

Ana Carolina Constâncio Trindade

Desenvolvimento e comportamento mecânico de compósitos geopoliméricos têxteis reforçados com fibra de juta

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil do Departamento de Engenharia Civil da PUC-Rio.

> Orientador: Prof. Flávio de Andrade Silva Coorientador: Prof. Paulo Henrique Ribeiro Borges

Rio de Janeiro Fevereiro de 2017



Ana Carolina Constâncio Trindade

Desenvolvimento e comportamento mecânico de compósitos geopoliméricos têxteis reforcados com fibra de juta

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil do Departamento de Engenharia Civil do Centro Técnico Científico da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

Prof. Flávio de Andrade Silva Orientador Departamento de Engenharia Civil – PUC-Rio

Prof. Paulo Henrique Ribeiro Borges Coorientador Departamento de Engenharia Civil – CEFET-MG

Prof. Daniel Carlos Taissum Cardoso Departamento de Engenharia Civil – PUC-Rio

> Prof. Dylmar Penteado Dias Laboratório de Engenharia Civil – UENF

Dr^a. Lourdes Maria Silva de Souza Departamento de Engenharia Civil – PUC-Rio

> Prof. Márcio da Silveira Carvalho Coordenador Setorial do Centro Técnico Científico – PUC-Rio

Rio de Janeiro, 16 de fevereiro de 2017.

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

Ana Carolina Constâncio Trindade

Graduada em Engenharia Civil pela Universidade Católica de Petrópolis – UCP – em 2013. Principais áreas de interesse: Materiais compósitos, geopolímeros e estruturas de concreto.

Ficha Catalográfica

Trindade, Ana Carolina Constâncio

Desenvolvimento e comportamento mecânico de compósitos geopoliméricos têxteis reforçados com fibras de juta/ Ana Carolina Constâncio Trindade; Orientador: Flávio de Andrade Silva/ coorientador: Paulo Henrique Ribeiro Borges – 2017.

97 f. il. color; 29,7 cm.

Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil -Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Civil. 2017.

Inclui referências bibliográficas.

1. Engenharia civil – Teses. 2. Geopolímeros. 3. Metacaulim. 4.Compósito. 5. Fibras Naturais. 6. Juta. I. Silva, Flávio de Andrade. II. Borges, Paulo Henrique Ribeiro. III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia Civil. IV. Título.

CDD: 624

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1512776/CA

Para meus pais.

Agradecimentos

Ao meu orientador, Flávio de Andrade Silva, demonstro aqui minha gratidão pelos momentos de incentivo, pelas sugestões apresentadas e todo o conhecimento compartilhado. Muito obrigada por acreditar e confiar no meu trabalho.

Ao meu coorientador, Paulo Henrique Ribeiro Borges, por todas as sugestões, indicações e incentivo, além é claro de todo o conhecimento a respeito de geopolímeros que me foi transmitido. Ao colega Himad, aluno de mestrado do Prof. Paulo, por todo auxílio que me deste, pelas dúvidas sanadas (que eram muito comuns) e por todos os ensaios realizados em Belo Horizonte. Sem dúvidas a parceria que criamos tornou capaz toda esta pesquisa.

Aos técnicos do laboratório de estruturas da PUC-Rio, que me auxiliaram nos momentos cruciais dos processos experimentais: Euclides, José Nilson, Rogério, Marques e Carlos. A eles o meu muito obrigada. A toda equipe PUC-Rio, funcionários e professores, que de todas as formas tentam auxiliar e transformar o pensamento dos alunos, em especial ao professor Daniel Cardoso, cujo incentivo foi de grande valia. Aos professores de outros departamentos e universidades, que permitiram a utilização de seus laboratórios, em especial ao Dr. Otávio (CETEM) e ao Dr. Rodrigo (Casa 21).

Às alunas de iniciação científica, Daniela e Isadora, futuras grandes engenheiras civis, que foram por muitas vezes meus "braços" e que me auxiliaram desde o início em todos os processos experimentais, sem elas não teria obtido a mesma quantidade de resultados. Aos amigos da PUC-Rio cujo incentivo foi fundamental. Em especial à Daiana, Letícia e Rebecca, agradeço por toda a ajuda, pelos problemas divididos e pelas vitórias somadas. A todo o pessoal do laboratório, ao grupo da "favelinha" e a todos os amigos feitos ao longo dessa jornada (que felizmente não foram poucos).

Aos meus pais, Beto e Adriana, agradeço muito por todo seu amor incondicional, por acreditarem nos meus sonhos e por transmitirem sempre sua confiança e apoio ao longo de toda a vida em tudo que decidi fazer. Vocês sempre serão meus professores mais importantes. Aos meus irmãos, Bia, Pedro e Luiza, por serem minha fonte de inspiração para chegar cada vez mais longe. Aos amigos e familiares que entenderam minhas ausências e que comemoraram e incentivaram cada passo deste caminho.

À Capes pelo suporte financeiro para realização desta pesquisa.

Resumo

Constâncio Trindade; Ana Carolina; de Andrade Silva, Flávio (orientador); Ribeiro Borges, Paulo Henrique (coorientador). **Desenvolvimento e comportamento mecânico de compósitos geopoliméricos têxteis reforçados com fibra de juta.** Rio de Janeiro, 2017. 97p. Dissertação de Mestrado - Departamento de Engenharia Civil, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Geopolímeros podem ser descritos como materiais aluminossilicatos estáveis e sintetizados, cujas propriedades apresentadas em estudos anteriores sugerem diversas vantagens quando comparados aos materiais à base de cimento Portland. Como, por exemplo, alta resistência inicial e bom desempenho quando expostos a altas temperaturas. Este trabalho apresenta um estudo experimental acerca do comportamento mecânico de matrizes geopoliméricas reforçadas com tecidos bidirecionais de juta em temperatura ambiente e quando submetidas a temperaturas elevadas. Geopolímeros à base de metacaulim, sílica ativa e escória de alto-forno foram produzidos com diferentes tipos de agregados (areia e chamote). Ensaios de compressão, tração e flexão foram realizados a fim de se determinar a resposta mecânica das diferentes matrizes e compósitos, e seu comportamento de fissuração, antes e depois da exposição a altas temperaturas. A interface fibra-matriz também foi analisada por meio de ensaios de arrancamento. Todos os compósitos exibiram comportamento de strain/deflection-hardening e múltipla fissuração. No geral, as matrizes contendo escória apresentaram maiores resistências, enquanto as matrizes de sílica e as combinações da matriz de metacaulim com agregados alternativos apresentaram aumento na tenacidade dos compósitos, permitindo uma maior tolerância à temperatura. Análises de DRX, TG e MEV foram utilizadas para investigar as características químicas e microestruturais dos materiais estudados.

Palavras-chave

Geopolímeros; metacaulim; compósitos; fibras naturais, juta.

Abstract

Constâncio Trindade, Ana Carolina; de Andrade Silva, Flávio (advisor); Ribeiro Borges, Paulo Henrique (co-advisor). **Development and mechanical behavior of textile geopolymeric composites reinforced with jute fiber**. Rio de Janeiro, 2017. 97p. MSc. Dissertation – Departamento de Engenharia Civil, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Geopolymers may be described as stable and synthesized aluminosilicate materials whose properties presented in previous studies suggest several advantages when compared to materials based on Portland cement, such as, high initial strength and good performance when exposed to elevated temperatures. This work presents an experimental study about the mechanical behavior of geopolymeric matrices reinforced with bi-directional jute fabrics under controlled lab conditions and high temperatures. Geopolymers based on metakaolin, silica and blast furnace slag were produced with different types of aggregates (sand and chamotte). Compression, tensile and flexural tests were performed in order to determine the mechanical response of different matrices and composites, along with their cracking behavior, before and after exposure to high temperatures. The fiber-matrix interface was also analyzed by pullout tests. All composites exhibited strain/deflection-hardening and multiple cracking behavior. In general, the matrix containing slag and sand showed higher strengths. Silica matrices and combinations of the metacaulim matrix with alternative aggregates showed an increase in the composites toughness, allowing a higher temperature tolerance. XRD, TGA and SEM were used to investigate the chemical and microstructural characteristics of the studied materials.

Keywords

Geopolymers; metakaolin; composites; natural fibers; jute.

Sumário

1 Introdução	16
1.1. Motivação	16
1.2. Objetivos	17
1.3. Organização da Dissertação	18
	10
2 Revisao bibliografica	19
2.1. Geopolímeros	19
2.1.1. Aplicações	21
2.1.2. Química dos geopolímeros	23
2.1.3. Comportamento mecânico	25
2.1.4. Durabilidade	25
2.2. Compósitos reforçados com fibras	28
2.2.1. Fibras naturais	30
2.2.2. Comportamento mecânico de compósitos geopoliméricos	32
2.3. Comportamento mecânico e durabilidade de compósitos geopoliméricos	
reforçados com fibras naturais	33
3 Desenvolvimento e caracterização das matrizes geopoliméricas	34
3.1. Introdução	34
3.2. Caracterização dos materiais	35
3.3. Dosagem e processamento das matrizes geopoliméricas	38
3.3.1. Propriedades das matrizes no estado fresco	41
3.3.2. Propriedades das matrizes geopoliméricas no estado endurecido	42
3.4. Conclusão	50
4 Desenvolvimento e caracterização dos compósitos geopoliméricos	52
4.1. Introdução	52
4.2. Materiais e métodos	52
4.2.1. A fibra de juta	52
4.2.2. Fabricação de materiais compósitos	54
4.2.3. Comportamento mecânico	55

4.3. Resultados e discussão	58
4.3.1. Ensaios de Tração de Compósitos Têxteis Geopoliméricos	58
4.3.2. Ensaios de flexão de compósitos têxteis geopoliméricos	61
4.3.3. Interface fibra-matriz	62
4.3.4. Comparação entre compósitos cimentícios e geopoliméricos reforçados	
com fibra juta	66
4.4. Conclusão	67
5 Durabilidade de geopolímeros submetidos a altas temperaturas	69
5.1. Introdução	69
5.2. Materiais e métodos	69
5.3. Resultados e discussão	73
5.3.1. Matrizes geopoliméricas submetidas a altas temperaturas	73
5.3.2. Compósitos geopoliméricos têxteis submetidos a altas temperaturas	78
5.4. Conclusão	90
6 Conclusãos o sugastãos	01
	91
6.1. Conclusões	91
6.2. Sugestões para futuros trabalhos	92
7 Referências bibliográficas	93

Lista de Figuras

Figura 2.1 – Aplicações de geopolímeros na Austrália: a) Lyndarum State;	
e b) Templestowe	22
Figura 2.2 – Aplicações de geopolímeros: a) aeroporto em Brisbane; e b)	
tubulações no Canadá	23
Figura 2.3 – Comportamento mecânico de um compósito cimentício	
reforçado com fibras submetido à ensaio de flexão	28
Figura 2.4 – Morfologias das fibras de: (a) coco, (b) curauá e (c) juta	31
Figura 3.1 – Difratogramas: a) da sílica ativa; b) da escória de alto-forno;	
c) do metacaulim; e d) difratômetro Shimadzu	37
Figura 3.2 – Curvas granulométricas do metacaulim, da sílica ativa e da	
escória de alto-forno	37
Figura 3.3 – Curva granulométrica da areia	38
Figura 3.4 – Processo de mistura das argamassas geopoliméricas: (a) mistura	
dos materiais secos; (b) adição da solução ativadora; (c) mistura da argamassa	
em baixa velocidade: e (d) homogeneização da mistura	40
Figura 3.5 – Ensaio de consistência da matriz F3.0-100MC	41
Figura 3.6 – Difratogramas das matrizes geopoliméricas: a) F3.0-100MC;	
b) F3.9-80MC20SA; c) F3.9-60MC40EAF	43
Figura 3.7 – Microscópio eletrônico de varredura FEI Quanta 400	44
Figura 3.8 – Processo de: a) embutimento; e b) polimento de amostras para	
análise microestrutural	45
Figura 3.9 – Mapeamento dos elementos químicos obtidos por EDS:	
a) 100MC; b) 80MC20SA; e c) 60MC40EAF	45
Figura 3.10 – Microestruturas obtidas por MEV e EDS das amostras	
geopoliméricas polidas:	46
Figura 3.11 – Equipamentos para: a) ensaio de compressão axial e	
b) ensaio de tração direta	47
Figura 3.12 – Máquina de ensaio universal para ensaio de flexão	48

