHTCHERINE, V., ZIJL, G. P. A. G., 2009, "Characterising the Time-Dependant Behaviour on the Single Fibre Level of SHCC: Part 2: The Rate Effects on Fibre Pull-out Tests", *Cement and Concrete Research*, v39, pp. 787-797.

BRAMESHUBER, W., 2010, "Uniaxial Tensile Test—Test Method to Determine the Load Bearing Behavior of Tensile Specimens Made of Textile Reinforced Concrete", Proposal for a recommendation by RILEM TC 232-TDT to be published in Materials and Structures.

BRAMESHUBER, W., BROCKMANN, T., CURBACH, M., MEYER, C., VILKNER, G., MOBASHER, B., PELED, A., REINHARDT, H. W., KRÜGER, M., WASTIELS, J., 2006, *Textile Reinforced Concrete* - State-of-the-Art Report of RILEM TC 201-TR, Ed. W. Brameshuber.

BRANCATO, A. A., 2008, *Effect of Progressive Recycling on Cellulose Fiber Surface Properties*, Tese de Doutorado, School of Chemical and Biomolecular Engineering, Georgia Institute of Technology.

BRANDT, A. M., 2009, *Cement-Based Composites*, 2nd edition, Taylor and Francis, New York.

CANEVAROLO, S. V., 2006, Ciência dos Polímeros, Artliber Editora Ltda, 277p.

CANOVAS, M. E., KAWICHE, G. M., SELVA, N. H., 1990, "Possible Ways of Preventing Deterioration of Vegetable Fibres in Cement Mortars", in *Vegetable Plants and their Fibres as Building Materials* - Proceedings of the Second Internacional RILEM Symposium.

CHAKRABORTY, S., KUNDU, S. P., ROY, A., ADHIKARI, B., MAJUMDER, S.B., 2013, "Polymer Modified Jute Fibre as Reinforcing Agent Controlling the Physical and Mechanical Characteristics of Cement Mortar", *Construction and Building Materials*, v. 49, pp. 214–222.

CHAWLA, N., KERR, M., CHAWLA, K. K., 2005, "Monotonic and Cyclic Fatigue Behavior of High-Performance Ceramic Fibers. *Journal of the American Ceramic Society*", v. 88, pp. 101–108.

CHINAGLIA, C. R., CORREA, C. A., 1997, "Análise de Falhas em Materiais através de Técnicas Avançadas de Microscopia", *Polímeros: Ciência e Tecnologia*.

CLARAMUNT, J., ARDANUY, M., GARCÍA-HORTAL, J. A., TOLEDO FILHO, R. D., 2011, "The Hornification of Vegetable Fibers to Improve the Durability of Cement Mortar Composites", *Cement & Concrete Composites*, v. 33, pp. 586–595.

CORRÊA, A. C., TEIXEIRA, E. M., PESSAN, L. A., MATTOSO, L. H. C., 2010, "Cellulose Nanofibers from Curaua Fibers", *Cellulose*, v. 17, pp. 1183-1192. COUTTS, R. S. P., 1987, "Fibre-Matrix Interface in Air-Cured Wood-Pulp Fibre-Cement Composites", *Journal of Materials Science Letters*, v. 6, pp. 140-142.

COX, H.L., 1952, "The Elasticity and Strenght of Paper and other Fibrous Materials", *British Journal of Applied Physics*, v.3, pp. 72-79.

d'ALMEIDA, J. R. M., AQUINO, R. C. M. P., MONTEIRO, S. N., 2006, "Tensile Mechanical Properties Morphological Aspects and Chemical Characterization of Piassava (Attalea funifera) Fibers", *Composites: Part A*, v. 37, pp. 1473–1479.

DHAKAL, H.N., ZHANG, Z.Y., RICHARDSON, M.O.W., 2006, "Effect of Water Absorption on the Mechanical Properties of Hemp Fibre Reinforced Unsaturated Polyester Composites", *Composites Science and Technology*, v. 67, pp. 1674–1683.

DEFOIRDT, N., BISWAS, S., VRIESE, L., TRAN, L. Q. N., ACKER, J. V., AHSAN, Q., GORBATIKH, L. VUURE, A. V., VERPOEST, I., 2010, "Assessment of the Tensile Properties of Coir, Bamboo and Jute Fibre", *Composites*: *Part A*, v. 41, pp. 588–595.

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

DWECK, J., BUCHLER, P. M., COELHO, A. C. V., CARTLEDGE, F. K., 2000, "Hydration of a Portland Cement Blended with Calcium Carbonate", *Thermochimica Acta*, v. 346, pp. 105-113.

DWECK, J., CUNHA, A. L. C., PINTO, C. A., GONÇALVES, J. P., BÜCHLER, P. M., 2009, "Thermogravimetry on Calcined Mass Basis – Hydrated Cement Phases and Pozzolanic Activity Quantitative Analysis", *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, v.97, pp. 85-89.

FAELLA, C., MARTINELLI, E., NIGRO, E., PACIELLO, S., 2010, "Shear Capacity of Masonry Walls Externally Strengthened by a Cement-Based Composite Material: An Experimental Campaign", *Construction and Building Materials*, v. 24, pp. 84-93.

FELEKOĞLU, B., TOSUN, K., BARADAN, B., 2009, "Effects of Fibre Type and Matrix Structure on the Mechanical Performance of Self-Compacting Micro-Concrete Composites", *Cement and Concrete Research*, v. 39, pp. 1023–1032.

FERREIRA, S. R., 2012, Influência do Tratamento de Molhagem e Secagem na Aderência Fibra-Matriz e no Comportamento Mecânico de Compósitos Cimentícios Reforçados Randomicamente com Fibras de Sisal, Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil e Ambiental, UEFS, Bahia.

FOULK, J., AKIN, D., DODD, R., ULVEN, C., 2011, "Production of Flax Fibers for Biocomposites", in *Cellulose Fibers: Bio and Nano Polymer Composites – Green Chemistry and Technology*. Springer-Verlag. Edited by KALIA, S., KAITH, B. S., KAUR, I.

GAO S-L., MÄDER, E., PLONKA, R., 2008, "Nanocomposite Coatings for Healing Surface Defects of Glass Fibers and Improving Interfacial Adhesion", *Composites Science and Technology*, v. 68, pp. 2892-2901.

GAO, Y. C., MAI, Y. W., COTTERELL, B., 1988, "Fracture of Fiber-Reinforced Materials." *Journal of Applied Mathematics and Physics*, v. 39, pp. 550-572.

GINER, V. T., BAEZA, F. J., IVORRA, S., ZORNOZA, E., GALAO, O., 2012, "Effect of Steel and Carbon Ffiber Additions on the Ddynamic Properties of Concrete Containing Silica Fume", *Materials and Design*, v. 34, pp. 332–339.

GOKOZ, U. N., NAAMAN, A. E., 1981, "Effect of Strain-Rate on ohe Pull-Out Behaviour of Fibres in Mortar", *The International Journal of Cement Composites*, v. 3, pp. 187-202.

GOPINATH, S., KUMAR, V. R., SHETH, H., MURTHY, A. R., IYER, N. R., 2014, "Pre-Fabricated Sandwich Panels using Cold-Formed Steel and Textile Reinforced Cconcrete", *Construction and Building Materials*, v. 64, pp. 54-59.

GOWDA, T. M., NAIDU, A. C. B., CHHAYA, R., 1999, "Some Mechanical Properties of Untreated Jute Fabric-Reinforced Polyester Composites", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, v. 30, pp. 277-284.

GRAM, H. E., 1983, "Durability of Natural Fibres in Concrete". *Swedish Cement and Concrete Research Institute*, Stockholm, 255 p.

GRAUPNER, N., MÜSSIG, J., 2010, "Technical Applications of Natural Fibres: An Overview", in *Industrial Applications of Natural Fibres: Structure, Properties and Technical Applications*. 1 ed., Wiley Series in Renewable Resources. Edited by JÖRG MÜSSIG.

GU, H., ZHILI, Z., 2002, "Tensile Behavior of 3D Woven Composites by Using Different Fabric Structures", *Materials & Design*, v. 23, pp. 671-674.

