



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE TECNOLOGIA E RECURSOS NATURAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA AGRÍCOLA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO CONSTRUÇÕES RURAIS E AMBIÊNCIA



**COMPÓSITOS COM FIBRAS DE SISAL E CAROÁ COM LICOR PIROLENHOSO
EM MATRIZ CIMENTÍCIA COM METACALUM**

PATRÍCIA VENÂNCIO DA SILVA

Campina Grande - PB

Fevereiro – 2022

Patrícia Venâncio da Silva

**COMPÓSITOS COM FIBRAS DE SISAL E CAROÁ COM LICOR PIROLENHOSO
EM MATRIZ CIMENTÍCIA COM METACALIM**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola do Centro de Tecnologia e Recursos Naturais da Universidade Federal de Campina Grande, em cumprimento às exigências para obtenção do Título de Doutora em Engenharia Agrícola na área de Construções Rurais e Ambiente.

Orientador: Prof. Dr. José Wallace Barbosa do Nascimento

Campina Grande – PB

Fevereiro – 2022

S586c

Silva, Patrícia Venâncio da.

Compósitos com fibras de sisal e caroá com licor pirolenhoso em matriz cimentícia com metacaulim / Patrícia Venâncio da Silva. – Campina Grande, 2022.

118 f.: il. color.

Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, 2022. "Orientação: Prof. Dr. José Wallace Barbosa do Nascimento". Referências.

1. Agave Sisalana. 2. Tratamento de Fibra. 3. *Neoglaziovia variegat*. 4. Compósitos – Fibras de Sisal e Caroá. 5. Construções Rurais e Ambiência. I. Nascimento, José Wallace Barbosa do. II. Título.

CDU 633.526.2(043)



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
POS-GRADUACAO EM ENGENHARIA AGRICOLA
Rua Aprigio Veloso, 882, - Bairro Universitario, Campina Grande/PB, CEP 58429-900

FOLHA DE ASSINATURA PARA TESES E DISSERTAÇÕES

PATRÍCIA VENÂNCIO DA SILVA MEDEIROS

COMPÓSITOS COM FIBRAS DE SISAL E
CAROÁ TRATADAS COM LICOR
PIROLENHOSO EM MATRIZ CIMENTÍCIA COM
METACAULIM

Tese apresentada ao Programa de
PósGraduação em Engenharia Agrícola como
pré-requisito para obtenção do tulo de
Doutor em Engenharia Agrícola.

Aprovada em: 15/02/2022

José Wallace Barbosa do Nascimento - Orientador(a) - PPGEA/CTRN/UFCG

José Pinheiro Lopes Neto - Examinador(a) Interno(a) - PPGEA/CTRN/UFCG

Dermeval Araújo Furtado - Examinador(a) Interno(a) - PPGEA/CTRN/UFCG

Fernanda Fernandes de Melo Lopes - Examinador(a) Externo(a) - UFPB

Normando Perazzo Barbosa - Examinador(a) Externo(a) - UFPB

Maria Luiza Rezende - Examinador(a) Externo(a) - UFCG



Documento assinado eletronicamente por DERMEVAL ARAUJO FURTADO, PROFESSOR 3 GRAU, em 10/03/2022, às 13:45, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por JOSE PINHEIRO LOPES NETO, COORDENADOR(A) ADMINISTRATIVO(A), em 10/03/2022, às 14:33, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).

Documento assinado eletronicamente por Fernanda Fernandes de Melo, Usuário Externo, em 18/03/2022, às 09:34, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por JOSE WALLACE BARBOSA DO NASCIMENTO , PROFESSOR 3 GRAU, em 04/04/2022, às 09:40, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por MARIA LUIZA DE SOUZA REZENDE , PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR , em 04/04/2022, às 21:15, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <https://sei.ufcg.edu.br/autenticidade>, informando o código verificador 2164462 e o código CRC 62526FBC.

SUMÁRIO

SUMÁRIO	6
LISTA DE FIGURAS	12
LISTA DE TABELAS	15
RESUMO	16
ABSTRACT	17
.....	17
1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVO.....	3
2.1. Objetivo geral	3
2.2. Objetivos específicos	3
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
3.1. Fibras naturais vegetais	4
3.1.1. Fibra de caroá	6
3.1.2. Fibra de sisal.....	7
3.2. Materiais compósitos	8
3.3. Tratamentos das fibras vegetais.....	9
3.3.1. Absorção de umidade nas fibras vegetais	10
3.4. Aplicação do destilado do licor pirolenhoso na fibra vegetal	11
3.5. Utilização de fibra vegetal como reforço em matriz cimentícia.....	13
3.6. Tratamento da matriz cimentícia	14
3.7. Materiais pozolânicos	16
3.8. Metacaulim	18
4. MATERIAL E MÉTODOS	20
4.1. Tipo de fibra utilizada.....	20
4.2. Caracterização dos materiais utilizados.....	20
4.2.1. Aglomerante	20
4.2.2. Metacaulinita.....	22
4.2.3. Areia	22
4.2.4. Água	23

4.2.5.	Fibras	23
4.2.6.	Matriz	23
4.3.	Ensaio de fibras	25
4.3.1.	Absorção de água por imersão	25
4.4.	Resistência à tração	26
4.5.	Tratamento das fibras	27
4.5.1.	Pré-tratamento	27
4.5.2.	Impregnação com o licor pirolenhoso destilado	28
4.6.	Caracterização física.....	31
4.6.1.	Absorção de água	31
4.7.	Caracterização mecânica	32
4.7.1.	Flexão em três pontos.....	32
4.7.2.	Tração por compressão uniaxial.....	34
4.8.	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	35
4.9.	Caracterização química.....	36
4.9.1.	Difração de raios-X (DRX)	36
4.9.2.	Determinação da cristalinidade das fibras.....	38
4.10.	Caracterização térmica	38
4.11.	Delineamento experimental e análise estatística	42
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	43
5.1.	Ensaio das fibras	43
5.1.1.	Absorção de água por imersão	43
5.1.2.	Ensaio de tração direta das fibras vegetais.....	45
5.2.	Teste de viscosidade	46
5.3.	Caracterização física dos compósitos	47
5.3.1.	Absorção de água por imersão	47
5.3.2.	Teste de flexão em três pontos	52
5.3.3.	Compressão axial	55
5.4.	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	58
5.5.	Caracterização química.....	70

5.5.1. Difração de raio-X (DRX).....	70
5.5.2. Determinação da cristalinidade	73
5.6. Caracterização térmica	75
6. CONCLUSÕES.....	79
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	82
APÊNDICES	96

DEDICO

A meu pai, Pedro e a minha mãe Esmeralda, pela educação, amor, carinho e dedicação proporcionados a mim.

A família e amigos, em especial a minha filha Maria Luiza.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal de Campina Grande e a todos os professores e funcionários, que contribuíram para a minha formação acadêmica;

À Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola, pela realização do curso e a CAPES, pelo apoio financeiro para conclusão deste trabalho;

Aos meus orientadores: professor José Wallace Barbosa do Nascimento e professora Fernanda Fernandes de Melo Lopes por toda a sua dedicação e paciência, em todos esses anos de trabalho;

Ao professor Gilmar Trindade, pela valiosa ajuda na condução do trabalho, aos técnicos de laboratório Joselito, Daniele, Emanuel e Ricardo.

A Matheus Serrano que sempre esteve presente desde o início e sempre me apoiou e ajudou em todo o trabalho;

Aos amigos Moryb e Bruno os quais ajudaram nas análises de dados e a paciência durante esse tempo;

As minhas irmãs Priscila, Paloma e Pollyanna, pelo apoio durante o tempo de desenvolvimento da pesquisa;

E a todos aqueles que contribuíram direta ou indiretamente para a conclusão deste trabalho.

"O sucesso nasce do querer, da determinação e persistência em se chegar a um objetivo. Mesmo não atingindo o alvo, quem busca e vence obstáculos, no mínimo fará coisas admiráveis."

José de Alencar

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Estrutura molecular da parede celular das fibras naturais	5
Figura 2. Fibras de sisal e caroá	20
Figura 3. Mistura dos materiais utilizados para confecção da matriz de fibrocimento.....	23
Figura 4. Teste de absorção de água em fibras vegetais.	25
Figura 5. Máquina de ensaios mecânicos (EMiC)	26
Figura 6. Fibra sendo tracionada no corpo de prova montado para tração direta	27
Figura 7 .Tratamento de fibra por hidrólise organossolve	28
Figura 8. Destilação do licor pirolenhoso em manta térmica.....	29
Figura 9. Viscosímetro Brookfield.....	30
Figura 10. Sistema de destilação do licor pirolenhoso e fibras vegetais com e sem tratamento	31
Figura 11. Ensaio de absorção de água por imersão	32
Figura 12. Ensaio de flexão em três pontos.	33
Figura 13. Ensaio de compressão uniaxial na máquina Shimadzu AG - IS.....	34
Figura 14. Microscópio eletrônico de varredura Vega3 da marca Tescan.....	35
Figura 15. Processo de metalização das amostras.....	36
Figura 16. Difratorômetro de Raios X (DRX) Shimadzu XRD-6000.....	37
Figura 17. Preparação das amostras para a análise no DRX.....	37
Figura 18. Placa utilizada para o ensaio de condutividade térmica.	39
Figura 19. Câmara de fluxo térmico.....	40
Figura 20. Absorção de água por imersão em corpos de prova com fibra de sisal, em períodos de 24, 36 e 72 h. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e sisal natura (CS), matriz de cimento + metacaulim e sisal	

natural (CMS), matriz de cimento e sisal tratado (CST) e matriz de cimento + metacaulim e sisal tratado (CMST) aos 7, 28 e 90 dias de cura.	48
Figura 21. Absorção de água por imersão em corpos de prova com fibra de caroá, em períodos de 24, 36 e 72 h. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e caroá natura (CC), matriz de cimento + metacaulim e caroá natural (CMC), matriz de cimento e caroá tratado (CCT) e matriz de cimento + metacaulim e caroá tratado (CMCT) aos 7, 28 e 90 dias de cura.	51
Figura 22. Gráfico de tensão para o teste de flexão em três pontos em fibras de sisal. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e sisal natura (CS), matriz de cimento + metacaulim e sisal natural (CMS), matriz de cimento e sisal tratado (CST) e matriz de cimento + metacaulim e sisal tratado (CMST) aos 7, 28 e 90 dias de cura.	53
Figura 23. Gráfico de tensão para o teste de flexão em três pontos em fibras de caroá. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e caroá natura (CC), matriz de cimento + metacaulim e caroá natural (CMC), matriz de cimento e caroá tratado (CCT) e matriz de cimento + metacaulim e caroá tratado (CMCT) aos 7, 28 e 90 dias de cura.	54
Figura 24. Tensão em compressão axial em fibra de sisal. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e sisal natura (CS), matriz de cimento + metacaulim e sisal natural (CMS), matriz de cimento e sisal tratado (CST) e matriz de cimento + metacaulim e sisal tratado (CMST) aos 7, 28 e 90 dias de cura.	56
Figura 25. Tensão em compressão axial em fibra de caroá. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e caroá natura (CC), matriz de cimento + metacaulim e caroá natural (CMC), matriz de cimento e caroá tratado (CCT) e matriz de cimento + metacaulim e caroá tratado (CMCT) aos 7, 28 e 90 dias de cura.	57
Figura 26. Imagens do MEV em corpos de prova com 7 (A e B), 28 (C e D) e 90 (E e F) dias de cura com fibras de caroá não tratadas, utilizando as aproximações de 200x e 500x.	60
Figura 27. Imagens do MEV em corpos de prova com 7 (A e B), 28 (C e D) e 90 (E e F) dias de cura com fibras de caroá impregnadas, utilizando as aproximações de 200x e 500x.	63
Figura 28. Imagens do MEV em corpos de prova com 7 (A e B), 28 (C e D) e 90 (E e F) dias de cura com fibras de sisal não tratadas, utilizando as aproximações de 200x e 500x.	66

Figura 29. Imagens do MEV em corpos de prova com 7 (A e B), 28 (C e D) e 90 (E e F) dias de cura com fibras de sisal impregnadas, utilizando as aproximações de 200x e 500x.....	69
Figura 30. Difrátogramas de raio-X das fibras de sisal sem tratamento e impregnadas, em matriz sem e com metacaulim em cura de 28 dias.	71
Figura 31. Difrátogramas de raio-X das fibras de caroá sem tratamento e impregnadas, em matriz sem e com metacaulim em cura de 28 dias.	73
Figura 32. Condutividade térmica dos compósitos reforçados com fibras de sisal. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e sisal natura (CS), matriz de cimento + metacaulim e sisal natural (CMS), matriz de cimento e sisal tratado (CST) e matriz de cimento + metacaulim e sisal tratado (CMST), aos 28 dias de cura.	77
Figura 33. Condutividade térmica dos compósitos reforçados com fibras de caroá. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e caroá natura (CC), matriz de cimento + metacaulim e caroá natural (CMC), matriz de cimento e caroá tratado (CCT) e matriz de cimento + metacaulim e caroá tratado (CMCT) aos 28 dias de cura.	78
Figura 34. Imagens do MEV em corpos de prova com 7 (A e B), 28 (C e D) e 90 (E e F) dias de cura com fibras de caroá não tratadas (A, C e E) e impregnadas (B, D e F), utilizando as aproximações de 1000x.....	100
Figura 35. Imagens do MEV em corpos de prova com 7 (A e B), 28 (C e D) e 90 (E e F) dias de cura com fibras de caroá não tratadas (A, C e E) e impregnadas (B, D e F), utilizando as aproximações de 1000x.....	101

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Cortes e rendimentos médios em destilação de alcatrão vegetal.....	12
Tabela 2. Composição do cimento CP Ari V	21
Tabela 3. Propriedades físico-químicas	21
Tabela 4. Propriedades químicas e físicas do metacaulim	22
Tabela 5. Descrição da matriz e nomenclatura adotada.	24
Tabela 6. Absorção de água das fibras vegetais não tratadas e impregnadas com licor pirolenhoso.	43
Tabela 7. Propriedades mecânicas das fibras de sisal e caroá, não tratadas e impregnadas. ...	45
Tabela 8. Teste de viscosidade em destilado de licor pirolenhoso.....	46
Tabela 9. Teste de absorção de água para corpos de prova com diferentes tipos de fibras vegetais e diferentes períodos de cura.	96
Tabela 10. Teste de flexão em três pontos em corpos de prova com fibras vegetais em diferentes períodos de cura.....	97
Tabela 11. Teste de compressão axial em corpos de prova com fibras vegetais em diferentes períodos de cura.	98

RESUMO

Na busca por alternativas que visam diminuir a energia de produção e os impactos ambientais, as pesquisas voltaram a dar ênfase às fibras vegetais em compósitos por serem materiais considerados menos onerosos e de origem renovável, quando comparadas com as fibras sintéticas. O progresso das pesquisas e desenvolvimento de novas tecnologias, nesse sentido, são necessários para a obtenção de um material que atenda às exigências do mercado, funcionalidade e questões ambientais. A análise se torna mais complexa quando considerada a relação da fibra com a matriz devido à grande quantidade de fatores que interferem nessa interação entre a matriz, fibra, forma de processamento e interface. A partir do exposto, optou-se em utilizar as fibras de caroá (*Neoglaziovia variegata*) e sisal (*Agave sisalana*), as quais são espécies difundidas na Região Nordeste, geradoras de empregos diretos e indiretos em suas cadeias produtivas. Desse modo, objetivou-se neste trabalho analisar o desenvolvimento de um compósito cimentício reforçado com teor de 1% de fibras vegetais tratadas com licor pirolenhoso, visando o reforço estrutural e uma maior longevidade do compósito e da interação fibra/matriz. Os compósitos foram caracterizados mecanicamente por meio dos testes de flexão em três pontos; tração por compressão uniaxial e fisicamente por meio do teste de absorção de água, além de análises térmicas, DRX e morfológica. Já as fibras foram caracterizadas utilizando testes físicos e mecânicos. Os resultados da microscopia indicaram que o tratamento proporcionou uma maior limpeza na superfície da fibra, diminuindo a hidrofobicidade e preservaram a integridade da fibra no compósito. Por outro lado, os ensaios mecânicos mostraram que para o teste de flexão em três pontos houve uma redução na resistência das fibras de sisal tratadas, enquanto as de caroá houve um aumento da resistência, ao passo que para o teste de compressão axial as fibras sem tratamento obtiveram melhores relutâncias. Na caracterização térmica as fibras sem tratamento alcançaram melhores resultados para a condutividade térmica. Já no DRX as fibras impregnadas com licor pirolenhoso obtiveram maior índice de cristalinidade.

Palavras-chave: *Neoglaziovia variegata*, *Agave sisalana*, tratamento de fibra

ABSTRACT

In the search for alternatives that aim to reduce production energy and environmental impacts, research has again given emphasis to vegetable fibers in composites, as they are materials considered less expensive and of renewable origin, when compared to synthetic fibers. The progress of research and development of new technologies, in this sense, are necessary to obtain a material that meets the requirements of the market, functionality and environmental issues. The analysis becomes more complex when considering the relationship between the fiber and the matrix due to the large number of factors that interfere in this interaction between the matrix, fiber, processing form and interface. Based on the above, it was decided to use caroá (*Neoglaziovia variegata*) and sisal (*Agave sisalana*) fibers, which are species widespread in the Northeast Region, generating direct and indirect jobs in their production chains. Thus, the objective of this work was to analyze the development of a cementitious composite reinforced with a 1% content of vegetable fibers treated with pyroligneous liquor, aiming at the structural reinforcement and a greater longevity of the composite and the fiber-matrix interaction. The composites were mechanically characterized by means of three-point bending tests, tensile tests by uniaxial compression and physically by means of the water absorption test, in addition to thermal, XRD and morphological analyses. The fibers were characterized using physical and mechanical tests. The microscopy results indicate that the treatment provided greater cleaning on the surface of the fiber, reducing the hydrophilicity and preserving the integrity of the fiber in the composite. On the other hand, the mechanical tests indicated that for the three-point bending test there was a reduction in the strength of the treated sisal fibers while the caroá fibers showed an increase in strength, while for the axial compression test the untreated fibers obtained better results. In the thermal characterization the untreated fibers obtained better results for the thermal conductivity. In the XRD, the fibers impregnated with pyroligneous liquor obtained a higher crystallinity index.

Keywords: *Neoglaziovia variegat*, *Agave sisalana*, fiber treatment

1. INTRODUÇÃO

No Nordeste do Brasil, as culturas de sisal e caroá desempenharam papel de grande importância socioeconômica para a região, visto que sua produção são fontes de geração de emprego e renda com a produção de fibras têxteis, cordas e artesanatos. Devido as suas adaptações morfofisiológicas a região semiárida, as condições edafoclimáticas são propícias para o desenvolvimento dessas espécies, onde são escassas as alternativas para exploração de outras culturas.

Assim sendo, a cultura do sisal continua sendo difundida no estado da Paraíba onde instituições de pesquisa, como a Embrapa Algodão, elaboram estudos para desenvolvimento de variedades mais resistentes e com melhores características produtivas, gerando empregos diretos e indiretos em sua cadeia produtiva. Apesar de sua grande importância, houve um declínio devido aos custos de produção, baixo aproveitamento dos resíduos gerados no beneficiamento das fibras e manejo deficitário da fertilidade do solo.

Por outro lado, tem-se a cultura do caroá: uma planta endêmica da caatinga, cujas fibras já foram muito utilizadas na produção de têxtil, cordas, papel e barbantes por sua alta resistência ao se comparar com outras fibras. Seu extrativismo alcançou níveis significativos até o início da ampliação das lavouras de sisaleiras e produção de fibras sintéticas, entretanto entrou em desuso por falta de investimento e estudos de formas de propagação da cultura. Atualmente, sua exploração ainda se dá por meio do extrativismo, de forma que por não ser cultivada para produção, a espécie encontra-se ameaçada.

Na busca por alternativas que visem diminuir a energia de produção e os impactos ambientais, as pesquisas voltaram a dar ênfase às fibras vegetais em compósitos por serem materiais considerados menos onerosos e de origem renovável, quando comparadas com as fibras sintéticas. Além disso, sua abundância, adaptação na Região Nordeste e suas propriedades mecânicas fazem deste material uma alternativa considerável para reforço de matrizes.

O progresso das pesquisas e desenvolvimento de novas tecnologias, nesse sentido, são necessários para a obtenção de um material que atenda às exigências do mercado, funcionalidade e questões ambientais. O melhoramento das propriedades físicas e mecânicas dos compósitos dependem das características dos materiais utilizados, dosagem, tempo, condições de cura, relação água/cimento e meio exposto. A análise se torna mais complexa

quando considerada a relação da fibra com a matriz devido à grande quantidade de fatores que interferem nessa interação entre a matriz, fibra, forma de processamento e interface.

Um dos principais entraves para a produção de compósitos de matriz cimentícia com fibras vegetais é sua deterioração precoce por causa da presença de hidróxido de cálcio que promove um ambiente alcalino o qual age quimicamente sobre a lignina e hemicelulose, enfraquecendo e mudando a estrutura da fibra. Uma das formas de neutralizar essa ação é a utilização de materiais pozolânicos, reagindo quimicamente no ambiente promovido pela pasta de cimento, propiciando um pH mais próximo à neutralidade, diminuição da carbonatação e aumentando durabilidade dos compósitos.

Outro importante entrave a ser considerado é a determinação da compatibilidade das fibras vegetais com o compósito: fatores como a composição da fibra, em especial a lignina e a celulose, influenciam na aderência ao cimento sendo importante o desenvolvimento de tecnologias ligantes para estes materiais. Dessa forma, torna-se necessário o tratamento da fibra com intuito de aumentar sua resistência e diminuir a absorção de água, resultando em um compósito com melhores características mecânicas.

Assim, partindo do pressuposto acima, uma alternativa é a impregnação da fibra vegetal com licor pirolenhoso, em que estudos sugeriram a redução da hidrofiliabilidade e maior índice de cristalinidade das fibras devido ao tratamento sendo estes considerados resultados satisfatórios. O licor já é utilizado em indústrias para tratamento de madeira, pois impede a ação de patógenos devido a diminuição da umidade em madeiras tratadas; já na fibra vegetal, o óleo creosoto, resultado do destilado do licor pirolenhoso, preenche os espaços vazios formados pelo pré-tratamento da fibra, melhorando suas características físicas e químicas. Dessa forma a influência da fibra tratada na matriz com o metacaulim, visa a melhoria das propriedades das fibras vegetais, como também a obtenção de um produto com maior resistência devido a maior aderência fibra/matriz, redução da absorção de água.

2. OBJETIVO

2.1. Objetivo geral

Analisar o desenvolvimento de compósito cimentícios reforçados com fibras vegetais tratadas com licor pirolenhoso, visando o reforço estrutural, maior resistência mecânica do compósito e interação fibra/matriz.

2.2. Objetivos específicos

- Avaliar o desempenho físico com a aplicação da fibra de caroá e de sisal como reforço da matriz cimentícia;
- Identificar a influência na melhoria da resistência mecânica do compósito com adição das fibras e metacaulim;
- Avaliação das melhorias mecânicas devido a utilização do licor pirolenhoso nas fibras de caroá e sisal, quando comparada a uma fibra sem tratamento;
- Melhorar a resistência dos compósitos com processos de tratamento das fibras e redução da alcalinidade da matriz;
- Determinação do comportamento de cada tipo de fibra na matriz;
- Análise química das reações na matriz cimentícia para as fibras de caroá e sisal; e
- Determinação do coeficiente de condutividade térmica para compósitos com fibras de sisal e caroá.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Fibras naturais vegetais

As fibras naturais que também são conhecidas como fibras lignocelulósicas, possuem composição química resumida basicamente em três elementos: celulose, hemicelulose e lignina, nos quais a proporção desses componentes varia de acordo com o tipo de fibra vegetal. Existe outra porcentagem bem pequena da composição química dessas fibras, que está relacionada às cinzas, quantidade de água, hidrocarbonetos cíclicos e extrativos (Célino et al., 2014). Podemos fazer uma analogia das fibras lignocelulósicas com materiais compósitos: a fase contínua é representada pela matriz amorfa de hemicelulose e lignina e a fase dispersa representam as microfibrilas de celulose atuando como reforço (Célino et al., 2014; Rafsanjani et al., 2014; Wan et al., 2010).

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

Definida como um polissacarídeo não celulósico, a hemicelulose contém diversas moléculas complexas e amorfas, que variam conforme o tipo ou espécie do vegetal. Assim, a hemicelulose é composta principalmente por unidades de β -D-xilose, β -D-manose, β -D-glicose, α -L-arabinose, α -D-galactose, ácido β -D-glicurônico ou ácido α -D-4, Ometilglicurônico (Maciel, 2019). Essas unidades estão localizadas na parede celular da fibra, as quais se mantêm intercaladas entre os limites de região amorfa da celulose e associadas com a lignina. São facilmente hidrolisadas em ácidos e solúveis em soluções alcalinas. (Belgacem e Gandini, 2008; Scheller e Ulvskov, 2010; Santos, 2015; Bevitori et al., 2010).

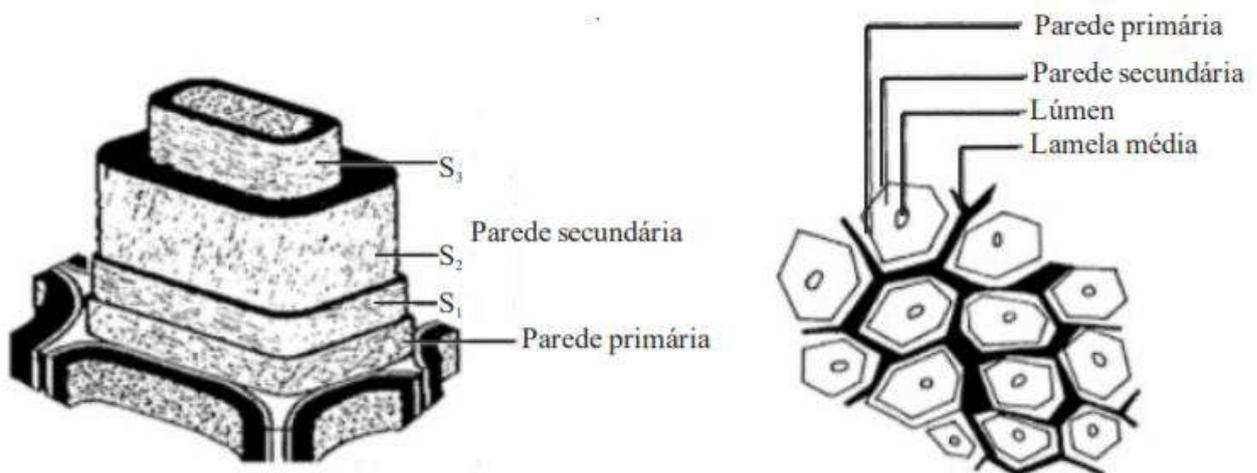
A lignina, por sua vez, é considerada um dos principais componentes das fibras lignocelulósicas e apresenta uma estrutura macromolecular complexa composta por um sistema aromático. Possui característica totalmente amorfa e estrutura altamente reticulada (tridimensional em rede) com alta massa molar (Watkins et al., 2015; Laurichesse e Avérous,

2014), a qual é originada a partir da reação de polimerização nos vegetais, ocasionada por três tipos de alcoóis aromáticos: álcool p-cumarílico, álcool coniferílico, álcool sinapílico, as quais são unidades ligadas por ligações do tipo éter e carbono-carbono (Watkins et al., 2015; Laurichesse e Verous, 2014; Kubo e Kadla, 2005).

As fibras vegetais, geralmente, têm uma morfologia similar composta por fibrilas que são formadas por parede celular primárias, com estrutura reticulada e secundárias divididas em três camadas: camada externa S1, que possui estrutura reticulada, S2, e S3, microfibrilas em espiral. No interior da célula está o lúmen, com seção elíptica (Savastano Jr., Warden e Coutts., 2000).

Cada fibrila é unida pela lamela média, que consiste em lignina e hemiceluloses. As diferenças entre os vários tipos de fibras são: número de fibrilas, tamanho das paredes celulares e área de seção transversal da fibra. Por isso, cada fibra apresenta diferentes características e comportamento mecânico (Fidelis et al., 2013). Na Figura 1 é apresentada a estrutura das três camadas da fibra.

Figura 1. Estrutura molecular da parede celular das fibras naturais



Fonte: Yan, Kasal e Huang (2016)

Segundo Ardanuy, Claramunt e Toledo Filho (2015), as fibras vegetais podem ser encontradas com diferentes diâmetros, relação de aspecto, comprimento e rugosidade da superfície, além de diferentes formas, como fios (fibras longas com comprimentos entre 20 e 100 cm), fibras descontínuas (fibras de comprimento curto que podem ser transformados em fios) ou em polpa (fibras muito curtas de comprimento da ordem de 1 a 10 mm, devendo ser

dispersas em água). As fibras podem variar em comprimento de menos de 1 mm para mais de 70 mm, e seu diâmetro pode ser de menos de 5 µm a mais de 50 µm (Coutts, 1992).

No Brasil, existem vários tipos de culturas que fornecem fibras de ótima qualidade, a ampliação de seus consumos favoreceria a produção dessas, resultando também em uma melhoria sócioeconômica nas regiões produtoras (Dantas, 2000). Segundo Santos (2006), as propriedades físicas de uma fibra dependem de sua estrutura química e cada uma tem seu próprio aspecto quando analisada e submetida ao microscópio. As fibras vegetais são bastante heterogêneas, pois dependem do tipo de solo, condições climáticas, fertilizantes utilizados, tipo de colheita, folhas, frutos ou caule dos vegetais.