Figura 3.13 – Propriedades mecânicas das matrizes F3.0-100MC, F3.9-	
80MC20SA e F3.9-60MC40EAF: (a) na compressão axial; (b) tração direta;	
e (c) curva tensão equivalente de flexão versus deslocamento	50
Figura 4.1 – a) Tecido; e b) cordão de juta	53
Figura 4.2 – a) Molde utilizado para confecção dos compósitos; e b) esquema	
de moldagem	54
Figura 4.3 – Processo de moldagem dos compósitos têxteis: a) 1ª camada de	
matriz; b) posicionamento da 1ª camada de fibra; c) sobreposição de camadas	
de matriz e fibra; e d) compósito finalizado	55
Figura 4.4 – Arranjo experimental utilizado nos ensaios de tração direta dos	
compósitos geopoliméricos	56
Figura 4.5 – Ensaio de flexão a 4 pontos nos compósitos geopoliméricos	56
Figura 4.6 – Moldagem dos corpos de prova para ensaios de arrancamento	57
Figura 4.7 – Sistema de ensaio de arrancamento	58
Figura 4.8 – Curvas Tensão versus deformação de diferentes matrizes	
geopoliméricas reforçadas com fibras de juta	59
Figura 4.9 – Compósitos submetidos à tração direta com diferentes padrões	
de fissuração	60
Figura 4.10 – Curvas tensão equivalente na flexão versus deflexão das	
matrizes geopoliméricas reforçadas com fibras de juta	61
Figura 4.11 – Curvas força de arrancamento versus deslizamento em	
diferentes comprimentos de embebimento (10, 25 e 50 mm) para a	
matriz F3.0-100MC	63
Figura 4.12 – Curvas força de arrancamento versus deslizamento com 25 mm	
de embebimento – comparação entre as três matrizes geopoliméricas	65
Figura 4.13 – Curvas tensão versus deformação de compósitos geopolimé-	
ricos (100MC) e cimentícios reforçados com 5 camadas de fibra de juta	66
Figura 4.14 – Curvas força de arrancamento versus Deslizamento com 10 mm	
de embebimento	67
Figura 5.1 – Curvas granulométricas da areia e do chamote	70
Figura 5.2 – a) Arranjo dos ensaios de compressão axial; b) aquecimento de	
amostra em forno mufla	72
Figura 5.3 – a) Esquema dos ensaios de tração direta; b) aquecimento dos	
corros de prova em estufa	73

Figura 5.4 – Curvas tensão versus deformação em diferentes temperaturas	
para: a) F3.0-100MC; b) F3.9-80MC20SA; c) F3.9-60MC40EAF; e	
d) F3.0-100MC+CHA	74
Figura 5.5 – Efeito da exposição a temperaturas elevadas na resistência à	
compressão axial de diferentes matrizes geopoliméricas	77
Figura 5.6 – Efeito da exposição a temperaturas elevadas no módulo de	
elasticidade de diferentes matrizes geopoliméricas	77
Figura 5.7 – Curvas tensão versus deformação da matriz F3.0-100MC	
reforçada com fibras de juta: sem agregado, com areia e com chamote	78
Figura 5.8 – Padrão de fissuração após ensaios de tração para os compósitos	
geopoliméricos F3.0-100MC: sem agregado, com areia e com chamote	80
Figura 5.9 – Curvas força de arrancamento versus deslizamento com 25 mm	
de embebimento – comparação entre todas as matrizes	80
Figura 5.10 – Curvas tensão versus deformação do compósito	
F3.0-100MC+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas	82
Figura 5.11 – Padrão de fissuração após ensaios de tração para o compósito	
F3.0-100MC+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas	83
Figura 5.12 – Curvas tensão versus deformação do compósito F3.0-	
100MC+CHA+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas	84
Figura 5.13 – Padrão de fissuração após ensaios de tração para o compósito	
F3.0-100MC+CHA+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas	86
Figura 5.14 – Curvas tensão versus deformação do compósito F3.0-100MC-	
S/A+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas	87
Figura 5.15 – Padrão de fissuração após ensaios de tração para o compósito	
F3.0-100MC-S/A+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas	89
Figura 5.16 – Densidade de macrofissuras dos compósitos submetidos a altas	
temperaturas	90

Lista de tabelas

Tabela 2.1 – Razões molares propostas por DAVIDOVITS (1978)	24
Tabela 2.2 – Propriedades mecânicas de diversos tipos de fibras	29
Tabela 3.1 – Composição química do metacaulim, da sílica ativa e da escória	35
Tabela 3.2 – Composição química do NaOH e Na ₂ SiO ₃	36
Tabela 3.3 – Diâmetro dos materiais aluminossilicatos (D50, D80, D95)	38
Tabela 3.4 – Quantidades em massa de materiais sólidos e relações molares	
de cada matriz geopolimérica (com 1000g de referência de aluminossilicatos)	39
Tabela 3.5 – Resultados dos índices de consistência de cada matriz	42
Tabela 3.6 – Critérios de trabalhabilidade utilizados para argamassas	
geopoliméricas. Adaptado de GOSH e GOSH (2012)	42
Tabela 3.7 – Resultados de resistência mecânica de cada matriz (os valores de	
desvio-padrão estão entre parênteses)	49
Tabela 4.1 – Características da fibra de juta (adaptada de FIDELIS, 2014)	53
Tabela 4.2 – Resultados dos ensaios de tração para os três compósitos	
geopoliméricos	59
Tabela 4.3 – Densidade de macrofissuras dos compósitos geopoliméricos	
submetidos à tração direta (valores de desvio-padrão em parênteses)	61
Tabela 4.4 – Resultados dos ensaios de flexão a 4 pontos para os três	
compósitos geopoliméricos	62
Tabela 4.5 – Resultados dos ensaios de arrancamento para a matriz	
F3.0-100MC com diferentes comprimentos de embebimento	63
Tabela 4.6 – Resultados dos ensaios de arrancamento com 25 mm de	
embebimento – comparação entre as três matrizes geopoliméricas	65
Tabela 5.1 – Resultados dos ensaios de compressão axial das matrizes	
expostas a diferentes temperaturas - Parte 1 (valores entre parênteses	
correspondem ao desvio-padrão)	75
Tabela 5.2 - Resultados dos ensaios de compressão axial das matrizes	
expostas a diferentes temperaturas - Parte 2 (valores entre parênteses	
correspondem ao desvio-padrão)	76

Tabela 5.3 - Resultados dos ensaios de tração direta para os compósitos	
geopoliméricos F3.0-100MC: sem agregado, com areia e com chamote	
(valores entre parênteses correspondem ao desvio-padrão)	79
Tabela 5.4 - Densidade de macrofissuras dos compósitos F3.0-100MC+5C	
com diferentes agregados, submetidos a ensaios de tração direta	79
Tabela 5.5 - Resultados dos ensaios de arrancamento com 25 mm de	
embebimento – comparação entre todas as matrizes	81
Tabela 5.6 - Resultados dos ensaios de tração para o compósito	
F3.0-100MC+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas	83
Tabela 5.7 - Densidade de macrofissuras do compósito F3.0-100MC+5C,	
antes e após serem submetidos a altas temperaturas	83
Tabela 5.8 - Resultados dos ensaios de tração para o compósito F3.0-	
100MC+CHA+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas	85
Tabela 5.9 - Densidade de macrofissuras do compósito	
F3.0-100MC+CHA+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas	86
Tabela 5.10 - Resultados dos ensaios de tração para o compósito	
F3.0-100MC-S/A+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas	87
Tabela 5.11 - Módulos de elasticidade equivalentes obtido no último trecho	
(zona III) nos ensaios de tração para o compósito F3.0-100MC-S/A+5C	88
Tabela 5.12 - Densidade de macrofissuras do compósito	
F3.0-100MC-S/A+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas	89

Lista de símbolos

Al_2O_3	Alumina
C-A-S-H	Gel adicional à base de cálcio
CHA	Chamote
CO_2	Dióxido de Carbono
CPC	Concreto de cimento Portland
C-S-H	Silicato de Cálcio Hidratado
DRX	Difratometria de raios X
EAF	Escória de Alto forno
Κ	Potássio
LVDT	Transdutores de deslocamento verticais
MC	Metacaulim
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
Na	Sódio
N-A-S-(H)	Gel característico $Na_2O - Al_2O_3 - SiO_2 - (H_2O)$
SA	Sílica Ativa
SiO ₂	Sílica
XRF	Fluorescência de raios X

1 Introdução

1.1. Motivação

Geopolímeros correspondem a uma classe de materiais inovadora. Este material é obtido por meio da mistura de materiais aluminossilicatos (com altos teores de Al e Si), com soluções alcalinas ativadoras (hidróxidos e silicatos de Na ou K) (DAVIDOVITS, 1978). A utilização deste material, em substituição ao concreto a base de cimento Portland, apresenta diversas vantagens que tornam esta tecnologia bastante promissora (PROVIS *et al.*, 2009). Como exemplo, podemos citar: a) sua capacidade de atingir grandes resistências nas primeiras idades (PROVIS *et al.*, 2009); b) ótimos resultados quanto à durabilidade química e térmica (DUXSON *et al.*, 2006); c) pode apresentar-se como uma alternativa benéfica ao meio ambiente (BORGES *et al.*, 2014), já que a produção de boa parte de seus possíveis materiais base (metacaulim, por exemplo) podem reduzir em até seis vezes a liberação de CO_2 na atmosfera (quando comparados à produção do cimento Portland).

A estrutura amorfa e inorgânica dos geopolímeros é conhecida por gerar comportamento satisfatório quanto à durabilidade térmica, resultando em grandes aplicações potenciais (PROVIS *et al.*, 2009). Estudos desenvolvidos por DAVIDOVITS (1999) mencionam boas resistências de matrizes geopoliméricas quando expostas a altas temperaturas. Características da mistura tem o papel de influenciar este comportamento, como volume de água incorporada à solução ativadora, por exemplo (DUXSON *et al.*, 2006). É válido ressaltar que nem todos os estudos avaliam o uso de agregados em matrizes geopoliméricas, já que este material também é bastante utilizado e estudado devido ao seu comportamento adesivo (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2008). O uso de agregados pode melhorar a resistência mecânica da matriz, sua durabilidade e estabilidade volumétrica, sem adicionar dificuldades de processamento (DUXSON *et al.*, 2005). Para avaliações em altas temperaturas a seleção de agregados aparece como fator importante para

a estabilidade térmica do geopolímero, já que materiais incompatíveis podem gerar resultados mecânicos desfavoráveis (BERNAL *et al.*, 2011).