HAKAMY, A., SHAIKH, F. U. A., LOW, I. M., 2014, "Characteristics of Hemp Fabric Reinforced Nanoclay–Cement Nanocomposites", *Cement and Concrete Composites*, v.50, pp. 27-35.

HAMOUSH, S., ABU-LEBDEH, T., CUMMINS, T., ZORNIG, B., 2010, "Pullout Characterizations of Various Steel Fibers Embedded in Very High-Strength Concrete", *American J. of Engineering and Applied Sciences*, v.3, pp. 418-426.

HAN, F., CHEN, H., JIANG, K., ZHANG, W., LV, T., YANG, Y., 2014, "Influences of Geometric Patterns of 3D Spacer Fabric on Tensile Behavior of Concrete Canvas", *Construction and Building Materials*, v.65, pp. 620-629.

HEGGER, J., KULAS, C., HOSRTMANN, M., 2012, "Spatial Textile Reinforcement Structures for Ventilated and Sandwich Facade Elements", *Advances in Structural Engineering*, v. 15. JOHN, M. J., ANANDJIWAL, R. D., 2008, "Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites". *Polymer Composites*, pp. 187-207.

KANDA, T., LI, V. C., 1998, "Interface Property and Apparent Strength of a High Strength Hydrophilic Fiber in Cement Matrix", *Journal of Materials in Civil Engineering*, v. 10, pp. 5-13.

KIM, H. J., SEO, D. W., 2006, "Effect of Water Absorption Fatigue on Mechanical Properties of Sisal Textile-Reinforced Composites", *International Journal of Fatigue*, v. 28, pp. 1307-1314.

KULKARNI, A.G., SATYANARAYANA, K.G., SUKUMARAN, K., ROHATGI, P. K., 1981, "Mechanical Behaviour of Coir Fibres under Tensile Load", *Journal of Materials Science*, v. 16, pp. 905-914.

KUNDU, S.P., CHAKRABORTY, S., ROY, A., ADHIKARI, B., MAJUMBER, S.B., 2012, "Chemically Modified Jute Fibre Reinforced Non-Pressure (NP) Concrete Pipes with Improved Mechanical Properties", *Construction and Building Materials*, v. 37, pp. 841-850.

LARANJEIRA, F., AGUADO, A., MOLINS, C., 2010, "Predicting the Pullout Response of Inclined Straight Steel Fibers", *Materials and Structures*, v. 43, pp. 875– 895.

LIMA, D., 2005, "Diversidade Socioambiental nas Várzeas dos Rios Amazonas e Solimões: Perspectivas para o Desenvolvimento da Sustentabilidade", Ministério do Meio Ambiente. 420p.

LIMA, P. R. L., 2004, Análise teórica e experimental de compósitos reforçados com fibras de sisal, Tese de Doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro.

LORENZ, E., ORTLEPP, R., 2011, "Bond Behaviour of Textile Reinforcements – Development of a Pull-out Test and Modeling of the Respective Bond versus slip Relation". In: Parra-Montesinos GJ, Reinhardt HW, Naaman AE, editors. Sixth International Workshop on High Performance Fiber Reinforced Cement Composites (HPFRCC 6). Ann Arbor, pp. 463–70.

MACVICAR, R., MATUANA, L.M., BALATINECZ, J.J., 1999, "Aging Mechanisms in Cellulose Fiber Reinforced Cement Composites", *Cement & Concrete Composites*, v.21, pp. 189-196.

MÄDER, E., PLONKA, R., SCHIEKEL, M., HEMPEL, R., 2004, "Coatings on Alkaliresistant Glass Fibres for the Improvement of Concrete", *Journal of Industrial Textiles*, v. 33, pp. 191-207.

MAGALHÃES, M. S., 2010, Caracterização Experimental de Compósitos Cimentícios Reforçados com Fibras de PVA: Processo de Fratura, Propriedades Térmicas, Deformações Diferidas e Estabilidade Térmica, Tese de Doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro.

MAGALHÃES, M. S., TOLEDO FILHO, R. D., FAIRBAIRN, E. M. R., 2012, "Durability under Thermal Loads of Polyvinyl Alcohol Fibers", *Revista Matéria*, v. 18, pp. 1587-1595.

MARTIN, A. R.; MARIA, A. M., LUIZ, H. C. M., ODILON, R. R. F. S., 2009, "Caracterização Química e Estrutural de Fibra de Sisal da Variedade Agave Sisalana", *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, vol. 19, nº 1, pp. 40-46.

MELO FILHO, J. A., 2005, Desenvolvimento e Caracterização de Laminados Cimentícios Reforçados com Fibras Longas de Sisal, Dissertação de Mestrado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro.

MELO FILHO, J. A., 2012, Durabilidade Química e Térmica e Comportamento Mecânico de Compósitos de Alto Desempenho Reforçados com Fibras de Sisal, Tese Doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro. MELO FILHO, J. A., SILVA, F. A., TOLEDO FILHO, R. D., 2013, "Degradation Kinetics and Aging Mechanisms on Sisal Fiber Cement Composite Systems", *Cement & Concrete Composites*, v. 40, pp. 30-39.

MISNON, M. I., ISLAM, M. M., EPAARACHCHI, J. A., LAU, K., 2014, "Potentiality of Utilising Natural Textile Materials for Engineering Composites Applications", *Materials and Design*, v. 59, pp. 359-368.

MOHANTY, A. K., MISRA, M., DRZAL, L. T., 2005, "Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites" Taylor & Francis Group,1 edição, pp.896.

MOHR, B. J., 2005, *Durability of Pulp Fiber-Cement Composites*, Tese de Doutorado, Georgia Institute of Technology.

MOHR, B. J., NANKO, H., KURTIS, K. E., 2005, "Durability of Kraft Pulp Fiber– Cement Composites to Wet/Dry Cycling", *Cement & Concrete Composites*, v. 27, pp. 435–448.

MONTEIRO, S. N., d'ALMEIDA, J. R. M., 2006, "Ensaios de Pullout em Fibras Lignocelulósicas – Uma Metodologia de Análise", *Revista Matéria*, v. 11, pp. 189-196.

MORRISSEY, F. E., COUTTS, R. S. P., GROSSMAN, P. U. A., 1985, "Bond between cellulose fibres and cement", *The International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, v. 7, pp. 73-80.

NAAMAN, A. E., NAMUR, G. G., ALWAN, J. M., NAJM, H. S., 1991, "Fiber Pullout and Bond Slip. I: Analytical study." *Journal of Structural Engeneering*, v. 117, pp. 2769–2790.

NAIRN, J. A., 1997, "On the use of Shear Lag Methods for Analysis of Stress Transfer in Unidirectional Composites", *Mechanics of Materials*, v. 26, pp. 63-80.

NEVES JUNIOR, A., TOLEDO FILHO, R. D., FAIRBAIRN, E. M. R., DWECK, J., 2012, "Early Stages Hydration of High Initial Strength Portland Cement Part I.

Thermogravimetric Analysis on Calcined Mass Basis", *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, v. 108, pp. 725-731.

OCHI, S., 2008, "Mechanical Properties of Kenaf Fibers and Kenaf/PLA Composites", *Mechanics of Materials*, v. 40, pp. 446–452.

PARDINI, L. C., MANHANI, L. G. B., 2002, "Influence of the Testing Gage Length on the Strength, Young's Modulus and Weibull Modulus of Carbon Fibres and Glass Fibres", *Materials Research*, v. 5, pp. 411-420.

PEHANICH, J. L., BLANKENHORN, P. R., SILSBEE, M. R., 2004, "Wood Fiber Surface Treatment Level Effects on Selected Mechanical Properties of Wood Fiber– Cement Composites", *Cement and Concrete Research*, v. 34, pp. 59-65.

PELED, A., BENTUR, A., 2000, "Geometrical Characteristics and Efficiency of Textile Fabrics for Reinforcing Cement Composites", *Cement and Concrete Research*, v. 30, pp. 781-790.

PELED, A., COHEN, Z., PASDER, Y., ROYE, A., GRIES, T., 2008a, "Influences of Textile Characteristics on the Tensile Properties of Warp Knitted Cement Based Composites", *Cement & Concrete Composites*, v. 30, pp. 174–183.