3.1.1. Fibra de caroá

O caroá (*Neoglaziovia variegata*) pertence à família das *Bromeliaceas*, é uma espécie endêmica do semiárido, podendo ser encontrada no interior de matas fechadas e áreas mais abertas, em solos compactos e pouco profundos. Distingue-se das demais espécies pelo hábito terrestre e folhas tipicamente variegadas, além de outras características (MAPA, 2012).

O caroá é caracterizado como planta terrestre, herbácea, perene, muito rústica, excluída a inflorescência, toda a parte aérea é constituída por folhas dispostas em roseta, são compridas, recurvadas, em forma de canaleta que medem de 1,50 a 3 m de comprimento e 2 cm de largura. Ao longo de suas margens contém espinhos recurvados para o ápice. As flores são formadas em inflorescência racemosa (várias flores fundidas na base), ereta, com as sépalas de cor vermelha e pétalas roxas. Os frutos compostos são ovoides e contêm 25 a 300 sementes, envoltas numa polpa mucilaginosa e doce (Pereira e Quirino, 2008).

O ciclo de transformação do caroá em fios naturais tem início aos 3 anos de vida da planta, ou quando suas folhas atingem até cerca de 140 cm de comprimento que podem resultar em fibras de 90 a 120 cm. As fibras representam apenas 4 a 5% da massa bruta da folha do caroá. As folhas são cortadas a cada 6 meses durante toda vida útil da planta que é de 6/7 anos. Ao final do período é gerada uma haste, a flecha, na qual surgem as sementes de uma nova planta. O caroá pode ser colhido durante todo o ano. É uma planta resistente à aridez e ao sol intenso do sertão nordestino (Vasconcelos, 2011).

Essa espécie já teve papel importante na economia nordestina, na primeira metade do século passado, pela produção de fibra por indústrias têxteis, porém sua exploração foi abandonada com o surgimento das fibras sintéticas (Ribeiro, 2007).

3.1.2. Fibra de sisal

A fibra vegetal mais utilizada na fabricação de compósitos é a fibra de sisal, *Agave sisalana* uma planta originária do México que cresce também em regiões de países tropicais, como no Nordeste do Brasil (Yang et al., 2012).

O Sisal é uma planta monocárpica, perene, plurianual e semixerófila, o que o torna um vegetal resistente a secas prolongadas e temperaturas elevadas. Ao longo da evolução desta espécie, diversas características foram adquiridas e preservadas, dentre elas destacam-se: folhas carnosas, cutícula espessa, redução na quantidade de estômatos e manutenção do metabolismo fotossintético do tipo CAM (Metabolismo Ácido Crassuláceo) (Medina, 1954; Silva e Beltrão, 1999; Abreu, 2010; Trelim, 2015), obtendo, uma adaptação favorável à região semiárida do Nordeste brasileiro.

Seu cultivo é considerado fácil, o tempo de renovação é curto e pode ser colhida a cada nove meses (Mishra et al., 2004). As fibras de sisal são constituídas principalmente por celulose, hemicelulose, lignina, pectina, ceras e substâncias solúveis em água (Oliveira, 2010).

A duração do ciclo vegetativo do sisal corresponde ao período de 8 a 10 anos. O sistema radicular é típico das monocotiledôneas, fasciculado, fibroso e em forma de tufo, sem a presença de uma raiz principal possuindo, assim, dois tipos de raízes: uma para fixação da planta ao substrato e outra para absorção de nutrientes. É acaulescente, e no lugar do caule há um pseudocaule suculento e com uma espessa camada de lignina, em que as folhas e o broto terminal se inserem e armazenam água e nutrientes (Silva et al., 2008).

No Brasil, o sisal destaca-se nas regiões semiáridas da Bahia, Paraíba e Rio Grande do Norte, onde seu cultivo ocupa extensas áreas de solos pobres e representa uma alternativa produtiva as comunidades de baixa renda da Região Nordeste (Branco et al., 2006).

A produção do sisal está concentrada no estado da Bahia, responsável por 95,8% de sua área cultivada no território brasileiro, os 4,2% restantes estão localizados na Paraíba (3,5%), Ceará (0,4%) e Rio Grande do Norte (0,3%) (Naves, 2012). A Paraíba já foi o maior produtor brasileiro de sisal nos anos 1970, perdendo na década de 1990 para o estado da Bahia e ocupando, a partir de então, a segunda colocação (Alves e Santiago, 2006). Cidades produtoras de sisal na Paraíba totalizam 27, sendo Picuí, Barra de Santa Rosa, Casserengue, Remígio e Pocinhos as cidades que lideram a produção dessa cultura (IBGE, 2006).

3.2. Materiais compósitos

Por compósito cimentício entende-se o concreto com adição de materiais que são aqueles comumente empregados: cimento, agregado miúdo, agregado graúdo, água e aditivos. O estudo e desenvolvimento de técnicas para produzir esses compósitos vêm da necessidade de inserir, no contexto da construção civil, o conceito de desenvolvimento sustentável. Segundo Silva (2016), o desenvolvimento desses novos materiais busca, além de sustentabilidade, uma melhora nas características do concreto, possibilitando o aumento da resistência e aperfeiçoando o desempenho em edificações.

Segundo Isaia (2007), material compósito é aquele formado pela combinação adequada entre dois ou mais materiais, com características e propriedades diversas, que continuam a ser identificáveis após a combinação. São materiais heterogêneos resultantes de uma combinação racional de pelo menos dois componentes: um descontínuo como as fibras, primariamente responsável pela resistência aos esforços mecânicos (componente estrutural ou de reforço) e outro contínuo, que forma o meio de transferência dos esforços, como a matriz cimentícia. O papel da matriz é manter a orientação das fibras e seu espaçamento, transmitir as forças de cisalhamento entre as camadas das fibras para que o compósito resista à dobras e torções e protegê-las do ambiente exterior (Mano, 1991; Allen e Thomas, 1999).

A natureza também tem os seus próprios compósitos, a madeira apresenta suas células envoltas em lignina, que confere propriedades como elevada resistência ao impacto, compressão e dobra, fazendo com que a sua utilização pelo homem seja plena. Sendo um material multifásico, um compósito exhibe além das propriedades inerentes de cada constituinte, propriedades intermediárias decorrentes da formação de uma região interfacial (Albinante, Pacheco e Visconte, 2013).

Segundo Mano (1991) o componente estrutural pode ser um material orgânico ou inorgânico (metálico ou cerâmico), de forma regular ou irregular, fibroso (tecido ou não tecido) ou pulverulento (esférico ou cristalino), com fragmentos achatados (como flocos) ou como fibras muito curtas, de dimensões quase moleculares, de material monocristalino (*whisker*). Os materiais estruturais devem apresentar resistência, rigidez e maleabilidade que, geralmente, se encontram nas fibras. O seu papel é suportar as cargas máximas e impedir que as deformações ultrapassem limites aceitáveis.

A adesão de um material a outro está associada ao estabelecimento de interações que podem ser dos tipos: ligações covalentes, forças de Van der Waals, ligações de hidrogênio e interação eletrostáticas. A natureza destas interações está associada à afinidade química entre a matriz e a fase dispersa. Geralmente a fase dispersa apresenta natureza hidrofílica enquanto a matriz polimérica tem natureza hidrofóbica. A compatibilidade destas duas fases pode ser melhorada através da modificação química da superfície de um dos componentes. A modificação da superfície pode ser feita por uma agente de derivatização, que incorpora grupos na superfície capazes de interagir com a matriz. A título de exemplos de derivatizações para cargas como as fibras vegetais, temos a mercerização (tratamento com NaOH), esterificação, acetilação, além de reações com agentes de acoplamentos como os silanos (Albinante, Pacheco e Visconte, 2013).

A utilização de materiais compósitos e alternativos vem sendo incrementada a cada dia, na medida em que se torna mais generalizada a conscientização de que o uso de recursos renováveis e não agressivos ao meio ambiente faz parte de um novo modelo ecologicamente correto. Os compósitos derivados de produtos vegetais, tanto na matriz como no reforço, inserem-se na política de aproveitamento de recursos renováveis, menos agressivos e tóxicos, visto que as matérias-primas de origem vegetal, tais como: óleos, fibras, polímeros, corantes, dentre outros, além de serem oriundas de fontes renováveis, atendem aos requisitos de biodegradabilidade e preservação do meio ambiente durante todo o seu ciclo de vida (Suh, Lim e Park, 2000).

3.3. Tratamentos das fibras vegetais

A região interfacial é de fundamental importância na determinação das propriedades dos compósitos, pois é através da interface que os esforços atuantes na matriz são transmitidos ao reforço, métodos químicos e físicos podem ser usados para modificar fibras de reforço, e desta forma otimizar esta região de interação (Pires, 2009). Para melhoria da durabilidade dos compósitos cimentícios reforçados com fibra vegetal, alguns dos métodos citados pela literatura são o pré-tratamento das fibras e a modificação da matriz (Wei, 2014; Toledo Filho et al., 2003) ou a combinação destas duas ações conforme estudos realizados por Ferreira (2012) e Santos (2015).

Os tratamentos químicos atuam na remoção de impurezas e modificação química da superfície da fibra, reduzindo a sua capacidade de absorção de água, e aumentando a rugosidade, tendo como consequência a melhoria da aderência fibra/matriz (Arsène et al.,

2013). Alguns tratamentos dessa natureza incluem a acetilação e o tratamento alcalino. O efeito da modificação química da lignocelulose é a redução de hidrofília se o novo modificador da lignocelulose é um grupo hidrofóbico, melhorando as afinidades polares entre a fibra e o termoplástico, uma vez que a modificação química produz alterações hidrofílicas na fibra, melhorando a interação interfacial fibra e termoplástico e conseqüentemente o desempenho mecânico do compósito.

Os tratamentos físicos envolvem a ação direta de temperatura, pressão e umidade, que modificam a superfície e a estrutura das fibras, sem grandes alterações em sua composição química. Podem ser citados nesta categoria, os tratamentos como hornificação e hidrotérmicos, envolvendo utilização de água quente e autoclaves (Dantas, 2019).

Ballesteros et al., (2017) ainda destacaram que estes tratamentos auxiliam na durabilidade de fibras vegetais utilizadas em matrizes cimentícias. Este fato é resultado da menor absorção de água, e conseqüentemente, redução de produtos hidratados do cimento no interior do lúmen, evitando o processo de mineralização das fibras e degradação da celulose por exposição a álcalis.

3.3.1. Absorção de umidade nas fibras vegetais

A composição química da polpa - celulose, hemiceluloses e lignina - afeta a capacidade da fibra de atrair e ligar as moléculas polares à água (Jongvisuttisun, Negrello e Kurtis, 2013). Outros fatores que restringem o uso de fibras vegetais como agentes de reforço é o caráter hidrofílico das mesmas, ou seja, sua alta capacidade de absorver água limita sua utilização em ambientes úmidos, pois a absorção de moléculas de água compromete sua integridade estrutural, sendo altamente indesejada em aplicações de engenharia (Lima, 2016).

Para melhorar a durabilidade das fibras vegetais utilizadas como reforço em compósitos à base de cimento, várias abordagens têm sido estudadas, como impregnação com agentes bloqueadores e repelentes de água, agentes de vedação nos poros da matriz, redução da alcalinidade da matriz e combinações de impregnação e modificação da matriz (Silva, 2009; Motta, 2006; Motta, John, Agopyan, 2010; Tonoli et al., 2013; Wei e Meyer, 2015).

Diminuições na trabalhabilidade dos compósitos reforçados com fibras vegetais são observados devido à hidrofiliabilidade das fibras, visto que os principais fatores que influenciam neste grau de perda são a proporção de fibras e a fração de volume em misturas (Onuaguluchi e Banthia, 2016). Em relação à matriz, geralmente, na busca para garantir maior

trabalhabilidade na moldagem é colocada maior quantidade de água do que a necessária, causando aumento de porosidade da matriz.

A ampla aplicação dos reforços vegetais em matrizes cimentícias depende da adoção de técnicas eficientes para reduzir sua elevada variação dimensional. Este problema não apresenta ainda uma solução específica, e busca-se, atualmente, através de tratamentos físicos e químicos alcançar a melhoria destes parâmetros (Dantas, 2019).

3.4. Aplicação do destilado do licor pirolenhoso na fibra vegetal

O licor pirolenhoso é um produto natural conhecido por extrato pirolenhoso ou vinagre de madeira.. Apresenta várias formas de aplicação, entre elas a utilização agrícola como antifúngico (Costa, Silva e Escudero, 2003; Bortoletto et al., 2009). O Brasil é o maior produtor mundial de carvão vegetal, sendo responsável por 1/3 da produção mundial, a fumaça decorrente desta produção é emitida para o ambiente, poluindo-o e elevando a concentração do gás carbônico, tendo efeitos nefastos sobre a atmosfera (Pinheiro, Séye e Figueiredo, 2006; Ferreira, 2000). Esta fumaça corresponde a 65-70% da biomassa não convertida em carvão, e quando recuperada e processada (30% da fumaça emitida) é convertida em licor pirolenhoso, podendo ser usado na agricultura e pecuária, evitando assim, danos ao ambiente (Ferreira, 2000).

A carbonização de biomassa envolve fenômenos complexos que geram uma grande variedade de compostos químicos. As frações mássicas, em base seca, dos principais produtos oriundos da pirólise lenta de madeiras obtidas na ausência de oxigênio e usando aquecimento externo são: 33% de carvão, 35,5% de licor pirolenhoso, 6,5% de alcatrão insolúvel e 25% de gases. Dos componentes do licor pirolenhoso destacam-se o ácido acético (0,5%), metanol (0,2%), alcatrão solúvel (5,0%) e água (23,5%), enquanto que entre os componentes dos gases estão presentes o hidrogênio (0,16%), CO (8,5%), CO₂ (15,5%), CH₄ (0,61%), etano (0,03%) e outros gases (0,2%) (Oliveira, Carneiro e Pereira, 2013).

O alcatrão vegetal é obtido a partir da recuperação e condensação dos gases (fumaça) produzidos durante a carbonização vegetal. A recuperação de produtos químicos a partir do alcatrão vegetal tem, como etapa inicial, a destilação fracionada. Normalmente, são separadas quatro frações e um resíduo designado como piche vegetal. Os cortes de destilação são realizados com base na temperatura de vapor dos destilados, e os rendimentos médios obtidos em cada separação estão apresentados na Tabela 1 (Benites et al., 2010).

Tabela 1. Cortes e rendimentos médios em destilação de alcatrão vegetal

Descrição	% do alcatrão bruto
Fração A: até 105 °C (ácido pirolenhoso)	10,4
Fração B: 105 – 180 °C (óleos leves)	10,6
Fração C: 180 – 240 °C (óleos médios)	20,9
Fração D: acima de 240 °C (óleos pesados)	4,6
Resíduos (piche)	44,00
Perdas (calculadas por diferença)	9,5
Total	100

Fonte: Carazza e Okuma, (2000) *apud* Benites (2010)

Baseado nos resultados de um teste de campo com vigas e tábuas, Lillja citado por Jankowsky (1986), demonstrou que pode ser obtido bons resultados quanto a deterioração, impregnando-se a madeira com creosoto, alcatrão de madeira, óleo de alcatrão de madeira e um preparo a base desse alcatrão.

Segundo Lopes (2009) para o tratamento de impregnação com o licor pirolenhoso destilado (LPD), as fibras vegetais estudadas apresentaram os melhores resultados quanto à redução da hidrofiliabilidade. Com o pré-tratamento de hidrólise organossolve, a 120 °C, e posterior impregnação, em todos os tipos de fibras vegetais analisados, os percentuais de absorção de água foram de 20% em sisal, 15% em caroá e 4% em curauá, em até 24 h. Estes valores obtidos para a impregnação representaram reduções de 18% para o sisal, 32% para o caroá e de 33% para o curauá na absorção de água quando comparado aos resultados obtidos na acetilação. Nas fibras de caroá a impregnação aumentou os valores de resistência mecânica, próximos aos 50%.

Em análises realizadas através de micrografias foi possível observar que os tratamentos de acetilação e impregnação promoveram uma limpeza superficial das fibras vegetais, diminuindo a hidrofiliabilidade da fibra pela diminuição das hidroxilas presentes nos anéis de açúcares, e diminuindo com essa deposição por acetilação o número de poros e outros elementos, passando a apresentar uma superfície mais lisa (Lopes, 2009).

3.5. Utilização de fibra vegetal como reforço em matriz cimentícia

O mercado do fibrocimento é o que oferece o maior desafio quanto à busca de fibras para uso como elemento de reforço e de processamento, em substituição ao amianto. Matrizes à base de cimento reforçadas com fibras celulósicas têm-se mostrado promissoras quando o objetivo é obter um material com baixo custo, capaz de economizar energia e, principalmente, preservar o meio ambiente. As matrizes frágeis, como é o caso das matrizes à base de cimento reforçadas com fibras, têm ganhado espaço como material de construção em âmbito mundial, principalmente pela possibilidade de produção de elementos delgados em variadas formas e com elevada tenacidade (Tolêdo Filho et al., 2000; Hosseinpourpia et al., 2012).

Atualmente existe o interesse em se utilizar uma grande variedade de fibras vegetais, as quais possuem diferentes propriedades físicas, químicas e mecânicas (Fortini e Mazzanti, 2018). Mesmo possuindo algumas desvantagens, as fibras vegetais têm sido alvo de pesquisas acadêmicas e industriais, porque sua introdução em compósitos tende a reduzir consideravelmente o peso do produto final, além de contar com as vantagens de pós-consumo, como a biodegradação (Lorandi et al., 2016; Roy et al., 2018). As fibras naturais, tanto de origem animal quanto de origem vegetal lignocelulósicas, atendem a estes requisitos, ou seja, suas utilizações as caracterizam como ambientalmente corretas em comparação com as fibras sintéticas como o náilon, vidro e carbono. Por esta razão, compósitos reforçados com fibras naturais, sobretudo as lignocelulósicas que são facilmente cultivadas, têm sido objeto de estudos recentes (Monteiro e Lopes, 2007).

A principal vantagem do reforço de fibra vegetal, conforme Ardanuy, Claramunt e Toledo Filho (2015) é o comportamento do compósito após o início da fissuração. À medida que as fibras ajudam a unir a fissura e transferir a carga por meio da fissura, são obtidos compósitos cimentícios reforçados com celulose de alta tenacidade. Como tal, o reforço com fibra limitará que a fissura não abra completamente para aliviar a tensão na amostra. Em compósitos reforçados com fibras, esta transferência de esforços pode ser observada em curvas do gráfico tensão versus deformação, em que a matriz contribui inicialmente na região elástica até as primeiras fissuras e, posteriormente, o reforço permite um comportamento mais dúctil no compósito (Ballesteros et al., 2015).

A incorporação de fibras celulósicas como carga em compósitos poliméricos tem sido cada vez mais empregada na produção de novos materiais. A madeira e os materiais

lignocelulósicas possuem muitas características que tornam seu uso vantajoso, tais como: baixo custo, baixa densidade, resistência específica e módulo elevados. Além disso, as fibras celulósicas são atóxicas, abundantes, provém de fontes renováveis, não são abrasivas, pois não apresentam desgaste dos equipamentos durante o processamento e podem ser facilmente modificadas por agentes químicos (Rabello et al., 2013).

No entanto, as fibras vegetais apresentam desvantagens, entre as quais se podem destacar: durabilidade na matriz cimentícia e manutenção da integridade da interface fibra/matriz (Motta, John e Agopyan, 2010); alta alcalinidade da matriz cimentícia, que enfraquece as fibras de celulose, induzindo a sua mineralização (Wei e Meyer, 2015); e, conseqüentemente, diminuição da tenacidade do compósito em longo prazo. Além disso, em condições severas de intemperismo, o compósito absorve água, resultando em mudanças de volume da matriz de cimento e das fibras. Tem-se observado, em conseqüência desses ciclos de absorção de água, perda de aderência entre fibra e matriz de cimento, resultando em desarticulação dos elementos de reforço e deterioração das propriedades mecânicas dos compósitos (Ferreira et al., 2012).

Para melhorar a durabilidade das fibras vegetais utilizadas como reforço em compósitos à base de cimento, várias abordagens têm sido estudadas, como impregnação com agentes bloqueadores e repelentes de água, agentes de vedação nos poros da matriz, redução da alcalinidade da matriz e combinações de impregnação e modificação da matriz (Silva, 2009; Motta, John e Agopyan, 2010; Tonoli et al., 2013; Wei e Meyer, 2015).

3.6. Tratamento da matriz cimentícia

Sanal e Verma (2017) demonstraram que as fibras naturais, em simples definição, são extraídas de plantas (vegetais, folhas e madeira), animais e processos geológicos. Independentemente de sua origem, as fibras vegetais são compostas por celulose, hemicelulose e lignina, e a organização estrutural desses componentes, bem como, o nível de microfibrilas presentes interferem diretamente nas propriedades físicas e mecânicas dos compósitos (Posada et al., 2016).

A resistência dos compostos de cimento Portland, como argamassa ou concreto, está vinculada ao tempo no qual o mesmo mantém suas resistências (mecânicas e químicas) e não apresenta sinais de fissuração ou deterioração (desgaste visual na sua superfície ou no volume,

que pode reduzir seu peso ou massa específica). Os principais agentes agressivos são: temperatura, ação do fogo e de fluidos agressivos de toda espécie (Silva et al., 2018).

Existe uma grande preocupação sobre as propriedades de longa duração dos compósitos reforçados com fibras naturais que podem ocorrer em fibras dispersas ou alinhadas dentro de uma matriz, como a perda da capacidade de absorver energia devido ao ataque químico do hidróxido de cálcio, proveniente das reações do cimento; lignina e hemicelulose presente nas fibras vegetais, com isso as fibras se mineralizam e perdem toda sua resistência. (Toledo Filho et al., 2000).

Este fenômeno da perda de lignina da fibra dentro do compósito, pode estar associado aos resultados obtidos por Toledo Filho et al., (2000). Estes autores avaliaram a durabilidade de fibras de coco expostas a soluções alcalinas de hidróxido de cálcio pH 12 e constataram que as fibras perderam completamente sua resistência depois de 300 dias. Segundo os autores, a fragilização das fibras pode estar associada principalmente a sua mineralização devido à migração de produtos de hidratação para o interior da fibra, especialmente o hidróxido de cálcio.

Segundo Lopes (2009) quando as fibras vegetais foram submetidas a meios agressivos tratadas por acetilação e impregnação demonstraram maior resistência ao ataque ácido e alcalino que as não tratadas. Na acetilação as fibras vegetais submetidas a meio ácido apresentaram perdas de massa menores, entre 5 e 9%, e quando submetidas a concentrações de NaOH o aumento na perda de massa pode chegar aos 25%. Nas fibras impregnadas a resistência na variação de massa foi maior e as perdas não ultrapassaram os 11%. As fibras impregnadas apresentaram maior estabilidade quanto à manutenção de sua massa inicial independente do meio agressivo. A redução na capacidade mecânica das fibras em resistência está relacionada a dois fatores: degradações ocorridas durante o tratamento e agressividade do meio.

A resistência das fibras vegetais ainda é um fator questionável, devendo haver mais pesquisas para que seja estabelecida. O hidróxido de cálcio disperso na matriz cimentícia agride diretamente a integridade da lignina e da hemicelulose, componentes presentes na lamela central das fibras que garantem a ligação das células individuais, desestabilizando a microestrutura do material, além da hidrólise alcalina degradar as moléculas de celulose das fibras reduzindo sua resistência à tração (Toledo Filho et al., 2000; Gram, 1988).

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

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

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

3.7. Materiais pozolânicos

A ASTM C593 (2011) define as pozolanas como materiais siliciosos ou sílico-aluminosos com pouca ou nenhuma propriedade cimentícia, mas quando finamente moídos e em contato com umidade e temperatura ambiente, reagem quimicamente com álcalis e hidróxidos alcalino-terrosos formando ou ajudando a formar compostos com propriedades cimentícias. A reação entre o material pozolânico e o hidróxido de cálcio $[Ca(OH)_2]$, produzido ao longo da hidratação do cimento, forma silicatos de cálcio hidratado (CSH), que desenvolvem resistência mecânica, além de não degradarem as fibras naturais (Dal Molin, 2011; Correia et al., 2018).

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

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

Quando misturados em argamassa ou concretos como uma adição ou substituição parcial do cimento, as pozolanas agem física e quimicamente nas matrizes cimentícias. (Aprianti et al., 2015). Quimicamente, as sílicas (S) e aluminas (A) amorfas presentes na pozolana reagem com a portlandita (C-H) formada na hidratação do cimento, como visto no item 3.1.2, produzindo mais silicatos e aluminatos cálcico hidratados (C-S-H, C-A-H, C-S-A-H), aumentando a resistência da matriz (Senhadji et al. 2014).

Agopyan e Savastano Júnior (2003) alertaram que a formação de grandes cristais de portlandita (hidróxido de cálcio) pode induzir a decomposição das fibras vegetais em especial sua fração de lignina, com a consequente perda de capacidade de reforço, sobremaneira nas idades mais avançadas em virtude da elevada alcalinidade da água presente nos poros da matriz de cimento Portland.

Resultados apresentados por alguns autores indicam que compósitos reforçados com fibra natural utilizando matrizes livres de hidróxido de cálcio, apresentam poucas variações quanto ao comportamento à flexão dos compósitos após testes de resistência mecânica. Já no caso de utilização de matrizes contendo apenas cimento Portland, o processo de degradação das fibras ocorre de forma a reduzir significativamente a resistência do material (Dantas, 2019).

O processo que ocorre pela difusão do CO_2 presente na atmosfera através dos poros insaturados da matriz cimentícia é a carbonatação. Nela, o CO_2 sofre dissolução na fase aquosa presente nos poros, transformando-se em ácido carbônico (H_2CO_3) que, por sua vez, sofre dissociação como íons HCO_3^- e CO_3^{2-} , juntamente com a dissolução do $\text{Ca}(\text{OH})_2$ que libera íons Ca^{2+} e OH^- , os quais precipitam e formam o carbonato de cálcio (CaCO_3). Um estudo paramétrico e aprofundado sobre a reação do CO_2 em cada constituinte do cimento foi realizado por Peter et al., (2008). O $\text{Ca}(\text{OH})_2$ é composto com maior grau de dissolubilidade e, portanto, o que reage mais rapidamente com o CO_2 para formação do CaCO_3 (Pade e Guimarães, 2007).

A ocorrência do processo de mineralização das fibras vegetais utilizadas como reforço no meio alcalino de matrizes cimentícias compromete a resistência do compósito, aumentando a fratura da fibra e diminuindo a resistência ao arrancamento. Sendo assim, verificou-se a necessidade de estudar a influência da substituição de teores de cimento da matriz por adições minerais, as quais trabalham promovendo reações pozolânicas a partir do consumo do hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) presente na matriz de cimento, produzindo silicato de cálcio hidratado (CSH) e tornando-a livre da base. A substituição parcial do cimento por 50% de argila calcinada e metacaulinita resultou em matrizes livres de hidróxido de cálcio, elevando a durabilidade e não prejudicando o comportamento mecânico dos compósitos (Melo Filho, 2012; Silva, 2009; Toledo Filho et al., 2009).

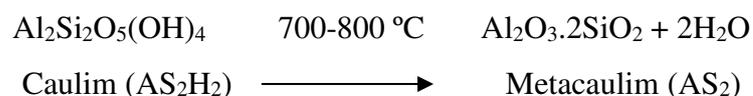
De acordo com Melo Filho (2005) vários pesquisadores têm verificado os benefícios da substituição de parte do cimento por outros aditivos minerais (microsílica, cinza volante, metacaulinita, resíduo cerâmico, entre outros) que promovam atividade pozolânica, proporcionando assim uma estrutura de poros mais densa e, em consequência, o aumento de resistência à compressão e impermeabilidade nos componentes à base de cimento.

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 (Fidelis, 2014).

3.8. Metacaulim

O metacaulim é o material pozolânico amorfo de estrutura cristalina desordenada, obtido por processo industrial de ativação térmica entre 600 e 850 °C e moagem de argilas caulínicas e caulins. Essas matérias-primas são compostas predominantemente por silicato de alumínio hidratado $[Al_2Si_2O_5(OH)_4]$, que perdem os íons hidroxila de sua estrutura cristalina com a calcinação, transformando-se em metacaulinita ($Al_2Si_2O_7$), composto constituído essencialmente por partículas lamelares com estrutura predominantemente não cristalina e com elevada finura (Cunha, Forti e Silva, 2010).

O processo de transformação do Caulim em Metacaulim a partir da ativação térmica pode ser percebido na equação:



O uso de metacaulim tornou-se abundante em concretos com resistências acima de 40 MPa, concretos expostos em ambientes agressivos e ainda em concretos de alta performance. O uso deste material reduz o tamanho dos poros na pasta cimentícia e transforma partículas finas em poros descontínuos, reduzindo assim a permeabilidade do concreto substancialmente além de aumentar a resistência à flexão e compressão, reduz permeabilidade a água e eflorescência. O metacaulim também reduz o calor de hidratação controlando melhor a fissuração (Allem, 2016).