Esta classe de materiais, assim como o concreto convencional, é tipicamente caracterizada por baixa resistência à tração e baixa capacidade de deformação. O reforço fibroso é conhecido por ser uma ótima alternativa quando incorporado em matrizes cimentícias, podendo então também ser considerado para matrizes geopoliméricas, a fim de superar essas vulnerabilidades (MEHTA e MONTEIRO, 2014). As fibras impedem a ruptura brusca, permitindo que o compósito se deforme até atingir seu limite, ou seja, há um aumento na tenacidade e ductilidade do material (SILVA *et al.*, 2009).

Diversos tipos de fibra podem ser incorporadas a matrizes cimentícias, como por exemplo fibras de: aço, polipropileno, carbono, basalto e fibras naturais. Fibras naturais vêm sendo amplamente pesquisadas nos últimos anos como reforço em matrizes convencionais (TOLEDO FILHO *et al.*, 2000; SILVA *et al.*, 2011). As vantagens da utilização desta tecnologia estão principalmente relacionadas à sustentabilidade, já que em comparação às fibras sintéticas, as fibras naturais apresentam um bom comportamento mecânico, além de serem provenientes de fontes renováveis e biodegradáveis.

Trabalhos recentes demonstram que o reforço cimentício com fibras têxteis bidirecionais de juta apresentam comportamento de *strain-hardening* com múltipla fissuração (FIDELIS, 2014). Dessa forma, acredita-se que a utilização do reforço natural em matrizes geopoliméricas também possa apresentar grande potencial.

1.2. Objetivos

Esta pesquisa tem como um dos seus objetivos investigar o comportamento mecânico de diferentes matrizes geopoliméricas reforçadas com fibra de juta. Três matrizes básicas foram desenvolvidas e testadas: uma matriz de referência contendo apenas metacaulim como aluminossilicato, uma com substituição parcial de 20% de metacaulim por sílica ativa, e uma terceira matriz com substituição parcial de 40% de metacaulim por escória de alto-forno. As matrizes e os compósitos foram submetidos a ensaios de compressão axial, flexão a 4 pontos e

tração direta, com o intuito de avaliar sua resposta mecânica e formação de fissuras.

Este trabalho também analisa o comportamento mecânico de matrizes e compósitos após a exposição a temperaturas elevadas. A incorporação ou não de diferentes agregados nas misturas também foi avaliada, com o objetivo de verificar o papel do agregado na trabalhabilidade e no comportamento mecânico destes materiais quando expostos a altas temperaturas. Caracterizações físicas e químicas das matrizes e de seus constituintes também foram elaboradas, como: fluorescência de raios-X, difração de raios-X e microscopia eletrônica de varredura.

Finalmente, com o objetivo de investigar a aderência da fibra de juta com as diversas matrizes geopoliméricas e seus agregados, ensaios de arrancamento (*pull-out*) foram executados.

1.3. Organização da Dissertação

O Capítulo 1 traz a introdução e os objetivos da pesquisa.

O Capítulo 2 traz a revisão bibliográfica, acerca do uso de geopolímeros, seus principais constituintes e aplicações, a química das misturas, sua durabilidade térmica, além dos diversos focos de pesquisa. Também cita trabalhos relacionados às fibras, ao comportamento mecânico e à durabilidade térmica de compósitos geopoliméricos.

O Capítulo 3, sobre o desenvolvimento das matrizes geopoliméricas, apresenta os resultados de caracterização dos materiais empregados, bem como as propriedades das matrizes escolhidas, tanto no estado fresco como no endurecido.

O Capítulo 4 apresenta o desenvolvimento e a caracterização mecânica dos compósitos geopoliméricos reforçados com fibra de juta. Também indica a caracterização do reforço e avalia a interface fibra-matriz.

O Capítulo 5 aborda o estudo do comportamento mecânico das matrizes e dos compósitos geopoliméricos quando expostos a altas temperaturas. Também são apresentadas alternativas quanto à utilização de diferentes tipos de agregados na mistura geopolimérica, avaliando a importância da escolha de materiais compatíveis na estabilidade térmica das matrizes e compósitos. No Capítulo 6 são apresentadas conclusões e sugestões para continuidade da pesquisa.

2 Revisão bibliográfica

2.1. Geopolímeros

Geopolímeros podem ser descritos como materiais formados a partir de reações químicas que ocorrem por meio da combinação de uma solução alcalina ativadora com aluminossilicatos presentes em materiais de origem geológica, como o metacaulim, ou reaproveitados, como a escória de alto-forno (DAVIDOVITS, 1978). Como a reação que ocorre no processo é a polimerização, o pesquisador DAVIDOVITS (1999), pioneiro no estudo desses materiais, atribuiu o nome de geopolímeros a esta complexa classe de materiais. Vale ressaltar que o material foi desenvolvido inicialmente como uma alternativa ao material convencional para suportar altas temperaturas.

Esta classe de materiais é conhecida por apresentar alta resistência nas primeiras idades e maior durabilidade quando comparada às propriedades de materiais cimentícios (PROVIS et al., 2009; DUXSON et al., 2006). Também são materiais vistos como uma alternativa benéfica ao meio ambiente, já que a produção de seus materiais-base pode reduzir em até seis vezes as emissões de CO₂ na atmosfera quando comparados à produção de cimento Portland (WHITE et al., 2010). BORGES et al. (2014) realizaram um estudo comparativo com o método de análise de ciclo de vida (ACV) com relação ao consumo total de energia e emissões de CO₂ na produção de 1,0 m³ de material (concreto tradicional e geopolímeros). Os resultados obtidos reiteram a premissa de sustentabilidade apresentada anteriormente, mostrando redução de 45,8% no consumo energético e 72,4% com relação a emissões de CO₂ na produção de geopolímeros em comparação ao concreto tradicional. Também foi possível identificar que o processo que mais contribui para emissões de poluentes e consumo energético é a produção do silicato de sódio, um dos principais ativadores, correspondendo a 60% do total de emissões.

Apesar do termo "geopolímero" ser genericamente utilizado para descrever este grupo de materiais, termos como "cimentos álcali ativados" (PALOMO *et al.*,

1999), "geocimentos" (KRIVENKO *et al.*, 2007), "cimentos poliméricos inorgânicos" (LOYD *et al.*, 2009) e "hidrocerâmicos" (MELLER *et al.*, 2005) também são comumente encontrados em publicações importantes relativas ao tema. Já que apresentam a possibilidade de grandes variações em suas composições ainda causam diversas discussões no meio acadêmico (DUXSON *et al.*, 2006). A definição mais correta acerca dos materiais álcali ativados e geopoliméricos pode ser encontrada no relatório do comitê técnico da RILEM (TC 224-AAM, 2013) e é apresentada a seguir.

Materiais álcali ativados podem ser descritos como a classificação mais ampla, englobando qualquer sistema derivado de uma reação entre uma fonte alcalina com silicatos em pó. Este último material pode ser um silicato de cálcio, ou um precursor rico em aluminossilicatos. As fontes alcalinas podem incluir hidróxidos, silicatos, carbonatos, sulfatos, aluminatos ou óxidos, ou seja, qualquer substância solúvel que possa fornecer cátions de metais alcalinos, aumentar o pH da reação e acelerar a dissolução do sólido precursor. Geopolímeros são, na maioria das vezes, vistos como um subconjunto dos materiais aluminossilicatos, onde os materiais precursores são exclusivamente aluminossilicatos e altamente coordenados. Para formar o gel primário geopolimérico, as porcentagens de cálcio tendem a ser mais baixas, para permitir a formação de uma estrutura pseudozeólita, e seu ativador é, geralmente, um hidróxido e/ou silicato de sódio ou potássio.

De uma forma geral os geopolímeros podem ser obtidos por meio de diferentes combinações, sendo as misturas mais utilizadas à base de metacaulim, cinza volante e sílica ativa (DUXSON *et al.*, 2006). Apesar das características macroscópicas de geopolímeros preparados a partir de diferentes fontes de aluminossilicatos serem bastante similares, sua microestrutura e propriedades químicas, térmicas e mecânicas podem variar significativamente, dependendo dos materiais-base e das razões molares utilizadas (VICKERS *et al.*, 2015). Algumas distinções podem ser observadas, como maior porosidade no caso de geopolímeros à base de metacaulim, e maior homogeneidade no caso da cinza volante (VAN DEVENTER *et al.*, 2000). Outros parâmetros como teor de água presente na solução ativadora, regime de cura, entre tantos outros, podem contribuir para a variação das propriedades dos materiais geopoliméricos (VICKERS *et al.*, 2015).

O primeiro indício registrado em publicações científicas abrangendo ativação alcalina ocorreu na Alemanha, publicado pelo pesquisador KUHL (1930), que estudou o comportamento de escórias na presença de hidróxido de potássio. Logo depois, trabalhos semelhantes foram conduzidos, como CHASSEVENT (1937) e PURDON (1940), que mediram a reatividade de escórias e analisaram sua resistência utilizando hidróxido de potássio e hidróxido de sódio. Também é válido citar o trabalho de GLUKHOVSKY (1957) e KRIVENKO (1960) na Ucrânia, que sintetizaram ligantes aluminossilicatos e álcalis, além do primeiro propor o sistema cimentício Me₂O-MeO-Me₂O₃-SiO₂-H₂O, nomeando-o como "solo-cimento". DAVIDOVITS (1978) utilizou os dados anteriores como base para sua pesquisa e conseguiu obter misturas entre álcalis e caulinita, calcário e dolomita, criando um grupo de pesquisa com o objetivo de compreender esta classe de materiais. Até hoje este pesquisador e sua equipe continuam propondo avanços tecnológicos relacionados à esta tecnologia, por meio do "Geopolymer Institute", organização científica sem fins lucrativos fundada em 1979.

A partir da década de 90, diversos pesquisadores ao redor do mundo, como PALOMO (1999) na Espanha, o grupo da Universidade de Melbourne (VAN DEVENTER *et al.*, 2000), PROVIS (2009) e KRIVEN (2008) em Illinois, começaram a desmistificar os mecanismos e reações cinéticas dos geopolímeros. No Brasil, o grupo de pesquisas liderado por THAUMATURGO (2006), no IME, foi pioneiro nas pesquisas com materiais geopoliméricos. KONG *et al.* (2005), na Universidade de Monash, e VAN RIESSEN (2010), na Universidade de Curtin, estão liderando grupos de pesquisa cujos objetivos são analisar as propriedades mecânicas e térmicas de diferentes formulações e combinações geopoliméricas. A crescente procura deve-se ao fato desta classe de materiais estar surgindo como um potencial material alternativo, cujas propriedades são capazes de tornar possíveis aplicações em diversas áreas, principalmente na indústria da construção civil.

2.1.1. Aplicações

O geopolímero endurecido possui estrutura capaz de sofrer modificações devido às propriedades de seus agregados, aditivos e processos auxiliares durante

a mistura e dosagem (DUXSON *et al.*, 2006). As principais áreas de aplicação da tecnologia de geopolímeros estão relacionadas ao desenvolvimento de peças prémoldadas, pavimentos, e tecnologia de reparo (VICKERS *et al.*, 2015), já que este material é capaz de atingir resistências elevadas em poucas horas, tornando a produção e finalização do projeto muito rápida.