PELED, A., ZAGURI, E., MAROM, G., 2008b, "Bonding Characteristics of Multifilament Polymer Yarns and Cement Matrices", *Composites: Part A*, v. 39, pp. 930-939.

PERISSOTTO, D., 2005, *Estudo Comparativo das Propriedades Químicas de Polpas Kraft Convencionais e MCC de Eucalipto*, Tese de Doutorado, Universidade Federal do Paraná, Curitiba.

PICKERING, K. L., BECKERMANN, G. W., ALAM, S. N., FOREMAN, N. J., 2007, "Optimising Industrial Hemp Fibre for Composites", *Composites: Part A*, v. 38, pp. 461–468. RAHMAN, S., 2010, "Jute - A Versatile Natural Fibre: Cultivation, Extraction and Processing", in *Industrial Applications of Natural Fibres: Structure, Properties and Technical Applications.* 1 ed., Wiley Series in Renewable Resources. Edited by JÖRG MÜSSIG.

RAY, D., SARKAR, B. K., 2001, "Characterization of Alkali-Treated Jute Fibers for Physical and Mechanical Properties", *Journal of Applied Polymer Science*, v. 80, pp. 1013–1020.

REDON, C., LI, V. C., WU, C., HOSHIRO, H., SAITO, T., OGAWA, A., 2001. "Measuring and Modifying Interface Properties of PVA Fibers in ECC Matrix", *Journal of Materials in Civil Engineering*, v. 13, pp. 399-406.

REINHARDT, H. W., KRÜGER, M., BENTUR, A., BRAMESHUBER, W., BANHOLZER, B., CURBACH, M., JESSE, F., MOBASHER, B., PELED, A., SCHORN, H., 2006, *Textile Reinforced Concrete* - State-of-the-Art Report of RILEM TC 201-TR, Ed. W. Brameshuber.

ROCHA, C. A. A., CORDEIRO, G. C., TOLEDO FILHO, R. D., 2013, "Influence of Stone Cutting Waste and Ground Waste Clay Brick on the Hydration and Packing Density of Cement Pastes", *Ibracon Structures and Materials Journal*, v.6, pp. 661-680.

RODRIGUES, C. S., GHAVAMI, K., STROEVEN, P., 2010, "Rice Husk Ash as a Supplementary Raw Material for the Production of Cellulose–Cement Composites with Improved Performance", *Waste Biomass Valor*, v. 1, pp. 241–249.

RONCERO, M. B., COLOM, J. F., VIDAL, T., 2003, "Cellulose Protection During Ozone Treatments of Oxygen Delignified Eucalyptus Kraft Pulp", *Carbohydrate Polymers*, v.51, pp. 243-254.

ROSA, M. F., CHIOU, B., MEDEIROS, E. S., WOOD, D. F., WILLIAMS, T. G., MATTOSO, L. H. C., ORTS, W. J., IMAMA, S. H., 2009, "Effect of Fiber Treatment on Tensile and Thermal Properties of Starch/Ethylene Vinyl Copolymers/Coir Biocomposites", *Bioresource Technology*, v. 100, pp. 5196–5202.

ROWELL, R. M., PETTERSEN, R., HAN, J. S., ROWELL, J. S., TSHABALALA, M. A., 2005, "Cell Wall Chemistry", in *Wood Chemistry and Wood Composites*. Edited by ROWELL, R. M.

ROY, A., CHAKRABORTY, S., KUNDU, S.P., BASAK, R.K., MAJUMDER, S.B., ADHIKARI, B., 2012, "Improvement in Mechanical Properties of Jute Fibres Through Mild Alkali Treatment as Demonstrated by Utilisation of the Weibull Distribution Model", *Bioresource Technology*, v. 107, pp. 222-228.

SAHA, P., MANNA, S., CHOWDHURY, S. R., SEN, R., ROY, D., ADHIKARI, B., 2010, "Enhancement of Tensile Strength of Lignocellulosic Jute Fbers by Alkali-Steam Treatment", *Bioresour Technology*, v. 101, pp. 3182-3187.

SAHIN, Y., KÖKSAL, F., 2011, "The Influences of Matrix and Steel Fibre Tensile Strengths on the Fracture Energy of High-Strength Concrete", *Construction and Building Materials*, v. 25, pp. 1801–1806.

SAIKIA, D., 2008, "Investigations on Structural Characteristics, Thermal Stability, and Hygroscopicity of Sisal Fibers at Elevated Temperatures", *International Journal of Thermophysics*, v. 29, pp. 2215–2225.

SAVASTANO JR, H., AGOPYAN, V., 1999, "Transition Zone Studies of Vegetable Fibre-Cement Paste Composites", *Cement and Concrete Composite*, v. 21, pp. 49-57.

SAVASTANO JR, H., JOHN, V.M., AGOPYAN, V., FERREIRA, O. P., 2002, "Weathering of Vegetable Fibre-Clinker Free Cement Composites", *Materials and Structures*, v. 35, pp. 64-68.

SAVASTANO JR., H., SANTOS, S. F., RADONJIC, M., SOBOYEJO, W. O., 2009, "Fracture and Fatigue of Natural Fiber-Reinforced Cementitious Composites", *Cement* & *Concrete Composites*, v. 31, pp. 232–243.

SCHEFFLER, C., GAO, S.L., PLONKA, R., MÄDER, E., HEMPEL, S., BUTLER, M., MECHTCHERINE, V., 2009, "Interphase Modification of Alkali-Resistant Glass

Fibres and Carbon Fibres for Textile Reinforced Concrete I: Fibre Properties and Durability", *Composites Science and Technology*, v. 69, pp. 531-538.

SCHWARTZENTRUBER, A., PHILIPPE, M., MARCHESE, G., 2004, "Effect of PVA, glass and metallic fibers, and of an expansive admixture on the cracking tendency of ultrahigh strength mortar", *Cement and Concrete Composites*, v. 26, pp. 573-580.

SEDAN, D., PAGNOUX, C., SMITH, A., CHOTARD, T., 2008, "Mechanical Properties of Hemp Fibre Reinforced Cement: Influence of the Fibre/Matrix Interaction", *Journal of the European Ceramic Society*, v. 28, pp. 183-192.

SEGAL, L., CREELY, J. J., MARTIN, A. E., CONRAD, C. M., 1959, "An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-ray Diffractometer", *Textile Research Journal*, v. 29, pp. 786-794.

SEIDELT, S., MÜLLER-HAGEDORN, M., BOCKHORN, H., 2006, "Description of Tire Pyrolysis by Thermal Degradation Behaviour of main Components", *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, v. 75, pp. 11–18.

SIERRA BELTRAN, M. G., 2011, *Ductile Cement-Based Composites with Wood Fibres*, Tese de Doutorado, Technische Universiteit Delft, Holanda.

SIERRA BELTRAN, M. G., SCHLANGEN, E., 2008, "Development of Ductile Cementitious Materials with Wood Fibres", 11th International Inorganic-Bonded Fiber Composites Conference, pp. 11-18.

SILVA, F. A., 2009, Durabilidade e Propriedades Mecânicas de Compósitos Cimentícios Reforçados por Fibras de Sisal, Tese de Doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro.

SILVA, F. A., BUTLER, M., MECHTCHERINE, V., ZHU, D., MOBASHER, B., 2011a, "Strain Rate Effect on the Tensile Behaviour of Textile-Reinforced Concrete under Static and Dynamic Loading", *Materials Science and Engineering: A*, v. 528, pp. 1727-1734.

SILVA, F. A., CHAWLA, N., TOLEDO FILHO, R. D., 2008, "Tensile Behavior of High Performance (sisal) Fibers", *Composites Science and Technology*, v. 68, pp. 3438-3443.

SILVA, F. A., MOBASHER, B., SORANAKOM, C., TOLEDO FILHO, R. D., 2011b, "Effect of Fiber Shape and Morphology on Interfacial Bond and Cracking Behaviors of Sisal Fiber Cement Based Composites", *Cement & Concrete Composites*, v. 33, pp. 814-823.

SILVA, F. A., TOLEDO FILHO, R. D., MELO FILHO, J. A., FAIRBAIRN, E. M. R., 2010, "Physical and Mechanical Properties of Durable Sisal Fiber–Cement Composites", *Construction and Building Materials*, v. 24, pp. 777-785.