O material cru, utilizado no processo de produção do metacaulim é a argila caulínica. A caulinita é formada por folhas tetraédricas de sílica e folhas octaédricas de gipsita (em que o íon coordenado é o alumínio). A desidroxilação do caulim provoca alterações estruturais na caulinita, em particular na coordenação dos átomos de alumínio. Devido ao efeito da temperatura as hidroxilas OH, situadas no centro de cada octaedro, unem-se de duas em duas, liberando uma molécula de água e em seu lugar resta uma molécula de oxigênio. Desta forma a estrutura semicristalina da caulinita é quebrada, facilitando a reação de ativação alcalina (Allem, 2016; Davidovits, 2008).

A substituição de parte do cimento por metacaulinita tem trazido muitos benefícios às argamassas e concretos. Gonçalves (2004) estudou diferentes porcentagens de substituição chegando à conclusão de que o teor de 20% apresenta maior incremento na resistência à compressão, maior refinamento da estrutura de poros, redução da absorvidade e redução da penetração acelerada de íons cloretos, enquanto o teor de 10% apresenta maior resistência ao ataque por sulfato de magnésio, redução de absorvidade e penetração acelerada de íons cloretos.

Lima (2004) constatou, através de análises térmicas, a ausência total de Ca(OH)_2 para pastas com teores de 30% de metacaulinita, sendo essa conclusão baseada em ensaios realizados em amostras curadas por 2 anos e 28 dias, comprovando a eficiência da metacaulinita na eliminação do Ca(OH)_2 .

Observou-se que para os compósitos utilizando matriz sem adição de metacaulinita, o comportamento pós-pico após os ciclos é alterado significativamente, sendo que para 25 ciclos de molhagem e secagem as fibras de sisal utilizadas não apresentam qualquer tipo de contribuição mecânica. Já para os compósitos utilizando matriz com 30% de metacaulinita a curva carga x deslocamento permanece inalterada, comprovando a integridade das fibras embebidas nesta matriz (Dantas, 2019).

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. Tipo de fibra utilizada

As fibras utilizadas foram a de caroá (*Neoglaziovia variegata*) e sisal (*Agave sisalana*) (Figura 2) doadas pela Cooperativa Agropecuária Mista de Pocinhos (CAMPOL), localizada no município de Pocinhos, na região do Cariri paraibano com: 7° 4' 26" de latitude Sul, 36° 3' 40" de longitude a Oeste de Greenwich e 634 m de altitude.



Figura 2. Fibras de sisal e caroá

4.2. Licor pirolenhoso

O licor pirolenhoso foi doado pela empresa de fertilizantes Fertiliza Chemical, localizada em Avaré, São Paulo.

4.3. Caracterização dos materiais utilizados

4.3.1. Aglomerante

O cimento escolhido para a matriz foi o CP V-ARI MAX sendo um produto de alta resistência inicial e tem alta reatividade em baixas idades em função do grau de moagem a que é submetido, devido à ausência de pozolana não é recomendado para concretos com agregados reativos.

Conforme dados obtidos pelo fabricante nacional, a composição do cimento CP V ARI MAX e as propriedades físico-químicas estão apresentadas nas Tabela 2 e 3, sendo atendidas as exigências da NBR 14725 (ABNT, 2009) e outras normas específicas.

Tabela 2. Composição do cimento CP Ari V

CAS	SUBSTÂNCIA	CONCENTRAÇÃO (% em massa)
12168-85-3	Silicato tricálcio	20 - 70
10034-77-2	Silicato dicálcico	10 - 60
12068-35-8	Ferro-aluminato de cálcio	5 - 15
Vários	Sulfato de cálcio	2 - 8
12042-78-3	Aluminato tricálcico	1 - 15
1317-65-3	Carbonato de cálcio	0 - 25
1309-48-4	Óxido de magnésio (livre)	0 - 6
1305-78-8	Óxido de cálcio (livre)	0 - 2

Fonte: Brennand Cimentos (2018)

Tabela 3. Propriedades físico-químicas

Estado físico	Sólido
Forma	Pó
Cor	Cinza
Odor	Característico
pH	13
Massa específica aparente	1,2 g/cm ³
Densidade	2,99 g/cm ³
Solubilidade em ácido clorídrico	99%l

Solubilidade em água	1,5 g/L
----------------------	---------

Fonte: Brennand Cimentos (2018)

4.3.2. Metacaulinita

A metacaulinita é um aditivo mineral que aumenta a durabilidade e a resistência do concreto e fabricação de geopolímero. O metacaulim é uma pozolana constituída principalmente por sílica e alumina que, adicionado à pasta de concreto, é capaz de reagir na presença de água, com hidróxido de cálcio. Como resultado desta reação, há melhoria na resistência à compressão, aumento na durabilidade do concreto, redução das reações álcali-agregado, redução do calor de hidratação e economia de cimento. O metacaulim utilizado foi da marca comercial TERRHA, cuja especificações do produto estão apresentadas na Tabela 4.

Tabela 4. Propriedades químicas e físicas do metacaulim

Especificações técnicas	
Retenção em peneiras ASTM 200	1%
Finura Blaine	1.500 m ² /kg
Cor	Rosa
Nome químico	Silicato de alumínio
Estabilidade	Estável
Reatividade	Inerte
Porcentagem medida por peso	
SiO ₂ + Al ₂ O ₃ + Fe ₂ O ₃	95% mínimo
Perda ao Fogo (L.O.I)	2% máximo

Fonte: Fabricante Terrha

4.3.3. Areia

Foi utilizada uma areia quartzosa de rio, com massa específica de 1,38 g/cm³ de acordo com a NBR NM 52 (2003). A caracterização granulométrica foi com base na NBR 7211 ABNT (2009), sendo caracterizada como areia fina.

4.3.4. Água

A água utilizada em toda a fase experimental foi proveniente da rede de abastecimento da cidade de Campina Grande, PB.

4.3.5. Fibras

As fibras utilizadas foram de origem vegetal (caroá e sisal) com 1,5 cm de comprimento.

4.3.6. Matriz

Para obtenção da matriz foi utilizado o traço de 1:3 realizando a substituição parcial de 30% do Cimento CP V-ARI MAX pelo metacaulim, garantindo dessa forma o consumo Ca(OH)_2 gerado no processo de hidratação do cimento, 1% de fibra vegetal com comprimento médio de 1,5 cm e uma relação água/cimento de 0,55 (Figura 10).



Figura 3. Mistura dos materiais utilizados para confecção da matriz de fibrocimento.

A nomenclatura adotada para os tratamentos utilizados segue exposto na Tabela 5, após a definição da nomenclatura iniciou-se a produção dos corpos de prova.

Tabela 5. Descrição da matriz e nomenclatura adotada.

Traço	Composição do traço	% de fibra	Tipo de fibra vegetal	Nomenclatura
1:3	Cimento: areia	0%	-	C
1:3	Cimento: areia: metacaulim	0%	-	CM
1:3	Cimento: areia: fibra vegetal	1%	Sisal n/tratada	CS
1:3	Cimento: areia: fibra vegetal	1%	Sisal impregnada	CST
1:3	Cimento: metacaulim: fibra vegetal	1%	Sisal n/tratada	CMS
1:3	Cimento: metacaulim: fibra vegetal	1%	Sisal impregnada	CMST
1:3	Cimento: areia: fibra vegetal	1%	Caroá n/tratada	CC
1:3	Cimento: areia: fibra vegetal	1%	Caroá impregnada	CCT
1:3	Cimento: metacaulim: fibra vegetal	1%	Caroá n/tratada	CMC
1:3	Cimento: metacaulim: fibra vegetal	1%	Caroá impregnada	CMCT

4.4. Ensaio de fibras

4.4.1. Absorção de água por imersão

Para determinação da absorção de água em fibras de sisal e caroá, com e sem tratamentos, as amostras foram previamente secas em estufa a 60 °C por 24 h, resfriadas em dessecador, pesadas e submersas em recipientes com água destilada (Figura 3). A verificação da capacidade de absorção foi realizada após 1/2, 2 e 24 h do início do teste, nestes momentos as fibras foram retiradas da água, secas superficialmente com papel absorvente e em seguida pesadas. Os resultados foram determinados de acordo com a Equação 1.

$$\text{Absorção de água (\%)} = \frac{P_1 - P_0}{P_0} \times 100 \quad (1)$$

Em que: P_0 é o peso seco inicial e P_1 é o peso após o período de imersão em água.



Figura 4. Teste de absorção de água em fibras vegetais.

4.5. Resistência à tração

Para determinar o comportamento mecânico pela resistência de tração das fibras vegetais, foi realizado os ensaios no Laboratório de Caracterização de Materiais da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da UFCG, localizada em Campina Grande, PB. O ensaio foi realizado utilizando a metodologia adaptada por Lopes (2009) na máquina de ensaio mecânico EMIC utilizando o programa Tesc, acoplada a uma célula de carga de 20 kN, a uma velocidade de deslocamento de $1 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$, conduzida para a ruptura da fibra (Figura 4).



Figura 5. Máquina de ensaios mecânicos (EMiC)

Para que as garras da máquina pudessem segurar a fibra, foi seguido o procedimento realizado por Lopes (2009), foram montados corpos de prova com o auxílio de papel tipo cartolina nas dimensões de 15 cm (comprimento) x 2,5 (largura), para que engate na garra (Figura 5). As fibras com comprimento de aproximadamente 20 cm foram colocadas a este suporte de papel deixando um comprimento útil de ensaio de 13 cm, e no momento do ensaio o papel foi cortado para obtenção dos resultados mecânicos do teste.

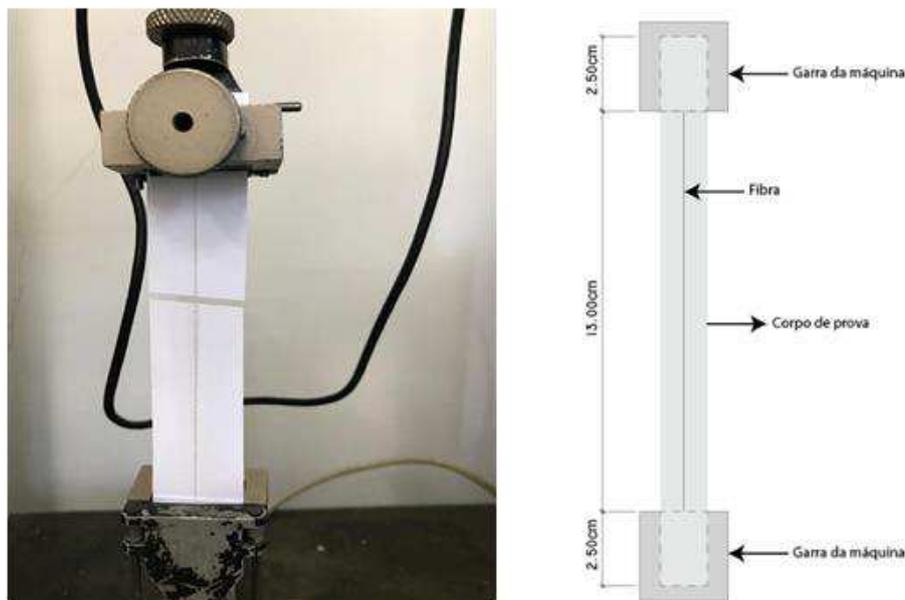


Figura 6. Fibra sendo tracionada no corpo de prova montado para tração direta

4.6. Tratamento das fibras

4.6.1. Pré-tratamento

Em referência aos tratamentos realizados para as fibras vegetais foi adotada a metodologia descrita por Lopes (2009), essas fibras necessitam de um pré-tratamento que melhore a sua superfície de adesão e que desobstrua os poros e lúmens, de resíduos, para que os sólidos presentes no licor pirolenhoso destilado possam penetrar entupindo-os, desta forma, causar um efeito impermeabilizante. O método utilizado foi a hidrólise organossolve, para a realização desse tratamento as fibras foram previamente lavadas em água morna ($50 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$), para a retirada dos resíduos resultantes do beneficiamento, e secas por 24 h a $60 \text{ }^\circ\text{C}$. Em seguida uma massa de 15 g de fibra foi submetida ao processo de hidrólise, acondicionada em reatores cilíndricos de aço inox, com capacidade de 200 mL, na qual ficou totalmente imersa em solução de etanol/água destilada, na proporção de 1:1 (Figura 6). Os cilindros com as fibras em solução de etanol/água destilada foram fechados e levados ao banho termostático em óleo a temperatura de $120 \text{ }^\circ\text{C}$, por 1 h, após esse tempo as fibras foram retiradas, resfriadas e lavadas com etanol comercial. A secagem foi realizada em duas etapas: ao ar livre por 12 h e na estufa a $60 \text{ }^\circ\text{C}$ por 24 h e armazenadas em dessecador para posterior impregnação.



Figura 7 .Tratamento de fibra por hidrólise organossolve

4.6.2. Impregnação com o licor pirolenhoso destilado

- Destilação do Licor Pirolenhoso

O licor pirolenhoso foi colocado em um recipiente de alumínio e aquecido até atingir a temperatura de 150 °C, para que ocorresse a condensação do vapor utilizando de forma mais rápida foram empregadas maiores quantidades do líquido.

O licor após atingir a temperatura de 150 °C, foi transferido para o balão e aquecido sob manta térmica (Figura 7) até atingir novamente uma tempera de 150 °C, dessa forma permitindo a retirada da água e parte do ácido acético presente em sua composição, obtendo assim o óleo creosoto, que foi utilizado para realização do tratamento da fibra.



Figura 8. Destilação do licor pirolenhoso em manta térmica.

- Determinação da viscosidade

A determinação da viscosidade do óleo foi realizada no LEP – UFCG (Laboratório de Engenharia de Pavimentos) utilizando o método de Viscosidade Rotacional, o aparelho utilizado foi o viscosímetro Brookfield (Figura 8), foi adicionado 10 mL do óleo ao Spindle SC4 21 Modelo RV a uma temperatura de 25 °C, velocidade de 10RPM/min e tempo de rotação de 5 s.



Figura 9. Viscosímetro Brookfield

- Impregnação do licor na fibra

As fibras foram acondicionadas em um kitassato acoplado pela abertura superior a um funil de decantação e conectado a uma linha de vácuo (Figura 9). Os pontos de acoplamento foram devidamente vedados para que não ocorresse interferência no vácuo a que as fibras foram submetidas. As fibras foram submetidas a 2 h de baixo vácuo, quando então o licor pirolenhoso (previamente acondicionado no funil de decantação) foi introduzido no interior do kitassato sobre as fibras até que elas ficassem totalmente submersas. O período de contato com as fibras foi de 15 min. As fibras impregnadas foram colocadas sobre um funil de porcelana para que o excesso de licor pirolenhoso fosse escorrido. Após a imersão foram levadas a estufa por 24 h a 60 °C para garantir a fixação do licor na superfície (Figura 9); após esse processo as fibras foram resfriadas e armazenadas em dessecador até a realização do ensaio (Lopes, 2009).



Figura 10. Sistema de destilação do licor pirolenhoso e fibras vegetais com e sem tratamento

4.7. Caracterização física

4.7.1. Absorção de água

O ensaio foi realizado no LACRA – UFCG, seguindo as especificações da norma NBR 9778 ABNT (1987), que descreve o método de ensaio da Argamassa e concreto endurecido – Determinação da absorção de água por imersão – Índice de vazios e massa específica.

Foram moldados cinco corpos de prova de formato cilíndrico de 5 x 10 cm para a determinação da absorção de água, sendo necessário determinar a massa da amostra ao ar e mantê-la em estufa à temperatura de 105 ± 5 °C eliminando, dessa forma, a presença de água em sua estrutura após o tempo de cura (7, 28 e 90 dias de cura), determinando a massa da amostra após permanência na estufa por 72 h atingindo dessa forma a constância da massa (Figura 11).

Atingido o equilíbrio, os corpos de prova foram pesados e colocados em contato com a água, de modo que os mesmos ficassem com um 1/3 do seu volume imerso nas primeiras 4 h, 2/3 nas 4 h subsequentes e completamente imersos nas 64 h restantes. A leitura das massas foi feita 24, 48 e 72 h depois do primeiro contato com a água (Figura 11). Após esse período foram realizadas as leituras dos corpos de prova.



Figura 11. Ensaio de absorção de água por imersão

A absorção dos corpos de prova pode ser calculada pela Equação 2:

$$\frac{M_{sat} - M_s}{M_s} \times 100 \quad (2)$$

Em que:

M_{sat} - Massa do corpo de prova saturado

M_s - Massa do corpo de prova seco em estufa

M_i - Massa do corpo de prova saturado, imerso em água

4.8. Caracterização mecânica

4.8.1. Flexão em três pontos

O ensaio de flexão foi realizado seguindo a NBR 12142 ABNT (2010) utilizando cinco corpos de prova. As análises foram realizadas no Laboratório de Caracterização de Materiais da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da UFCG, utilizando a máquina Emic como a prensa, apresentando os valores de carga em 50 N.s^{-1} (Figura 12), utilizando da maior força

(pico máximo) proporcionada na máquina para obter a resistência à tração na flexão ($f_{ct,f}$) em MPa.



Figura 12. Ensaio de flexão em três pontos.

A resistência a tração na flexão deve ser calculada de acordo com a Equação 4:

$$F_{ct,f} = \frac{F \cdot x \cdot \ell}{b \cdot x \cdot d^2} \quad (4)$$

Caso a ruptura ocorra fora do terço médio, a uma distância deste não superior a 5% de ℓ calcula-se a resistência a tração na flexão pela Equação 5:

$$F_{ct,f} = \frac{3 \cdot F \cdot x \cdot a}{b \cdot x \cdot d^2} \quad (5)$$

Em que:

$F_{ct,f}$ – Resistência à tração na flexão (MPa)

F - Carga máxima apresentada pela prensa hidráulica (N)

ℓ - Dimensão do vão entre apoios (mm)

b - Largura do corpo de prova (mm)

d - Altura do corpo de prova (mm)

a - Distância entre a linha de ruptura na face tracionada e a linha do apoio mais próximo (mm)

4.8.2. Tração por compressão uniaxial

Seguindo as normas da NBR 7222 ABNT (2010) foi realizado o ensaio de compressão uniaxial utilizando a máquina Autograph da Shimadzu AG – IS (Figura 13), com capacidade máxima de 100 kN. Para esse ensaio foram utilizados cinco corpos de prova de cada tratamento.



Figura 13. Ensaio de compressão uniaxial na máquina Shimadzu AG - IS

A resistência a compressão foi calculada pela Equação 6:

$$f_{tD} = \frac{2F}{p \cdot d \cdot L} \quad (6)$$

Em que:

F_{ID} - Resistência a tração por compressão uniaxial, expressa em MPa, com aproximação de 0,05MPa

F - Carga máxima obtida no ensaio (kN)

d - Diâmetro do corpo de prova (mm)

L - Altura do corpo de prova (mm)

4.9. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Após a análise dos corpos de prova por flexão em três pontos, os corpos rompidos foram utilizados para a análise de microscopia óptica pertencente ao Laboratório de Microscopia e Engenharia Mecânica - UFCG, utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura Vega3 da marca Tescan, operando a voltagem acelerada de 30 kV (Figura 14), sob alto vácuo.

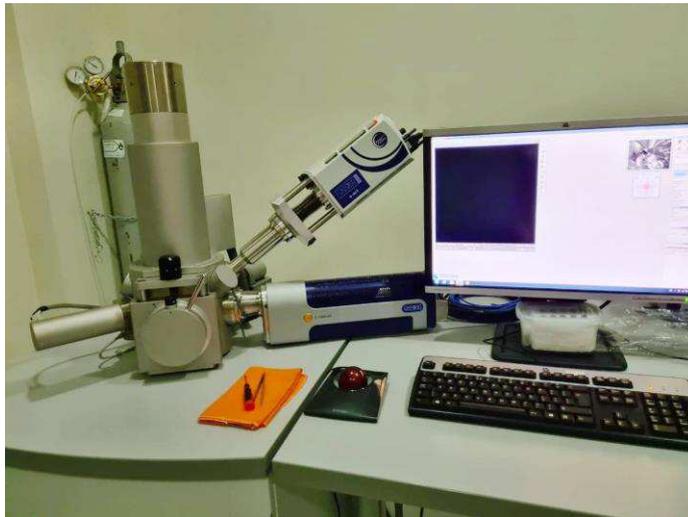


Figura 14. Microscópio eletrônico de varredura Vega3 da marca Tescan

Para a realização dessas análises as amostras tiveram que passar por um processo de metalização, sendo necessário a metalização com ouro pelo aparelho Sputtering – Metalizador Shimadzu – IC-50 (Figura 15).



Figura 15. Processo de metalização das amostras

4.10. Caracterização química

4.10.1. Difração de raios-X (DRX)

As difratometrias de raios-X foram realizadas no Laboratório de Caracterização de Materiais da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da UFCG, utilizando o aparelho Lab X XRD-6000 da marca Shimadzu (Figura 16). A finalidade do ensaio foi determinar as fases do material, a identificação dos compostos e picos presentes foi realizada utilizando o programa X'Pert High Score Plus da Panalytical.



Figura 16. Difratorômetro de Raios X (DRX) Shimadzu XRD-6000

Os corpos com 28 dias, após a realização do teste de compressão uniaxial, foram macerados até serem transformadas em pó e passados em uma peneira de malha 200 (Figura 17), armazenadas em sacos plásticos hermeticamente fechados para não haver absorção de umidade e levadas para laboratório para a realização das análises.



Figura 17. Preparação das amostras para a análise no DRX

4.10.2. Determinação da cristalinidade das fibras

As análises de difratometria de raios -X (DRX) foram utilizadas para a determinação da influência dos tratamentos na cristalinidade das fibras na matriz cimentícias, pela análise da celulose cristalina, principal componente macromolecular das fibras vegetais. A cristalinidade da celulose foi calculada de acordo com o método empírico de Segal descrito por Subramanian et al. (2005) na Equação 7:

$$\text{Cristalinidade (\%)} = \frac{(I_{002} - I_{am})}{I_{002}} \times 100 \quad (7)$$

Em que:

I_{002} - Intensidade máxima difratada pelo plano 002 da forma cristalográfica da celulose em $2\theta \sim 22$

I_{am} - Intensidade da difração do material amorfo a $\theta = 18^\circ$

4.11. Caracterização térmica

Foi montando um aparelho experimental para o cálculo do coeficiente de condutividade térmica que se fundamenta na lei de Fourier, para regimes estáticos. As análises seguiram o princípio termodinâmico da transferência de calor, a partir de um protótipo hermeticamente fechado, dividido em dois ambientes separados pela placa de argamassa, cada placa com área de 19,0 x 15,0 e 2,0 cm de espessura (Figura 18), estando uma face da amostra submetida à exposição de energia radiante.



Figura 18. Placa utilizada para o ensaio de condutividade térmica.

O aparelho utilizado foi protótipo montado em MDF (Figura 19), com dimensões de 56 x 23 x 20 e 1,5 cm de espessura, e seu isolamento interno foi feito por isopor com 1,2 cm de espessura; a placa para análise dividiu o protótipo em dois ambientes de dimensões iguais. Em cada um dos ambientes foram instalados sensores de temperatura, o DS18B20 ficou posicionado no centro de cada placa (mesma altura da lâmpada) para registro da temperatura superficial e o DHT22 para registro da temperatura do ar. No primeiro ambiente, foi feito o uso de uma lâmpada halógena com potencial de 15 W e todas as faces de isopor coberta com um papel alumínio. No segundo ambiente foi realizada a instalação de três cooler: dois dissipadores e uma pastilha termoelétrica Peltier TEC1-12706 para o resfriamento do ambiente.

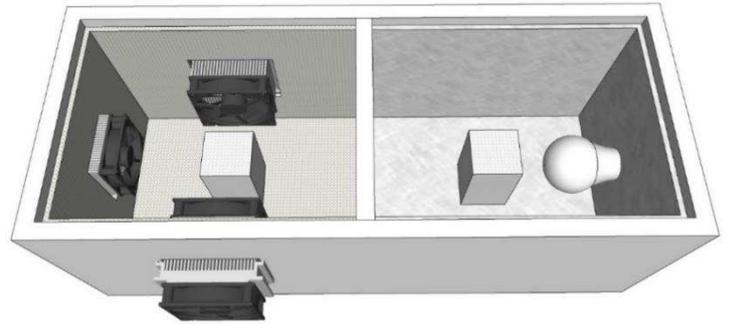


Figura 19. Câmara de fluxo térmico

Seguindo a metodologia descrita por Rocha (2019), o sistema foi programado para coleta de dados a cada minuto no período de 4 h. Com a obtenção dos dados da temperatura do ar e superfície da placa, foram calculados a condutividade térmica da placa e a taxa de transferência de calor por convecção no ambiente 2. Para o coeficiente de condutividade (k) foi utilizado a lei de Fourier que define o valor de espessura da placa e do gradiente de temperatura entre as faces. Para a taxa de transferência de calor foi utilizada a lei de Newton.

Para a placa sob estudo, foi aplicada a lei de Fourier em que define o valor da taxa de transferência de calor por condução, sendo diretamente proporcional a área normal na direção do fluxo, inversamente proporcional a espessura e diretamente proporcional ao gradiente de temperatura das faces da placa ($T_{\text{face-exposta}}$ e $T_{\text{face-oposta}}$), conforme a Equação 8. A constante de proporcionalidade (λ) é o coeficiente de condutividade térmica.

$$q_{cond} = \lambda \cdot A \cdot \frac{T_{face-exposta} - T_{face-oposta}}{e} \quad (8)$$

Em que:

q_{cond} - Taxa de transferência de calor por condução (W)

A - Área da superfície exposta da placa (m²)

λ - Coeficiente de condutividade térmica por condução (W.m⁻¹. K⁻¹)

$T_{face-oposta}$ - Temperatura da face oposta da placa (K)

$T_{face-exposta}$ - Temperatura da face exposta pela placa, em contato com o painel radiante (K)

e - Espessura da placa (m)

Diante do exposto, o valor do coeficiente de condutividade térmica (λ) foi calculado a partir da Equação 9.

$$\lambda = \frac{e \cdot q_{cond}}{A \cdot (T_{face-exposta} - T_{face-oposta})} \quad (9)$$

Sendo utilizado o cálculo da taxa de transferência de calor por convecção utilizando a lei de resfriamento de Newton, conforme a Equação 10.

$$q_{convc} = A \cdot h (T_{face-oposta} - T_{ar-oposto}) \quad (10)$$

Em que:

q_{convc} - Taxa de transferência de calor por convecção (W)

A - Área da superfície exposta da placa (m²)

h - Coeficiente médio de transferência de calor por convecção (W.m⁻².K⁻¹)

$T_{ar-oposto}$ - Temperatura do fluido no ambiente refrigerado (K)

$T_{face-oposta}$ - Temperatura da face oposta da placa, não em contato com painel radiante (K)

Considera-se que $h = 1/Ser$, em que Ser tem valor igual a $0,04 \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^{-1}$, para o ar, de acordo com a NBR 15.220 (ABNT, 2005), considerando a direção do fluxo de calor horizontal, logo $h = 25 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$.

4.12. Delineamento experimental e análise estatística

O delineamento experimental utilizado foi o de blocos casualizados em esquema fatorial $2 \times 2 \times 2 + 2$, sendo 2 tipos de fibras (caroá e sisal), 2 tratamentos na fibra (com e sem impregnação), 2 tratamentos da matriz (com e sem metacaulim) e 2 testemunhas (com e sem metacaulim sem fibras vegetais), em 5 repetições, para os testes de absorção de água foram utilizadas 3 repetições. Os resultados obtidos para os tratamentos foram comparados pelas suas médias através do teste “F”, e as médias comparadas entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Ensaio das fibras

5.1.1. Absorção de água por imersão

O tratamento por impregnação tem como objetivo reduzir significativamente a absorção de água, sendo assim, o tratamento apresentou eficiência na redução da hidrofiliabilidade para as fibras de sisal e caroá como pode ser verificado na Tabela 6:

Tabela 6. Absorção de água das fibras vegetais não tratadas e impregnadas com licor pirolenhoso.

Fibra vegetal	Absorção de água (%)		
	Tempo de imersão (h)		
	1/2 h	2 h	24 h
	média - s	média - s	média - s
Sisal	227 - 32	258 - 17	309 - 29
Caroá	131 - 7	142 - 8	158 - 15
Sisal impregnada	43 - 11	54 - 4	60 - 8
Caroá impregnada	24 - 14	39 - 4	45 - 9

s - Desvio padrão

As fibras sem tratamento apresentaram um ganho de peso por absorção de água de até 13,65% em 2 h e 19,76% em 24 h quando comparadas as fibras impregnadas, indicando maior impermeabilidade das fibras tratadas, no que concerne à absorção de água pela fibra de sisal. No mesmo contexto, Lopes (2009) verificou que a impregnação em que as fibras de sisal foram previamente hidrolisadas a 120 °C, apresentou as menores absorções com reduções de até 66%, com relação às fibras não tratadas.

As fibras impregnadas de sisal apresentaram uma absorção de água de 60% em 24 h e as fibras sem tratamento apresentaram uma absorção de 309% em 24 h de teste (Tabela 6). As fibras não tratadas absorveram uma quantidade maior de água nas primeiras horas de tratamento e desta forma nos períodos próximos a 24 h ocorreu a redução da absorção. Em trabalho realizado por Gualberto (2020) o tratamento das fibras de sisal com solução de maior teor de

lignosulfonato, apresentaram aumento na absorção final, se comparadas com a fibra sem tratamento, indicando que o caráter hidrofílico das fibras foi potencializado. Dessa forma pode constatar que o tratamento utilizado para a fibra viabiliza sua utilização de modo a reduzir a absorção.