Algumas empresas comercializam produtos geopoliméricos pelo mundo. Uma das pioneiras é a empresa Zeobond da Austrália, criada pelo pesquisador J. van Deventer, muito conhecido no meio acadêmico por suas pesquisas a respeito do tema. Sua produção gira em torno de aplicações inovadoras de geopolímeros em larga escala na indústria da construção civil, além de divulgar os benefícios ambientais e técnicos a respeito da implantação desta tecnologia. A Figura 2.1 aponta algumas aplicações, como pavimentação de ruas e estradas na Austrália, mostrando a possibilidade de transporte deste material em larga escala, como ocorre com o concreto convencional.



Figura 2.1 – Aplicações de geopolímeros na Austrália: a) Lyndarum State; e b) Templestowe (http://www.zeobond.com/).

Outras empresas como a Wagners EFC (também da Austrália), a Polyrap (Canadá), e a Banah (Irlanda) também trabalham no desenvolvimento e aplicação desta tecnologia. A primeira desenvolveu um dos maiores projetos relacionados à aplicação de materiais geopoliméricos no mundo, o aeroporto Brisbane West Wellcamp, onde foram utilizados mais de 30.000 m³ de material geopolimérico na laje de piso (Figura 2.2a). A empresa do Canadá, produz uma grande variedade de produtos pré-moldados (Figura 2.2b), incluindo lajes e tubulações, além de tecnologia de reparo por meio de um spray geopolimérico. Já a empresa da Irlanda é especialista na produção de geopolímeros para estruturas resistentes a ataques químicos e calor.



Figura 2.2 – Aplicações de geopolímeros: a) aeroporto em Brisbane; e b) tubulações no Canadá (http://www.wagner.com.au/ e http://www.polyrap.net).

Algumas empresas brasileiras já começam a disponibilizar produtos e serviços envolvendo materiais geopoliméricos, como por exemplo: a Geo-Pol, que fabrica lajes e vigas pré-moldadas geopoliméricas; e a Uretek, que utiliza geopolímeros expansivos no reforço de solos e aterros.

Existe uma variedade significativa de outras aplicações potenciais ainda não muito exploradas, tais como: materiais resistentes ao fogo, blocos similares ao de alvenaria, trincheiras, concreto celular auto clavado (SHI *et al.*, 2006), encapsulamento de produtos químicos e resíduos nucleares (VICKERS *et al.*, 2015), proteção térmica em estruturas de madeira (GIANCASPRO *et al.*, 2006), refratários monolíticos (KRIVEN *et al.*, 2004), entre outros.

2.1.2. Química dos geopolímeros

O principal meio de síntese dos geopolímeros consiste em combinar uma solução alcalina (normalmente Na ou K), com um composto em pó aluminossilicato reativo, em particular o metacaulim ou a cinza volante (DUXSON *et al.*, 2006). Este processo resulta na formação de uma fase gel composta por álcali aluminossilicatos desordenados, conhecida como "fase gel ligante geopolimérica" (PROVIS *et al.*, 2009). Incorporadas a esta fase estão partículas não reativas do composto sólido e a rede de poros do gel obtida por meio da água incorporada na solução ativadora.

Provavelmente o sistema químico mais simples em que os geopolímeros são formados corresponde à ativação do metacaulim, que diz respeito ao material inicialmente estudado por DAVIDOVITS (1978). Na época o pesquisador em questão observou que o processo de polimerização envolve uma reação química

sob condições altamente alcalinas dos minerais Al-Si, produzindo a ligação polimérica Si-O-Al-O, descrita abaixo:

$$M_2O.mAl_2O_3.nSiO_2$$
(2.1)

onde,

M = ativador; m = 1; n = valores entre 2-6.

O produto formado pode ser considerado uma rocha sintética, cuja estrutura contém uma rede tridimensional amorfa de átomos de sílica e alumina (DAVIDOVITS, 1978). A composição química dos materiais geopoliméricos é similar a das zeólitas cristalinas, porém revelam uma estrutura amorfa, ou semicristalina (PROVIS *et al.*, 2009). DAVIDOVITS (1978) também propôs razões molares ideais para os geopolímeros, a partir do estudo de materiais puros produzidos em laboratório. Estas razões estão descritas na Tabela 2.1.

Relações molares				
SiO ₂ /Al ₂ O ₃	3,5 - 4,5			
Na ₂ O/SiO ₂	0,2-0,48			
Na ₂ O/Al ₂ O ₃	0,8 - 1,6			
H ₂ O/Na ₂ O	10 - 25			

Tabela 2.1 – Razões molares propostas por DAVIDOVITS (1978).

A teoria de DAVIDOVITS (1978), apesar de ser considerada conceitualmente correta para os parâmetros da época, vem sendo explorada e alterada de forma a suprir as constantes necessidades de desenvolvimento dos geopolímeros. Como exemplo, pode-se citar a utilização de novos materiais aluminossilicatos, tais como, a escória de alto-forno na mistura, cuja composição química revela a presença de teores bem mais elevados de cálcio. Também é possível perceber que os materiais aluminossilicatos no mercado apresentam porcentagens de alumina não reativas, que acabam não contribuindo para a polimerização. Dessa forma, é imprescindível que haja um estudo prévio de concepção dos materiais incorporados na mistura, e de sua trabalhabilidade e

resistência final, de modo a se obter o melhor resultado possível para cada mistura elaborada, de acordo com diferentes razões molares para cada aplicação.

O processo de polimerização também pode ser assistido por aplicação de calor. A reação química é rápida e a cura inicial, de acordo com a mistura utilizada, requer um período entre 24 e 48 horas (KRIVEN *et al.*, 2004).

2.1.3. Comportamento mecânico

DUXSON *et al.* (2006) demonstraram que a capacidade resistente e o módulo de elasticidade dos geopolímeros são determinados principalmente devido às características microestruturais. Em um estudo complementar descobriram que a resistência não sofre mudanças significativas quando se varia o tipo de álcali (Na ou K), nem a idade (7 ou 28 dias). Também demonstram que o módulo de elasticidade é dependente do ativador, atingindo maiores valores com o uso de sódio. Materiais geopoliméricos são tipicamente caracterizados por baixa resistência à tração e sensibilidade em relação à capacidade de deformação (BENTUR *et al.*, 2007). O reforço fibroso é uma alternativa viável a ser incorporada na matriz para superar estas vulnerabilidades (VICKERS *et al.*, 2015).

É importante perceber, no entanto, que parte dos estudos compreendendo geopolímeros, não utiliza agregados em sua mistura, já que algumas pesquisas compreendendo este tema giram em torno da investigação de suas propriedades adesivas (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2008). O uso de agregados pode melhorar sua resistência, durabilidade e estabilidade volumétrica, sem adicionar grandes dificuldades ao processamento (MUSIL e KRIVEN, 2014). No caso de misturas geopoliméricas, é importante selecionar corretamente o agregado para que o mesmo não reaja com os seus constituintes durante a mistura e processo de cura (KRIVEN *et al.*, 2004). Materiais incompatíveis também podem gerar propriedades mecânicas desfavoráveis.

2.1.4. Durabilidade

A deterioração de um material pode ocorrer por meio de uma variedade de processos físicos e químicos, especialmente quando exposto a ambientes agressivos. A durabilidade de um material tem influência significativa no seu comportamento de serviço, ciclo de vida e segurança (PALOMO *et al.*, 2009). O estudo de PACHECO *et al.* (2008) revelou que materiais cerâmicos datados há mais de 3 mil anos demonstraram maior durabilidade e resistência mecânica do que os produtos formados recentemente por cimento Portland comum (CPC). Propriedades intrínsecas dos produtos à base de CPC simples geram alta permeabilidade, permitindo a entrada de água e outros agentes agressivos, podendo gerar reações químicas que irão acelerar o processo de deterioração, particularmente pela presença de hidróxido de cálcio na matriz (VICKERS *et al.*, 2015).

A durabilidade de qualquer tipo de material está relacionada à composição mineralógica e à sua microestrutura. O principal produto de reação nos geopolímeros é um gel alcalino aluminossilicato com estrutura tridimensional (DUXSON *et al.*, 2006). Esse produto é normalmente bastante distinto do gel de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) formado na hidratação do CPC. A maior parte dos problemas de durabilidade que surgem no CPC estão associados de uma forma ou outra à presença de cálcio nas fases hidratadas (PROVIS *et al.*, 2009). Assim, é de se esperar que os processos de degradação ocorram de formas distintas nos dois materiais, apresentando maior vulnerabilidade nos materiais geopoliméricos com elevados teores de cálcio.

A estrutura amorfa e inorgânica dos geopolímeros gera um comportamento satisfatório quanto à resistência térmica, o que gera aplicações potenciais relativas a esse material (DUXSON *et al.*, 2006). A expansão térmica pode resultar em tensões internas destrutivas quando elementos estruturais são submetidos a altas temperaturas (VICKERS *et al.*, 2015). Estudos empregados para analisar estes efeitos em geopolímeros demonstraram diferentes características, de acordo com a desidratação, densificação e cristalização (BERNAL *et al.*, 2011). Fíleres e agregados podem ser adicionados à mistura para reduzir a expansão térmica; porém, podem reduzir a durabilidade devido à diferença de coeficiente de dilatação térmica entre a matriz e os agregados (DUXSON *et al.*, 2006). A microestrutura dos geopolímeros influencia significativamente a condutividade térmica, particularmente a porosidade, que em grande escala gera redução desta propriedade (KRIVEN *et al.*, 2004).

Diferentes pesquisadores estudaram o comportamento dos geopolímeros quando submetidos a altas temperaturas (BERNAL et al., 2011; BARBOSA e

MACKENZIE, 2003; KONG *et al.*, 2007; ZHANG *et al.*, 2015), e é um consenso que este material possui uma melhor performance do que materiais à base de CPC. Estudos realizados por DAVIDOVITS *et al.* (1991, 1994 e 1999) citam uma resistência muito boa ao calor de materiais utilizando silicato de sódio, silicato de potássio e metacaulim em sua mistura, obtendo estabilidade térmica acima de 1200°C. BARBOSA e MACKENZIE (2003) descobriram que volumes maiores de água e/ou silicato de sódio podem gerar redução na resistência térmica do material geopolimérico. Também citaram alta estabilidade térmica de geopolímeros à base de silicato de potássio (acima de 1300°C), e recristalização de feldspatos e leucita à 1000°C.

GOURLEY e JOHNSON (2005) afirmaram que, como os geopolímeros são uma rede estrutural semelhante ao vidro, ao contrário do CPC que é hidratado, a resistência ao fogo é elevada. O volume absoluto de água contido na estrutura porosa contínua é baixo. Portanto, os resultados obtidos em diversos estudos (BERNAL *et al.*, 2011; BARBOSA e MACKENZIE, 2003), demonstram que o modo de decomposição dos geopolímeros corresponde a um início de deterioração de sua estrutura, normalmente próximo aos 1000°C em misturas constituídas por metacaulim, e entre 500 e 700°C em misturas contendo cinzas volantes.

KONG *et al.* (2007) estudaram os efeitos da exposição a temperaturas elevadas de geopolímeros com metacaulim e cinzas volantes em diferentes proporções. Geopolímeros à base de cinzas volantes demonstraram ganho de resistência após 800°C, enquanto os materiais produzidos com metacaulim apresentaram perdas de resistência, nas mesmas condições. Em um estudo adicional (KONG e SANJAYAN, 2008), demonstraram que a mesma matriz à base de cinza volante, quando incorporada a agregados, apresenta quedas graduais de resistência conforme a temperatura de exposição aumenta é elevada. Esse mecanismo ocorre por meio da expansão térmica dos agregados, resultando em uma incompatibilidade entre os materiais contidos na matriz, quando expostos a ambientes agressivos.