SINGH, B., GUPTA, M., TARANNUM, H., RANDHAWA, A., 2011, "Natural Fiber-Based Composite Building Materials", in *Cellulose Fibers: Bio and Nano Polymer Composites – Green Chemistry and Technology*. Springer-Verlag. Edited by KALIA, S., KAITH, B. S., KAUR, I.

SORANAKOM, C, 2008, *Multi Scale Modeling of Fiber and Fabric Reinforced Cement Based Composites*, Tese de Doutorado, Arizona State University, EUA.

SORANAKOM, C., MOBASHER, B., 2009, "Geometrical and Mechanical Aspects of Fabric Bonding and Pullout in Cement Composites", *Materials and Structures*, v. 42, pp. 765 – 777.

SOYLEV, T. A., 2011, "The Effect of Fibers on the Variation of Bond Between Steel Reinforcement and Concrete with Casting Position", *Construction and Building Materials*, v. 25, pp. 1736–1746.

STEPHEN, R., SIDDIQUE, A. M., SINGH, F., KAILAS, L., JOSE, S., JOSEPH, K., THOMAS, S., 2007, "Thermal Degradation and Ageing Behavior of Microcomposites of Natural Rubber, Carboxylated Styrene Butadiene Rubber Latices, and Their Blends", *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 105, pp. 341–351.

SUEKI, S., SORANAKOM, C., MOBASHER, B., PELED, A., 2007, "Pullout-Slip Response of Fabrics Embedded in a Cement Paste Matrix", *Journal of Materials in Civil Engineering*, v. 19, pp. 718 – 727.

SYDENSTRICKER, T. H. D., MOCHNAZ, S., AMICO, S. C., 2003, "Pull-out and Other Evaluations in Sisal-Reinforced Polyester Biocomposites", *Polymer Testing*, v.22, pp. 375-380.

SYMINGTON, M. C., BANKS, W. M., WEST, O. D., PETHRICK, R. A., 2009, "Tensile Testing of Cellulose Based Natural Fibers for Structural Composite Applications", *Journal of Composite Materials*, v. 43, pp. 1083-1108.

THOMAS, S., PAUL, S. A., POTHAN, L. A., DEEPA, B., 2011, "Natural Fibres: Structure, Properties And Applications", in *Cellulose Fibers: Bio and Nano Polymer Composites – Green Chemistry and Technology*. Springer-Verlag. Edited by KALIA, S., KAITH, B. S., KAUR, I.

TOLEDO FILHO, R. D., 1997, *Materiais Compósitos Reforçados com Fibras Naturais: Caracterização Experimental*, Tese de Doutorado, DEC-PUC-Rio / DEC-Imperial College- Londres, Rio de Janeiro.

TOLEDO FILHO, R. D., GHAVAMI, K., ENGLAND, G. L., SCRIVENER, K., 2003, "Development of Vegetable Fibre–Mortar Composites of Improved Durability", *Cement* & *Concrete Composites*, v. 25, pp. 185–196.

TOLEDO FILHO, R. D., SCRIVENER, K., ENGLAND, G. L., GHAVAMI, K., 2000, "Durability of Alkali-Sensitive Sisal and Coconut Fibres in Cement Mortar Composites", *Cement & Concrete Composites*, v. 22, pp. 127-143.

TOLEDO FILHO, R. D., SILVA, F. A., FAIRBAIRN, E. M. R., MELO FILHO, J. A., 2009, "Durability of compression molded sisal fiber reinforced mortar laminates", *Construction and Building Materials*, v. 23, pp. 2409–2420.

TOMCZAK, F, 2010, *Estudos sobre a estrutura e propriedades de fibras de coco e curauá do Brasil*. Tese de Doutorado, Universidade Federal do Paraná.

TOMCZAK, F., SATYANARAYANA, G., SYDENSTRICKER, T. H. D., 2007, "Studies on lignocellulosic fibers of Brazil: Part III – Morphology and properties of Brazilian curauá fibers", *Composites: Part A*, v. 38, pp. 2227–2236.

TONOLI, G. H. D., BELGACEM, M. N., BRAS, J., SILVA, M. A. P., LAHR, F. A. R., SAVASTANO JUNIOR, H., 2012, "Impact of Bleaching Pine Fibre on the Fibre/Cement Interface", *Journal of Materials Science*, v. 47, pp. 4167-4177, 2012.

TONOLI, G. H. D., SANTOS, S. F., SAVASTANO JR, H., DELVASTO, S., GUTIÉRREZ, R. M., MURPHY, M. M. L., 2011, "Effects of Natural Weathering on Microstructure and Mineral Composition of Cementitious Roofing Tiles Reinforced with Fique Fibre", *Cement & Concrete Composites*, v. 33, pp. 225-232.

TONOLI, G., SAVASTANO JR, H., SANTOS, S., DIAS, C., JOHN, V., LAHR, F. A. R., 2011, "Hybrid Reinforcement of Sisal and Polypropylene Fibers in Cement-Based Composites." *J. Mater. Civ. Eng*, v. 23, pp. 177–187.

TRIPATHY, S. S., LANDRO, L. D., FONTANELLI, D., MARCHETTI, A., LEVITA, G., 2000, "Mechanical Properties of Jute Fbers and Interfacial Strength with an Epoxy Resin", *Journal of Applied Polymer Science*, v. 75, pp. 1585–1596.

WANG, W., CAI, Z., YU, J., 2008, "Study on the Chemical Modification Process of Jute Fiber", *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, v. 3, pp. 1-11.

WEI, B., CAO, H., SONG, S., 2010, "Environmental Resistance and Mechanical Performance of Basalt and Glass Fibers", *Materials Science and Engineering A*, v. 527, pp. 4708-4715.

WEN, S., CHUNG, D. D. L., 2001, "Carbon Fiber-Reinforced Cement as a Strain-Sensing Coating", *Cement and Concrete Research*, v. 31, pp. 665 – 667.

WINKLERPRINS, A. M. G. A., 2006, "Jute Cultivation in the Lower Amazon, 1940– 1990: An Ethnographic Account from Santarém, Pará, Brazil", *Journal of Historical Geography*, v. 32, n. 4, pp. 818-838.

YANG, Z., SHI, X., CREIGHTON, A. T., PETERSON, M. M., 2009, "Effect of Styrene–Butadiene Rubber Latex on the Chloride Permeability and Microstructure of Portland Cement Mortar", *Construction and Building Materials*, v. 23, pp. 2283–2290.

ZAMIR, M., DVORKIN, D., PELED, A., 2014, "Fabric Cement-Based Composites with Nanoparticle fillers, Interfacial Characteristics", *SHCC – 3rd International RILEM Conference on Strain Hardening Cementitious Composites*, pp. 171-178.

ZIMMERMANN, T., POHLER, E., GEIGER, T, 2004, "Cellulose Fibrils for Polymer Reinforcement", *Advanced Engineering Materials*, v. 6, pp. 754-761.

ANEXO I

Cálculo da flexibilidade da máquina

Para o cálculo de flexibilidade da máquina, parte-se das fórmulas de resistência à tração (σ):

$$\sigma = \frac{F}{A}$$
 (eq. 1)
 $\sigma = E.\varepsilon$ (eq. 2)

Fazendo (1) = (2), tem-se:

$$\frac{F}{A} = E.\varepsilon \rightarrow \frac{F}{A.E} = \varepsilon \rightarrow \frac{F}{A.E} = \frac{\delta}{l} \rightarrow \left(\frac{1}{A.E}\right)l = \frac{\delta}{F} \quad (eq.3)$$

Traçando-se os pontos " δ/F " *versus* "l", através da linha de tendência linear, obtém-se uma curva que corta o eixo y. Esse valor é a flexibilidade da máquina, denominada "c". A equação 3 torna-se:

$$\frac{\delta}{F} = \left(\frac{1}{A.E}\right)l + c \quad (\text{eq.4})$$

Para ilustrar, foi reproduzida aqui a curva apresentada no Capítulo 4:



Isolando-se o deslocamento na equação 4, tem-se:



Então, para calcular o deslocamento da fibra, subtrai-se o deslocamento total pelo deslocamento da máquina. No ensaio é obtido o valor do deslocamento total. O deslocamento da máquina é obtido multiplicando-se o valor da força "F" pela flexibilidade da máquina "c".