Ao comparar as fibras da Tabela 6, a fibras de caroá não tratadas e impregnadas apresentaram menor absorção de água quando comparadas as fibras de sisal. Neste caso, as fibras de caroá e impregnadas absorveram 33,33% menos em comparação ao sisal em 24 h. Uma menor absorção nas fibras poderá reduzir a migração dos produtos da hidratação para o interior das fibras, diminuir a variação dimensional e melhorar a interação matriz e fibras (Souza et al., 2017).

As fibras impregnadas de sisal absorveram 43% em 30 min, 54% em 2 h e 60% em 24 h (Tabela 6), enquanto as fibras de caroá absorveram 24% em 30 min, 39% em 2 h e 45% em 24 h. Portanto, o tratamento de impregnação para as fibras de caroá obteve melhor resultado ao serem comparados com as fibras de sisal. Em trabalho desenvolvido por Marinho et al. (2014), foi realizado um teste de absorção de água em fibras vegetais tratadas quimicamente e impregnadas com licor pirolenhoso, obtendo valores de 6% em 30 min, 11% em 2 h e 13% em 24 h para o teste de absorção de água para fibra de caroá e 15% em 30 min, 20% em 2 h e 22% em 24 h para fibras de sisal. As fibras vegetais, também denominadas de lignocelulósicas, apresentam características hidrofílicas decorrentes principalmente da presença de celulose não cristalizada e hemicelulose, o que propicia geralmente uma umidade na faixa de 8 a 12% (Paula, 2011). O baixo potencial de umidade obtido é essencial para aplicação em um produto de durabilidade prolongada, como é o caso de compostos cimentícios (Salazar, 2007).

As fibras de caroá não tratadas apresentaram um ganho de massa por absorção de 8,36% em 2 h e 11,26% em 24 h quando comparadas as fibras impregnadas (Tabela 6). Este resultado interfere diretamente na confecção do compósito reduzindo os impactos gerados a matriz cimentícia. Em estudos desenvolvidos por Lopes (2009), as fibras de caroá quando hidrolisadas a 120 °C e impregnadas apresentam resultados que foram estatisticamente ainda mais expressivos, com absorções de 8%, em 1/2 h, 13%, em 2 h, e 15%, em 24 h, representando reduções de 85 a 99%, com relação às fibras não tratadas e de 7 a 13%, com relação às demais fibras impregnadas, ao longo do tempo de ensaio.

Portanto, os tratamentos com fibras impregnadas foram significativos ao serem comparados com as fibras não tratadas utilizando o teste de Tukey, além disso, as fibras vegetais de caroá não tratadas e impregnadas foram significativas ao serem comparadas as fibras de sisal.

5.1.2. Ensaio de tração direta das fibras vegetais

Foram realizadas as análises de 30 fibras individuais, para a avaliação da resistência mecânica da fibra de sisal tratada e não tratada e verificou-se que o tratamento interfere diretamente na tensão da fibra, de acordo com a Tabela 7.

Tabela 7. Propriedades mecânicas das fibras de sisal e caroá, não tratadas e impregnadas.

Fibra vegetal	Força (N)		Tensão (Mpa)		Alongamento (mm)		Módulo elasticidade (Gpa)	
	min - máx	média -s	min - máx	média -s	min - máx	média -s	min - máx	média -s
Sisal	5,14 - 26,07	5,75	293,77 - 1030,69	567,82	0,92 - 1,45	0,35	4,36 - 33,78	5,73
Sisal trat.	2,51 - 13,82	2,98	94,90 - 634,34	234,10	0,29 - 3,07	1,42	3,84 - 20,38	5,67
Caroá	2,26 - 6,85	1,55	69,81 - 385,29	90,58	1,35 - 3,27	0,55	4,20 - 19,29	10,38
Caroá trat.	2,77 - 9,62	1,93	108,76 - 557,99	129,99	0,70 - 2,08	0,35	5,43 - 27,89	6,47

s - Desvio padrão

As fibras de sisal sem tratamento apresentaram valor máximo de tensão de 1030,69 Mpa contra 634,34 Mpa da fibra tratada, sendo 65,75% menor que a fibra não tratada, o valor mínimo foi bem superior ao ser comparado com a fibra tratada. A força aplicada para o rompimento da fibra foi reduzida após o tratamento térmico para a impregnação, ocorrendo redução no módulo elasticidade com máxima de 33,78 Gpa (fibra natural) para 20,38 Gpa (fibra tratada) tendo uma redução de 65,75%, o tratamento da fibra interfere diretamente em suas características físicas e mecânicas.

Mesmo a tensão aumentando houve redução em outras características da fibra gerada pela remoção de alguns de seus componentes químicos, tornando a fibra mais susceptível à ação de alguns elementos presentes no licor pirolenhoso como o ácido acético. Segundo Lopes (2009), as propriedades mecânicas das fibras impregnadas foram bastante influenciadas pelo tratamento, havendo redução de 55% da força e tensão, 42% no alongamento e de 34% no módulo de elasticidade quando comparadas às fibras não tratadas. Além disso, segundo Costa *et al.*, (2012), de uma maneira geral, as fibras de natureza vegetal apresentam uma alta variabilidade de suas propriedades em função das dimensões, formas e diâmetros; sejam fibras da mesma espécie ou outras fibras vegetais. Isso ocorre porque as fibras vegetais, em geral, são de natureza anisotrópica, ou seja, suas propriedades mudam com relação a sua forma ou direção, influenciando diretamente as propriedades dos materiais por elas (fibras vegetais) produzidas.

O teste da fibra de caroá foi realizado visando analisar as características mecânicas das fibras impregnadas e sem tratamento. O tratamento favoreceu o aumento da tensão, passando de 385,29 Mpa (fibra não tratada) para 557,99 Mpa (fibra impregnada), ocorrendo um aumento de até 44% em sua tensão (Tabela 7). A modificação em sua estrutura química devido à perda de material cimentante e redução da lignina pode ocasionar o aumento à resistência e tração. Em avaliação realizada por Lopes (2009), as fibras de caroá apresentam composição química de 72% de celulose e 13,5% de lignina, o tratamento de impregnação altera o comportamento da lignina e microfibrilas atribuindo maior resistência e perda de elasticidade.

A força aplicada para ruptura da fibra aumentou após o tratamento em até 40,04%, ocorreu o ganho de 65,75% no módulo elasticidade e diminuição do alongamento na fibra. Resultados encontrados por Lopes (2009) corroboram os resultados da análise pela comparação com valores obtidos para fibras não tratadas; observou-se acréscimo de 43% para a força e 42% para a tensão máxima suportadas até a ruptura, e de 51% para o módulo elasticidade.

5.2. Teste de viscosidade

Em análise realizada com o destilado do licor pirolenhoso, obteve-se a viscosidade de 360 cP (Tabela 8), sendo este considerado o ponto de viscosidade com maior penetrabilidade para a impregnação do óleo na fibra vegetal. Segundo Bridgwater (2012), a viscosidade do bio-óleo é dependente de características da biomassa e conteúdo de água no óleo, além de estar vinculado com a estabilidade do óleo, visto que com o passar do tempo, verifica-se o processo de envelhecimento, isto é, reações secundárias continuam a ocorrer de forma a aumentar a viscosidade do óleo de alcatrão.

Tabela 8. Teste de viscosidade em destilado de licor pirolenhoso

Viscosidade (cP)	Velocidade (RPM)	Torque (%)	Tensão de cisalhamento (D/cm ³)	Taxa de cisalhamento (1/sec)	Temperatura (°C)
360	10	7,2	33,48	9,30	25

Uma viscosidade igual ou superior a 400 cp torna-se inviável a impregnação do óleo na fibra devido a sua penetrabilidade na fibra vegetal tornando o material muito viscoso. De acordo com Pimenta (2018), deve ser levado em consideração a possibilidade de ajustar o tempo de

reação do óleo de alcatrão para se obter uma viscosidade final. Para esse estudo, o tempo foi ajustado para a obtenção de uma viscosidade a de cerca de 500 cP, permitindo a geração de misturas de colagem com viscosidades aceitáveis para serem aplicadas pelo equipamento atualmente utilizado para colagem de compensado nas indústrias brasileiras; dessa forma a viscosidade final do adesivo foi ajustada para está na faixa de 400 a 600 cP.

O licor pirolenhoso é instável, podendo sofrer polimerização e condensação ao longo do tempo. Essas reações são favorecidas com o aumento de temperatura e na presença de ar e luz, resultando em um aumento de viscosidade (Bridgwater, 2003). Por este motivo, se o produto for armazenado por algum período sua viscosidade deverá ser analisada para a impregnação do produto na fibra vegetal.

5.3. Caracterização física dos compósitos

5.3.1. Absorção de água por imersão

- Sisal

O teste físico de absorção de água foi realizado para os compósitos com cura de 7, 28 e 90 dias, objetivando analisar se a tendência das fibras tratadas foi de absorver menor quantidade de água após a incorporação a matriz cimentícia (Figura 20). Os compósitos com fibras de sisal de modo geral se comportam melhor em testes de absorção com as fibras impregnadas. As fibras sem tratamento apresentam grande variação dimensional; a realização do tratamento reduz significativamente essa característica que é extremamente importante para composição de corpos com menor formação de espaços vazios.

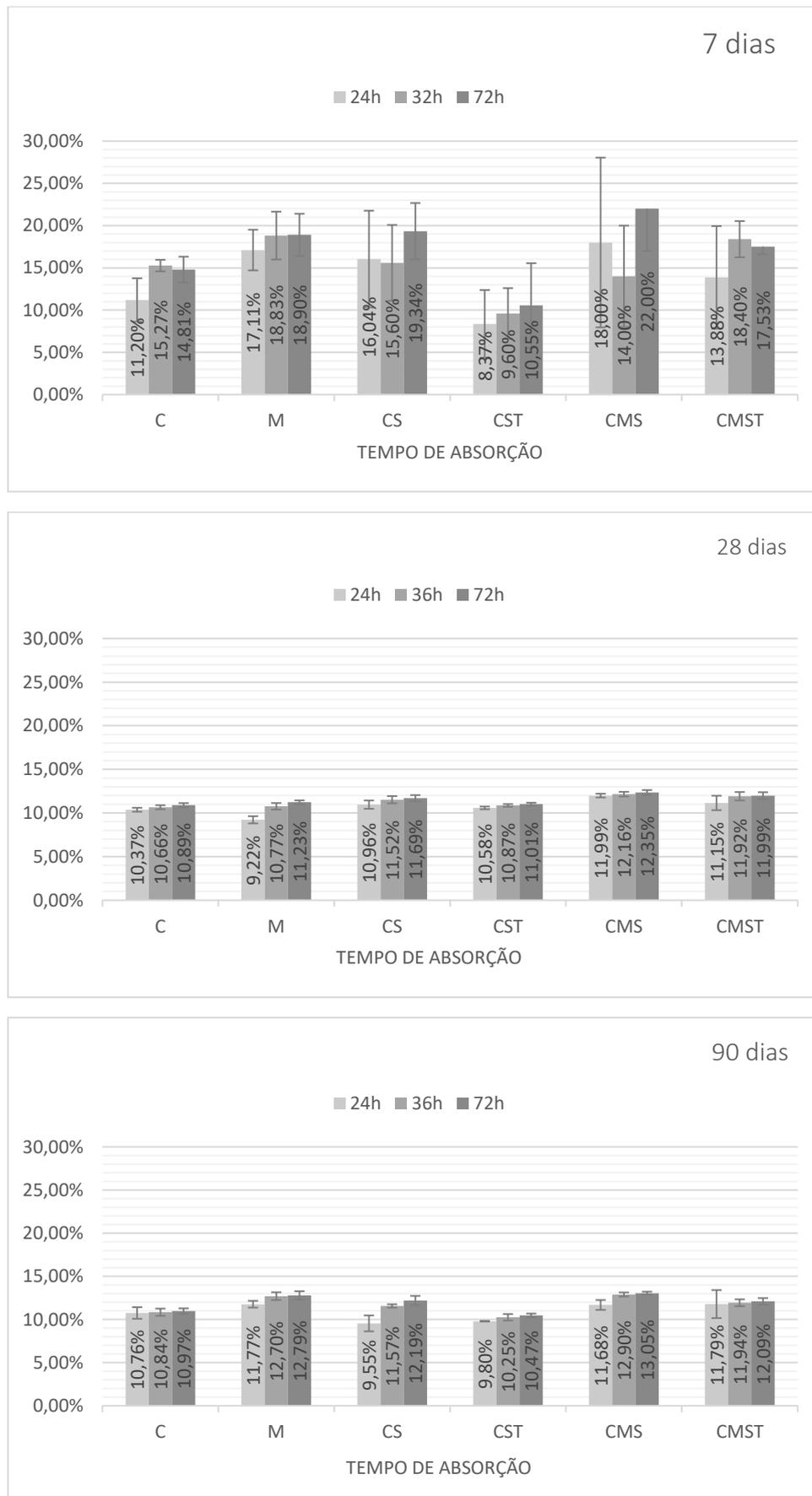


Figura 20. Absorção de água por imersão em corpos de prova com fibra de sisal, em períodos de 24, 36 e 72 h. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e sisal natura (CS), matriz de cimento + metacaulim e sisal natural (CMS), matriz de cimento e sisal tratado (CST) e matriz de cimento + metacaulim e sisal tratado (CMST) aos 7, 28 e 90 dias de cura.

O período de 7 dias de cura (Figura 20) o tratamento CST com 72 h de absorção foi de 4,77% inferior a testemunha só com cimento (C) e 16,42% ao tratamento CS (cimento e sisal). Segundo Carvalho, Cavallini Neto e Candido (2016) esse comportamento pode indicar que a fibra de sisal agiu na obstrução inicial dos poros permeáveis da mistura, proporcionando uma barreira de absorção nos primeiros instantes.

Os compósitos com fibras de sisal impregnadas (CST) no período de cura de 28 dias (Figura 20), apresentaram comportamento semelhante aos 7 dias de cura, no qual se sobressaiu por absorver uma menor quantidade de água ao ser comparado aos demais tratamentos. Sua absorção foi de 11,01%, sendo menor (6,17%) que CS. A redução de absorção é fundamental nos impactos gerados no enfraquecimento da estrutura fibrilar, pois aumenta a absorção de álcalis provenientes da água existente na matriz provocando a sua mineralização e reduzindo o tempo de durabilidade do compósito. Segundo Rocha (2020), as matrizes com metacaulim absorveram uma maior quantidade de água ao serem comparadas as matrizes só com cimento nesse período de cura, bem como foi detectado que o nível de absorção de água e a porosidade aumenta com a elevação da porcentagem do metacaulim, por consequência os compósitos com adição de metacaulim obtiveram valores superiores de absorção.

Os tratamentos em matriz com metacaulim demonstraram maior absorção nos compósitos aos 90 dias de cura, fato este observado nos outros períodos (Figura 20). O tratamento CST continuou sendo o melhor para todas as curas, absorvendo uma menor quantidade de água em relação aos demais; ao ser comparado com o tratamento CMST houve uma redução de 8,9% em absorção no período de 72 h. É possível notar a eficiência do tratamento ao comparar os corpos com mesma matriz, no qual o tratamento CMS absorveu 18,09% a mais de água que o tratamento CMST. Esta característica é de grande relevância, uma vez que de acordo com o limite estabelecido pela norma NBR 7581, telhas de fibrocimento sem amianto devem ter teor igual ou inferior a 37%, atendendo dessa forma as normas.

- Caroá

As fibras de caroá impregnadas demonstraram, em testes anteriores, melhores características hidrofóbicas ao serem comparadas com a fibra de sisal, além disso, o tratamento potencializou essa característica reduzindo significativamente a porcentagem de absorção. O teste de absorção de água em compósitos com fibras de caroá no período em cura de 7 dias (Figura 21) as fibras sem tratamento em matriz só com cimento (C) obtiveram uma média de 11,03%, enquanto CCT absorveu 11,27% em 72 h. Em matriz com metacaulim a absorção foi maior, o tratamento com impregnação (CMCT) e o sem tratamento (CMC) absorveram a mesma quantidade de água no período de 72 h.

Os corpos de prova com a fibra de caroá tratada só com a matriz cimentícia desempenharam melhores resultados para as curas de 28 e 90 dias. Na Figura 21 pode ser notado que o CCT (10,72%) absorveu menor quantidade de água ao ser comparado com CC (11,99%) e CMCT (11,22%) no período de 72 h de absorção com cura de 28 dias, ocorrendo uma diminuição de 11,84% (C) e 4,66% (CMCT). Em trabalho desenvolvido por Silva (2015), ao utilizar o tratamento térmico de fibras de eucalipto no fibrocimento, variando de 0° a 230 °C, foi verificado que as amostras apresentaram diminuição da absorção de água. Tessaro et al. (2015) utilizando ortosilicato de tetraetila (TEOS – 98%) para modificação superficial de fibras de polpa celulósica com a finalidade de utilizá-las como reforço em fibrocimento, observaram que os compósitos de fibrocimentos reforçados com as fibras modificadas (após 28 dias de cura) apresentaram menor percentual de porosidade aparente, menor absorção de água e melhores propriedades mecânicas frente a compósitos reforçados com fibras não modificadas.

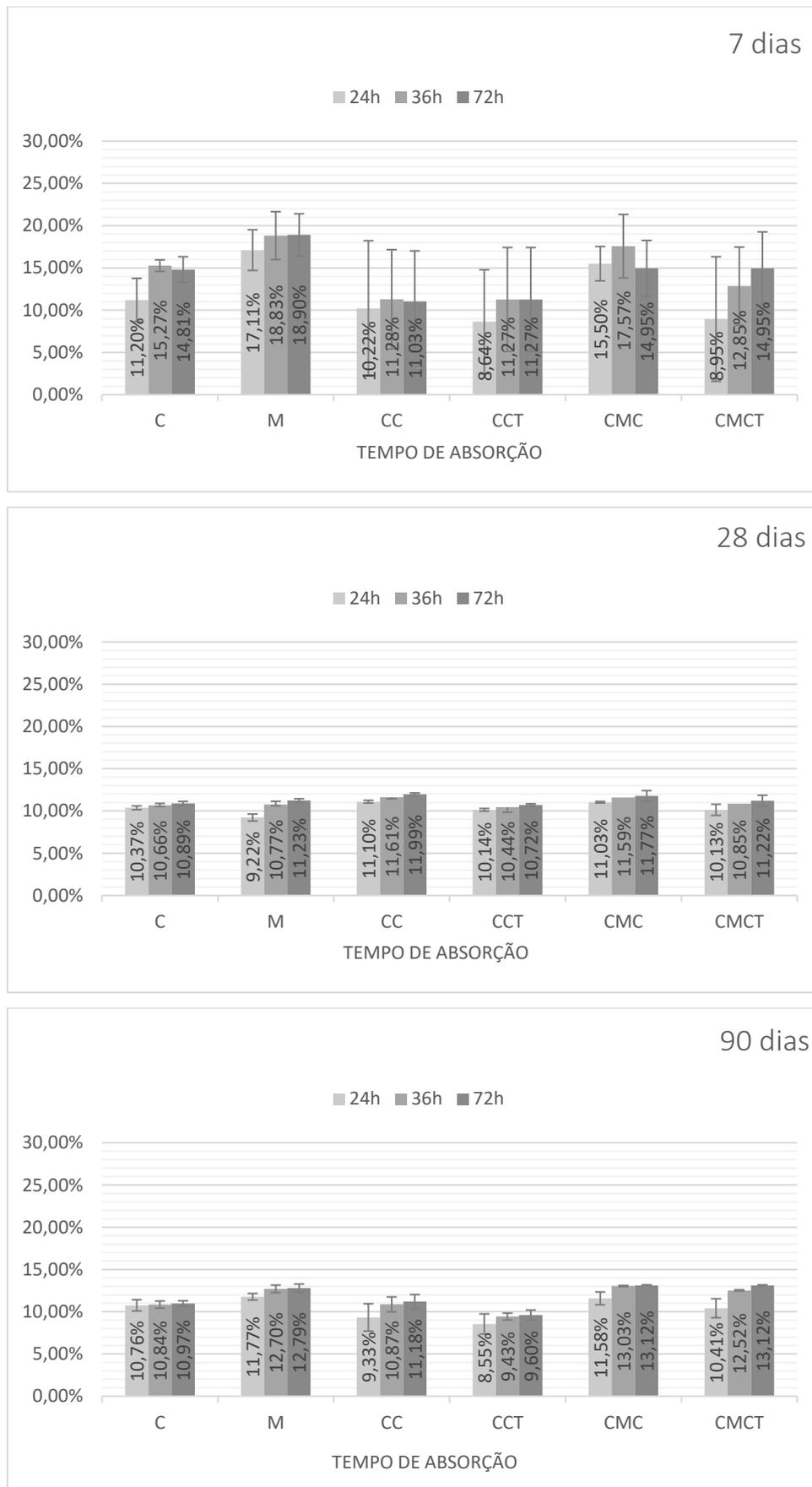


Figura 21. Absorção de água por imersão em corpos de prova com fibra de caroá, em períodos de 24, 36 e 72 h. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e caroá natura (CC), matriz de cimento + metacaulim e caroá natural (CMC), matriz de cimento e caroá tratado (CCT) e matriz de cimento + metacaulim e caroá tratado (CMCT) aos 7, 28 e 90 dias de cura.

As fibras com tratamento se mostraram eficientes mesmo após os 90 dias (Figura 21) de cura, os corpos de prova com fibras impregnadas obtiveram resultados superiores ao serem comparados as fibras não tratadas, dessa forma o melhor tratamento continuou sendo o CCT com absorção de 9,60% após as 72 h. O tratamento CMCT absorveu 36,66% mais água que CCT e a mesma quantidade de 13,12% que o tratamento CMC. Neste caso pode ser constatado que a matriz com metacaulim interfere diretamente no compósito tornando a matriz hidrofílica. Em pesquisas com fibras vegetais, Rossi et al., (2014) verificaram que na produção de compósitos com fibras de cana-de-açúcar a resistência à flexão e absorção são parâmetros básicos para produção de telhas de fibrocimento e atendem os padrões desejáveis, bem como, observaram que a absorção de água teve uma média de 11%, sendo o limite aceitável de 37%, ou seja, tem um ótimo desempenho.

Ainda em análise realizada pelo teste estatístico de Tukey não houve diferença significativa para os períodos de cura de 7 dias e 28 dias, já para o período de cura de 90 dias os tratamentos foram significativos em relação as fibras vegetais não tratadas.

5.3.2. Teste de flexão em três pontos

- Fibra vegetal de sisal

Foi utilizado 1% de fibra de vegetal para confecção dos compósitos, o gráfico (Figura 22) com a cura de 7 dias o sisal apresentou melhor desempenho para o tratamento CST apresentando média de 1,56 MPa superior aos demais, sendo 52,94% maior que CS e 56% que CMST, ao ser comparado com a testemunha (C) obteve um aumento no ganho de resistência de 10,63%. Dessa forma, Izquierdo (2011), em seu estudo, ressaltou que a presença de fibras de sisal no concreto possivelmente provoca falhas no material, menor compactação e maior índice de vazios, que podem ser provenientes da retenção significativa de água ocasionadas por sua falta de tratamento antes de serem adicionadas ao concreto.

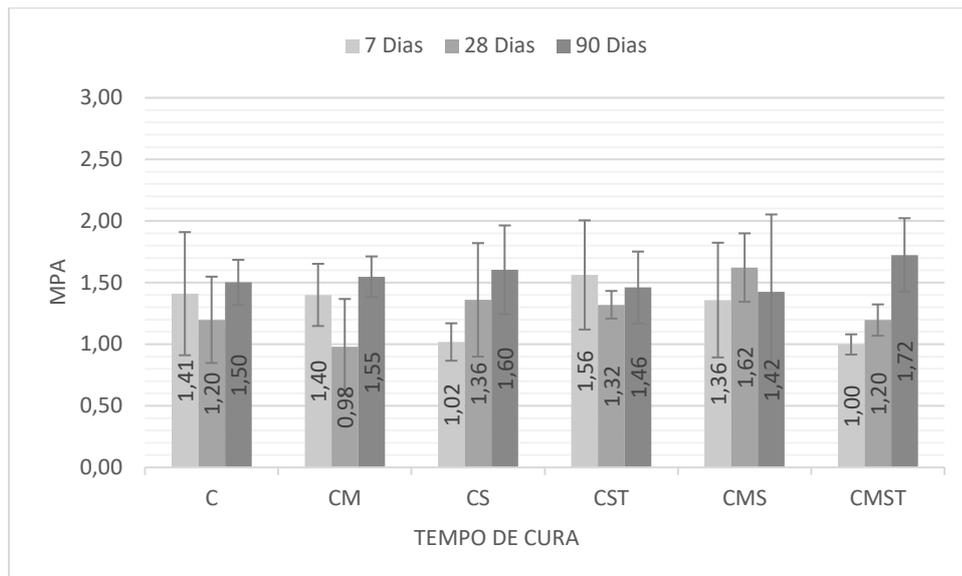


Figura 22. Gráfico de tensão para o teste de flexão em três pontos em fibras de sisal. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e sisal natura (CS), matriz de cimento + metacaulim e sisal natural (CMS), matriz de cimento e sisal tratado (CST) e matriz de cimento + metacaulim e sisal tratado (CMST) aos 7, 28 e 90 dias de cura.

Para a cura de 28 dias todos os tratamentos obtiveram ganho em sua resistência mecânica ao serem comparados as testemunhas (Figura 22). O tratamento CMS com média de 1,62 Mpa obteve melhor comportamento mecânico para o teste, sendo 65,30% superior à testemunha com matriz com metacaulim (M), ao ser comparado com o tratamento com incorporação de fibra impregnada foi 22,72% maior que CST e 35% que CMST. Foi observado que ao inserir as fibras ocorreu alteração da tenacidade do compósito, uma vez que o reforço torna possível o aumento da absorção de cargas na matriz, ademais, a adição de metacaulinita em substituição parcial ao cimento Portland, produz produtos hidratados devido à reação pozolânica, resultando no aumento de sua resistência mecânica (Souza, 2008).

O tratamento CMST, o ganho de resistência foi crescente obtendo média de 1,72 Mpa em cura de 90 dias (Figura 22), além disso, foi superior aos demais tratamentos para cura de 90 dias, quando comparado ao tratamento CMS em que a fibra de sisal, que não foi tratada, obteve ganho de 21,12% em sua resistência mecânica. A fibra mesmo em uma matriz com pozolana inicia o processo de degradação que influencia diretamente na resistência do compósito, deste modo o tratamento CMS diminuiu a sua resistência ao longo do tempo. Segundo Gualberto et al. (2020) aos 28 dias o compósito com fibra de sisal tratada teve uma tenacidade muito elevada quando comparados aos demais, apresentando um valor médio duas vezes maior que a média

da fibra sem tratamento, obtendo tratamentos aos 90 dias com ganho de 37% ao serem comparados aos resultados de 28 dias.

- Fibra vegetal de caroá

O comportamento à tensão das fibras de caroá (Figura 23), os corpos de prova com fibras sem tratamento foram superiores às fibras tratadas. As fibras sem tratamento tiveram um melhor desempenho, havendo redução de resistência de 100% para o tratamento CCT em relação ao CC e 40% para o tratamento CMCT quando comparado ao tratamento CMC para cura de 7 dias. As fibras sem tratamento apresentam uma superfície de maior irregularidade e, ao serem tratadas, essa superfície se torna mais uniforme e lisa tornando a aderência fibra/matriz mais frágil.

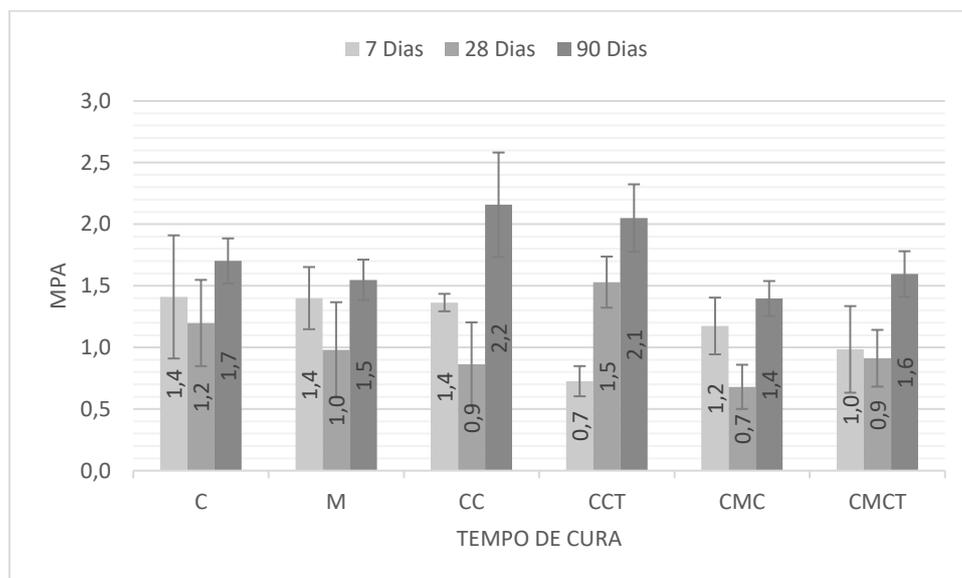


Figura 23. Gráfico de tensão para o teste de flexão em três pontos em fibras de caroá. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e caroá natural (CC), matriz de cimento + metacaulim e caroá natural (CMC), matriz de cimento e caroá tratado (CCT) e matriz de cimento + metacaulim e caroá tratado (CMCT) aos 7, 28 e 90 dias de cura.