Alguns estudos (OBONYO *et al.*, 2014; LEMOUGNA *et al.*, 2011) mencionam melhores comportamentos quanto à exposição a temperaturas elevadas de geopolímeros à base de materiais aluminossilicatos provenientes de solos lateríticos. Os solos lateríticos são encontrados nas regiões de clima tropical (DE ARAÚJO e NETO, 2014), provenientes de processos climáticos que favorecem a formação de óxidos de ferro, alumínio, magnésio e titânio Resultados também mostram ótima durabilidade térmica e química para esta classe de materiais em condições extremas (OBONYO *et al.*, 2014).

2.2. Compósitos reforçados com fibras

Geopolímeros apresentam comportamento frágil similar ao dos concretos à base de cimento Portland. A incorporação de diferentes tipos de fibras em matrizes cimentícias é capaz de melhorar seu comportamento frágil quando submetidas a tensões elevadas. O reforço por meio da adição de fibras pode controlar a abertura de fissuras e aumentar a tenacidade do material (MEHTA e MONTEIRO, 2014).

Um exemplo interessante, utilizando concreto como referência, pode ser observado na curva típica de força *versus* deflexão apresentada na Figura 2.3. Pode-se perceber que o concreto simples sofre seu colapso quando a deflexão correspondente à tensão máxima da matriz é atingida. Por outro lado, o concreto reforçado com fibras continua a suportar cargas consideráveis mesmo com deflexões superiores à do concreto simples. O colapso, no caso do concreto reforçado com fibra, é resultado do arrancamento ou descolamento da fibra em relação à matriz (MEHTA e MONTEIRO, 2014).



Figura 2.3 – Comportamento mecânico de um compósito cimentício reforçado com fibras submetido à ensaio de flexão (adaptado de MEHTA e MONTEIRO, 2014).

Um dos primeiros compósitos a serem desenvolvidos nos tempos modernos (após 1900) era composto por fibras de asbestos e matriz cimentícia (BENTUR e MINDESS, 2007). Os compósitos podem variar no tipo de matriz utilizada, na fibra escolhida, assim como geometria, distribuição, orientação e concentração, como por exemplo: fibras convencionais curtas de aço, sintéticas de carbono, e têxteis naturais. Todas estas fibras apresentam grandes diferenças em suas propriedades mecânicas.

A utilização de fibras naturais apresenta uma série de vantagens relacionadas à sustentabilidade e propriedades mecânicas. Em comparação às fibras sintéticas mais comuns, demandam menos energia em sua produção, apresentam propriedades mecânicas interessantes, e são identificadas como materiais biodegradáveis. As propriedades de diversos tipos de fibra são apresentadas na Tabela 2.2.

Fibra	Densidade (g/cm ³)	Resistência à Tração (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Deformação na Ruptura (%)	Fonte
Acrílico	1,16	260 - 1000	13,78 - 19,30	-	ZOLLO, 1996
Vidro	2,50	3400	72,0	-	SAHEB e JOG, 1999
Aço	7,85	1050 – 2000	210,0	-	FIDELIS, 2014
Basalto	2,80	4810	89,0	3,15	DIAS e THAU- MATURGO, 2005
Sisal	1,25	227,8	10,94 – 26,7	2,08 - 4,18	TOLEDO FILHO et al., 2000
Juta	1,39	399	26,25	1,60	FIDELIS, 2014
Coco	1,33	108,26 – 251	2,5 – 4,5	13,7 - 41,0	TOLEDO FILHO et al., 2000

Tabela 2.2 – Propriedades mecânicas de diversos tipos de fibras.

A eficiência das fibras no desempenho de matrizes frágeis depende em grande parte das interações fibra-matriz, tais como: adesão física e química, atrito e ancoragem mecânica induzida por deformações na superfície da fibra ou por geometria complexa, como frisos/nervuras e ganchos (BENTUR e MINDESS, 2007). O desempenho mecânico do compósito pode ser alterado por meio da variação do comprimento da fibra ou por meio do uso de agentes de acoplamento, de modo que ambos contribuam para as propriedades mecânicas do compósito.

No caso de compósitos têxteis, o comportamento da adesão é completamente diferente de outros materiais utilizados como reforço, pois a seção transversal do tecido não é homogênea. Os tecidos são compostos por cordões, formados pela união de filamentos. Os filamentos externos têm contato direto com a matriz, sendo a parte do tecido responsável pela transferência de forças com a matriz. Os filamentos internos não são atingidos pelos produtos resultantes da polimerização, portanto ocorre apenas fricção entre os filamentos (REINHARDT *et al.*, 2006).

2.2.1. Fibras naturais

As plantas que produzem as fibras naturais, são classificadas como primárias ou secundárias, dependendo de sua utilização. As plantas primárias são aquelas produzidas pelo seu conteúdo fibroso, enquanto as secundárias são plantas cuja fibra é produzida como subproduto (FARUK *et al.*, 2012).

As fibras naturais podem ser provenientes de diversas partes da planta, como o caule, a folha, as sementes e os frutos. As fibras provenientes do caule são compostas por feixes de fibras, onde cada feixe possui filamentos individuais. Pode-se citar como exemplo desta classe, a fibra de juta. As fibras das folhas (sisal e banana, por exemplo), possuem diâmetros maiores do que as anteriores. Como exemplos de fibras de sementes e frutos, é possível citar as fibras de algodão e coco, respectivamente (THOMAS *et al.*, 2011).

As fibras naturais são, por si próprias, materiais reforçados com fibras de celulose, já que consistem em microfibras em uma matriz amorfa de lignina e hemicelulose, que correm ao longo do comprimento de toda a fibra (SAHEB e JOG, 1999). As ligações de hidrogênio e outras ligações proporcionam a resistência mecânica e a rigidez de cada tipo de fibra natural.

A composição química varia de acordo com o tipo da fibra, já que diferem nas quantidades de celulose, hemicelulose, pectina e lignina. As propriedades de cada constituinte interferem nas propriedades da fibra (SAHEB e JOG, 1999). A hemicelulose é responsável pela biodegradação, absorção e degradação térmica da fibra. Geralmente as fibras contém 60-80% de celulose, 5-20% de lignina, e o restante corresponde a hemicelulose, pectina e umidade (FARUK *et al.*, 2012). Quanto maior o grau de cristalinidade, melhor o alinhamento das cadeias e, portanto, maior a resistência mecânica (CANEVAROLO, 2006). A Figura 2.4 apresenta a microestrutura de alguns tipos de fibras naturais.



Figura 2.4 – Morfologias das fibras de: (a) coco, (b) curauá e (c) juta (adaptado de FIDELIS *et al.*, 2013).

As matrizes podem ser reforçadas por fibras naturais em forma de polpa, curtas aleatoriamente distribuídas, longas e alinhadas, além do reforço bidirecional (FIDELIS, 2014). Compósitos com fibras vegetais curtas (< 50mm) apresentam comportamento *strain-softnening* na tração, ou seja, o comportamento pós-fissuração é caracterizado pela queda da resistência mecânica, ou amolecimento até a ruptura do compósito (SILVA *et al.*, 2009). Em geral, as fibras curtas não possuem comprimento de embebimento suficiente para transmitir tensões maiores do que as tensões de ruptura da matriz. Por este motivo, ocorre o arrancamento das fibras, e as tensões desenvolvidas são devidas ao processo de decoesão da interface fibra-matriz e, posteriormente, do deslizamento friccional (LIMA, 2004). Os compósitos reforçados de maneira contínua possuem comportamento *strain-hardening* e múltipla fissuração (SILVA *et al.*, 2011).

2.2.2. Comportamento mecânico de compósitos geopoliméricos

A incorporação de fibras em matrizes geopoliméricas contribui para o aumento da durabilidade, como corrosão e resistência ao fogo, e também tem o potencial de aumentar a capacidade de formação e abertura de fissuras, consequentemente prevenindo seu colapso (VICKERS *et al.*, 2015). SHAIKH (2015) observou que o uso de fibras curtas (aço e polipropileno) na matriz geopolimérica à base de escória de alto-forno não melhora a capacidade resistente à compressão, este fenômeno ocorre apenas em matrizes à base de metacaulim e cinzas volantes. Além disso, afirmou que o uso de fibras melhora significativamente as resistências à tração e à flexão, independentemente do tipo de fibra e mistura. A tenacidade dos geopolímeros observados neste estudo demonstrou melhor desempenho quando comparados aos materiais de CPC. Os geopolímeros à base de cinza volante apresentaram *strain-hardening* na tração e múltipla fissuração na flexão.

DIAS e THAUMATURGO (2005) investigaram a influência da fração volumétrica de fibras de basalto incorporadas a matrizes geopoliméricas. Os resultados demonstraram que maiores frações volumétricas apresentaram maior capacidade de deformação e maior tensão última para os compósitos geopoliméricos, apresentando também melhor comportamento quando comparados a compósitos cimentícios.

LIN *et al.* (2008) analisaram os efeitos do comprimento de fibras curtas, de carbono de 2, 7 e 12 mm incorporadas à matriz geopolimérica à base de metacaulim, ativada por soluções alcalinas de potássio. O compósito reforçado com fibras de carbono de 7 mm demonstrou a máxima resistência à flexão, provando, assim, que os efeitos de comprimento mínimo das fibras também ocorrem em matrizes geopoliméricas. HE *et al.* (2008) estudaram o efeito da temperatura nestas mesmas matrizes geopoliméricas e verificaram que as propriedades mecânicas são beneficiadas em temperaturas entre 1100 e 1300°C. Essa melhora ocorre devido à densificação da matriz, que gera maior aderência fibra-matriz. Após 1300°C as fibras começam a se deteriorar.

RIBERO e KRIVEN (2016) investigaram o comportamento mecânico de matrizes geopoliméricas à base de silicato de potássio, sílica ativa e metacaulim, incorporadas com fibras de basalto curtas e em forma de tecido. Os geopolímeros reforçados com fibras de basalto em forma de tecido mostraram resultados superiores em até 50%, nos ensaios mecânicos (tração direta e flexão), quando comparados às matrizes reforçadas com fibras curtas. Quando expostos a temperaturas elevadas, ambos os compósitos mantiveram integridade estrutural.

2.3. Comportamento mecânico e durabilidade de compósitos geopoliméricos reforçados com fibras naturais

SANKAR e KRIVEN (2014) investigaram o processamento, a microestrutura e as propriedades mecânicas de compósitos geopoliméricos reforçados com fibras de juta, utilizando placas pressurizadas. Os compósitos apresentaram elevados valores de resistência à flexão e as micrografias indicaram baixa aderência fibra-matriz.

SILVA e THAUMATURGO (2003) analisaram a incorporação de fibras de wollastonita à matriz geopolimérica, mais especificamente argamassa geopolimérica, com ênfase nas propriedades mecânicas e térmicas. Os resultados com geopolímeros foram 80% superiores aos materiais à base de cimento Portland, demonstrando, assim, que a aplicação de fibras naturais a essas matrizes é uma solução viável.

ALCAMAND *et al.* (2016) estudaram a incorporação de tecidos bidirecionais de juta em matrizes geopoliméricas compostas, em diferentes proporções, por metacaulim, sílica ativa e escória de alto forno. Os resultados encontrados demonstraram que a introdução das fibras naturais possui a capacidade de aumentar a ductilidade da matriz geopolimérica, alterando seu padrão de fissuras.