ANEXO II

Figuras da aplicação do modelo analítico (Capítulo 5)



Figura AII-1 - Filamento 5 mm sem tratamento: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.



Figura AII-2 - Filamento 5 mm com tratamento: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.



Figura AII-3 - Filamento 10 mm sem tratamento: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.


Figura AII-4 - Filamento 10 mm com tratamento: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.



Figura AII-5 - Cordão 10 mm sem tratamento: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.



Figura AII-6 - Cordão 10 mm com tratamento: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.



Figuras da aplicação do modelo analítico (Capítulo 6)



Figura AIII-1 – Cordão 25 mm sem tratamento – referência-120 dias: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.



Figura AIII-2 – Cordão 25 mm com tratamento – referência-120d: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.



Figura AIII-3 – Cordão 25 mm sem tratamento – 10 ciclos: (a) curvas força versus deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.



Figura AIII-4 – Cordão 25 mm com tratamento – 10 ciclos: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.



Figura AIII-5 – Cordão 25 mm sem tratamento – 25 ciclos: (a) Curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.



Figura AIII-6 – Cordão 25 mm com tratamento – 25 ciclos: (a) curvas força *versus* deslizamento – simulação e experimental; (b) distribuição de tensão de cisalhamento ao longo do comprimento de embebimento e (c) distribuição de tensão de tração na fibra ao longo do comprimento de embebimento.

ANEXO IV

Artigo: The Effect of Accelerated Aging on the Interface of Jute Textile Reinforced Concrete

Será submetido em 2015.

The Effect of Accelerated Aging on the Interface of Jute Textile Reinforced Concrete

Maria Ernestina Alves Fidelis^a, Romildo Dias Toledo Filho^{a,*}, Flávio de Andrade Silva^b,

Viktor Mechtcherine^c, Marko Butler^c, Simone Hempel^c.

^aDepartment of Civil Engineering, COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, P.O. Box 68506, CEP 21941-972, Rio de Janeiro – RJ, Brazil.

^bDepartment of Civil Engineering, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio), Rua Marques de São Vicente 225, 22451-900 - Rio de Janeiro - RJ, Brazil

^cTU Dresden, Institute of Construction Materials, 01062 Dresden, Germany.

March, 2015

^{*} Corresponding author: e-mail: <u>toledo@coc.ufrj.br</u>, Tel.: +55(21)2562-8479; fax: +55(21) 2562-8484.

Abstract

In this work the mechanisms of the degrading of concrete reinforced with natural jute textile are discussed. Double-sided pullout tests were performed on specimens reinforced with polymer-coated and -uncoated jute fabrics. Two matrices were used: one with cement partially replaced by metakaolin (MK) and the second a reference matrix having as its binder only Portland Cement (OPC). Before testing the specimens were subjected to accelerated aging conditions. After a curing period of 28 days in water the samples were exposed to a temperature of 40°C and a relative humidity of 99% over 28, 56, 90, 180 and 365 days. Microstructural analyses were performed to evaluate the degradation of the jute yarn and of its matrix interface using an environmental scanning electron microscope. Coated fabrics formed a stronger bond than did the uncoated. The maximum fiber pullout force decreased by approximately 87% and 65%, respectively, after six months of accelerated aging of the uncoated and coated fabrics in the OPC matrix. In the MK matrix the degradation process was retarded substantially. Polymer coatings improved the bond between fiber and matrix and reduced fiber degradation.

Keywords: durability, accelerated aging, textile reinforced concrete, mechanical test, jute fiber.

1. Introduction

Natural fibers have been widely studied as a means of reinforcement in cementitious matrices [1-4]. In an alkaline environment fiber degradation occurs, and much has been discussed about how to improve the durability of composites with natural fibers [3, 4]. As a result, modifications to the matrices, such as the partial replacement of Portland cement by pozzolanic material, have been tried in order to obtain a matrix with a low calcium hydroxide content [3, 5, 6]. The degrading of composites can also be attributed to the damage occurring to the fiber-matrix interface due to changes in the fibers' volumes within the matrix [6-10].

In addition to modifications in the matrix, fiber treatments are often performed in order to remove impurities on the fiber surface and to improve the volumetric stability of the fiber and the fiber-matrix stress transfer as well. Scheffler et al. [11] observed improvements in the mechanical performance of composites with glass fibers impregnated with styrene butadiene by increasing the resistance to the alkaline environment in the matrix. Mäder et al. [12] reported a strengthening of the fibermatrix bond in composites with glass and carbon fibers impregnated with styrene butadiene. Ferreira et al. [13] performed pullout tests to investigate the influence of the hornification of sisal fibers in the fiber-matrix bond. The treatment used consisted of subjecting the fibers to wetting and drying cycles. The results for the untreated fibers were 0.30 and 0.32 MPa for embedded lengths of 25 and 50 mm, respectively. As a result of such treatment these values increased to 0.42 and 0.43 MPa. The authors reported that fiber-matrix adhesion was improved due to the modifications introduced by hornification in the fiber structure. This increase is related to the treated fibers' lower water absorption capacity, demonstrated using absorption testing and microstructural analysis.

In the case of textile-reinforced concrete, the bond behavior is completely different from other materials used as reinforcement since the cross section of the fabric is not homogeneous. Fabrics are composed of yarns, which are in turn composed of filaments. The external filaments of a yarn have direct contact with the matrix; in other words, only a part of the fabric is anchored in the matrix. The internal filaments are not affected by the hydration products of the cement. Thus, there is only friction between the filaments. When the reinforcement is subjected to treatment with polymer, a complete anchoring of all filaments takes place, making the adhesion between the filaments stronger than the adhesion of the fiber with the matrix [14].

Mumenya *et al.* [15] investigated the fiber-matrix interface of textile-reinforced concrete using a polypropylene hybrid fiber. The investigation was performed using pullout tests after accelerated aging conditions consisting of 100 cycles of wetting and drying. The results showed no major changes in respect of toughness. There was a small reduction in the peak load values after the wetting and drying cycles due to the following two mechanisms: During the wetting cycle there was an increase in the hydration reactions, resulting in a strengthening of the fiber-matrix bond, while the drying cycle induced the formation of microcracks, resulting in a reduction of the peak load value.

Butler et al. [16] investigated the bond to multi-filament yarns of AR-glass through pullout tests performed on samples subjected to accelerated aging. They also studied the influence of matrix composition and observed that the use of pozzolans such as metakaolin and fly ash provided good results. The maximum fiber pullout force decreased by only approximately 25% after one year of accelerated aging while the work to fracture W0.25 and W0.5 decreased by approximately 40% in comparison to the reference. The eventual tests on TRC specimens confirmed that an appropriate matrix composition with reduced OPC content and addition of pozzolana is a prerequisite for favorable interface microstructure and, hence, favorable properties in TRC with glass fiber [17]. In this case the tensile strength and strain capacity of TRC can be preserved without dramatic losses over decades of exposure to ordinary climate, while unfavorable matrix compositions (high OPC content) may result at a TRC age of as early as few months or years in a dramatic decrease of the mechanical performance and changes in the failure behavior of the composite from quasi-ductile to brittle. The essential cause of such losses was discovered to be the microscopic densification of the fiber-to-matrix interface. This led to increased bond intensity and restricted slip-ability of the filaments [18].

The durability of the interface of cementitious composites reinforced with AR-glass was analyzed by Bentur *et al.* [19]. The AR-glass fabric was impregnated with different slurries, such as microsilica nano-particles and polystyrene and styrene acrylic polymers. Pullout tests were carried out before and after several accelerated aging regimes. It was observed that for the treatment with microsilica, the nano-particles were retained within the yarn, while the polymers formed a thin film over the fibers. Regarding durability the best results were observed for those fibers treated with microsilica nano-particles. The specimens treated with microsilica had higher initial load and energy levels after aging, exhibiting excellent properties as compared to the reference. The energy values for aged polymer systems were 50% higher than the reference, while for microsilica systems, they were 100% higher.