A cura de 28 dias o tratamento CCT obteve média de 1,5MPa, desempenhando melhor resistência quando comparado aos demais tratamentos, nesse período de cura a resistência dos

compósitos com fibras impregnadas tiveram um aumento superior às fibras sem tratamento (Figura 23). Os compósitos com fibras impregnadas geraram um ganho significativo em sua tenacidade, o tratamento CCT foi 66,66% maior que o tratamento CC e o tratamento CMCT foi 28,57% maior em relação ao tratamento CMC.

Na cura de 90 dias (Figura 23) a tensão do tratamento CC foi de 2,15 Mpa e CCT 2,05 Mpa, já o tratamento CMCT foi de 1,6 Mpa, sendo 14,32% maior que o tratamento CMC. Para todos os tratamentos com fibras a tensão aumentou com os 90 dias de cura, passando a ter maior resistência que as testemunhas. Na confecção das matrizes cimentícias com metacaulim foi levado em consideração a quantidade de pozolana que houvesse menor agressão para a fibra vegetal, mas devido a essa substituição houve interferência nas reações necessárias para uma maior resistência do material. Como foi constatado por Dinakar, Sahoo e Sriram (2013), essa redução pode ser explicada pelo efeito de diluição do clínquer, que é um resultado da substituição de uma parte do cimento pela quantidade equivalente de metacaolinita. Isso porque, para que haja a continuidade das reações pozolânicas, é preciso que haja hidróxido de cálcio (CH) suficiente na mistura. Quando todo o CH é consumido, a metacaolinita em excesso não tem com quem reagir quimicamente ficando inerte na mistura, podendo gerar o efeito filler.

Resultados da ANOVA de acordo com teste estatístico de Tukey para os tratamentos não houve diferença significativa para as curas de 7 e 28 dias, já para a cura de 90 dias as fibras impregnadas não foram significativas. Para os tratamentos analisando com a cura de 90 dias, a matriz só com cimento foi significativa estatisticamente ao ser comparada com a matriz com metacaulim.

5.3.3. Compressão axial

O teste de compressão axial realizado em compósitos com cura de 7 dias (Figura 24) o tratamento CS (cimento e sisal), obteve resistência mecânica de 14,04 MPa sendo maior que aos demais tratamentos 40,54% (CMS) e 37,51% (CST), ao ser comparado a testemunha (C) a tensão foi 4,48% menor que a testemunha. A partir dos dados apresentados, verificou-se que a substituição de 50% do cimento Portland CPV-ARI por cinza volante provocou decréscimo nos valores de resistência à compressão e do módulo de elasticidade quando comparado com a matriz de referência, dessa maneira, entende-se que o teor de cinza volante utilizado foi muito elevado e prejudicou as propriedades mecânicas à compressão da matriz (Alegrete, 2017). Fato este observado com o aumento do metacaulim na matriz cimentícia.

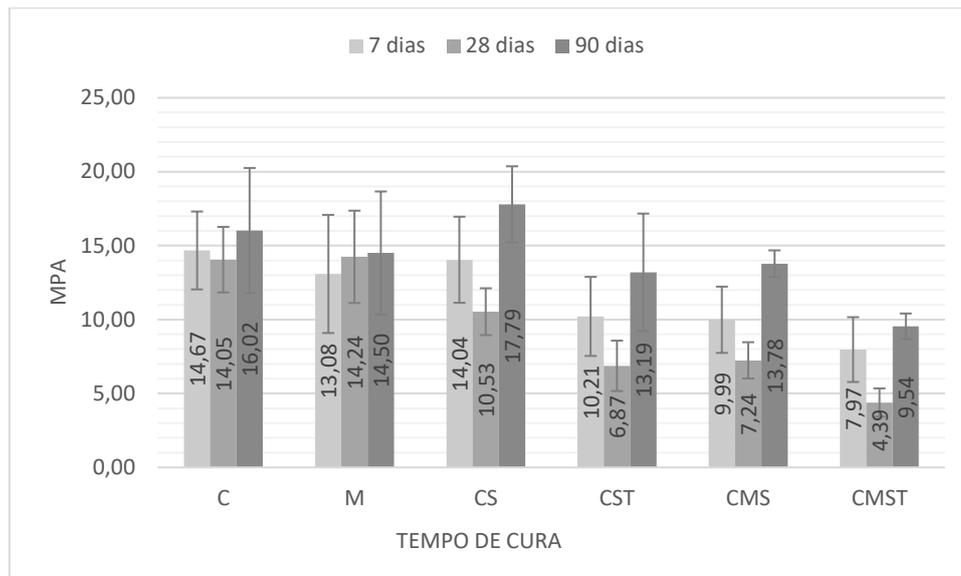


Figura 24. Tensão em compressão axial em fibra de sisal. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e sisal natura (CS), matriz de cimento + metacaulim e sisal natural (CMS), matriz de cimento e sisal tratado (CST) e matriz de cimento + metacaulim e sisal tratado (CMST) aos 7, 28 e 90 dias de cura.

A resistência mecânica do material aos 28 dias foi de 10,53 MPa (CS), 7,24 MPa (CMS), 6,87 MPa (CST) e 4,39 MPa (CMST), o melhor tratamento para esse período de cura foi o CS, o tratamento CMS e CST foram semelhantes aos resultados (Figura 24). Os valores das propriedades mecânicas de resistência à compressão axial e de densidade dos compósitos de fibrocimento estão condicionados a aspectos e fatores relacionados a sua composição, hidratação (tipo de cura e idade) e forma de determinação (RAABE, 2019). As fibras tratadas conferiram menor tenacidade ao material no teste de compressão axial, fato este que pode ser explicado pela distribuição das fibras na matriz, como também a aderência devido ao tratamento ter proporcionado uma superfície mais plana.

Aos 90 dias de cura os tratamentos apresentaram comportamento semelhante a cura de 28 dias (Figura 24), o tratamento CS (cimento e sisal) alcançou resistência mecânica de 17,79 MPa, sendo maior que outros tratamentos 29,10% (CMS) e 34,87% (CST). Fato observado por Izquierdo (2015), indicou em sua pesquisa que as fibras de sisal in natura podem conferir ao concreto, valores próximos ou até superiores de resistência à compressão quando comparados com o concreto sem adição de fibras, sendo ideais para aplicação em blocos estruturais de concreto.

A testemunha foi inferior ao tratamento CS (Figura 24), a resistência do tratamento sem a fibra foi 11,04% menor que C e 22,68% que M, as fibras que abrangem rachaduras ao longo

da direção do desenvolvimento podem impedir seu desenvolvimento, através da redistribuição do estresse, a seção de rachaduras é distribuída de perto, e a parte de falha pode transmitir parte da pressão, de modo que os espécimes ainda podem suportar parte da carga quando a deformação é grande (Cui et al., 2019).

Em análise realizada através da ANOVA pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade, as fibras sem tratamento foram significativas em relação às fibras com tratamento, a matriz sem metacaulim foi significativa em relação à matriz com a adição, a proporção de metacaulim adicionada à matriz influencia diretamente sua resistência mecânica. A análise estatística constatou que as testemunhas foram significativas ao se comparar com o fatorial.

Na Figura 25, a tensão aplicada no período de 7 dias de cura o CC com 8,03 MPa, obteve uma resistência mecânica maior 9,10% (CMC) e 47,33% (CCT), ao se comparar com as testemunhas esse ganho de resistência foi inferior (Figura 25).

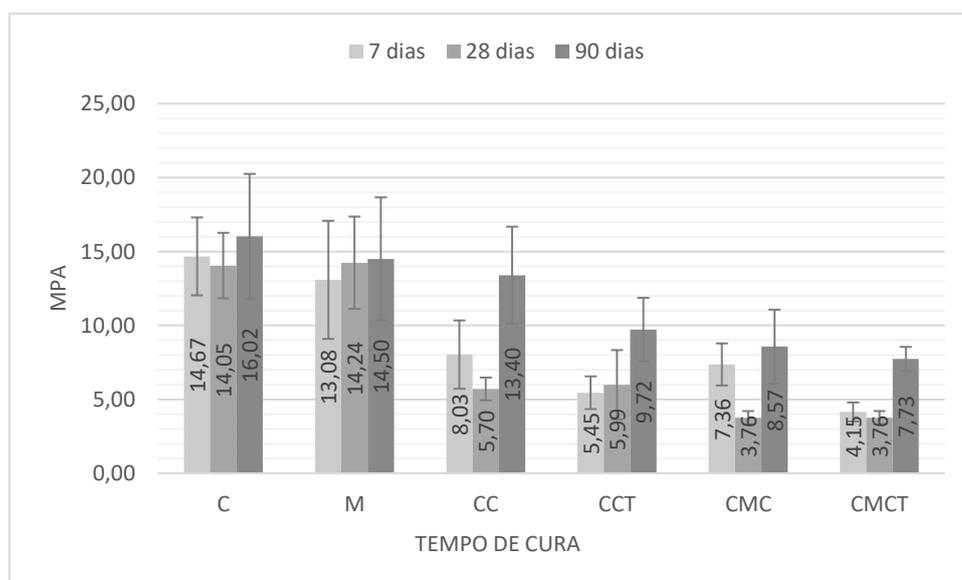


Figura 25. Tensão em compressão axial em fibra de caroá. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e caroá natural (CC), matriz de cimento + metacaulim e caroá natural (CMC), matriz de cimento e caroá tratado (CCT) e matriz de cimento + metacaulim e caroá tratado (CMCT) aos 7, 28 e 90 dias de cura.

Com a cura de 28 dias a maior resistência do material foi de 5,99 MPa (CCT) sendo similar à resistência do CC 5,70MPa, os tratamentos CMC e CMCT foi de 3,76Mpa tiveram o mesmo comportamento a diferença do CCT em relação ao CMC e CMCT foi de 59,30% superior. Lima et al., (2019) observaram que os compósitos foram produzidos sob pressão, a redução com a adição de metacaulim pode também estar associada a uma relação água/aglomerante efetiva maior. Apesar de possuírem a mesma relação água/aglomerante

inicial, durante a prensagem para a produção dos laminados, observou-se visualmente menor expulsão de água da mistura com pozolana em relação à mistura sem pozolana.

Todos os tratamentos ganharam resistência no período de cura de 90 dias (Figura 25), sendo o tratamento CC o melhor com 13,40 MPa, sendo assim, maior 56,35% (CMC) 37,86% (CCT), ao ser comparado com as testemunhas o CC teve decréscimos em sua resistência, este resultado pode ser explicado devido às alterações na microestrutura das fibras vegetais provocadas pelo tratamento hidrotérmico, que apresenta a capacidade de alterar a estrutura polimérica das fibrocélulas, resultando em variações da resistência à tração e capacidade de deformação (Ballesteros et al., 2015). Os baixos valores para as amostras que receberam tratamento nas fibras com verniz podem estar relacionados a aglutinação destas fibras devido ao tratamento, além da má interação entre fibra e matriz cimentícia (Rodrigues, 2015).

5.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

- Fibra de caroá não tratadas

As figuras abaixo ilustram imagens obtidas pela microscopia eletrônica de varredura (MEV), facilitando verificar a interface fibra/matriz e como o compósito se comporta após cura de 7, 28 e 90 dias, com a adição de fibras vegetais de caroá e sisal como reforço, impregnadas com o licor pirolenhoso e não tratadas. Os compósitos utilizados foram confeccionados a partir do ensaio de flexão em três pontos finalizados manualmente, conseqüentemente algumas fraturas foram geradas, além disso, ocasionou rompimento da fibra e arrancamento.

Em análise morfológica dos compósitos de fibrocimento (Figura 26A), foram observadas a partir da micrografia a aderência da fibra à matriz da fibra de caroá. Nas Figuras 26A e 26B fica evidente que a matriz apresentou algumas formações de espaços vazios, de maneira geral está bastante homogênea, fator este que interfere diretamente na resistência do material. A aderência das fibras à matriz no período de cura de 7 dias, encontram-se bem aderidas sem a ocorrência de desprendimento da matriz.

Nas Figuras 26A e 26B, também pode ser observado que restos de resíduos que não foram removidos da fibra no processo de beneficiamento utilizado para retirada da mucilagem e, mesmo após a limpeza da fibra por lavagem, algumas fibras possuem a superfície microfibrilar desorganizadas devido ao teste mecânico como também de confecção do corpo

de prova para a análise microscópica, havendo uma ruptura das fibras e deixando as micromicrofibrilas expostas.

As fibras de caroá sem tratamento aos 28 dias de cura à matriz cimentícia, já mostram a migração de produtos gerados pelo processo de hidratação do cimento para o interior da fibra provocando sua mineralização. Na Figura 26C é possível notar a superfície lisa da fibra, sem a aderência de restos de impurezas e separação dos parênquimas devido a sua degradação, bem como, a separação das microfibrilas fazendo com que a fibra seja deteriorada mais rapidamente. Devido a todo processo químico que ocorre com o fibrocimento, a aderência da fibra diminui e por consequência a resistência do compósito. De acordo com a literatura (Ferreira et al., 2003), as fibras são formadas por um feixe composto de células individuais denominadas fibras elementares ou microfibrilas, unidas entre si pela lignina e polioses, de maneira a formar filamentos contínuos em todo o sentido do comprimento da fibra e proporcionando, desta forma, uma certa rigidez a mesma, com a mineralização ocorre a divisão desses feixes.

É possível observar na Figura 26D a formação de cristais na fibra e formação de microagulhamentos, essas características são geradas devido ao processo de hidratação. Com esses acontecimentos gerados pelo processo químico e a variação dimensional da fibra pode ser constatado a redução da aderência da fibra à matriz.

Devido ao envelhecimento do compósito promovido pela cura de 90 dias, a matriz apresenta formação de espaços vazios (Figura 26E) que está associada à produção do corpo de prova, pode ser observado entre as microfibrilas agulhas (Figura 26F). Esse tipo de estrutura está relacionado aos produtos de hidratação do cimento. Essas estruturas são provavelmente os monosulfoaluminatos, como a etringita $[(Ca_6(Al(OH)_6)_2(SO_4)_3(H_2O)_{25,7})]$, as quais fazem com que o compósito apresente maior porosidade (Fonseca, 2016).

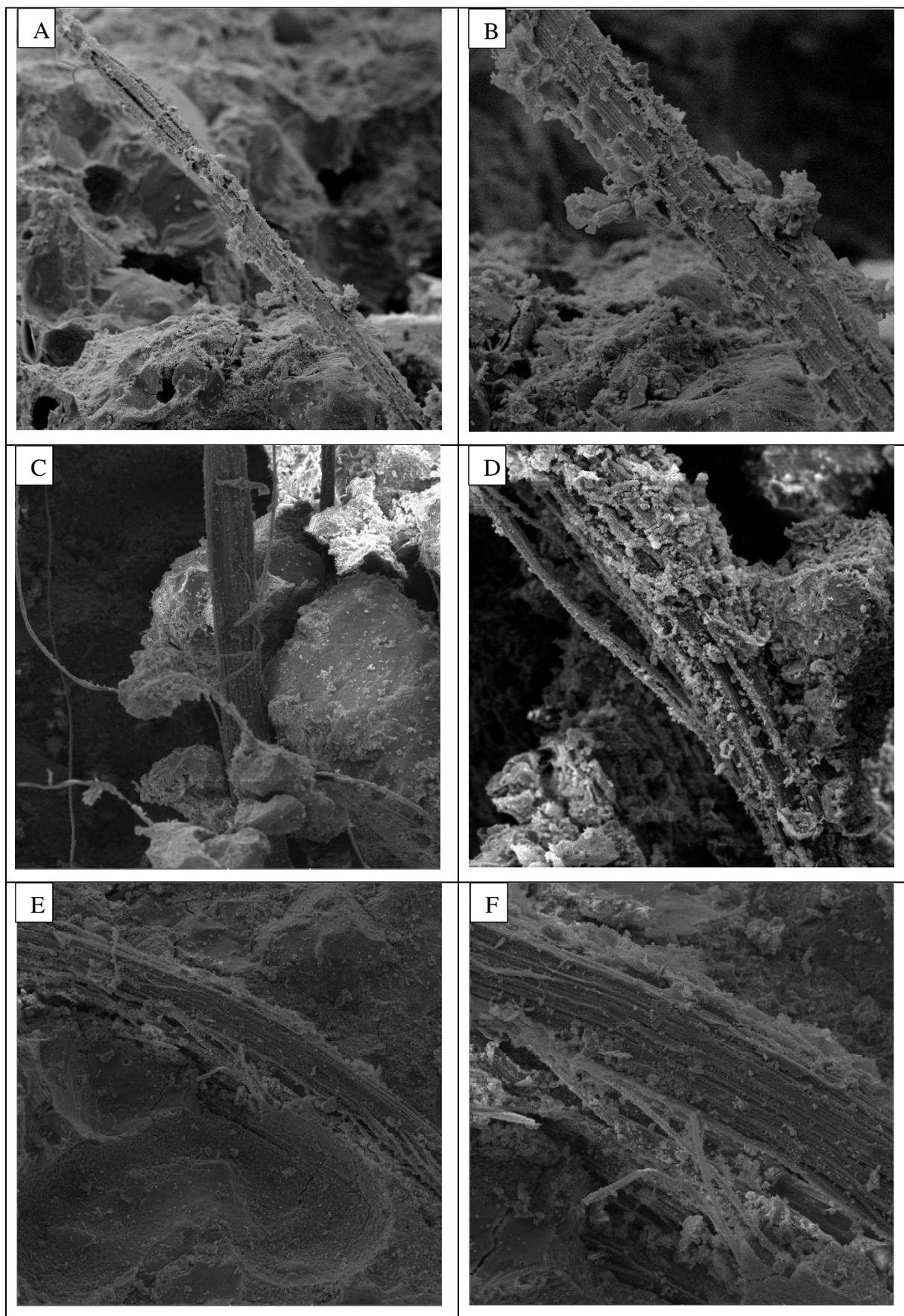


Figura 26. Imagens do MEV em corpos de prova com 7 (A e B), 28 (C e D) e 90 (E e F) dias de cura com fibras de caroá não tratadas, utilizando as aproximações de 200x e 500x.

- Fibra de caroá impregnadas

O beneficiamento mecânico e térmico da fibra de caroá deixa a fibra mais sensível, podendo ser notado nas Figuras 27A e 27B, uma vez que a fibra encontra-se mais limpa com menor quantidade de depósitos de resíduos deixando sua superfície mais uniforme. Mesmo com o pré-tratamento térmico para a impregnação é possível notar que, mesmo após todos esses processos, a fibra continua com um pouco de resíduos, este fator interfere na impregnação da fibra facilitando maior aderência do licor na superfície fibrilar. O tratamento térmico influencia na remoção de algumas substâncias, como a pectina, lignina e a cera responsável pela união das microfibrilas, a retirada dessas substâncias deixa a fibra mais susceptível à quebra e desalinhamento ocorrido pelo teste de flexão.

As fibras nas Figuras 27A, apresentam a deposição de resíduos cimentícios sob a fibra devido à película formada pelo licor, recobrando totalmente e dando proteção. Esse tratamento foi responsável pela redução da hidroflicidade como constatado em testes realizados de absorção de água para fibra, como também fibra/matriz reduzindo a variação dimensional da fibra, fator este que além de auxiliar na redução da degradação da mesma, prolonga sua aderência diminuindo a criação de espaços vazios.

O compósito com fibra impregnada, após o período de cura de 28 dias, pode ser observado a impregnação do licor (Figura 27D), a fibra encontra-se aderida à matriz (Figura 29C) sendo benéfica à resistência do compósito; a separação das microfibrilas nas imagens do MEV foram causadas pela fratura do compósito devido ao teste mecânico e produção do corpo de prova para a análise de microscopia. Esta maior aderência da fibra à matriz pode ser observada em resultados obtidos no teste de flexão em três pontos, em que o comportamento do tratamento da fibra tratada em matriz cimentícia, apresentou uma resistência mecânica superior aos demais tratamentos.

Após o tratamento mesmo a fibra adquirindo uma característica hidrofóbica, ainda ocorre absorção de água e por consequência variação dimensional da fibra. Após os 90 dias de cura a fibra teve uma pequena variação dimensional em alguns pontos, no entanto continuou em boa parte aderida à matriz (Figura 27F). A impregnação foi um fator importante na conservação da fibra neste meio, uma vez que durante este tempo permaneceu em cura submersa, sendo retirada só para a realização dos ensaios e mesmo assim a fibra impregnada permaneceu bem aderido à matriz (Figura 27E e 27F). Foi observada redução significativa das agulhas de etringita, o que pode estar relacionado à reprecipitação dos produtos de hidratação do cimento dentro ou ao redor das fibras e a carbonatação natural que ocorre ao longo dos ciclos

de envelhecimento (Almeida et al., 2013; Pizzol, 2013), aumentando a adesão entre fibra e matriz.

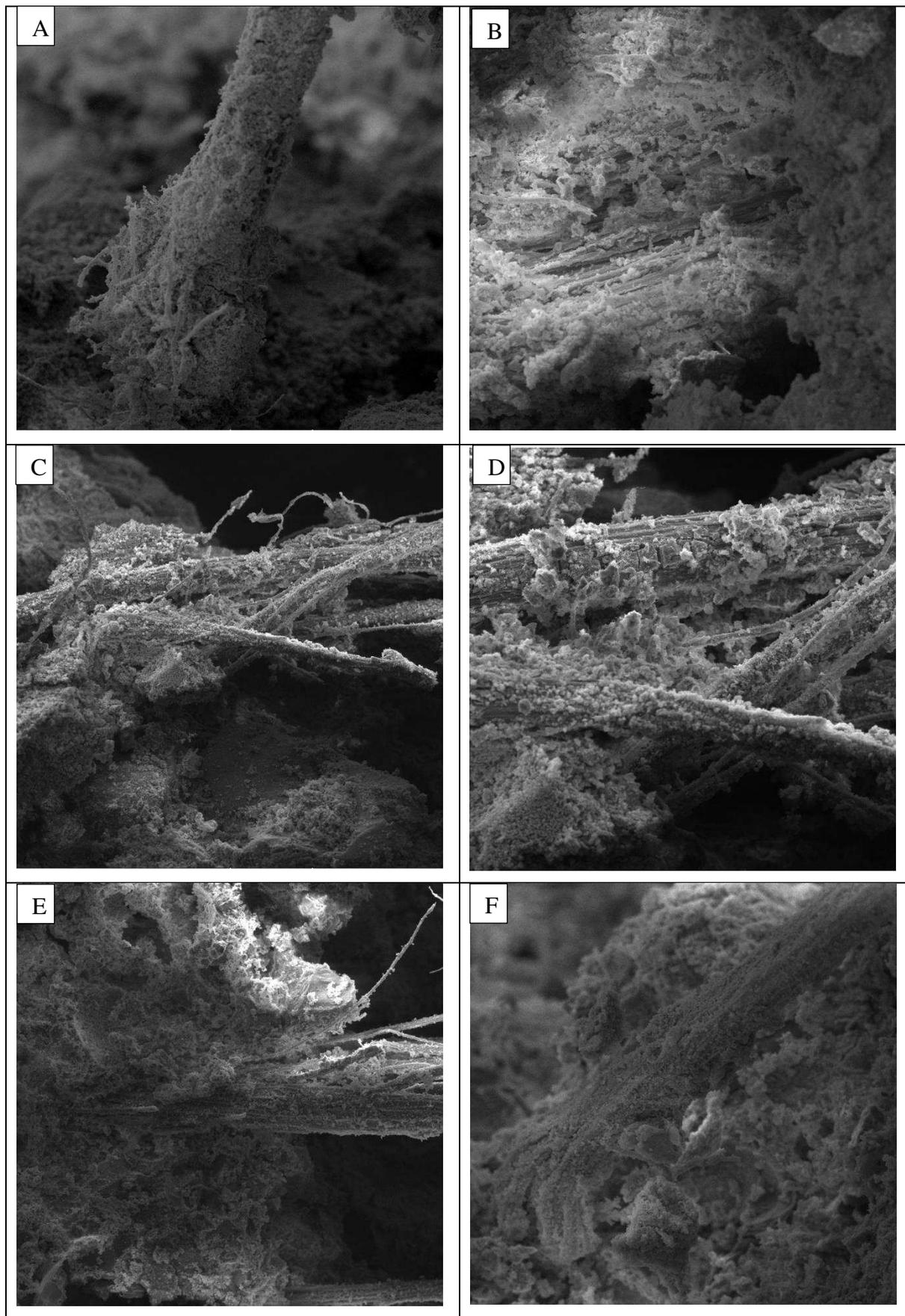


Figura 27. Imagens do MEV em corpos de prova com 7 (A e B), 28 (C e D) e 90 (E e F) dias de cura com fibras de caroá impregnadas, utilizando as aproximações de 200x e 500x.

- Fibra de sisal não tratadas

As fibras de sisal in natura incorporadas na matriz cimentícia aos 7 dias de cura, mostraram-se bem aderidas (Figuras 28A e 28B). A superfície fibrilar do sisal é nítida devido ao processo de beneficiamento, além disso, nesse tempo de cura pode ser observado que não está iniciando o processo de degradação devido as reações químicas da matriz, as fibras só apresentam restos de matriz (Figura 28B) depositados em sua superfície, devido aos processos realizados dos testes e confecção do corpo de prova.

A fibra encontra-se bem aderida à matriz (Figura 28A e 28B) apresentando uma superfície homogênea sem formação de espaços vazios e as fibras naturais após, os 7 dias, possuem a divisão bem evidente das células parenquimáticas. Pimentel (2012) destacou em análise de microscopia eletrônica, rugosidades na estrutura superficial da fibra vegetal e dotadas de microfibrilas ao longo de sua composição. Estas imperfeições ao longo de toda sua superfície proporciona uma melhor acomodação da resina sobre a fibra, conseqüentemente, favorece uma boa adesão fibra/matriz entre os constituintes do compósito.

Verificou-se a remoção do parênquima nas Figuras 28C e 28D deixando as fibras lisas, a modificação da estrutura química e morfológica acelerando a degradação das fibras. Na Figura 28D está ocorrendo a separação das microfibrilas e redução dimensional ocasionando o desprendimento da matriz, devido a redução das fases hidratadas durante o envelhecimento do compósito. Segundo Tonoli et al. (2016), a redução das fases hidratadas é resultado da carbonatação natural que ocorre durante o envelhecimento dos compósitos. Esses resultados estão de acordo com os verificados para as propriedades físicas dos compósitos cimentícios. Mendes (2014) ao avaliar o desempenho de fibrocimentos extrudados produzidos com polpas celulósicas modificadas com silanos, também observou grande quantidade de etringita em torno das fibras de celulose após 28 dias de cura.

No compósito de fibrocimento aos 90 dias de cura (Figura 28E e 28F), a fibra de sisal incorporada à matriz encontra-se em processo de degradação que pode estar relacionado ao processo de mineralização da fibra provocado pelo meio alcalino, no qual ocorre a decomposição da hemicelulose e lignina, rompendo dessa forma as ligações entre as células fibrosas. Nas fibras nas Figura 28E e 28F pode-se verificar que essa variação dimensional afeta diretamente a estrutura da matriz, pois a dimensão da fibra diminui fazendo com que ela se desprenda e esses vazios formados diminuem a resistência do material. Essa alteração na dimensão das fibras submete a zona de transição fibra/matriz às tensões, ocasionando colapso

na região fraca (SOTO, 2010). Na Figura 28F nota-se que não se tem mais separação das células parenquimáticas, sendo possível ver, com clareza, as microfibrilas.

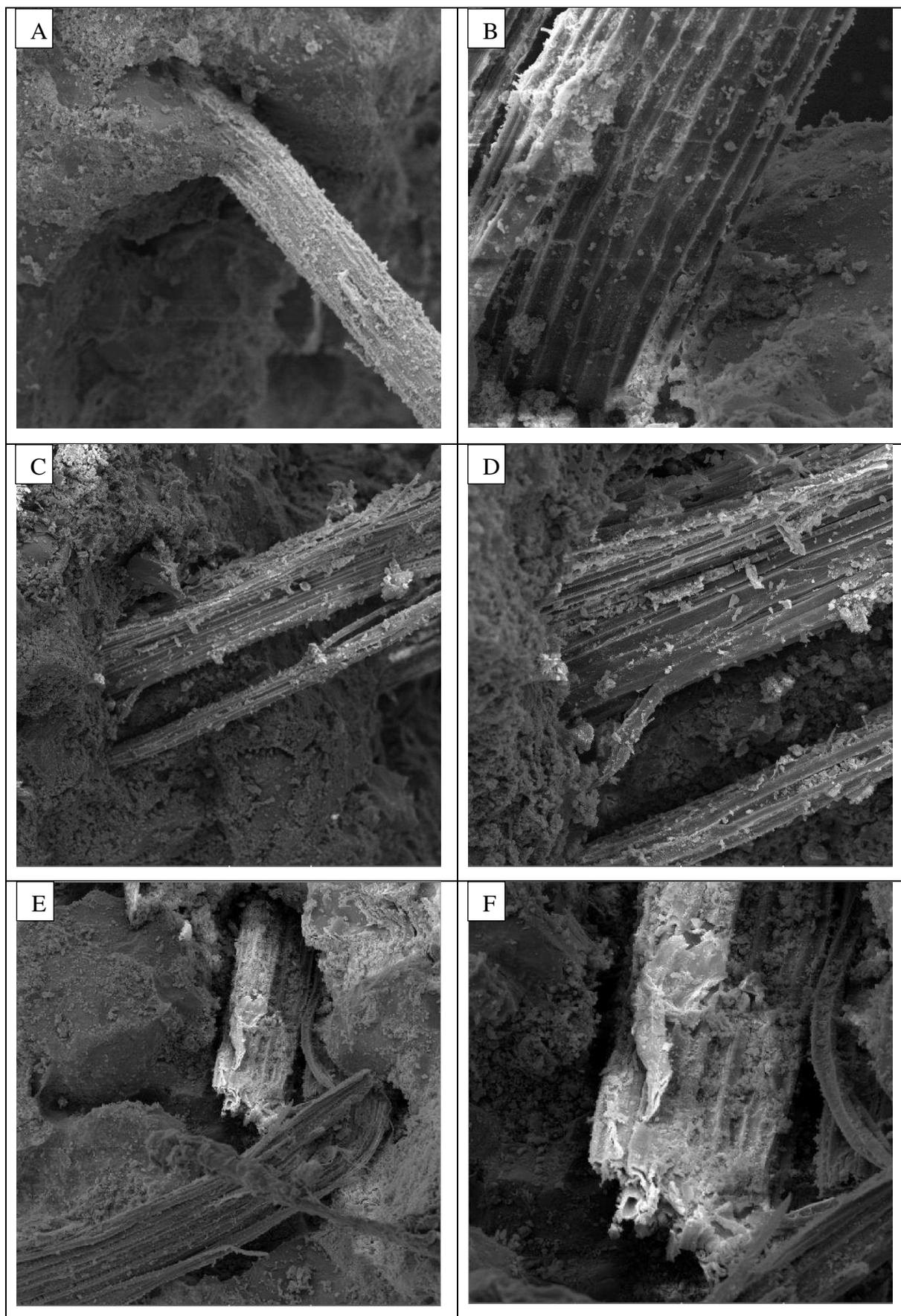


Figura 28. Imagens do MEV em corpos de prova com 7 (A e B), 28 (C e D) e 90 (E e F) dias de cura com fibras de sisal não tratadas, utilizando as aproximações de 200x e 500x.