Nenhum resultado acerca dos efeitos de exposição a altas temperaturas de matrizes geopoliméricas reforçadas com fibras naturais de juta se encontra disponível na literatura nacional e internacional até a data de publicação deste trabalho. Dessa forma, é valido citar que os dados apresentados ao longo dos próximos capítulos possuem caráter inovador.

3 Desenvolvimento e caracterização das matrizes geopoliméricas

3.1. Introdução

As matrizes geopoliméricas podem variar tanto em relação aos materiais aluminossilicatos (metacaulim, cinza volante e outros) quanto à solução ativadora (fontes de sódio ou potássio). Essa variação de constituintes permite que se obtenham geopolímeros bastante distintos em termos de comportamento mecânico, trabalhabilidade e durabilidade, química e térmica (PROVIS *et al.,* 2009). Sendo assim, as razões molares de cada mistura devem ser ajustadas de acordo com os materiais escolhidos, com o objetivo de se obter a melhor trabalhabilidade e comportamento mecânico.

Nesse trabalho, buscou-se utilizar três matrizes distintas, contendo metacaulim/sílica ativa/escória de alto-forno em diferentes proporções. As matrizes utilizadas em compósitos têxteis devem atender exigências especiais em relação ao processo de produção, propriedades mecânicas do compósito e durabilidade do reforço. Dentre os aspectos que devem ser considerados, garantir penetração da matriz no tecido, a fim de se obter adequada aderência e boa transferência de carga, é um deles. Em geral, a composição da matriz tem de atender requisitos como: compatibilidade química com o reforço têxtil, consistência adequada para penetração completa no tecido, bem como para os processos de produção previstos e, finalmente, propriedades mecânicas adequadas as aplicações (DUXSON *et al.*, 2006).

A caracterização microestrutural dos materiais foi feita por meio de difratometria de raios X para determinação da estrutura cristalina, fluorescência de raios X para determinação da composição química, distribuição granulométrica e microscopia eletrônica de varredura. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Materiais e Estruturas da PUC-Rio (LEM/DEC/PUC-Rio), no Laboratório de Engenharia Civil do CEFET-MG e no Centro Tecnológico Mineral (CETEM).

3.2. Caracterização dos materiais

Os materiais fonte de sílica e alumina empregados no desenvolvimento das matrizes geopoliméricas foram: metacaulim, produzido pela Metacaulim do Brasil (Jundiaí–SP); sílica ativa em pó, fabricada pela Tecnosil (Itupeva–SP); e escória de alto forno, produzida pela Central IBEC (Matozinhos–MG). As composições químicas e as massas específicas dos materiais acima foram obtidas por meio da técnica analítica de fluorescência de raios X (FRX) e são mostradas na Tabela 3.1.

Composição	Metacaulim	Sílica ativa	Escória de alto-
Química	(MC)	(SA)	forno (EAF)
SiO ₂	40,02%	93,40%	45,18%
Al ₂ O ₃	34,00%	0,75%	10,78%
Fe ₂ O ₃	2,00%	1,24%	2,30%
TiO ₂	1,00%	0,02%	0,43%
CaO	0,10%	1,39%	32,73%
MgO	0,60%	1,02%	5,38%
K ₂ O	1,70%	1,25%	0,93%
Na ₂ O	0,10%	0,39%	0,14%
SO ₃	0,10%	-	0,44%
P ₂ O ₅	-	0,13%	0,04%
ZnO	-	0,04%	-
SrO	-	0,02%	0,12%
MnO	-	0,05%	1,38%
BaO	-	_	0,07%
Massa específica	2,58 g/cm ³	1,38 g/cm ³	2,43 g/cm ³

Tabela 3.1 – Composição química do metacaulim, da sílica ativa e da escória.

A solução alcalina ativadora empregada nas misturas, em suas devidas proporções, foi composta por silicato de sódio alcalino (Na₂SiO₃) e hidróxido de sódio (NaOH), ambos fornecidos pela Casa Wolff (Rio de Janeiro–RJ). Suas composições químicas, obtidas por meio dos laudos do fornecedor, são mostradas na Tabela 3.2.

Foi realizada difratometria de raios X para caracterização das fases cristalinas dos materiais precursores (metacaulim, escória de alto-forno e sílica ativa). Para realização deste procedimento foi utilizado um difratômetro da marca Shimadzu, XRD-7000, com radiação de cobre (Cu-k α , $\lambda = 1,5418$ Å), operando a 40 kV e 30 mA. Para determinação das fases cristalinas foram realizadas

Composição Química	Na ₂ SiO ₃	NaOH
SiO ₂	32,20%	-
Na ₂ O	14,70%	-
H ₂ O	53,10%	50,00%
NaOH	-	48,03%
SO ₄	-	0,02%
Cl	-	0,005%
Na ₂ CO ₃	-	1,94%

Tabela 3.2 – Composição química do NaOH e Na₂SiO₃.

entre os ângulos de Bragg (20) de 5° e 80°.

A Figura 3.1 apresenta os resultados relativos à difração de raios X para o metacaulim, escória de alto-forno e sílica ativa. Pode-se perceber pela Figura 3.1a que a sílica ativa é um material predominantemente amorfo, por isso não apresenta picos cristalinos característicos. As Figuras 3.1b e 3.1c, correspondentes à escória de alto-forno e metacaulim, respectivamente, representam aluminossilicatos, em sua maioria, amorfos. O difratograma do metacaulim mostra picos de quartzo, muscovita, caulinita e ilita, indicando a presença de impurezas e calcinação incompleta da caulinita, que não se transformou totalmente em metacaulim. A escória de alto-forno apresenta picos cristalinos para gehlenita mineral, produto normalmente encontrado em escórias de ferro-gusa, e a akermanita. A Figura 3.1d mostra o difratômetro utilizado nas análises.

A distribuição granulométrica do metacaulim, da sílica ativa e da escória de alto-forno foi obtida por meio do ensaio de granulometria a laser no equipamento CILAS1090. Para realização do ensaio, as amostras foram dispersas em água destilada. As condições de ensaio foram: agitação de 1500 rpm, tempo de ultrassom de 2,5 min, obscuração entre 10 e 20% e tempo de dispersão de 5 min. A Figura 3.2 apresenta as curvas granulométricas desses materiais. Como pode ser observado, as curvas granulométricas dos três materiais apresentam finura de partículas distintas, apresentando tamanhos entre 0,3 e 85 µm, na seguinte ordem: MC>EAF>SA. A Tabela 3.3 mostra os diâmetros D50, D80 e D95 dos materiais aluminossilicatos, diâmetros estes que são definidos como tamanhos de partícula abaixo dos quais se encontram 50%, 80% e 95% da massa de cada material.


Figura 3.1 – Difratogramas: a) da sílica ativa; b) da escória de alto-forno; c) do metacaulim; e d) difratômetro Shimadzu.



Figura 3.2 – Curvas granulométricas do metacaulim, da sílica ativa e da escória de alto-forno.

Diâmetro	Metacaulim (µm)	Sílica ativa (µm)	Escória de alto forno (µm)
D50	12,3	11	11,3
D80	28	19,8	24,4
D95	49,6	27,7	39,8

Tabela 3.3 – Diâmetro dos materiais aluminossilicatos (D50, D80, D95).

O agregado miúdo natural utilizado para as três formulações-base foi a areia de rio lavada, de massa específica 2,68 g/cm³ e módulo de finura igual a 2,28, possuindo granulometria passante na peneira 1,18 mm. Esta granulometria foi escolhida de forma a se obter a melhor compatibilidade com os materiais precursores mencionados acima. A granulometria do agregado miúdo foi determinada com o auxílio de um agitador mecânico, da marca Mesh, em peneiras de abertura (em mm): 0,15; 0,30; 0,60 e 1,18. A curva de distribuição granulométrica da areia é mostrada na Figura 3.3.



Figura 3.3 – Curva granulométrica da areia.

3.3. Dosagem e processamento das matrizes geopoliméricas

Três matrizes geopoliméricas foram desenvolvidas nesta pesquisa. A primeira (F3.0-100MC), matriz de referência, consistiu na ativação de um material aglomerante composto 100% por metacaulim (MC), com relação SiO_2/Al_2O_3 igual a 3,0. Já a segunda e a terceira matrizes (F3.9-80MC20SA e F3.9-60MC40EAF) foram produzidas com razão molar $SiO_2/Al_2O_3 = 3.9$, sendo constituídas,

respectivamente, por 20% de sílica ativa (SA) e 80% de MC; e 40% de escória de alto-forno (EAF) e 60% de MC. Estas relações molares foram estabelecidas de forma a se obter os melhores resultados mecânicos, mantendo uma trabalhabilidade adequada. Estas três matrizes possuíram como agregado miúdo areia passante na peneira 1,18 mm, com relação de massa 1:1 entre materiais aglomerantes/agregado. Os volumes de silicato de sódio alcalino e hidróxido de sódio utilizados foram variáveis entre as formulações propostas, a fim de garantir a obtenção das relações molares indicadas: $H_2O/Na_2O = 11$ e $Na_2O/SiO_2 = 0,25$, para todas as argamassas; e Na_2O/Al_2O_3 iguais a 0,75 ou 0,98, respectivamente, para $SiO_2/Al_2O_3 = 3,0$ e 3,9. Todos os dados são mostrados na Tabela 3.4.

Tabela 3.4 – Quantidades em massa de materiais sólidos e relações molares de cada matriz geopolimérica (com 1000g de referência de aluminossilicatos).

	Massa (g)			Relações Molares				
Matrizes	MC	SΔ	EAE	Areia	SiO ₂ /	H ₂ O/	Na ₂ O	Na ₂ O/
	MC	SA	LAI	Alela	Al_2O_3	Na ₂ O	/SiO ₂	Al_2O_3
F3.0-100MC	1000	-	-	1000	3,0	11,0	0,25	0,75
F3.9-80	800	200		1000	3.0	11.0	0.25	0.08
MC20SA	800	200	-	1000	5,9	11,0	0,25	0,98
F3.9-60	600		400	1000	2.0	11.0	0.25	0.08
MC40EAF	000	-	400	1000	5,9	11,0	0,23	0,98

É importante ressaltar que inicialmente utilizou-se a relação H₂O/Na₂O como referencial para determinar a trabalhabilidade das argamassas, além de se obter uma aderência adequada entre a fibra e a matriz, parâmetros que serão estudados nos próximos capítulos. Verificou-se que, para as três argamassas, a relação molar H₂O/Na₂O igual a 11,0 apresentou melhor comportamento.

É possível indicar os traços utilizados de forma semelhante às do geopolímero característico proposto por DAVIDOVITS (1999). No caso das matrizes compostas por MC e SA, com baixo teor de cálcio, o gel característico resultante é predominantemente composto por Na [N-A-S-(H)], proveniente da solução ativadora adotada. No entanto, na matriz composta por MC e EAF, as reações produzem dois géis distintos, que atuam em paralelo na matriz, o gel característico [N-A-S-(H)], e o gel formado a partir dos teores de cálcio [C-A-S-H]. Ou seja:

- para as formulações F3.0-100MC e F3.9-80MC20SA: $2NaOH_{(aq.)} + Na_2SiO_{3(aq.)} + 2Al_2O_3 + SiO_2 \rightarrow 2Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot H_2O$ [N-A-S-(H)]
 - para a formulação F3.9-60MC40EAF: $2NaOH_{(aq.)} + Na_2SiO_{3(aq.)} + 2Al_2O_3 + 3SiO_2 + CaO + H_2O \rightarrow$ $2Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2.H_2O + 2CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2.H_2O$ [N-A-S-(H)] + [C-A-S-H]

A preparação das misturas geopoliméricas foi realizada em argamassadeira com capacidade de 5 litros da seguinte forma: i) mistura manual dos materiais secos com uma espátula metálica, até atingir o máximo de homogeneidade da mistura dos sólidos; ii) adição da solução alcalina ativadora, composta por hidróxido de sódio (dissolvido com água) e silicato de sódio alcalino (previamente misturados durante 1 minuto; iii) procedendo-se a mistura da argamassa durante 4 minutos em baixa velocidade (136 rpm); iv) desligando-se a argamassadeira para retirada dos sólidos presos nas paredes do recipiente durante 1 minuto; v) e, por fim, homogeneização da mistura durante 3 minutos na velocidade média (281 rpm). A Figura 3.4 ilustra o processo de mistura dos materiais.