In contrast to the interest in man-made fibers, no studies of the durability of the interface of cementitious composites with natural fibers could be found in the literature. However, there are several studies on the durability of such fiber-reinforced composites observed through bending tests. Melo Filho *et al.* [20] investigated the fiber degradation and mechanisms for deterioration of continuous sisal fiber cement composites. The composites were submitted to 5, 10, 15, 20 and 25 wetting/drying cycles and tested under a four-point bending load. A matrix with partial cement replacement by metakaolin and a matrix with only Portland cement as binder were used. The authors observed two mechanisms of fiber degradation: (1) fiber mineralization due to the precipitation of calcium hydroxide in the fiber surface and (2) degradation of cellulose, hemicellulose and lignin due to the adsorption of calcium and hydroxyl ions. The results for the matrix with metakaolin showed that the aging cycles only slightly affected the composites' mechanical behavior.

This research aims at investigating the bonding behavior of textile cementitious composites using jute fabric as reinforcement. A matrix with a low calcium hydroxide content was developed. In addition to the matrix modification, fiber treatment with a polymer was performed in order to improve the volumetric stability of the fiber, the fiber-matrix stress transfer, and the durability of the composites. Double-sided pullout tests were performed on both aged and non-aged specimens. Micro-structural analysis using an environmental scanning electron microscope was carried out to evaluate the degradation of the jute fiber and of its interface with the cement based matrix.

2. Materials and Processing

2.1. Jute Fibers

Jute is commercially found in the form of fabric. It is extracted from the stem of the plant *Corchorus capsularis* by a combination of processes comprised of the following steps: cutting, retting, shredding, drying, packing, and classification. Uncoated yarn has a mass of 326 tex and coated yarn 639 tex. Styrene-butadiene polymer was used to impregnate the fibers. The polymer forms a film protecting the fiber, thus preventing contact of the fiber with the hydration products. This polymer is commonly used in impregnating glass and carbon fibers [11, 21]. The fibers were impregnated in the laboratory for 10 minutes. Table 1 presents the properties of coated and uncoated jute yarn and filament.

2.2. Matrix and Specimen Preparation

The materials employed in the production of the matrix were: cement, metakaolin, coarse sand with maximum diameter of 1 mm, a naphthalene superplasticizer, and styrene-butadiene polymer for fiber impregnation with a content of 30% solids. Table 2 summarizes the matrix composition. In the present work the abbreviations "OPC matrix" and "MK matrix" were used for matrices with only cement as a binder and matrices with cement replacement by metakaolin, respectively.

The mortar matrices used in this study were designed of two mixes: 1:1.2:0.44 (OPC: sand: water-to-cement ratio) and 1:1.2:0.48 (0.5 OPC: 0.5 metakaolin: sand: water-to-cement ratio) with 12 kg/m³ of superplasticizer.

The pullout specimens were produced in the form of thin plates with variable thicknesses (5 mm in the middle and 10 mm in the ends) with a width of 50 mm, as shown in Figure 1. A notch depth of 1 mm was used.

The specimens were reinforced with a single layer of jute fabric. The reinforcement was placed over the mold before pouring the mortar matrix in order to allow the correct impregnation of the matrix. The specimens were demolded one day after fabrication. Then they were stored up to an age of 28 days in water at 20 °C. After that the samples were subjected to accelerated aging at a temperature of 40°C and 99% relative humidity. Reference specimens were stored in a controlled laboratory environment at 20°C and 65% relative humidity. The samples subjected to accelerated aging were removed from the aging process 3 days prior to testing and stored under conditions of

20°C and 65% relative humidity until testing. Steel plates were glued on the ends of the specimens and fixed between the clamping jaws of the testing machine.

3. Experimental Testing Procedure

The pullout tests were performed in a servo-hydraulic universal testing machine under a displacement-control regime. The initial displacement rate was 0.5 mm/min until the matrix cracked at the notched section. Thereafter the displacement rate was altered to 1mm/min until the crack opening reached 4mm or until failure of the specimen. The test results, such as the values of load, crack width, and displacement of the crosshead of the testing machine were measured and recorded. Precision gauges were fixed in the vicinity of the crack in order to measure the crack opening with accuracy. Figure 2 shows the test arrangement.

After testing the fiber and fiber-matrix-interface were investigated using an environmental scanning electron microscope (ESEM) model XL30 (FEI Philips Company, Netherlands). The ESEM was operated under a low vacuum. All the micrographs were taken under the gaseous secondary electron (GSE) detector mode at accelerating voltages of 20 and 30 kV and chamber pressure of 0.6–0.7 mBar. No coating with carbon or gold, as is customary for a high-vacuum SEM, was required.

4. Results and Discussion

Figure 3 shows the schematic representation of a complete load vs. crack opening curve as measured in the double-sided pullout test. The curve was divided into three zones according to the theoretical background presented in [16]. Zone I represents the behavior of uncracked specimens up to matrix cracking, i. e., until appearance of the first crack. Zone II corresponds to the sudden drop in load happening because the fiber content is less than the critical amount and, therefore, is not enough to withstand the load imposed. When the fiber-matrix bond is very pronounced, the specimen fails in Zone II. Finally, in Zone III typical multifilament yarn pullout is represented. In this phase the single filaments are stretched in different manners during crack opening, due to the fiber/matrix bond characteristics. After the maximum pullout load, Fmax, is reached, complete failure of the filaments occurs, characterized by a softening behavior in the matrix.

In Figure 4 pullout force vs. crack opening curves are presented for uncoated and coated fabrics in the OPC matrix. Figure 5 shows the curves for the MK matrix. The curves were plotted in Zone III only in order to simplify the graphic representation. In those cases where it was impossible to distinguish Zone II from Zone III due to the continuous drop in the curve, the graph was plotted to include Zone II. Each curve was selected from a collection of up to 10 individual curves representing typical behavior.

Four parameters were defined to facilitate comparison among the results. They were maximum force (F_{max}), work to fiber pullout, W1.0, W2.0 and W4.0, corresponding to crack openings of 1.0, 2.0 and 4.0 mm, respectively. The calculation of these parameters was made for each measured curve, which allowed visualization of the scatter of the results, as shown in Tables 3 and 4 and in Figures 6 and 7, for OPC matrix and MK matrix, respectively. Figures 6 and 7 show the maximum pullout force for each individual sample following the accelerated aging regimes (28, 56, 90, 180 and 365 days). In Figure 6 for each individual test the pullout values of work to crack openings of 1.0, 2.0 and 4.0mm were indicated for each different aging period. In addition, Tables 3 and 4 give the average values and the associated standard deviations.

Examination of the results in Table 4 (MK matrix) points out that the maximum load values for coated fabrics were higher than those for the uncoated fabrics. The same was true for the OPC matrix (Table 3), although in this case the specimens with coated fibers did not stand up to the aging time of 365 days. For uncoated fabrics (OPC matrix) after up to 90 days of aging, there are no great differences in maximum pullout force, but there was a decrease in the energy absorption capacity. For 180 and 365 days of aging, the pullout load values and work capacity were similar. However, for coated yarns (OPC matrix), there were no large differences in the bond and work to pullout values (up to 90 days). At 180 days of accelerated aging, failure of the specimens occurred.

For the uncoated fabrics (MK matrix), the load values and work to pullout were similar, for all aging times. In the case of the coated fabric (MK matrix), there was a small decrease in the force, whereas the work to pullout values were similar. Comparing the matrices, the tests results of MK matrix were better due to the pozzolanic reactions. In addition the coating film protects the fiber, avoiding contact with the hydration products.

Through the study of fiber-matrix interface it can be observed that in addition to reducing the alkalinity of the matrix due to the pozzolanic reactions, hydration products

fill the pores of the matrix and the interface, reducing the total porosity of the composite and resulting in improved mechanical behaviour and reduced deterioration of the fibers. As regards the coating, it was responsible for improving the bond, except at 365 days in the aging process (OPC composites). According to Yang *et al.* [22] and Chakraborty *et al.* [23], a portion of the carboxylic acids of the styrene butadiene copolymer reacts with calcium hydroxide, forming water as a byproduct. One hypothesis is that in the OPC matrix, the free pore water can dissolve the calcium hydroxide, thus facilitating the absorption of calcium ions by the polymer. This may have been responsible for the loss of integrity in the coating. This is a different process than the one occurring in the MK system, where the pozzolanic reactions consumed the calcium hydroxide protecting the polymer and fiber from degradation.