- Fibra de sisal impregnada

Na Figura 29A a matriz apresenta alguns espaços vazios no período de 7 dias de cura, esta formação de espaços foi gerada devido o processo de confecção do compósito. No beneficiamento da fibra para a remoção da mucilagem e no tratamento das fibras ocorrem um desgaste e eliminação de substâncias orgânicas presentes na composição da fibra de sisal. Após esse tratamento foi observado a superfície da fibra mais lisa (Figura 29A) devido ao pré-tratamento térmico realizado a 120 °C, para a realização da impregnação.

Devido ao tratamento de impregnação (Figura 29B), a superfície da fibra se torna pouco nítida à visualização de como está a integridade da fibra na matriz, bem como, no local em que ocorreu a perda na aderência na impregnação, pode ser observado que o parênquima se encontra mais profundo (Figura 29B) este efeito foi acarretado pelo tratamento como constatado por Lopes (2009).

Em alguns pontos foi constatado a perda da aderência da fibra à matriz (Figura 29D), essa perda pode ser resultado do teste mecânico, uma vez que próximo a fibra existe algumas trincas, o processo de confecção do compósito para análise do MEV também pode ter resultado nessas fissuras. A fibra de sisal impregnada possui características bem similares as fibras com 7 dias de cura, com parênquima pouco profunda, bem dividido e não há separação de micromicrofibrilas (Figura 29C e 29D).

Na matriz verifica-se espaços vazios devido o arrancamento das fibras, que mesmo aderida à matriz, a fibra se torna mais lisa facilitando esse processo. De acordo com Gualberto et al., (2021) após 28 dias de cura em análise realizada no MEV, o compósito com fibras sem tratamento apresenta mais fibras finas (desfibrilação) que as fibras tratadas, o que pode indicar que a presença de lignosulfonato colabora na preservação da integridade da fibra, mostrando que ela degrada menos do que em sua forma natural.

As propriedades físicas e mecânicas dos compósitos de fibrocimento estão ligadas à adesão da fibra na matriz. As fibras encontraram-se preservadas após os 90 dias de cura, a estrutura das células parenquimáticas não está degradada, nem ocorreu a separação das microfibrilas (Figura 29E). Em outros tipos de tratamentos, realizados por Holanda (2013) observou-se relevantes degradações das fibras tratadas com NaOH com a presença de fissuras na região do feixe, de modo que certa integridade da fibra foi mantida, além disso, a superfície da fibra apresentou-se menos rugosa e mais limpa.

Mesmo com a preservação da fibra aos 90 dias começou a ocorrer um pequeno desprendimento entre a fibra e a matriz, em alguns pontos foi observado espaços formados pelo

arrancamento da fibra da matriz. Segundo Correia, Santos e Savastano Junior (2015) após a ruptura dos compósitos, as fibras são predominantemente arrancadas da matriz, o compósito cimentício possui um comportamento com maior tenacidade e quando a maioria das fibras é rompida, o compósito tem um comportamento frágil.

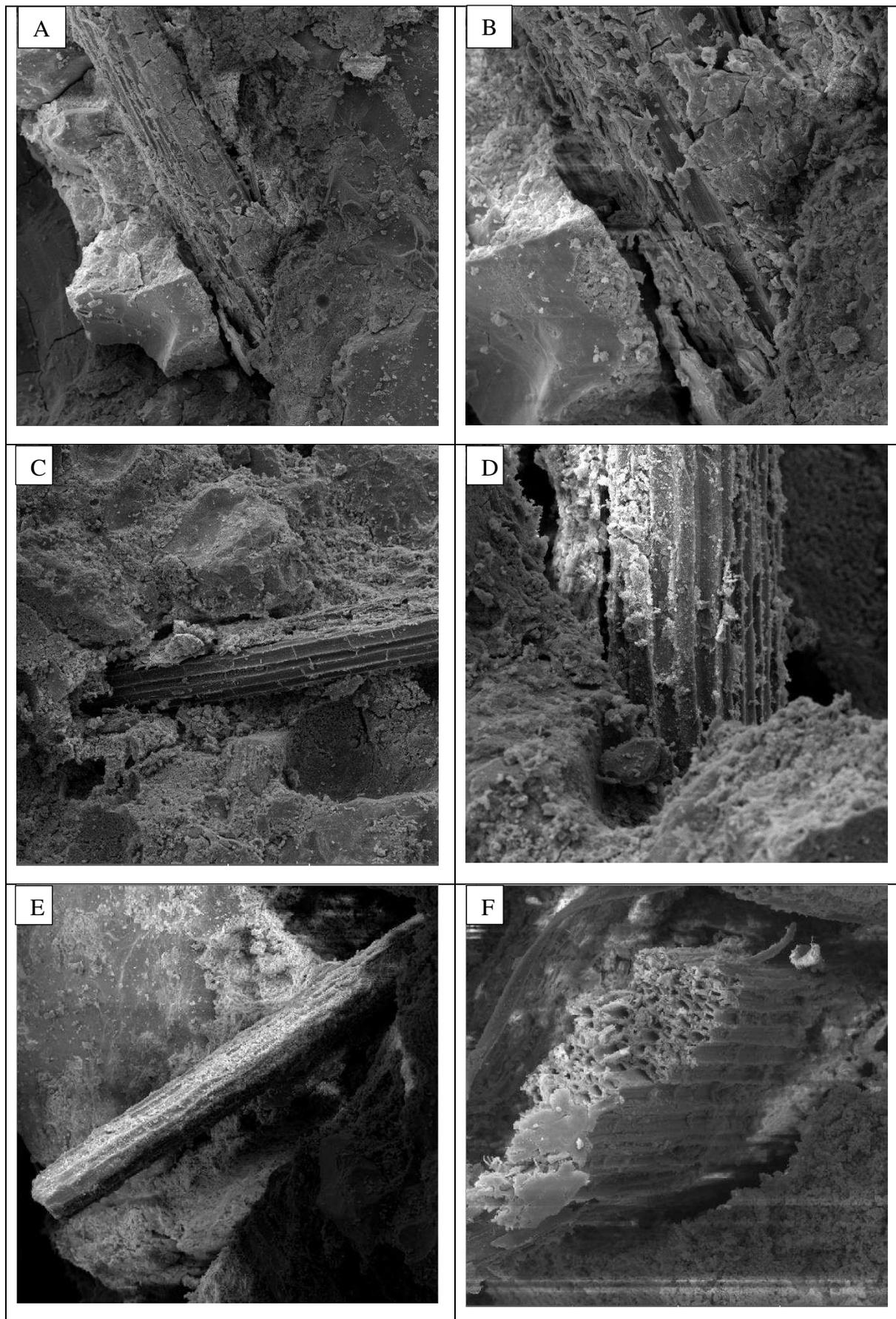


Figura 29. Imagens do MEV em corpos de prova com 7 (A e B), 28 (C e D) e 90 (E e F) dias de cura com fibras de sisal impregnadas, utilizando as aproximações de 200x e 500x.

5.5. Caracterização química

5.5.1. Difração de raio-X (DRX)

- Fibra de sisal

A Figura 30 apresentam a análise de Difractometria de raio-X, dos compositos reforçados com fibras de sisal tratadas e não tratadas, em matriz com e sem metacaulim, após um período de cura submersa de 28 dias, de acordo com a ficha cristalográfica foram determinados os picos cristalinos de cada tratamento. Para a amostra CS (Figura 30A) foi observada a presença da fase cristalina de berlinita (AlPO_4), albita ($\text{Na}_2\text{OAl}_2\text{O}_3\cdot 6\text{SiO}_2$), hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), calcita (CaCO_3) e etringita ($\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12}\cdot 26\text{H}_2\text{O}$). Conforme Figura 30, obtido pela análise, podemos constatar a presença dos picos mais evidentes de Berlinita alcançados em $2\theta = 20,98^\circ$ e $26,66^\circ$ ICSD 033745, de acordo com Gomes (2018) o AlPO_4 apresenta polimorfismo similar à sílica, sendo a berlinita correspondente ao quartzo, enquanto estruturas equivalentes à cristobalita e tridimita também ocorrem, podendo representar instabilidade dimensional para o concreto em alta temperatura. O pico para a albita alcançado em $2\theta = 28,04^\circ$ e $42,50^\circ$ ICSD 090466, o hidróxido de cálcio apresentou picos alcançados em $2\theta = 18,16^\circ$ e $50,24^\circ$ ICSD 202221, calcita apresentou picos alcançados em $2\theta = 29,38^\circ$ e etringita apresentou picos alcançados em $2\theta = 9,13^\circ$ e $27,50^\circ$ ICSD 16045.

A análise realizada para o tratamento CMS (Figura 30C), em ambiente alcalino, causado pelos produtos gerados na fase de hidratação do cimento, como hidróxido de cálcio, não foi detectado devido à adição de pozolana, sendo um importante fator na redução do ataque à fibra na matriz. Foi observada a presença de quartzo (SiO_2), albita ($\text{Na}_2\text{OAl}_2\text{O}_3\cdot 6\text{SiO}_2$), etringita ($\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12}\cdot 26\text{H}_2\text{O}$) e fosfato de alumínio (AlPO_4). De acordo com as análises através do programa, podemos constatar os picos de cada elemento encontrado: o quartzo alcançou picos em $2\theta = 20,99^\circ$, $26,86^\circ$, $36,79^\circ$ e $50,92^\circ$ ICSD 201352, a albita obteve picos em $2\theta = 13,91^\circ$, $18,90^\circ$, $28,50^\circ$, $29,59^\circ$, $30,51^\circ$ e $49,21^\circ$ ICSD 100496, etringita apresentou pico em $2\theta = 54,68^\circ$ ICSD 16045 e fosfato de alumínio (AlPO_4) com pico em $2\theta = 9,61^\circ$ ICSD 074175. Entre os componentes de dissociação da argila, a albita do grupo dos feldspatos que são aluminossilicatos de Na, K, Ca estão nas fases cristalinas estáveis (Steil, 2001).

O tratamento CST apresentou menores variações de intensidade e quantidade de picos (Figura 30B), além disso, houve a redução de picos de hidróxido de cálcio formados na hidratação do cimento, verificando a presença de quartzo, albita, etringita e hidróxido de cálcio.

Conforme a análise realizada, o quartzo alcançou picos em $2\theta = 20,92^\circ, 26,69^\circ, 36,59^\circ, 39,72^\circ$ e $50,27^\circ$ ICSD 201352, albita obteve picos em $2\theta = 28,67^\circ$ ICSD 068913, etringita apresentou pico em $2\theta = 27,52^\circ$ ICSD 16045 e hidróxido de cálcio alcançou picos $2\theta = 18,12^\circ$ e $28,67^\circ$ ICSD 034241.

O tratamento CMST (Figura 30D) apresentou variação na formação de picos em 2θ e intensidades devido à variação das reações ocorridas na matriz, desta forma, os produtos analisados na matriz foram quartzo, calcita, albita, hidróxido de cálcio e etringita. Os picos alcançados para o quartzo em $2\theta = 20,97^\circ, 26,16^\circ, 45,88^\circ, 50,64^\circ$ e $54,65^\circ$ ICSD 201352, calcita obteve picos em $2\theta = 23,05^\circ$ e $31,18^\circ$ ICSD 040544, albita alcançou picos em $2\theta = 19,11^\circ$ e $27,83^\circ$ ICSD 068913, hidróxido de cálcio atingiu picos em $2\theta = 18,27^\circ$ e $34,05^\circ$ ICSD 202228 e etringita alcançou o pico em $2\theta = 9,07^\circ$ ICSD 16045.

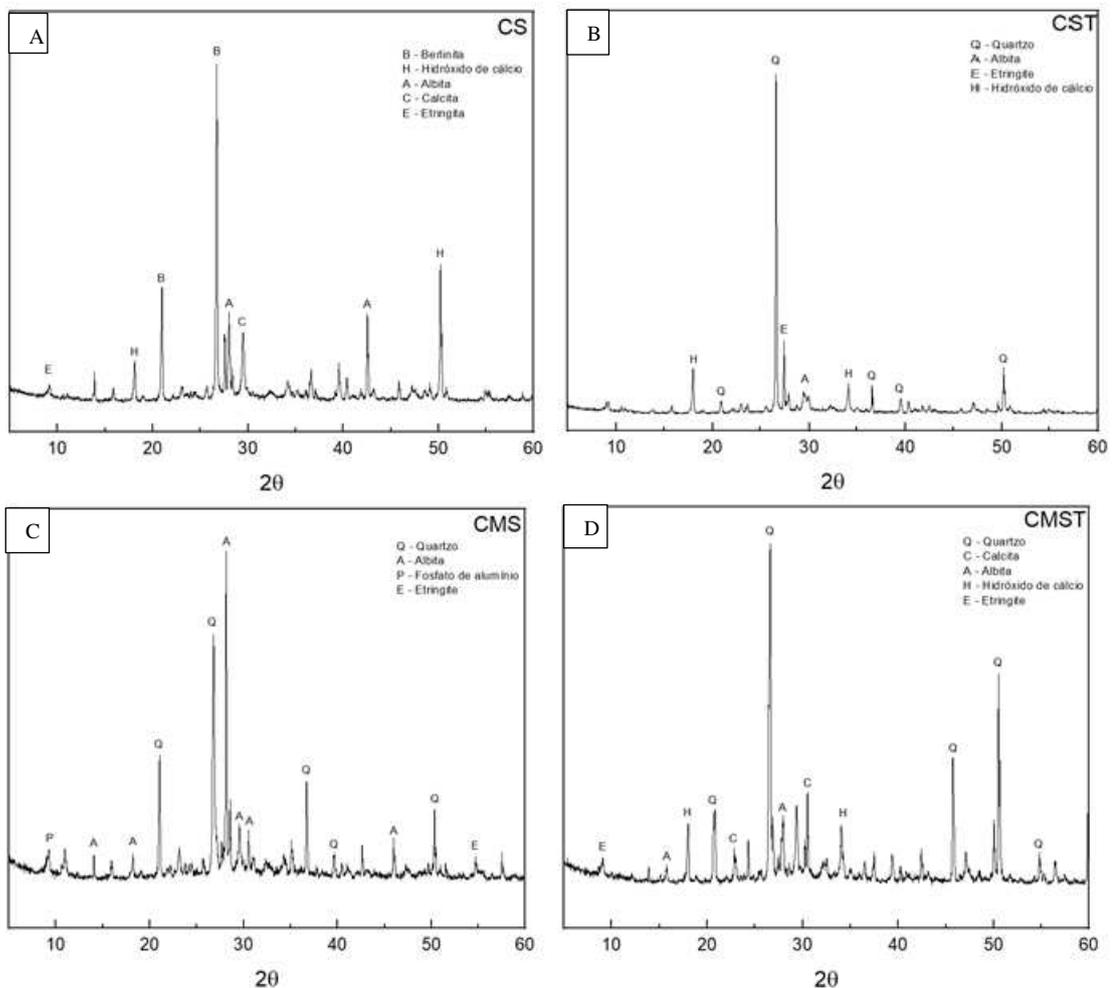


Figura 30. Difrátogramas de raio-X das fibras de sisal sem tratamento e impregnadas, em matriz sem e com metacaulim em cura de 28 dias.

- Fibra de caroá

Em análises realizadas utilizando o DRX para amostras contendo fibra de caroá tratadas e não tratadas em cura de 28 dias em matriz com e sem metacaulim, para a amostra CC (Figura 31A), foi observada a presença de quartzo (SiO_2) que alcançou picos em $2\theta = 21,06^\circ, 26,73^\circ, 36,82^\circ, 46,12^\circ$ e $50,38^\circ$ ICSD 027834, albita ($\text{Na}_2\text{OAl}_2\text{O}_3\text{6SiO}_2$) obteve picos em $2\theta = 14,12^\circ, 24,53^\circ$ e $28,47^\circ$ ICSD 34916, calcita (CaCO_3) atingiu pico em $2\theta = 29,41^\circ$ ICSD 018165 e etringita ($\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12}26\text{H}_2\text{O}$) alcançou pico em $2\theta = 9,08^\circ$ ICSD 16045. A etringita é responsável pelo fenômeno da pega e desenvolvimento da resistência inicial, esta fase nas idades iniciais e a sua expansão pode acontecer sem dano ao compósito, porém se a hidratação continuar na pasta já endurecida gera tensões internas provocando fissuras e cavidades, e como consequência a deteriorização do concreto (Metha & Monteiro, 1994).

Para o tratamento CMC (Figura 31C) houve uma maior valiação de picos e intensidades no gráfico ao ser comparado com o tratamento CC, sendo observado a presença de quartzo alcançou picos em $2\theta = 21,06^\circ, 26,58^\circ, 36,67^\circ$ e $47,23^\circ$ ICSD 027834, albita obteve os picos em $2\theta = 23,27^\circ, 23,90^\circ, 24,21^\circ, 28,00^\circ, 29,67^\circ$ e $43,76^\circ$ ICSD 34916, hidróxido de cálcio atingiu picos em $2\theta = 18,06^\circ, 33,60^\circ, 34,14^\circ$ e $50,70^\circ$ ICSD 202228, etringita alcançou pico em $2\theta = 9,39^\circ$ e alita (Ca_3SiO_5) que obteve pico em $2\theta = 10,66^\circ$.

Nos tratamentos com fibras de caroá impregnadas, foi observada uma menor variação de formação de picos nas amostras, o tratamento CCT (Figura 31B) apresentou quartzo alcançou picos em $2\theta = 22,95^\circ, 26,79^\circ, 36,67^\circ$ e $50,07^\circ$ ICSD 027834, albita atingiu picos em $2\theta = 27,68^\circ$ ICSD 34916, calcita alcançou picos em $2\theta = 22,79^\circ, 29,73^\circ$ e $39,66^\circ$ ICSD 020179 e etringita obteve pico em $2\theta = 9,24^\circ$ e $32,41^\circ$ ICSD 16045.

As reações ocorridas no tratamento CMCT (Figura 31D) foram de menor intensidade e variação em 2θ ao se comparar a os demais tratamentos com fibra de caroá. Apresentou a presença de quartzo atingiu picos em $2\theta = 21,06^\circ, 26,58^\circ, 36,67^\circ$ e $47,23^\circ$ ICSD 027834, albita obteve os picos em $2\theta = 23,27^\circ, 23,90^\circ, 24,21^\circ, 28,00^\circ, 29,67^\circ$ e $43,76^\circ$ ICSD 34916, hidróxido de cálcio alcançou picos em $2\theta = 18,06^\circ, 33,60^\circ, 34,14^\circ$ e $50,70^\circ$ ICSD 202228, etringita alcançou pico em $2\theta = 9,39^\circ$ ICSD 16045 e alita (Ca_3SiO_5) que atingiu pico em $2\theta = 10,66^\circ$. Em estudos realizados por Couto et al. (2017) em placas reforçadas com fibras de sisal e bucha vegetal, no difratograma foram identificados os principais picos de portlandita que é referente ao hidróxido de cálcio, calcita, alita e belita os quais correspondem ao grão de cimento anidro. A calcita foi formada a partir da carbonatação dos compostos hidratados, especialmente o CH ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), devido ao contato com o CO_2 da atmosfera.

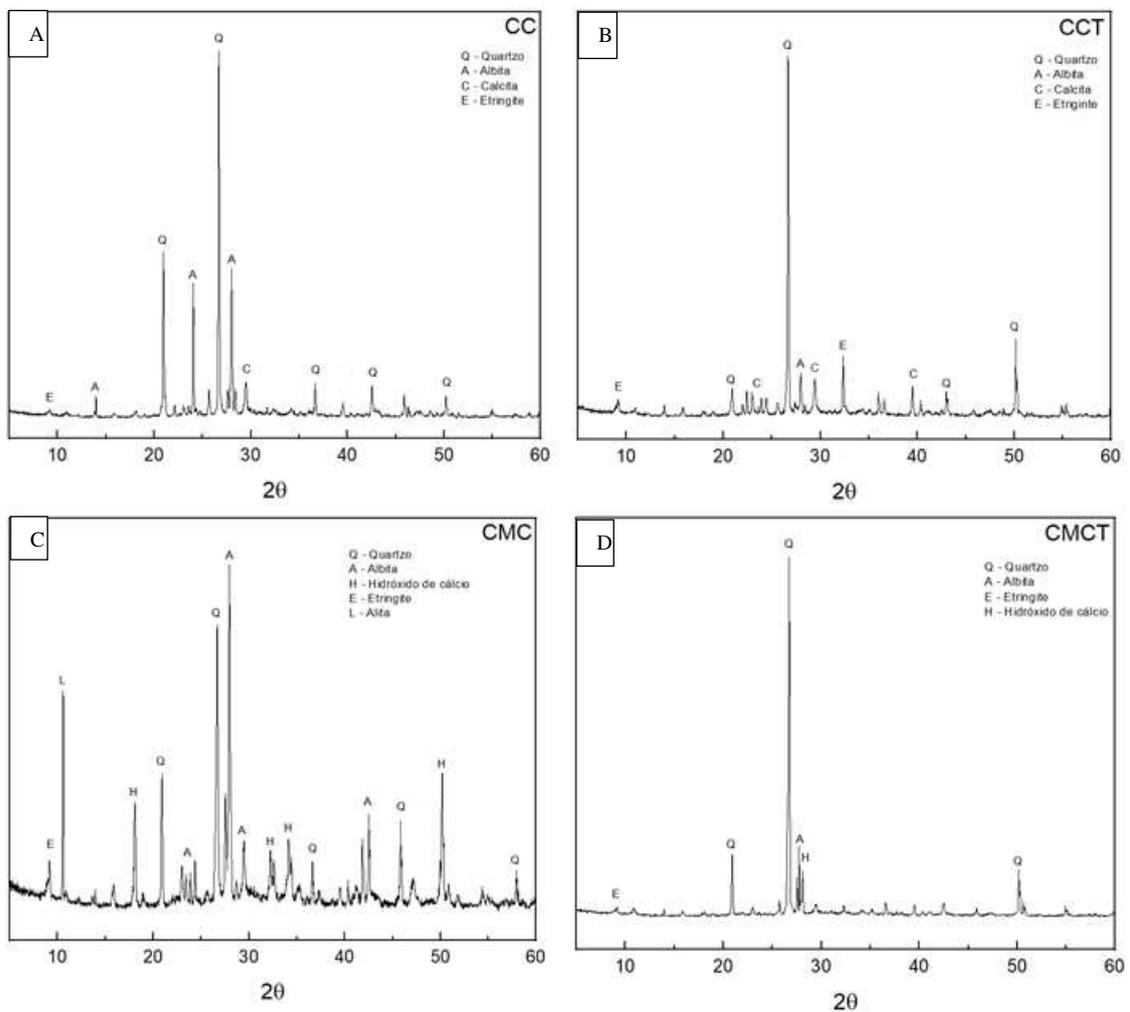


Figura 31. Difractogramas de raio-X das fibras de caroá sem tratamento e impregnadas, em matriz sem e com metacaulim em cura de 28 dias.

5.5.2. Determinação da cristalinidade

- Fibra de sisal

Em análises de difratogramas dos compósitos realizadas com fibra de sisal não tratadas e impregnadas em ângulos específicos, foi possível realizar a identificação do índice de cristalinidade das fibras vegetais presentes na matriz cimentícia. O ângulo 18° refere-se à porção amorfa e 22° corresponde à porção cristalina que, dessa forma ao analisar o gráfico (Figura 30) a fibra de sisal sem tratamento apresentou índice de cristalinidade de 44,11% (CS) com intensidade máxima de celulose cristalina em $22,92^\circ$ havendo deslocamento do pico e 48% (CMS) em $22,16^\circ$. Em análise física realizada no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) observou-se a deterioração da fibra na matriz cimentícia devido a alcalinidade; já a matriz com metacaulim houve um pequeno acréscimo em sua cristalinidade. Em estudo realizado por Lopes (2009) as fibras de sisal apresentaram índice de cristalinidade de 66,2% com intensidade máxima da celulose cristalina em $22,2^\circ$, dessa forma pode ser constatado que o meio em que a fibra está inserida afeta diretamente sua estrutura química e física, fazendo com que ela se degrade.

As fibras impregnadas de sisal apresentaram índice de cristalinidade de 57,69% (CST) com intensidade máxima de celulose cristalina em $22,12^\circ$ e 62,36% (CMST) em $22,88^\circ$. Em análises realizadas no MEV em matriz só com cimento foi observado que a fibra ainda não estava em processo de deterioração. A fibra de sisal impregnada apresentou valor de 63,6% no índice de cristalinidade, representando uma redução de 2,6% quando comparada a fibra não tratada (Lopes, 2009). Os resultados obtidos dos compósitos com fibras impregnadas foram satisfatórios, visto que as fibras obtiveram resultados próximos às análises de fibras sem está introduzida na matriz.

Análise realizada das fibras em compósito com cura de 28 dias as fibras tratadas apresentaram valores superiores as fibras sem tratamento, o tratamento CS apresentou 30,78% de diminuição em sua cristalinidade em relação ao tratamento CST e 20,18% em relação ao tratamento (CMS).

- Fibra de caroá

O cálculo da cristalinidade das fibras de caroá na matriz foi realizado utilizando os gráficos da análise do DRX (Figura 31) que, através destas foram obtidos os índices de cristalinidade de 41,17% (CC) com intensidade máxima de celulose cristalina em 22,14° e 44,57%(CMC) em 22,98°. Em estudos realizados por Lopes (2009) as fibras de caroá não tratadas, o índice de cristalinidade foi de 75,2%, representando 9% de acréscimo quando comparadas às fibras de sisal. Devido a essa análise as fibras de caroá apresentaram danos severos que resultaram na diminuição drástica de sua cristalinidade. Além da interferência da matriz, que está em contato direto com a superfície da fibra, houve também a interferência do beneficiamento da fibra para retirada da mucilagem, deixando a fibra mais susceptível as reações químicas na matriz.

Para a fibra impregnada com o licor, os índices de cristalinidade foram de 48,71% (CCT) com intensidade máxima de celulose cristalina em 22° e 56,60% (CMCT) em 22°. O índice de cristalinidade da fibra de caroá impregnada foi de 61,7%, representando uma redução de 13,5% na cristalinidade quando comparada a fibra não tratada (Lopes, 2009). O tratamento da fibra por impregnação favoreceu a proteção da fibra, impedindo a exposição direta da fibra à matriz, a pozolana junto ao tratamento, fez com que a fibra pudesse alcançar cristalinidade próxima à fibra após o tratamento ser realizado, conforme resultado de outros autores.

Foi revelado nas análises a perda de 18,31% da cristalinidade em matriz só com cimento com fibra sem impregnação (CC) e perda 26,99% em matriz com metacaulim com fibra sem tratamento (CMC). Ao serem comparadas as fibras impregnadas e sem o tratamento, pode ser observado a relevância do tratamento para a proteção da fibra, reduzindo de forma significativa a perda da celulose, o tratamento proporcionou um meio de maior estabilidade e proteção das fibras na matriz com cura de 28 dias, como também a pozolana influencia na preservação da fibra.

5.6. Caracterização térmica

O teste de condutividade térmica (λ) foi realizado utilizando compósitos com cura de 28 dias. Essa propriedade regula a quantidade de calor possível de ser transmitida por unidade de tempo através de uma superfície sob determinado diferencial de temperatura. A condutividade térmica expressa a habilidade de um material em conduzir calor, ou seja, materiais com condutividade térmica alta são bons condutores de calor e condutividade baixas caracterizam os materiais designados como isolantes (Clauser et al., 1995).