Figura 3.4 – Processo de mistura das argamassas geopoliméricas: (a) mistura dos materiais secos; (b) adição da solução ativadora; (c) mistura da argamassa em baixa velocidade: e (d) homogeneização da mistura.

3.3.1. Propriedades das matrizes no estado fresco

3.3.1.1. Consistência

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



Figura 3.5 – Ensaio de consistência da matriz F3.0-100MC.

Os resultados de consistência-padrão para essas misturas são mostrados na Tabela 3.5. Observa-se que, à medida que se diminui a proporção de metacaulim com relação à sílica ativa e/ou escória de alto-forno, a matriz passa a necessitar de maior volume de água a ser incorporada na solução ativadora (de acordo com a razão molar proposta), tornando as misturas incluídas neste grupo mais fluidas. Outro parâmetro importante a ser considerado é que o metacaulim também é capaz de reter grande quantidade de água presente na mistura. Estas afirmações podem ser confirmadas por meio dos resultados de consistência, cujas matrizes compostas por sílica ativa e/ou escória de alto-forno resultaram em maiores valores para o índice de consistência.

Matriz	Índice de consistência (mm)
F3.0-100MC	137,5
F3.9-80MC20SA	192,0
F3.9-60MC40EAF	201,0

Tabela 3.5 – Resultados dos índices de consistência de cada matriz.

Os resultados acima demonstram boas consistências quando comparados com as sugestões apresentadas na literatura com relação à trabalhabilidade de matrizes geopoliméricas. Na Tabela 3.6 é possível perceber, segundo os estudos de GOSH e GOSH (2012), que as matrizes constituídas por sílica ativa e escória de alto-forno podem ser consideradas de alta trabalhabilidade, enquanto a matriz composta 100% por metacaulim possui consistência entre rígida e moderada.

Tabela 3.6 – Critérios de trabalhabilidade utilizados para argamassas geopoliméricas. Adaptado de GOSH e GOSH (2012).

Índice de consistência (mm)	Trabalhabilidade
Acima de 250	Muito alta
180 - 250	Alta
150 - 180	Moderada
120 - 150	Rígida
Abaixo de 120	Muito rígida

3.3.2. Propriedades das matrizes geopoliméricas no estado endurecido

3.3.2.1. Difratometria de raios X

Foi realizada difratometria de raios X para caracterização das fases cristalinas das misturas (F3.0-100MC, F3.9-80MC20SA e F3.9-60MC40EAF). Para realização deste procedimento, foi utilizado um difratômetro da marca Shimadzu, XRD-7000, com radiação de cobre (Cu-k α , λ = 1,5418 Å), operando a 40 kV e 30 mA. Para determinação das fases cristalinas, foram realizadas varreduras com velocidade angular de 0,02° por segundo e intervalo de medida entre os ângulos de Bragg (20) de 5° e 80°.

A Figura 3.6 mostra os difratogramas das matrizes geopoliméricas. É possível perceber que todas as matrizes demonstraram comportamento cristalino similar, notando que os picos cristalinos do metacaulim foram preponderantes em todas as misturas. Novamente, o metacaulim apresenta picos de quartzo, muscovita e ilita, mostrando também a presença de impurezas e calcinação incompleta da caulinita nas misturas geopoliméricas. As três matrizes apresentaram comportamento semicristalino.



Figura 3.6 – Difratogramas das matrizes geopoliméricas: a) F3.0-100MC; b) F3.9-80MC20SA; c) F3.9-60MC40EAF.

3.3.2.2. Microscopia eletrônica de varredura

Para análise microestrutural foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura (MEV) FEI Quanta 400 (Figura 3.7), operando a 20 kV, do Laboratório Multiusuário do Setor de Caracterização Tecnológica do CETEM (Centro de

Tecnologia Mineral). Para o polimento e desbaste das amostras foi utilizado um equipamento semiautomático da Struers, modelo Tegramin. Espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS) foi realizada para mapear os elementos Ca, Si, Al, Na e O, analisando qualitativamente os constituintes das matrizes.

O mecanismo de preparação de amostras envolveu os seguinte processos: I) corte de amostras geopoliméricas das 3 matrizes com medidas de 10 mm x 10mm x 10 mm; II) embutimento à frio das amostras com resinas poliméricas auto polimerizáveis; III) lixamento úmido (água) para regularização das superfícies, deixando-as totalmente planas, isentas de deformações plásticas e mecânicas (lixas de 125, 40, 15, 9 e 6 μ m); IV) polimento com panos de 3 e 1 μ m, com abrasivo de pasta de diamante, para dar acabamento e total planicidade às amostras. Os processos III e IV foram realizados com pressão pneumática de 15 lb e baixa velocidade. Parte do processo está ilustrado na Figura 3.8.



Figura 3.7 – Microscópio eletrônico de varredura FEI Quanta 400.

O mapeamento dos elementos químicos (Figura 3.9) mostra a predominância de Si, Al e Na nas matrizes F3.0-100MC e F3.9-80MC20SA, confirmando, assim, a estrutura básica de matrizes geopoliméricas, o gel N-A-S-(H) apresentado por DAVIDOVITS (1999). As imagens obtidas no MEV são mostradas na Figura 3.10. Poros interligados e partículas de MC e SA também são indicadas nas micrografias. O mapeamento também demonstra a presença de altos teores de cálcio na matriz F3.9-60MC40EAF, indicando provavelmente a existência de um gel adicional, sendo esta matriz composta, então, pelos géis N-A-S-(H) e C-A-S-H. As imagens também mostram a presença de microfissuras nas matrizes de F3.0-100MC e F3.9-80MC20SA. Uma maior densificação pode

ser observada para a matriz F3.9-60MC40EAF, atributo capaz de gerar um melhor comportamento mecânico.



Figura 3.8 – Processo de: a) embutimento; e b) polimento de amostras para análise microestrutural.



Figura 3.9 – Mapeamento dos elementos químicos obtidos por EDS: a) 100MC; b) 80MC20SA; e c) 60MC40EAF.



Figura 3.10 – Microestruturas obtidas por MEV e EDS das amostras geopoliméricas polidas: a) 100%MC; b)80%MC20%SA; e c) 60%MC40%EAF.

3.3.2.3. Propriedades mecânicas das matrizes no estado endurecido

Os ensaios de compressão axial foram realizados em um equipamento universal de ensaios mecânicos MTS, modelo 810/500, com capacidade de carga de 500 kN, aos 7 dias, conforme a NBR 5739/07. Foram utilizados três corpos de prova cilíndricos para cada formulação, com 100 mm de altura e 50 mm de diâmetro. Foram previamente faceados, a fim de se obter a regularização da superfície, evitando concentração de tensões e excentricidades. Os ensaios foram executados a uma taxa de deslocamento de 0,5 mm/min. Os deslocamentos axiais foram medidos por dois transdutores de deslocamento verticais (LVDTs), com comprimento de 70 mm, acoplados a anéis acrílicos, posicionados ao redor do corpo de prova. O valor do deslocamento considerado foi o valor médio dos deslocamentos obtidos pelos LVDTs. A Figura 3.11a ilustra o esquema de ensaio.



Figura 3.11 – Equipamentos para: a) ensaio de compressão axial e b) ensaio de tração direta.

Os ensaios de tração direta foram realizados em uma máquina universal de ensaios mecânicos MTS 311. A célula de carga utilizada foi de 1000 kN e velocidade de ensaio de 0,1 mm/min. As dimensões dos corpos de prova de tração eram de 450 mm x 60 mm x 12 mm (comprimento x largura x espessura). Os deslocamentos foram medidos por dois LVDTs posicionados nas laterais dos corpos de prova, com comprimento de medida de 250 mm, sendo considerado o valor médio obtido nas leituras dos dois LVDTs. Os ensaios foram realizados aos 7 dias. A Figura 3.11b mostra o esquema de ensaio.

Foram realizados ensaios de flexão a quatro pontos em um sistema de ensaios mecânicos MTS, aos 7 dias. As dimensões dos corpos de prova eram de 450 mm x 60 mm x 12 mm (comprimento x largura x espessura). A célula de carga utilizada foi de 100 kN, velocidade de deslocamento de 0,1 mm/min e vão entre apoios extremos de 300 mm. Os deslocamentos foram medidos por um LVDT posicionado no meio do vão. A Figura 3.12 mostra o ensaio de flexão.



Figura 3.12 – Máquina de ensaio universal para ensaio de flexão a quatro pontos.

Nas Figuras 3.13a e 3.13b são apresentadas as curvas tensão *versus* deformação dos ensaios de compressão axial e tração direta, respectivamente, das matrizes F3.0-100MC, F3.9-80MC20SA e F3.9-60MC40EAF. Na Tabela 3.7 estão sumarizados os resultados (média de três corpos de prova) de tração direta, deformação e módulo de elasticidade. Os valores de desvio-padrão estão entre parênteses. O módulo de elasticidade foi obtido no trecho linear até 40% da carga máxima (obtido pela inclinação da linha de tendência na origem até 40% da carga máxima).

A matriz F3.0-100MC apresentou resistência à compressão axial (σ_{cmax}) de 72,70 MPa e módulo de elasticidade de 14,26 GPa. Quanto ao comportamento à tração direta, os valores médios de resistência (σ_{tmax}) e módulo (Et) foram 2,17 MPa e 12,23 GPa, respectivamente. Já a matriz F3.9-80MC20SA apresentou resistência à compressão de 51,24 MPa e módulo de 12,05 GPa. Quanto ao comportamento à tração, os valores médios de resistência e módulo foram 1,75 MPa e 10,89 GPa, respectivamente. A matriz F3.9-60MC40EAF apresentou os melhores resultados, com resistência à compressão de 81,98 MPa e módulo de 23,94 GPa e tração com os valores médios de resistência e módulo de 3,02 MPa e 19,96 GPa, respectivamente.

As curvas características tensão equivalente de flexão *versus* deslocamento das matrizes F3.0-100MC, F3.9-80MC20SA e F3.9-60MC40EAF são mostradas na Figura 3.13c. Na Tabela 3.7 são apresentados resultados médios de três amostras. Foram obtidos valores de tensão ($\sigma_{1^{e}f}$) e deslocamento ($\delta_{1^{e}f}$) de primeira fissura. Os valores de tensão foram calculados utilizando-se a Equação 3.1.

$$\sigma = \frac{6M}{bd^2} \tag{3.1}$$

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

Flexão Tração Compressão Matriz \mathcal{E}_{max} Et \mathcal{E}_{max} Ec P_{1*f} δ_{1*fr} σ_{tmax} σ_{cmax} σ_{1*fr} (MPa) (GPa) (MPa) (GPa) (kN)(MPa) (mm) (%) (μ_ε) 12,23 72,70 4543,4 5,10 2,17 14,26 0,15 0.82 F3.0-100MC 0,020 (0, 12)(1,84)(314,3) (1,87) (2,1)(0,05)(0,75)(0,31)F3.9-1,75 10,89 51,24 6223,5 12,05 0.12 3.69 0.70 0,025 80MC20SA (0,09)(1, 26)(1,4)(478,9) (1,56) (0,03)(0,33)(0,22)F3.9-3,02 19,96 81,98 4342,1 23,94 0,18 6,15 0,61 0,016 60MC40EAF (0,15)(2, 87)(3,2)(305,6)(3,15)(0,08)(1,10)(0,18)

Tabela 3.7 – Resultados de resistência mecânica de cada matriz (os valores de desvio-padrão estão entre parênteses).