Generally, the coating protects the fiber from the hydration products; it reduces the water absorption of the fiber, enhancing its volumetric stability and consequently reducing the variation of the pores in the interface. The coating, coupled with the use of pozzolans, contributed to increase the adhesion of the composite as well as its durability, since the polymer forms a film protecting the fiber, while the pozzolanic reactions make the matrix denser, also protecting the coating from reaction with Ca(OH)₂.

Figures 6 and 7 provide the values of the parameters derived from individual measurements and give the corresponding non-linear regression curves for OPC and MK matrices. The maximum fiber pullout force (F_{max}) decreased by approximately 87% and 65% for uncoated and coated fibers in the OPC matrix, respectively, after six months of accelerated aging. F_{max} decreased by approximately 11% and 31% for uncoated and coated fiber in the MK matrix, respectively, after six months of accelerated aging.

Figure 8 shows stereo-light microscope images of the fiber surface and typical morphology of the interface zone between multi-filament yarns in the OPC matrix. For uncoated fibers, the matrix does not seem well incorporated into the fibers in the OPC matrix (Fig. 8a), while for coated yarn it can be seen that due to the impregnation, the jute fiber textile is better incorporated into the matrix (Fig. 8b).

Figure 9 shows micrographs of uncoated and coated fabrics in the MK matrix. It is observed that the fibers seem not to be so loose as the fibers in the OPC matrix, possibly due to the absence of an alkali attack and the mineralization of fibers (Fig. 9a). Regarding the coated yarn, due to the impregnation there is more intense contact

between the fibers and the matrix, but not as strong as between the jute in the OPC matrix (Fig. 9b).

Figures 10 and 11 show micrographs of the fiber at the interfacial zone. For uncoated fibers in the OPC matrix, it can be seen that Portlandite crystals have grown between the brittle jute fibers at the interface (Fig. 10a), while for coated yarn the fibers are protected against the alkali by the impregnation, but they break because the bond is very strong and the fibers cannot freely deform (lack of free length). In the previous work, this microstructural phenomenon was described and related to the mesoscopic material behavior of TRC reinforced with AR-glass fiber by means of a phenomenological bond model [18]. In Figure 10b a large Portlandite formation can be seen next to the broken jute fiber. The images are from specimens submitted to 365 days of accelerated aging.

In Figure 11 micrographs of uncoated and coated yarns in the MK matrix are presented. It was observed that the hydration products had grown on the surface of the yarns but the fiber itself was not attacked. No Portlandite was found in the matrix (Fig. 11a). For coated yarns it can be seen that the fibers are covered with a thick layer of impregnation material. The yarns under the impregnation seem to be in good condition and the hydration products are good grown together with the impregnation layer, even after 365 days of accelerated aging (Fig. 11b).

Evaluating the results, it can be seen that changes in the fiber-matrix interface can modify the mechanical behavior of the composite, influencing the strength and pullout work. The essential cause of low-performance for the OPC matrix composites is related to the high alkalinity in the pores of the matrix. The composites with metakaolin yielded superior results since the stable interface for specimens could be observed for the entire aging interval, except at 365 days.

5. Conclusions

The following conclusions can be drawn from the present work on the interface properties of jute-textile-reinforced concrete exposed to accelerated aging:

- Double-sided pullout tests performed after accelerated aging showed that the OPC composite system yielded better results for specimens with coated fabric, although at 180 days there was a complete loss of ductility. At 180 days of

aging, the matrix and coated fibers showed major signs of degradation, and no typical fiber pullout could be observed due to the failure of the fabric immediately after the cracking of the matrix. At 365 days of aging the specimens could no longer withstand the aging process. The hypothesis is that the aging process became more severe at 365 days for OPC matrix – coated fabric, since a reaction may have occurred between the coating and calcium hydroxide, while in the matrix with metakaolin the pozzolanic reactions consume the calcium hydroxide, leading to an increase in the density of the matrix and thus protecting the fiber and coating.

- For the MK composites the mechanical performance was only slightly affected by the accelerated aging. Even after 365 days of aging the specimens yielded high values of maximum force and work to pullout. The impregnation process was effective, providing better performance in the MK matrix. The coating together with the pozzolan produce the best bonding properties between fabric and matrix. The pozzolan in the metakaolin consumed the calcium hydroxide, reducing alkalinity in the pore solution, hence avoiding the fiber degradation. Besides, the metakaolin was also beneficial in protecting the polymer.
- Microstructural observation suggested that the jute fibers undergo a mineralization process when used as reinforcement in conventional Portland cement matrix. It was possible to observe Portlandite crystals between the fibers and the interface. No signs of fiber degradation were noticed for jute fibers exposed to the aging process in the MK composites. No Portlandite was observed in micrographs of the MK matrix, and the fibers under the coating seem to be in good condition.

Reference [1] Jarabo, R., Fuente, E., Monte, M.C., Savastano Jr., H., Mutjé, P., Negro, C., 2012, "Use of cellulose fibers from hemp core in fiber-cement production. Effect on flocculation, retention, drainage and product properties", Industrial Crops and Products, v.39, pp. 89-96.

[2] Sierra Beltran, M. G., Jonkers, H.M., Schlangen, E., 2014, "Characterization of Sustainable bio-based Mortar for Concrete Repair", Construction and Building Materials, In Press.

[3] Toledo Filho, R. D., Silva, F. A., Fairbairn, E. M. R., Melo Filho, J. A., 2009, "Durability of Compression Molded Sisal Fiber Reinforced Mortar Laminates", Construction and Building Materials, v. 23, pp. 2409–2420.. [4] Silva, F. A., Toledo Filho, R. D., Melo Filho, J. A., Fairbairn, E. M. R., 2010, "Physical and Mechanical Properties of Durable Sisal Fiber–Cement Composites", Construction and Building Materials, v. 24, pp. 777-785.

[5] Rodrigues, C. S., Ghavami, K., Stroeven, P., 2010, "Rice Husk Ash as a Supplementary Raw Material for the Production of Cellulose–Cement Composites with Improved Performance", Waste Biomass Valor, v. 1, pp. 241–249.

[6] Silva, F. A., Toledo Filho, R. D., Melo Filho, J. A., Fairbairn, E. M. R., 2010, "Physical and Mechanical Properties of Durable Sisal Fiber–Cement Composites", Construction and Building Materials, v. 24, pp. 777-785.

[7] Agopyan, V., Savastano JR, H., John, V. M., Cincotto, M. A., 2005, "Developments on Vegetable Fiber–Cement Cased Materials in São Paulo, Brazil: an Overview", Cement & Concrete Composites, v. 27, pp. 527–536.

[8] Toledo Filho, R. D., Ghavami, K., England, G. L., Scrivener, K., 2003, "Development of Vegetable Fiber–Mortar Composites of Improved Durability", *Cement & Concrete Composites*, v. 25, pp. 185–196.

[9] Claramunt, J., Ardanuy, M., García-Hortal, J. A., Toledo filho, R. D., 2011, "The Hornification of Vegetable Fibers to Improve the Durability of Cement Mortar Composites", Cement & Concrete Composites, v. 33, pp. 586–595.

[10] Savastano Jr., H., Santos, S. F., Radonjic, M., Soboyejo, W. O., 2009, "Fracture and Fatigue of Natural Fiber-Reinforced Cementitious Composites", Cement & Concrete Composites, v. 31, pp. 232–243.

[11] Scheffler, C., Gao, S.L., Plonka, R., Mäder, E., Hempel, S., Butler, M., Mechtcherine, V., 2009, "Interphase Modification of Alkali-Resistant Glass Fibers and Carbon Fibers for Textile Reinforced Concrete I: Fiber Properties and Durability", Composites Science and Technology, v. 69, pp. 531-538.

[12] Mäder, E., Plonka, R., Schiekel, M., Hempel, R., 2004, "Coatings on Alkaliresistant Glass Fibers for the Improvement of Concrete", Journal of Industrial Textiles, v. 33, pp. 191-207

[13] Ferreira, S.R., Lima, P.R.L., Silva, F.A., Toledo Filho, R.D., 2012. "Effect of Sisal Fiber Hornification on the Adhesion with Portland Cement Matrices". Revista Matéria, v. 17, p. 1024-1034.