As placas confeccionadas com compósito reforçado com sisal apresentaram redução na condutividade térmica quando comparadas às testemunhas, C e M (Figura 32). A redução dos valores relacionados à condutividade térmica é considerada um bom resultado, uma vez que quanto menor a condutividade térmica das telhas, menor será a troca de temperatura entre a parte externa e interna da edificação (Muniz-Gaal et al., 2018), dessa forma, os compósitos apresentam características que permitem um bom isolamento térmico ao serem comparadas com a testemunha, tornando o ambiente interno das instalações menos influenciável pelas variações climáticas.

A condutividade térmica (Figura 32) do tratamento CMS 0,50 W/mK foi a menor ao serem comparadas com as placas confeccionadas com fibras tratadas, o resultado foi 18% menor que CST e 14% que CMST. Os valores foram menores que os encontrados por Tonoli et al., (2011) para as três formulações utilizadas no estudo em fibras sem tratamento, sendo: fibrocimento-sisal (0,716W/mK), fibrocimento-sisal mais fibras de polipropileno (0,816 W/mK) e fibrocimento com amianto (0,837 W/mK).

As matrizes foram mais promissoras nos testes CMS e CS, obtendo um melhor coeficiente de condutividade térmica em matrizes com metacaulim ao serem comparadas as placas com matriz apenas com cimento. Os tratamentos CMS (0,50 W/mK) e CMST (0,57W/mK) foram inferiores em 3 e 8% CS e CMS (Figura 32) respectivamente, mediante aos tratamentos utilizando o metacaulim, este produto proporcionou aumento da porosidade no compósito, ocorrendo a incorporação do ar na matriz, diminuindo consideravelmente a transferência de calor através da placa. Segundo Kim *et al.* (2012), a condutividade térmica do material diminuiu linearmente à medida que a porosidade na matriz de concreto aumenta, independentemente da localização dos poros.

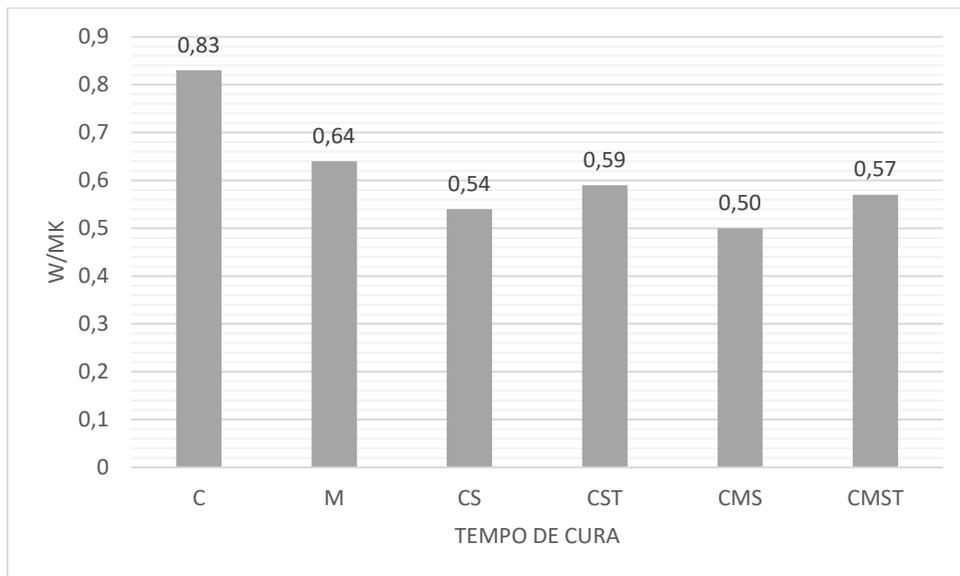


Figura 32. Condutividade térmica dos compósitos reforçados com fibras de sisal. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e sisal natural (CS), matriz de cimento + metacaulim e sisal natural (CMS), matriz de cimento e sisal tratado (CST) e matriz de cimento + metacaulim e sisal tratado (CMST), aos 28 dias de cura.

Os compósitos com fibras de caroá apresentaram o mesmo comportamento que as fibras de sisal, com menor condutividade térmica frente aos que foram confeccionados sem reforços de fibras (C e M). A condutividade térmica de materiais cimentícios é condicionada pela condutividade térmica dos minerais que compõe a matriz, sendo assim, é uma característica específica de cada material e caracteriza-se pela capacidade de um material transferir calor de um ponto no qual sua temperatura é maior, para um outro ponto em que sua temperatura é menor (Incropera e DeWitt, 2008)

A condutividade térmica (Figura 33) do tratamento CMC (0,50 W/mK) foi a menor, seguido do tratamento CMCT (0,51 W/mK) conforme as análises realizadas através do DRX; neste trabalho o índice de cristalinidade foi maior para as fibras tratadas, dessa forma, foi constatado por Callister Jr (2012) que quanto mais cristalino o material se apresentar, maior será sua condutividade térmica, tendo em vista que a vibração das moléculas ocorrerá de forma coordenada e mais efetiva entre as cadeias moleculares.

A condutividade térmica da testemunha só com cimento (C) foi superior 66% a CMC e 62,74% a CMCT (Figura 33), segundo Souza (2015), evidenciando que geralmente os materiais empregados no isolamento térmico são porosos, pois no interior dos poros o ar é aprisionado. Este fato além de evitar a movimentação do fluido, evita também a transferência

de calor por convecção. Por isso, materiais porosos de baixa condutividade térmica com poros pequenos e paredes finas são tidos como bons isolantes térmicos.

Na Figura 33 o tratamento CMCT ocorreu uma redução de 25,49% em relação a testemunha (M) e o (CCT) houve redução de 13,72% em relação a testemunha (C), mesmo os tratamentos com fibras impregnadas apresentarem maior condutividade térmica em relação as fibras sem tratamento, ainda assim, apresentaram valores bem inferiores ao serem comparadas as testemunhas. Apesar disso, em matriz com metacaulim é esperado que composições em que o tamanho médio dos poros for relativamente grande, que a resistência à compressão seja reduzida pelas falhas de ligação entre os poros e a condutividade térmica alta, devido à alta absorção de água (Novais et al., 2016).

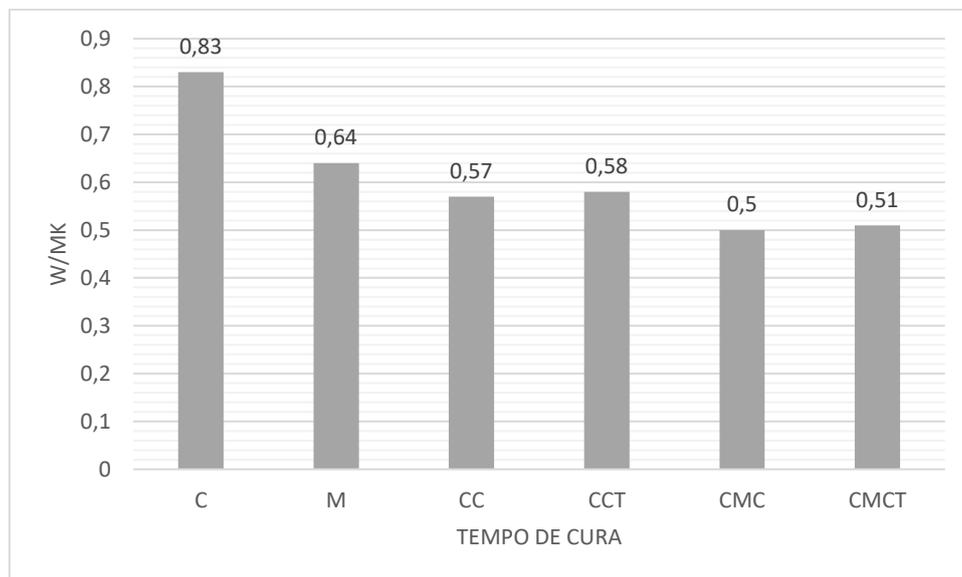


Figura 33. Condutividade térmica dos compostos reforçados com fibras de caroá. Matriz de cimento sem reforço (C), matriz de cimento e metacaulim sem reforço (M), matriz de cimento e caroá natura (CC), matriz de cimento + metacaulim e caroá natural (CMC), matriz de cimento e caroá tratado (CCT) e matriz de cimento + metacaulim e caroá tratado (CMCT) aos 28 dias de cura.

6. CONCLUSÕES

- As fibras vegetais analisadas apresentam características hidrofílicas devido a presença de celulose dentre outros constituintes, com o tratamento de impregnação houve redução significativa na absorção de água para ambas as espécies (caroá e sisal).
- As fibras impregnadas de sisal apresentaram uma absorção de 60% em 24 h, enquanto as fibras sem tratamento apresentaram uma absorção de 309% em 24 h de teste.
- As fibras de caroá não tratadas apresentaram ganho de peso por absorção de água 8,36% em 2 h e 11,26% em 24 h quando comparadas às fibras impregnadas.
- A resistência mecânica das fibras de sisal foi influenciada diretamente pelo tratamento de impregnação gerada pela remoção de alguns de seus componentes químicos, havendo uma redução na força, tensão e módulo elasticidade. Ao contrário das outras características mecânicas avaliadas, a fibra apresentou aumento no alongamento chegando a 3,07 mm.
- Devido ao tratamento de impregnação as fibras de caroá apresentaram aumento em sua resistência mecânica, influenciando diretamente a força, tensão e módulo elasticidade, fato este causado devido à redução de lignina e agentes cimentantes na composição da fibra.
- A viscosidade obtida da destilação do licor pirolenhoso foi de 360 cP, sendo considerado o ponto de maior penetrabilidade para a impregnação da fibra vegetal.
- Através das micrografias foi possível observar que o tratamento proporcionou uma maior limpeza na superfície da fibra, diminuindo a hidrofílicidade e preservam a integridade da fibra devido à presença das paredes celulares parenquimáticas.
- Com a incorporação da fibra tratada na matriz cimentícia apresentaram o mesmo comportamento de redução de absorção de água constatado nos testes realizados só com

as fibras vegetais, havendo redução considerável em matrizes com fibras de sisal impregnadas (CST) no período de 28 dias de 6,17% em relação a CS.

- Os tratamentos das fibras de caroá mostraram-se eficientes após o período de 90 dias reduzindo significativamente a porcentagem de absorção de água, obtendo resultados inferiores ao serem comparados com as fibras não tratadas, dessa forma, o melhor tratamento foi o CCT com absorção de 9,6% após 72 h.
- Os compósitos com adição de metacaulinita em sua matriz, absorveram maior quantidade de água ao serem comparados a matriz só com cimento devido ao aumento da porosidade provocado pela adição do produto, influenciando diretamente na tenacidade dos tratamentos no teste de compressão axial sendo inferior as matrizes só com cimento CPV ari.
- O tratamento CMST obteve tensão de 1,72 Mpa no teste de flexão em três pontos, obtendo maior resistência mecânica em relação aos demais após os 90 dias de cura, ocorrendo um ganho de 21,12% em resistência ao ser comparado com CMS com mesma matriz.
- No período de 90 dias de cura, ocorreu ganho e resistência mecânica para todos os tratamentos com fibra de caroá, sendo o tratamento CMCT obteve tensão de 1,6Mpa no teste de flexão em três pontos, sendo 14,28% maior que o tratamento CMC.
- Os compósitos com fibras vegetais tratadas ocorreram a redução em sua resistência mecânica, podendo está relacionada à aglutinação das fibras devido ao tratamento.
- A fibra após os 28 dias de cura encontra-se em processo de degradação devido à separação das microfibrilas e presença de cristais em sua superfície, além da superfície da fibra se apresentar mais lisa dificultando distinguir a presença das células parenquimáticas.
- Foi possível observar que mesmo após o período de cura de 90 dias as fibras com tratamento encontram-se preservadas e não houve separação das microfibrilas.

- Conforme análises realizadas por difratograma, foi possível observar menor variação e alteração dos picos formados em 2θ em matriz com fibras impregnadas.
- A cristalinidade das fibras de sisal após 28 dias de cura impregnadas com licor indicou o índice de cristalinidade de 57,69% (CST) enquanto a fibra sem tratamento apresentou o índice de cristalinidade de 44,11% (CS).
- As fibras de caroá impregnadas apresentaram índice de cristalinidade de 41,17% (CC) enquanto a fibra sem tratamento evidenciou índice de cristalinidade de 48,71% (CCT).
- Devido as análises de difração de raio-X, foi observado que as matrizes com metacaulim apresentaram maior índice de cristalinidade ao serem comparadas à matrizes só com cimento.
- A condutividade térmica dos compósitos com fibra vegetal todos os tratamentos foram menores que as testemunhas.
- Os tratamentos que obtiveram a menor condutividade térmica foi o CMS (0,50 W/mK) e CMCT (0,50 W/mK).

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABREU, K. C. L. de M. **Epidemiologia da podridão vermelha do sisal no Estado da Bahia**. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia, Centro de Ciências Agrárias, Ambientais e Biológicas, 2010, páginas.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 15220. Desempenho térmico de edificações**. Rio de Janeiro - RJ, 2005.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água por imersão - Índice de vazios e massa específica, NBR 9778**, Rio de Janeiro (1987).

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 12142: Concreto: Determinação da resistência à tração na flexão em corpos de prova prismáticos**. Rio de Janeiro, 2010.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 14725, Produtos químicos - Informações sobre segurança e meio ambiente, partes 1-4, Norma Brasileira Associação Brasileira de Normas Técnicas**, ed.; Rio de Janeiro, 2009, 2ª ed., 2012, acessada em Junho 2012.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Argamassa e concreto - Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos – NBR 7222**, Rio de Janeiro, 2010.

AGOPYAN, V.; SAVASTANO JUNIOR, H. **Cinzas e aglomerantes alternativos**. In: FREIRE, W. J; BERALDO, A. L. (Coordenadores) **Tecnologias e materiais alternativos de construção**. Campinas: UNICAMP, 2003. 164 p.

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

ALLEM, P. M. **Avaliação do desempenho mecânico de concreto geopolimérico com o uso de fibra de aço**. 2016. 89 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, 2016.

ALLEN, S. M.; THOMAS, E. L. **The structure of materials**, John Wiley & Sons, 1999.

ALVES, M. O.; SANTIAGO, E. G. Tecnologia e relações sociais de produção no setor sisaleiro nordestino. **Revista Econômica do Nordeste**, v. 37, 2006.

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

ASTM - American Society for Testing and Materials. **ASTM C 593 – Standart Specification for fly ash and other pozzolans for use with lime for soil stabilization**, 2011.

APRIANTI, E.; SHAFIGH, P.; BAHRI, S.; FARAHANI, J.N.; Supplementary cementitious materials origin from agricultural wastes: a review. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v. 74, p. 176 -187, 2015.

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

ARSÉNE, M.; BILBA, K.; SAVASTANO JUNIOR, H.; GHAVAMI, K. Treatments of nonwood plant fibres used as reinforcement in composite materials. **Materials Research**, v. 16, n. 4, p. 903-923, 2013.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **ABNT NBR 7211: Agregados para concreto – especificação**. [S.I], 2009.

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

BALLESTEROS, J. E. M.; SANTOS, V.; MARMOL, G.; FRIAS, M.; FIORELLI, J. **Potential of the hornification treatment on eucalyptus and pine fibers for fiber-cement applications**. *Cellulose*, v.24, pg. 2275-2286, 2017.

BELGACEM, M. N.; GANDINI A., **Polymers from renewable resources**, in **Comprehensive Polymer Science, First Supplement**. Eds.: Aggarwal S.L. and Russo S., Pergamon Press, Oxford, 2008, pp. 528–573.

BENITES, V. M.; TEIXEIRA, W. G. T.; REZENDE, M. E. R.; PIMENTA, A. S. P. **Utilização de carvão e subprodutos da carbonização vegetal na agricultura: Aprendendo com as**

terras pretas de índio. Acessado em: <
http://www.biochar.org/joomla/images/stories/Cap_22_Vinicius.pdf> 15.11.2010.

BEVITORI, A. B.; SILVA, I. L. A.; LOPES, F. P. D.; MONTEIRO, S. N. Diameter dependence of tensile strength by Weibull analysis: Part II jute fiber, **Revista Matéria.**, v. 15, n. 2,, p. 125-131. 2010.

BORTOLETTO, M.; CORBANI, R. Z.; MAZZONETTO, F.; SOSSAI, V. L. M. Efeito do extrato pirolenhoso de *Eucalyptus* spp. no desenvolvimento de *Arthobotrys musiforme* in vitro. In: Simpósio Internacional de Iniciação Científica da Universidade de São Paulo (SIICUSP), 17, 2009, São Paulo. **Anais...** São Paulo: USP, 2009. Disponível <
<https://uspdigital.usp.br/siicusp/cdOnlineTrabalhoVisualizarResumo?numeroInscricaoTrabalho=4001&numeroEdicao=17>> Acesso em 27 jul. 2017.

BRANCO, A. ; PIMENTEL, M. M. A. M. ; SANTOS, J. D. G. ; QUEIROZ, S. R. O. D. ; OSUNA, J. T. A. Utilização do suco de sisal (*Agave sisalana*) no ensino multidisciplinar da química de produtos naturais. In: Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, 29p. **Anais...** Águas de Lindóia, 2006.

BRENNAND CIMENTOS. Ficha de informação de segurança de produtos químicos – FISPQ. 2018. Disponível em: <
https://www.cimentonacional.com.br/public/documentos/fispq_pitumbu.pdf>. Acessado em: 11 de junho de 2021.

BRIDGWATER, A.V.; Renewable fuels and chemicals by thermal processing of biomass. **Chemical Engineering Journal**, 91, n. 2-3, p. 87 – 102, 2003.

BRIDGWATER, A.V. Review of fast pyrolysis of biomass and products upgrading. **Biomass and Bioenergy**, v.38, p.68-94, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2011.01.048>

CALLISTER JR., W. D. **Ciência e engenharia de materiais: Uma introdução.** Tradução de Sergio Murilo Stamile Soares. 8ª ed. Rio de Janeiro; LTC - Livros Técnicos e Científicos. Editora AS, 2012.

CARVALHO, R. R. C.; CAVALLINI NETO; CANDIDO, V. S. Utilização de fibra de sisal como agente de reforço em matriz cimentícia para fabricação de blocos de concreto. In: Congresso Brasileiro de Cerâmica, 60. Águas de Lindóia, 2016. **Anais**, Águas de Lindóia: ABCERAM, v.1, p.1619-1627, 2016.

CÉLINO, A.; FRÉOUR, S.; JACQUEMIN, F.; CASARI, P. The hygroscopic behavior of plant fibers: a review. **Frontiers in Chemistry**, v. 1, p. 1-12, 2014.

CLAUSER, C. E.; HUENGES, E. Thermal conductivity of rocks and minerals, **American Geophysical Union**, 3:105–126, 1995.

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

CORREIA, V. da C. SANTOS, S. F. SAVASTANO Jr. ,H. JOHN, V. M. Utilization of vegetal fibers for production of reinforced cementitious materials. **Rilem Technical Letters 2**: p. 145-154, 2018.

COSTA, A. F.; SILVA, G. F.; ESCUDERO, M. C. **Estudo comparativo entre produtos químicos preservantes e licores pirolenhosos na inibição de fungos emboloradores**. Revista Brasil Florestal, Brasília, n. 75, p. 23-30, 2003.

COUTO, G. M.; FREITAS, T. V. S.; MOTTA, L. A. C. Placas de fibrocimento com resíduos de vidro e fibra de sisal (*Agave sisalana*) e bucha vegetal (*Luffa Cyllindrica*). **Revista Horizonte Científico**, v.11, n.2, 2017.

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

CUNHA M. F.; FORTI, B. A.; SILVA, B. I. Tendências da normalização de metacaulim para uso em concretos. In: Reunião Anual do IBRACON 52 - Novas Tecnologias do Concreto para o Crescimento Sustentável, Ceará. **Anais: IBRACON**, p46, 2010.

DAL MOLIN, D. C. C. **Adições minerais**. In: ISAIA, G. C. Concreto: ciência e tecnologia. São Paulo: IBRACON. p. 261-309, 2011.

DANTAS, C. L. D EL REI. **Tratamento hidrotérmico em fibras de sisal e sua influência no comportamento de compósitos cimentícios**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental). Universidade Estadual de Feira de Santana, 2019.

DANTAS, J. L. L. **Produção: Aspectos técnicos**. 11-14. Embrapa Comunicação para Transferência de Tecnologia. Frutas do Brasil, 3. Brasília, DF, 2000.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymer chemistry and applications**, 4 ed, Geopolymer Institute, 2008.

DUCHESE, I.; GEOFFREY, D. The ultrastructure of wood fibre surfaces as shown by a variety of microscopical methods: a review. **Nordic Pulp Paper Resource Journal**, p. 129-138, 1999.

ETERNIT - **Eternit fibrocimento**, 2020 Disponível em: Acesso em: 07 dezembro, 2021.

FAHERTY, K.; WILLIAMSON, T. G. **Wood Engineering and Construction Handbook**. McGraw-Hill, p. 1.1-1.5, 1999.

FERREIRA, S. R. *et al.* Influência de ciclos de molhagem-secagem em fibras de sisal sobre a aderência com matrizes de cimento PORTLAND. **Revista Matéria**, v. 17, n. 2, p. 1024-1034, 2012.

FERREIRA, O. C. O futuro do carvão vegetal na siderurgia: emissão de gases de efeito estufa na produção e consumo do carvão vegetal. **Revista Economia & Energia**, v 4, n. 21, 2000.

FIDELIS, M. E. A. **Desenvolvimento e caracterização mecânica de compósitos cimentícios têxteis reforçados com fibras de juta**, Tese Doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 2014.

FIDELIS, M. E. A.; PEREIRA, T. V. C.; GOMES, O. F. M.; SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D. **The effect of fiber morphology on the tensile strength of natural fibers**. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 2, n. 2, p.149-157, abr. 2013. <http://doi.org/10.1016/j.jmrt.2013.02.003>

FORTINI, A.; MAZZANTI, V. Combined effect of water uptake and temperature on wood polymer composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 135, n. 35, p. 46674, 2018.

GARCIA, E.; CABRAL JUNIOR, M.; QUARCIONI, V. A.; CHOTOLI, F. F. Avaliação da atividade pozolânica dos resíduos de cerâmica vermelha produzidos nos principais polos ceramistas do Estado de S. Paulo. **Cerâmica**, São Paulo, v. 61, n. 358, p. 251-258, 2015.

GOMES, D. T. **Concretos refratários fosfatados para refino de petróleo: caracterização, propriedades e adequação ao uso**. 2018. Dissertação. 214p. UFSCar, São Carlos, 2018.

GONÇALVES, J. P. **Desenvolvimento de materiais utilizando argila calcinada como substitutivo parcial do cimento Portland**. Tese de Doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 2004.

GRAM, H. E. **Durability of natural fibres in concrete**. In: SWAMY, R.N., (Ed.). *Natural fibre reinforced cement and concrete*. Glasgow: Blackie, 1988. p.143-72

GUALBERTO, S. L. **Tratamento de fibras de sisal com lignosulfonato para aprimoramento das propriedades dos compósitos de fibrocimento**. Dissertação. 88p. UFU – Uberlândia, 2020.

HOSSEINPOURPIA, R.; VARSHOEE, A.; SOLTANI, M.; HOSSEIN, P.; TABARI, H. Z. Production of waste bio-fiber cement-based composites reinforced with nano-sio₂ particles as a substitute for asbestos cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 31, p. 105-111, 2012.

IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Produção Agrícola Municipal, Lavoura Permanente, Sisal**, 2006. Disponível em: Acesso em 12 de dezembro de 2017.

INCROPERA, F. P.; DEWITT, D. P.; BERGMAN, T. L.; LAVINE, A. **Fundamentos de transferência de calor e de massa**. Editora Gen/LTC, 2008, 664p.

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

IZQUIERDO, I. S. **Uso de fibra natural de sisal em blocos de concreto para alvenaria estrutural**. Dissertação de Mestrado. Escola de Engenharia de São Carlos. Universidade de São Paulo. São Carlos. 2011.

IZQUIERDO, I. S. **Utilização de pós residuais e fibra de sisal em blocos de concreto**. Tese do Doutorado. USP. São Paulo. 2015.

JANKOWSKY, I. P. - **Potencialidade do creosoto de Eucalyptus spp como preservativo para madeiras**. Escola Politécnica/USP, Tese de Doutorado. 159 p.. 1986.

JONGVISUTTISUN, P.; NEGRELLO, C.; KURTIS, K. E. Effect of processing variables on efficiency of eucalyptus pulps for internal curing. **Cement and Concrete Composites**, v. 37, p.126-135, mar. 2013.

KIM, H. K.; JEON, J. H.; LEE, H. K. Workability, and mechanical, acoustic and thermal properties of lightweight aggregate concrete with a high volume of entrained air. Department of Civil and Environmental Engineering, Korea, South Korea. **Construction and Building Materials**, v.29, p. 193-200, 2012.

KUBO, S.; KADLA, J. F. Hydrogen bonding in lignin: a Fourier transform infrared model compound study. **Biomacromolecules**, v. 6, n. 5, p. 2815-2821, 2005.

LAURICHESSE, S.; VÉROUS, L. Chemical modification of lignins: towards biobased polymers. **Progress in Polymer Science**, v. 39, n. 7, p. 1266-1290, 2014.

LIMA, A. G. T. **Caracterização do isolamento acústico de polímeros reciclados adicionados de fibras de bambu utilizando análise do coeficiente de absorção sonora em tubos de impedância**. Dissertação (Engenharia e Ciência dos Materiais). p 84. 2016.

LIMA, P. R. L.; TOLEDO FILHO, R. D.; NEUMANN, R.; BARROS, J. A. O. Efeito do envelhecimento acelerado sobre as propriedades de microconcreto reforçado com fibras longas de sisal. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 19, n. 1, p. 7-20, 2019.

LIMA, P. R. L. **Análise teórica e experimental de compósitos reforçados com fibras de sisal**. Tese de Doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 2004.

LOPES, F. F. M. **Desempenho e durabilidade de fibras vegetais modificadas superficialmente e submetidas a meios ácido e alcalino**. 2009.p 161. Tese (Engenharia de processos). Campina Grande, UFCG. 2009.

LORANDI, N. P.; CIOFFI, M. O. H.; JR, H. O. Análise dinâmico-mecânica de materiais compósitos poliméricos. **Sientia Cum Industria**, v. 4, n.13, p. 48-60, 2016.

MACIEL, C. C. **Moldagem e comparação de propriedades de compósitos de poli-butileno adipato-co-tereftalato reforçados com tecidos de fibras vegetais**. 2019. 92f. Dissertação (Ciência dos Materiais) - Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, 2019.

MANO, E. B. **Polímeros como materiais de engenharia**, Editora Edgar Blücher Ltda, 1991. p. 124-128.

MAPA – Ministério da Agricultura, Pecuária Abastecimento. **Caroá: Neoglaziovia variegata. Secretaria de Desenvolvimento Agropecuário e Cooperativismo**. Brasília: MAPA/ ACS, 2012.25p. (Série: Boas Práticas de manejo para o extrativismo sustentável orgânico).

MENDES, R. F. **Desempenho de fibrocimento estruturados produzidos com polpas celulósicas modificadas com silanos**. 2014.p 159. Tese de Doutorado. UFL, Lavras, 2014.

MEDINA, J. C. - **O sisal**, Secretaria da Agricultura do Estado de São Paulo, São Paulo 1954.

MELO FILHO, J. A. **Desenvolvimento e caracterização de laminados cimentícios reforçados com fibras longas de sisal**. Dissertação de Mestrado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro. 2005.

MELO FILHO, J.A. **Durabilidade química e térmica e comportamento mecânico de compósitos de alto desempenho reforçados com fibras de sisal**. 2012. 184 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012.

METHA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais**. 2. ed. São Paulo: IBRACON, 2014, 782 p.

MISHRA, S.; MISRA, M.; TRIPATHY, S. S.; NAYAK, S. K.; MOHANTY, A. K. Potentiality of pineapple leaf fibre as reinforcement in PALF-polyester composite: surface modification and mechanical performance. **Journal of Reinforced pPlastics and Composites**, v. 20, n. 4, p. 321-334. 2004.

MONTEIRO, S. N.; LOPES, F. P.D. Ensaios em compósitos poliméricos reforçados com fibras. 62th ABM International Annual Congress, 2007. Vitória – ES. **Anais...**Rio de Janeiro:ABM, 2007. p.871-879.

MOON, R. J.; MARTINI, A.; NAIRN, J.; SIMONSEN, J.; YOUNGBLOOD, J. Cellulose nanomaterials review: structure, properties and nanocomposites. **Chemical Society Reviews**, v. 40, n. 7, p. 3941-3994, 2011. <https://doi.org/10.1039/c0cs00108b>

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

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

MUNIZ-GAAL, L. P.; PEZZUTO, C. C.; CARVALHO, F. H. de; MOTA, L. T. Eficiência térmica de materiais de cobertura. **Ambiente Construído**, v. 18, n. 1, p. 503-518, 2018.

NAVES, I. M. **Safra 2012/2013: comercialização - proposta de ações**. CONAB - Companhia Nacional de Abastecimento, 2012. Disponível em: Acesso em: 20 de novembro de 2017.

NOVAIS, R. M.; ASCENSÃO, G.; SEABRA, M. P.; LABRINCHA J. A. **Waste glass from end-of-life fluorescent lamps as raw material in geopolymers**. Department of Materials and Ceramic Engineering/CICECO – Aveiro Institute of Materials, University of Aveiro, Aveiro, Portugal, 2016.

OLIVEIRA, A.; CARNEIRO, A.; PEREIRA, B. Otimização da produção do carvão vegetal por meio do controle de temperaturas de carbonização . **Revista Árvore**, p. 557-566, 2013.

[OLIVEIRA, E. J. de;](#) [DANTAS, J. L. L.;](#) [SILVA, A. dos S.;](#) [CARVALHO, F. M. de;](#) [SANTOS, L. F. dos;](#) [COSTA, J. L.;](#) [AMORIM, V. B. de O.](#) Polymorphic microsatellite marker set for *Carica papaya* L. and its use in molecular-assisted selection. **Euphytica**, v. 173, p.279-287, 2010.

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

PADE, C.; GUIMARÃES, M. The CO₂ Uptake of Concrete in a 100 Year Perspective. **Cement and Concrete Research**, v. 37, n. 9, p. 1348-1356, set. 2007.

PEREIRA, F. R. de L.; QUIRINO, Z. G. M. Fenologia e Biologia floral de neoglazioviavariiegata (bromeliaceae) na caatinga paraibana. **Rodriguésia**, v. 59, n. 4, p. 835-844. 2008.

PIMENTEL, J. R. M. **Caracterização e análise das propriedades da fibra de macaiba (*Bromelia Laciniosa*)**. Dissertação. Engenharia mecânica – UFRN. Rio Grande do Norte. 2012.

PINHEIRO, P. C. C.; SÉYE, O.; FIGUEIREDO, F. J. **A produção de carvão vegetal: Teoria e prática**. Belo Horizonte, 2006.

PIRES, E. N. **Efeito do tratamento de superfície em fibras de junta no comportamento mecânico de compósitos de matriz epóxi**. 2009. 73p. Dissertação. Engenharia de Materiais – UFSC - Santa Catarina. 2009.

POSADA, J. C.; JARAMILLO, L. Y.; CADENA, E. M.; GARCÍA, L. A. Bio-based composites from agricultural wastes: Polylactic acid and bamboo *Guadua angustifolia*. **Journal of Composite Materials**, v. 50, n. 23, 2016.

RAFSANJANI, A.; STIEFEL, M.; JEFIMOV, K.; MOKSO, R.; DEROME, D.; CARMELIET, J. Hygroscopic swelling and shrinkage of latewood cell wall micropillars reveal

ultrastructural anisotropy. **Journal of The Royal Society Interface**, v. 11, n. 95, p. 20140126, 2014.

RIBEIRO, M. B. **Fibrocultura: o Semi-Árido é o paraíso das fibras vegetais**. In: RIBEIRO, M.B. (Ed.). A potencialidade do semi-árido brasileiro. Brasília: Revan, 2007. p.121-136.

ROSSI, F. G.; MARTINS, J.; DENARI, M.; HASSAINE, H.; GREGÓRIO, T.; REIS, C. E. N. Incorporação da fibra do bagaço de cana-deaçúcar no cimento. In: Congresso Brasileiro de Engenharia Química, **Anais...** n. , p.1-8, 2014.

ROCHA, A. K. A. **Desempenho de argamassa para concretos autoadensáveis com baixos teores de cimento Portland** . 2020. 129p. Dissertação. Engenharia Civil – UENF - Rio de Janeiro. 2020.

ROY, K.; DEBNATH, S. C.; DAS, A.; HEINRICH, G.; POTIYARAJ, P. Exploring the synergistic effect of short jute fiber and nanoclay on the mechanical, dynamic mechanical and thermal properties of natural rubber composites. *Polymer Testing*. v.67, p. 487-493, 2018.

SUBRAMANIAN, K.; KUMAR, S. P.; JEYAPAL, P.; VENKATESH, N. Characterization of lignocellulosic seed fibre from *Wrightia Tinctoria* plant for textile applications—an exploratory investigation. **European Polymer Journal**, n. 41, p. 853–861, 2005.

SANAL, I. VERMA, D. **Construction materials reinforced with natural products**, (December), 2017.

SANTOS, A. M. **Estudo de compósitos híbridos polipropileno/fibras de vidro e coco para aplicações em engenharia**. dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)-. Curitiba- PR, Universidade Federal do Paraná- UFP, 90p. 2006.

SANTOS, M. R. **Efeito do tratamento com ciclos de molhagem e Secagem na composição química das fibras vegetais de sisal e juta com perspectiva para utilização como reforço em compósitos cimentícios**. 2015. 102f. Dissertação (Mestrado em Pós-Graduação em Química, Instituto de Química) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2015.

SAVASTANO JR., H; WARDEN, P.G.; COUTTS, R.S.P. Brazilian waste fibres as reinforcement for cement-based composites. **Cement and Concrete Composites**, v. 22, n. 5, p. 379-384, out. 2000. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(00\)00034-2](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(00)00034-2)

SHELLER, H. V., ULVSKOV, P. Hemicelluloses. **Plant Biology**, v. 61, p. 263, 2010.

SENHADJI, Y.; ESCADEILLAS, G.; MOULI, M.; KHELAFI, H.; BENOSMAN. Influence of natural pozzolan, silica fume and limestone fine on strength, acid resistance and microstructure of mortar. **Powder Technology**, Amsterdam, v. 254, p. 314-323, 2014.

SALES, A. T. C.; ALFERES FILHO, R. dos S. Efeito do pó de resíduo cerâmico como adição ativa para o concreto. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 14, n. 1, p. 113-125, jan./mar. 2014.

SILVA, O. R. R.; BELTRÃO, N. R. R. F. **O Agronegócio do Sisal no Brasil**, Embrapa, Brasília 1999.

SILVA, O. R. R. F. da; COUTINHO, W. M.; CARTAXO, W. V.; SOFIATI, V.; SILVA FILHO, J. L. da; CARVALHO, O. S.; COSTA, L. B. da. **Cultivo do Sisal no Nordeste Brasileiro**, Circular Técnica n. 123, Embrapa, Campina Grande, PB, 2008.

SILVA, F. A. **Durabilidade e propriedades mecânicas de compósitos cimentícios reforçados por fibras de sisal**. Rio de Janeiro, 2009. 243 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2009.

SILVA, K. D. S. da; COSTA, F. M.; LOPES, R. K.; RIBEIRO, L. M. B.; PIOVESAN, J. C. Utilização da cinza do bagaço da cana-de-açúcar na produção de concreto sustentável. **Diálogos: Economia e Sociedade**, Porto Velho, v. 2, n. 1, p. 176 – 190, 2018

SILVA, L. F. **Estudo do efeito da microcelulose sobre o desempenho de materiais compósitos de matriz cimentícia**. 77 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Civil, Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2016.

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

SOUZA, R. G. **Estudo de pozolana autoclavada baseada em óxido de cálcio derivado da concha da ostra *Crassostrea gigas***. 2008. 71 p. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós-graduação em Engenharia de Materiais, UFSC, Florianópolis, 2008.

SOUZA, C. R. N. **Estudo da condutividade térmica do gesso ($\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$) em função de sua porosidade**. Dissertação (Mestrado em Ciência dos materiais. Universidade Federal do Vale do São Francisco, Campus Juazeiro. 2015.

SUH, D.J.; LIM, Y.T.; PARK, O.O. – **Polymer**, **41**, p.8557 (2000).

TAYLOR, H. F. W. **Cement chemistry**. 2nd ed. London: Thomas Telford; 1997.

TESSARO, A. B.; GONÇALVES, M. R. F.; GATTO, D. A.; Pollnow, E. N.; Carreño, N. L. V.; Delucis, R. de A. Compósitos cimentícios reforçados com fibras de eucalipto puras e tratadas com tetraetilortossilicato (TEOS 98%). **Ambiente Construído**, v. 15, n. 3, p. 47–55, 2015.

TOLEDO FILHO, R. D.; SCRIVENER, K.; ENGLAND, G. L.; GHAVAMI, K. **Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibers in cement mortar composites**. *Cement and Concrete Composites* 22, 127 – 143, 2000.

TOLEDO FILHO, R. D.; GHAVAMI, K.; ENGLAND, G. L.; SCRIVENER, K. Development of vegetable fibre-mortar composites of improved durability. **Cement and Concrete Composites**, v.25, p. 185-196, 2003.

TOLEDO FILHO, R. D.; SILVA, F. de A.; Fairbairn, E. M. R.; MELO FILHO, J. de A. Durability of compression molded sisal fiber reinforced mortar laminates. **Construction and Building Materials**, v. 23, p. 2409-2420, 2009.

TONOLI, G. H. D.; SANTOS, S. F. dos; RABI, J. A.; SANTOS, W. N. dos; SAVASTANO JUNIOR, H. Thermal performance of sisal fiber-cement roofing tiles for rural constructions. **Scientia Agricola**, Piracicaba, v. 68, n. 1, p. 1-7, 2011.

TONOLI, G. H. D.; BELGACEM, M. N.; SIQUEIRA, G.; BRAS, J.; SAVASTANO JR., H.; ROCCO LAHR, F. A.. Processing and dimensional changes of cement based composites reinforced with surface-treated cellulose fibers. **Cement and Concrete Composites**, v. 37, p. 68-75, 2013.

TONOLI, G. H. D.; PIZZOL, V. D.; URREA, G.; SANTOS, S. F.; MENDES, L. M. SANTOS, V. JOHN, V. M; FRÍAS, M.; SAVASTANO JR., H. et al. Rationalizing the impact of aging on fiber-matrix interface and stability of cement-based composites submitted to carbonation at early ages. **Journal of Materials Science**, Norwell, 2016. In press.

TRELIM. **Informações gerais sobre o sisal**. Disponível em: <<http://www.trelim.com.br/index-63.html>> Acesso em: 14 de setembro de 2015.

VASCONCELOS, R. F. Estudo da cinética de deslignificação Organossolve do Caroá (*Neoglaziovia variegata* (Arr. Cam.) Mez.). 2011. 71F. **Dissertação** (Mestrado em Engenharia Química). UFCG. 2019.

WAN, J., WANG, Y., XIAO, Q. **Effects of hemicellulose removal on cellulose fiber structure and recycling characteristics of eucalyptus pulp.** *Bioresource Technology*, v. 101, n. 12, p. 4577-4583, 2010.

WATKINS, D., NURUDDIN, M., HOSUR, M., TCHERBI-NARTEH, A., JEELANI, S. Extraction and characterization of lignin from different biomass resources. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 4, n. 1, p. 26-32, 2015.

WEI, L.; MEYER, C. Degradation Mechanisms of Natural Fiber in the Matrix of Cement Composites. *Cement and Concrete Research*, v. 73, p. 1-16, 2015.

YAN, L.; KASAL, B.; HUANG, L. A review of recent research on the use of cellulosic fibres, their fibre fabric reinforced cementitious, geo-polymer and polymer composites in civil engineering. *Composites Part B: Engineering*, [s.l.], v. 92, p.94-132, maio 2016. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.02.002>

YANG, L. T.; ZHAO, C. S.; DAI, C. L.; FU L. Y.; LIN, S. Q. **Thermal and mechanical Properties of Polyurethane Rigid Foam Based on Epoxidized Soybean Oil.** *Journal of Polymers and the Environment*, v. 20, n. 1, p. 230-236, 2012.

SOUZA, J. D. G. T. de; MOTTA, L. A. de C.; PASQUINI, D.; VIEIRA, J. G.; PIRES, C. Modificação química superficial de fibras de bucha vegetal visando à compatibilização e aplicação como reforço em matriz cimentícia. *Ambiente Construído*, v. 17, n. 2, p. 269-283, 2017. <https://doi.org/10.1590/s1678-86212017000200157>

SALAZAR, V.L.P., Estudo da biodegradação das fibras de coco e de sisal visando às aplicações na indústria automotiva. **Tese de D. Sc**, UNESP, Botucatu, SP, Brasil, 2005. [42] MOTTA, L. A. C. Caracterização de Fibras curtas empregadas na construção Civil, São Paulo, EPUSP, 2007.

PAULA, P.G., Formulação e caracterização de compósitos com fibras vegetais e matriz termoplástica. Dissertação de M. Sc, UENF, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2011. [40] CARASCHI, J.C., LEAO, A., RAMOS, U.M., “Compósitos biodegradáveis de polihidroxibutirato (PHB) reforçado com farinha de madeira: propriedades e degradação”, *Acta Scientiarum. Technology*, v. 24, pp. 1609-1614, 2002.

MARINHO, L.T.L; ARAUJO, G. T; LOPES, F. F. M.; ROCHA, A.P.T. Redução da hidrofiliçidade de fibras vegetais por tratamento químico seguido de impregnação superficial. **Revista Educação Agrícola Superior**. V.29, N.2, P. 136-139, 2014.

PARENTE, I.M.S. Parâmetros de durabilidade de compósito sisal-cimento para uso como fôrmas permanentes de vigas de concreto armado. p 78. **Dissertação** (Engenharia Civil). UFBA. 2020.

PIMENTA, A. S.; MONTEIRO, T. V. da C.; FASCIOTTI, M.; BRAGA, R. M.; SOUZA, E. C. de; LIMA, K. M. G. de. **Fast pyrolysis of trunk wood and stump wood from a Brazilian eucalyptus clone. Industrial Crops and Products**, v. 125, p. 630–638, 2018. Elsevier.

VASCONCELOS, R.F. Estudo da cinética de deslignificação Organossolve do Caroá (*Neoglaziovia variegata* (Arr. Cam.) Mez.). 2011. 71F. **Dissertação** (Eng. Química). UFCG. 2019.

WEI, J. **Durability of Cement Composites Reinforced with Sisal Fiber**. 252 p., 2014. Tese (Doutorado) – Department of Civil Engineering and Engineering Mechanics, Columbia University. New York, 2014.

APÊNDICES

Tabela 9. Teste de absorção de água para corpos de prova com diferentes tipos de fibras vegetais e diferentes períodos de cura.

Fontes de Variação	7 dias			28 dias			90 dias		
	24h	36h	72h	24h	36h	72h	24h	36h	72h
Fibras									
Sisal	372.32 a	379.23 a	378.75 a	369.99 a	371.28 a	371.82 a	367.95 a	371.17 a	371.09 a
Caroá	365.04 a	372.19 a	373.33 a	367.52 a	369.45 a	370.29 a	367.75 a	373.33 a	373.91 a
Tratamentos									
Com tratamento	372.26 a	371.26 a	377.75 a	366.64 a	368.10 a	368.75 a	360.84 b	364.83 b	365.47 b
Sem tratamento	365.10 a	380.16 a	373.33 a	370.87 a	372.63 a	373.37 a	374.86 a	379.67 a	379.54 a
Matriz									
Com metacaulim	360.13 a	367.27 a	371.24 a	371.06 a	372.85 a	373.48 a	371.43 a	375.96 a	376.16 a
Sem metacaulim	377.23 a	384.15 a	379.84a	366.45 a	367.88 a	368.64 a	364.27 a	368.54 a	368.84 a
Trat. X Adici + Test.									
Fatorial	368.67 a	375.71 a	375.54 a	368.75 a	372.85 a	371.06 a	367.85 a	372.25 a	372.50 a
Adic. + Test.	369.05 a	378.03 a	374,78 a	364.09 a	367.88 a	368.48 a	376.26 a	378.00 a	378.18 a
Adic. + Test.									
Adic.	376.02 a	389.36 a	386,04 a	366.93 a	370.36 a	373.85 a	376.08 a	372.25 b	378.87 a

Test.	362.09 a	366.70 a	363,52 a	361.26 a	367.38 a	363.12 a	376.45 a	378.00 a	377.49 a
CV (%)	7.37	6.67	5.5	2.16	2.12	2.12	3.45	3.32	3.32
Média geral	368.75	376.17	375.39	367.82	369.77	370.54	369.53	373.40	373.64
Fibra	0.52	0.39	0.60	0.45	0.57	0.63	0.96	0.67	0.58
Tratamento	0.51	0.50	0.43	0.20	.017	0.16	0.01	0.00	0.01
Matriz	0.13	0.11	0.31	0.16	0.13	0.14	0.18	0.15	0.16
Fibra x Trat.	0.25	0.10	0.05	0.68	0.64	0.66	0.91	0.83	0.73
Fibra x Matriz	0.34	0.44	0.47	0.86	0.81	0.78	0.22	0.33	0.27
Trat. x Matriz	0.13	0.08	0.18	0.10	0.15	0.17	0.04	0.08	0.11
Fibra x Trat. x Mat.	0.21	0.10	0.03	0.59	0.55	0.52	0.50	0.51	0.59
Fat. X Adc. + Test.	0.97	0.84	0.93	0.21	0.41	0.48	0.16	0.32	0.32
Adic. + Test.	0.53	0.28	0.19	0.39	0.12	0.10	0.97	0.86	0.89

Fatorial - Tratamentos Adc - Cimento e metacaulim Test - Cimento. Letras diferentes na coluna diferem entre si pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Tabela 10. Teste de flexão em três pontos em corpos de prova com fibras vegetais em diferentes períodos de cura.

Cura	7 dias		28 dias		90 dias	
	Tensão	Força	Tensão	Força	Tensão	Força
Fontes de variação						
Sisal	1.17 a	161.00 a	1.37 a	204.09 a	1.70 a	257.43 a
Caroá	1.00 a	142.01 a	0.99 b	158.02b	1.56 a	228.09 a
Tratamento						
Com tratamento	1.01 a	143.11 a	1.23 a	185.88 a	1.47 b	221.46 b
Sem tratamento	1.16 a	159.90 a	1.13 a	176.24 a	1.80 a	264.06 a
Matriz						
Com metacaulim	1.03 a	147.21 a	1.10 a	168.05 a	1.45 b	208.78 b
Sem metacaulim	1.14 a	155.80 a	1.26 a	194.07 a	1.81 a	276.74 a
Fat x adc + test						
Fatorial	1,08 b	151,50 b	1,18 a	181,05 a	1.63 a	242.76 a
Adic. + Test	1,40 a	185,33 a	1,09 b	171.85 b	1.62 a	231.63 b
Adic. + Test						
Adicional	1.40 a	186.66 a	1.20 a	189.00 a	1.54 b	229.19 b

Testemunha	1.41 a	184.01 b	0.98 b	154,71 b	1.70 a	234.07 a
CV (%)	28.43	28.93	28.50	27.45	22.75	19.69
Média geral	1.15	158.27	1.26	191.08	1.63	240.53
Fibra	0.1115	0.197	0.0019	0.0083	0.0081	0.0069
Tratamento	0.1361	0.2527	0.3494	0.5642	0.2323	0.0569
Matriz	0.2923	0.5563	0.1534	0.1245	0.0036	<.0001
Fibra x Trat.	0.0012	0.0009	0.0047	0.0025	0.4164	0.3938
Fibra x Matriz	0.24	0.3321	0.046	0.0139	0.0439	0.0016
Trat. x Matriz	0.5432	0.2929	0.0798	0.078	0.0277	0.03
Fibra x Trat. X Matriz	0.0139	0.0263	0.9166	0.9415	0.3357	0.9753
Fat. X Adic. + Test.	0.0093	0.043	0.0029	0.01	0.932	0.5099
Adic. + Test	0.9616	0.9274	<.0001	<.0001	0.516	0.8711

Fatorial - Tratamentos Adc - Cimento e metacaulim Test - Cimento. Letras diferentes na coluna diferem entre si pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Tabela 11. Teste de compressão axial em corpos de prova com fibras vegetais em diferentes períodos de cura.

Cura	7 dias		28 dias		90 dias	
	Tensão	Força	Tensão	Força	Tensão	Força
Fontes de variação						
Sisal	7.25 a	11.91 a	10.55 a	14.89 a	13.31 a	22.99 a
Caroá	5.07 b	8.90 b	6.24 b	8.87 b	10.08 b	17.34 b
Tratamento						
Com tratamento	5.25 b	9.30 b	6.94 b	9.87 b	10.01 b	17.06 b
Sem tratamento	7.08 a	11.51 a	9.85 a	13.89 a	13.38 a	23.28 a
Matriz						
Com metacaulim	5.06 b	8.88 b	7.36 b	10.52 b	9.85 b	16.90 b
Sem metacaulim	7.27 a	11.93 a	9.43 a	13.25 a	13.54 a	23.43 a
Fat x adc + test						
Fatorial	6.16 b	10.41 b	8.39 b	11.88 b	11.70 b	20.16 b
Adic. + Test	14.14 a	23.83 a	13.87 a	21.45 a	15.81 a	27.46 a
Adic. + Test						
Adicional	14.24 a	22.87 a	13.08 b	18.38 b	15.60 b	26.85 b
Testemunha	14.05 b	24.79 b	14.67 a	24.52 a	16.02 a	28.07 a
CV (%)	22.02	24.16	25.22	26.38	21.60	20.81

Média geral	7.76	13.09	9.49	13.80	12.52	21.63
Fibra	<.0001	0.0044	<.0001	<.0001	0.0004	0.0002
Tratamento	0.0016	0.0324	0.0003	0.0011	0.0002	<.0001
Matriz	<.0001	0.0051	0.0093	0.0225	<.0001	<.0001
Fibra x Trat.	0.0117	0.0926	0.9861	0.9475	0.0754	0.077
Fibra x Matriz	0.2223	0.8076	0.1603	0.1732	0.6764	0.6633
Trat. x Matriz	0.7996	0.2578	0.6998	0.611	0.3904	0.2735
Fibra x Trat. X Matriz	0.3193	0.9365	0.4229	0.4111	0.9567	0.9863
Fat. X Adic. + Test.	<.0001	<.0001	<.0001	<.0001	<.0001	<.0001
Adic. + Test	0.8598	0.3423	0.3006	0.0109	0.8071	0.6709

Fatorial - Tratamentos Adc - Cimento e metacaulim Test - Cimento. Letras diferentes na coluna diferem entre si pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

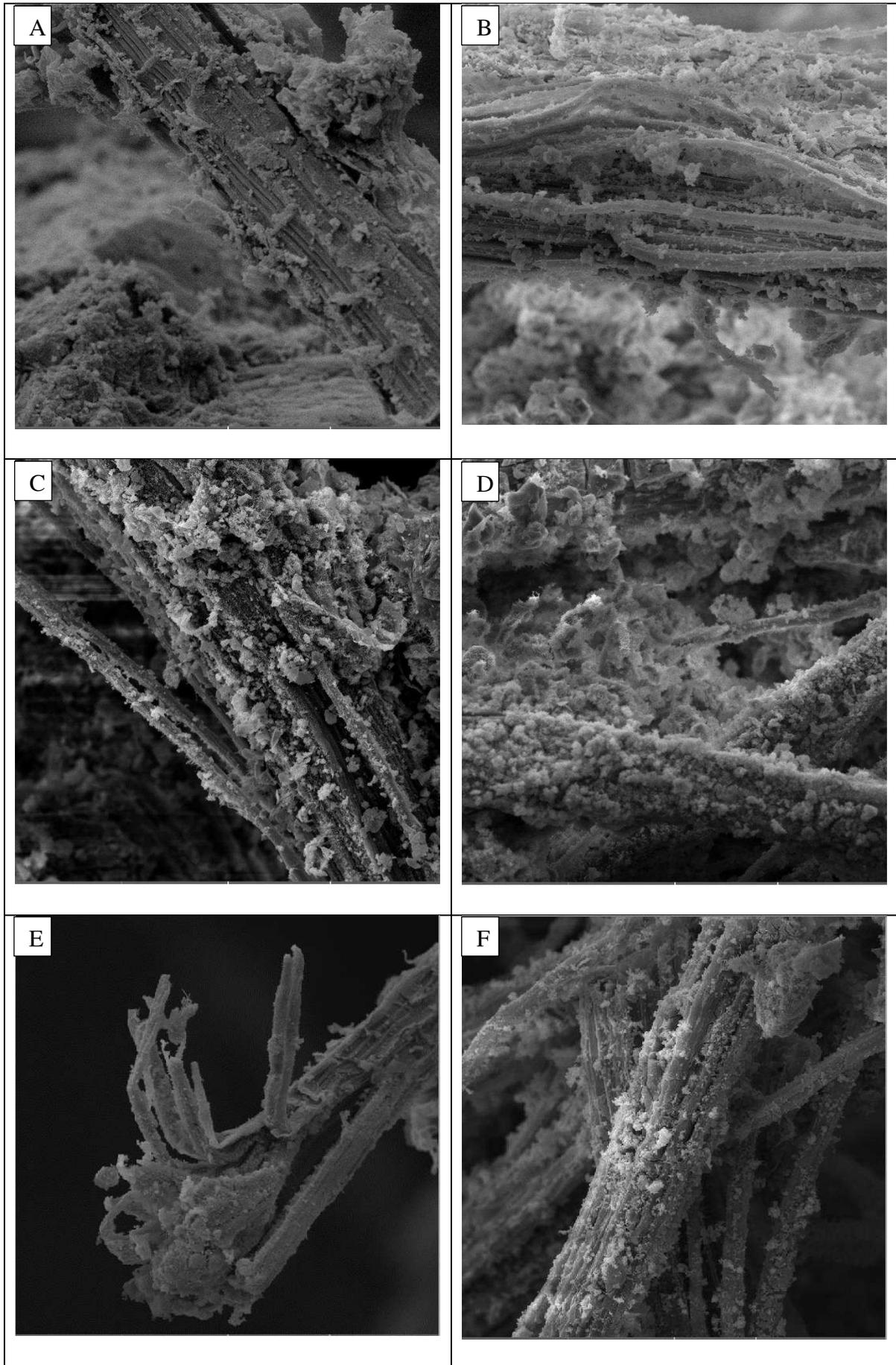


Figura 34. Imagens do MEV em corpos de prova com 7 (A e B), 28 (C e D) e 90 (E e F) dias de cura com fibras de caroá não tratadas (A, C e E) e impregnadas (B, D e F), utilizando as aproximações de 1000x.

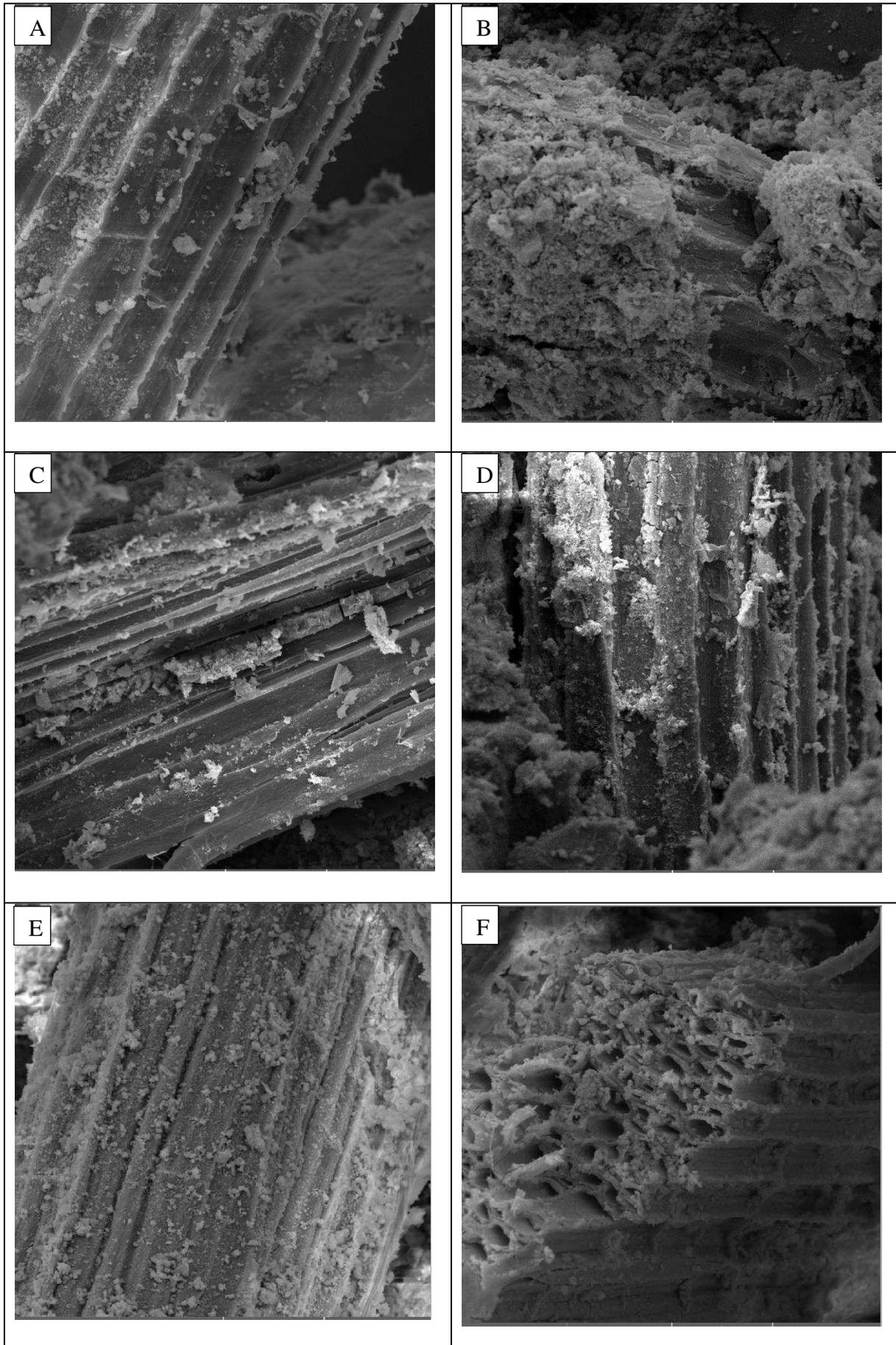


Figura 35. Imagens do MEV em corpos de prova com 7 (A e B), 28 (C e D) e 90 (E e F) dias de cura com fibras de caroá não tratadas (A, C e E) e impregnadas (B, D e F), utilizando as aproximações de 1000x.