[14] Brameshuber W. Textile Reinforced Concrete. State of the art report of Rilem Technical Committee 201-TRC: textile reinforced concrete. Rilem publications S.A.R.L.2006.

[15] Mumenya, S.W., Tait, R.B., Alexander, M.G., 2010, "Mechanical Behaviour of Textile Concrete under Accelerated Ageing Conditions", Cement & Concrete Composites, v. 32, pp. 580–588.

[16] Butler, M., Mechtcherine, V., Hempel, S., 2009, "Experimental Investigations on the Durability of Fiber–Matrix Interfaces in Textile-Reinforced Concrete", Cement and Concrete Composites, v. 31, pp. 221-231.

[17] Butler, M., Mechtcherine, V., Hempel, S., 2010, "Durability of textile-reinforced concrete made with AR glass fibre - Effect of the matrix composition", Materials and Structures, v. 43, pp. 1351–1368.

[18] Butler, M., Hempel, S., Mechtcherine, V., 2011, Modelling of ageing effects on crack-bridging behaviour of AR-glass multifilament yarns embedded in cement-based matrix. Cement and Concrete Research, v. 41, pp. 403–411.

[19] Bentur, A., Yardimci, M. Y., Tirosh, R., 2013. "Preservation of Telescopic Bonding upon Aging of Bundled Glass Filaments by Treatments with Nano-Particles". Cement and Concrete Composites, v. 47, pp. 69-77.

[20] Melo Filho, J.A., Silva, F.A., Toledo Filho, R.D., 2013. "Degradation Kinetics and Aging Mechanisms on Sisal Fiber Cement Composite Systems". Cement and Concrete Composites, v. 40, pp. 30-39.

[21] Gao S-L., Mäder, E., Plonka, R., 2008, "Nanocomposite Coatings for Healing Surface Defects of Glass Fibers and Improving Interfacial Adhesion", Composites Science and Technology, v. 68, pp. 2892-2901.

[22] Yang, Z., Shi, X., Creighton, A. T., Peterson, M. M., 2009, "Effect of Styrene– Butadiene Rubber Latex on the Chloride Permeability and Microstructure of Portland Cement Mortar", Construction and Building Materials, v. 23, pp. 2283–2290.

[23] Chakraborty, S., Kundu, S. P., Roy, A., Adhikari, B. Majumder, S.B., 2013, "Polymer Modified Jute Fibre as Reinforcing Agent Controlling the Physical and Mechanical Characteristics of Cement Mortar", Construction and Building Materials, v. 49, pp. 214–222.

Tables

Properties	Uncoated	Coated
Fineness [tex*]	326	639
Diameter [mm]	0.785	0.804
Number or	141	141
filaments		
Tensile Strength	104	88
[MPa]		
Strain-to-failure	2.11	2.28
[%]		
Young's Modulus	5.68	4.46
[GPa]		

Table 1. Physical and mechanical properties of the yarn.

*Mass in g of 1 km yarn (tex = g/km).

Table 2. Matrix compositions.	Table 2.	Matrix	compositions
-------------------------------	----------	--------	--------------

Mix ingredients	OPC Matrix	Matrix with metakaolin		
	[kg/	/m³]		
Cement	835	399		
Metakaolin	-	399		
Sand 0/1	1002	957		
Water	365	372		
Superplastisizer	-	12		

Aging		Uncoated Fibers			Coated Fibers			
Time	F _{max}	W _{1.0}	$W_{2.0}$	$W_{4.0}$	F _{max}	$W_{1.0}$	W _{2.0}	$W_{4.0}$
(days)	[kN]	[J]	[J]	[J]	[kN]	[J]	[J]	[J]
Ref.	0.48	0.08	0.28	1.06	0.52	0.27	0.58	1.00
_	(0.08)	(0.03)	(0.06)	(0.18)	(0.05)	(0.03)	(0.12)	(0.41)
28 d	0.36	0.10	0.31	0.87	0.45	0.21	0.47	0.76
	(0.06)	(0.01)	(0.03)	(0.09)	(0.08)	(0.08)	(0.10)	(0.21)
56 d	0.34	0.04	0.18	0.71	0.45	0.28	0.43	-
_	(0.03)	(0.02)	(0.06)	(0.11)	(0.05)	(0.04)	(0.06)	
90 d	0.32	0.04	0.16	0.52	0.63	0.33	0.76	-
_	(0.11)	(0.03)	(0.10)	(0.27)	(0.10)	(0.08)	(0.26)	
180 d	0.07	0.03	0.06	0.13	0.18	-	-	-
_	(0.02)	(0.02)	(0.05)	(0.07)	(0.02)			
365 d	0.06	0.01	0.06	0.14	-	-	-	-
	(0.03)	(0.01)	(0.03)	(0.02)				

Table 3. Summary of pullout test results performed on coated and uncoated jute fibers (mean values); standard deviations in parentheses – OPC matrix.

Aging		Uncoated Fibers C		d Fibers Coated Fibers			Coated Fibers		
Time	F _{max}	$W_{1.0}$	$W_{2.0}$	$W_{4.0}$	F _{max}	$W_{1.0}$	$W_{2.0}$	$W_{4.0}$	
(days)	[kN]	[J]	[J]	[J]	[kN]	[J]	[J]	[J]	
Ref.	0.57	0.10	0.36	1.18	0.75	0.34	0.72	-	
	(0.06)	(0.03)	(0.10)	(0.25)	(0.06)	(0.08)	(0.16)		
28 d	0.45	0.16	0.55	0.96	0.61	0.23	0.65	1.32	
	(0.12)	(0.04)	(0.17)	(0.40)	(0.12)	(0.08)	(0.12)	(0.40)	
56 d	0.49	0.09	0.33	1.12	0.58	0.31	0.73	1.13	
	(0.09)	(0.04)	(0.10)	(0.30)	(0.05)	(0.08)	(0.08)	(0.26)	
90 d	0.46	0.05	0.21	0.73	0.60	0.30	0.73	1.43	
	(0.10)	(0.04)	(0.14)	(0.43)	(0.05)	(0.05)	(0.09)	(0.27)	
180 d	0.51	0.05	0.21	0.89	0.52	0.27	0.62	0.85	
	(0.07)	(0.03)	(0.11)	(0.21)	(0.07)	(0.09)	(0.17)	(0.33)	
365 d	0.38	0.11	0.34	0.92	0.52	0.33	0.69	0.85	
	(0.07)	(0.08)	(0.20)	(0.20)	(0.07)	(0.05)	(0.12)	(0.38)	

Table 4. Summary of pullout test results performed on coated and uncoated jute fibers (mean values); standard deviations in parentheses – MK matrix.

Figures



Figure 1. Dimensions of specimen and arrangements of load adapters and crack width sensors for double-sided pullout test.







Figure 3. Schematic view of a typical pullout curve. Adapted from [16].



Figure 4. Influence of aging time on the pullout resistance of jute textile from an OPC matrix: (a) uncoated and (b) coated fibers; selected, representative curves are shown.



Figure 5. Influence of aging time on the pullout resistance of jute textile from a cementitious MK matrix: (a) uncoated and (b) coated fibers; selected, representative curves are shown.



Figure 6. Influence of aging time on the maximum pullout force and on the work to pullout of (a) uncoated and (b) coated jute yarns in an OPC matrix.



Figure 7. Influence of aging time on the maximum pullout force and on the work to pullout of (a) uncoated and (b) coated jute yarns, on a MK matrix.



Figure 8. Images from stereo-light microscope for OPC Matrix samples: (a) Uncoated fiber and (b) Coated fiber – Reference matrix.



Figure 9. Images from a stereo-light microscope for MK matrix samples: (a) Uncoated fiber and (b) Coated fiber – Reference matrix.


Figure 10. Jute-fiber-matrix interface in an OPC matrix after 365 days of accelerated aging: (a) Uncoated fiber (b) Coated fiber.



Figure 11. Jute-fiber-matrix interface in a MK Matrix after 365 days of accelerated aging: (a) Uncoated fiber (b) Coated fiber.