É possível perceber um aumento significativo nas propriedades mecânicas da matriz com escória de alto-forno. O que ocorre é que a substituição parcial de MC por EAF aumenta a resistência mecânica devido à formação adicional do gel CaO-Al₂O₃-SiO₂-H₂O [C-A-S-H], formado exclusivamente pela presença de cálcio na EAF. Este gel preenche os poros da matriz geopolimérica, Na₂O-Al₂O₃-SiO₂-(H₂O) [N-A-S-(H)], reduzindo a porosidade e a permeabilidade da matriz (BORGES *et al.*, 2015). Estas formações foram indicadas nos resultados das análises de microscopia eletrônica de varredura (Figura 3.10).

Pode-se notar, no entanto, que a substituição parcial de MC por SA reduziu as resistências mecânicas e, consequentemente, aumentou a capacidade de deformação do material. Este fato é atribuído à baixa dispersão de SA durante a mistura dos materiais, formando pequenos aglomerados de sílica que aumentam a porosidade e acabam reduzindo a resistência da matriz. Apesar de não obter uma resistência mecânica tão elevada quanto à da matriz com EAF, a matriz produzida com 100% MC também atingiu ótimos resultados, além de reduzir o risco de incompatibilidade entre seus constituintes e maior durabilidade, já que possui apenas um material aluminossilicato. Estas duas últimas matrizes apresentaram apenas a formação da matriz geopolimérica [Na₂O-Al₂O₃-SiO₂-(H₂O)(N-A-S-(H))].



Figura 3.13 – Propriedades mecânicas das matrizes F3.0-100MC, F3.980MC20SA e F3.9-60MC40EAF: (a) na compressão axial; (b) tração direta; e (c) curva tensão equivalente de flexão *versus* deslocamento.

3.4. Conclusão

Neste Capítulo foram apresentadas as definições e caracterizações das matrizes geopoliméricas. Ensaios de consistência-padrão, difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura foram realizados na caracterização microestrutural das matrizes. Diferentes teores de metacaulim, sílica ativa e escória de alto-forno incorporados à matriz geopolimérica foram estudados.

A caracterização mecânica das matrizes foi realizada por meio de ensaios de tração direta, compressão axial e flexão a 4 pontos. Foi possível perceber que modificações nas composições das matrizes conduzem a comportamentos

mecânicos diferentes. A presença de escória de alto-forno aumenta significativamente a resistência à compressão axial, devido à formação de um gel adicional CaO-Al₂O₃-SiO₂-H₂O [C-A-S-H], que penetra e preenche os poros da matriz geopolimérica Na₂O-Al₂O₃-SiO₂-H₂O [N-A-S-(H)]. A formação destas duas fases foi indicada na microscopia eletrônica de varredura. Também foi possível perceber no MEV a presença de microfissuras nas matrizes formadas por N-A-S-(H), o que não ocorre na matriz com escória de alto-forno, caracterizando assim um melhor comportamento mecânico.

Devido à dispersão incompleta da sílica ativa durante a mistura, não houve nenhum aumento em suas capacidades mecânicas com a utilização deste material na matriz geopolimérica, apresentando os menores resultados mecânicos entre as três matrizes estudadas. No entanto, as três matrizes exibiram elevadas resistências à compressão axial aos sete dias, alcançando valores de 51 até 82 MPa.

4 Desenvolvimento e caracterização dos compósitos geopoliméricos

4.1. Introdução

Neste capítulo são apresentadas as propriedades da fibra de juta, a análise da interface fibra-matriz, além da produção e comportamento mecânico de compósitos geopoliméricos têxteis reforçados com fibras de juta. Foram moldados compósitos com três matrizes distintas (F3.0-100MC, F3.9-80MC20SA e F3.9-60MC40EAF), sendo estas reforçadas com 5 camadas de reforço têxtil. Os corpos de prova foram submetidos a ensaios de tração direta, flexão a 4 pontos e arrancamento, aos 7 dias de idade.

4.2. Materiais e métodos

4.2.1. A fibra de juta

A juta é uma fibra têxtil vegetal que foi introduzida no Brasil pelos japoneses e tornou-se uma das principais atividades econômicas das populações ribeirinhas da região amazônica (HOMMA, 2007). O plantio da juta é realizado nas margens dos Rios Solimões e Amazonas. Quatro meses após ser semeada, a planta *Corchorus capsularis* alcança altura de três a quatro metros e talo de 2 cm de espessura, quando se inicia a colheita. A fibra útil está contida entre a casca e o talo interno e a extração é feita pelo processo da maceração. As árvores são cortadas rentes ao solo por meio de foices, são retiradas as folhas e em seguida mergulhadas em feixes dentro dos rios por alguns dias. Após esse processo, os feixes são retirados do rio, a fibra é separada do caule e colocada para secar em varais. A fibra seca é vendida, então, para empresas que irão realizar o processo de transformação da fibra em tecido (HOMMA, 2007).

A fibra de juta apresenta em sua composição química grandes proporções de celulose, além de lignina e hemicelulose em menores porcentagens (FIDELIS, 2014). A morfologia do filamento de juta pode apresentar uma grande

variabilidade com relação as paredes celulares e quantidade de lúmens. A fibra de juta utilizada neste trabalho foi fornecida pela empresa Castanhal Cia Têxtil (Castanhal, Pará) e por ser encontrada comercialmente sob a forma de tecido, foi utilizada na produção dos compósitos.

No tecido, os cordões possuem espaçamento distintos em ambas as direções (longitudinais e transversais). Na direção transversal a abertura da malha é 2,7 cordões/cm, e na direção longitudinal 3,5 cordões/cm. A Figura 4.1 mostra as aberturas do tecido e o cordão de juta.



Figura 4.1 – a) Tecido; e b) cordão de juta.

A massa específica da juta é 1,61 g/cm³ e foi determinada em picnômetro a gás hélio. As características das fibras de juta utilizadas nesta pesquisa foram amplamente estudadas por FIDELIS (2014), que obteve resultados de tração direta nos filamentos, cordões e tecidos de juta, além da caracterização quanto à influência da morfologia e composição química nas resistências mecânicas. As propriedades das fibras de juta são mostradas na Tabela 4.1.

Propriedades	Cordão de juta
Densidade linear (tex)	127,5
Diâmetro (mm)	0,785
Número de filamentos	141
Resistência à tração (MPa)	104
Deformação máxima (%)	2,11
Módulo de Elasticidade (GPa)	5,68

Tabela 4.1 – Características da fibra de juta (adaptada de FIDELIS, 2014).

4.2.2. Fabricação de materiais compósitos

Foram fabricados compósitos com 5 camadas de tecido de juta (para atingir a fração volumétrica de 10%), sendo avaliadas inicialmente 3 matrizes distintas reforçadas com fibras de juta: F3.0-100MC, F3.9-80MC20SA e F3.9-60MC40EAF, com misturas já definidas anteriormente na Tabela 3.4 deste trabalho. A misturas geopoliméricas foram realizadas de forma idêntica à apresentada no capítulo anterior (item 3.3). Foi utilizado um molde de acrílico (Figura 4.2a), de dimensões 560 mm x 380 mm, para moldagem de compósitos têxteis. A Figura 4.2b mostra o esquema de moldagem. A primeira e última camadas de cada compósito eram composta por argamassa geopolimérica. A fim de garantir a espessura constante do compósito, foi utilizado o valor da massa específica da mistura fresca para calcular a massa utilizada por camada. O reforço fibroso foi esticado e fixado nos parafusos do molde. A desmoldagem foi realizada 24 h após a moldagem com auxílio de estilete e tesoura. A placa, então, foi mantida em temperatura ambiente, envolvida por filme plástico, a fim de evitar perdas de água excessivas, até 24 horas antes da data dos ensaios mecânicos. Antes dos ensaios, as placas foram submetidas ao corte em peças de 60 mm x 450 mm (largura x comprimento).



Figura 4.2 – a) Molde utilizado para confecção dos compósitos; e b) esquema de moldagem.

A Figura 4.3 mostra o processo de produção dos compósitos geopoliméricos. As réguas de acrílico transparente, perfuradas, foram utilizadas para delimitar a área onde era colocada a argamassa geopolimérica, além de manter o tecido na posição correta. Essas réguas foram fixadas e removidas em cada camada. Ao final da moldagem foi utilizada uma espátula para regularização

da superfície, além de manter os tecidos na posição correta e obter uma mistura mais compacta nas primeiras horas após a moldagem, já que o compósito rapidamente adquire resistência.



Figura 4.3 – Processo de moldagem dos compósitos têxteis: a) 1ª camada de matriz; b) posicionamento da 1ª camada de fibra; c) sobreposição de camadas de matriz e fibra; e d) compósito finalizado.

4.2.3. Comportamento mecânico

Ensaios de tração direta foram realizados em uma máquina universal de testes mecânicos MTS, modelo 311, aos 7 dias de idade dos corpos de prova. Os testes foram realizados a uma taxa de deslocamento de 0,1 mm/min. As dimensões dos corpos de prova foram de 450 mm x 60 mm x 12 mm (comprimento x largura x espessura). Os deslocamentos foram medidos por meio de dois LVDTs posicionados em cada lado do corpo de prova, com 250 mm de comprimento útil para medição. Os valores obtidos referem-se à média das leituras dos dois LVDTs. Os corpos de prova foram fixados em placas de aço com parafusos. A Figura 4.4 mostra o arranjo utilizado para os ensaios de tração direta. A densidade de fissuração na tração foi determinada pelo número de fissuras por comprimento linear (m).



Figura 4.4 – Arranjo experimental utilizado nos ensaios de tração direta dos compósitos geopoliméricos.

Ensaios de flexão a 4 pontos foram realizados em um sistema universal de testes MTS, aos 7 dias de idade dos corpos de prova, com célula de carga de 100 kN. Os testes foram realizados a uma taxa de deslocamento de 1,5 mm/min e vão entre apoios extremos de 300 mm. As dimensões dos corpos de prova foram de 450 mm x 60 mm x 12 mm (comprimento x largura x espessura). O deslocamento foi medido por meio de 2 LVDTs posicionados no meio do vão, um de cada lado, como mostra a Figura 4.5.



Figura 4.5 – Ensaio de flexão a 4 pontos nos compósitos geopoliméricos.

A aderência fibra-matriz foi avaliada por meio de ensaios de *pull-out* (arrancamento). A preparação das fibras para moldagem dos corpos de prova com cordão foi feita da seguinte forma: i) separação das fibras em cordões de mesmo comprimento; ii) inserção dos cordões nos moldes; iii) fixação da fibra na base do molde em acrílico; iv) posteriormente foi produzida a matriz específica para cada ensaio em quantidade de material mínimo para cada comprimento de embebimento. Foram moldados corpos de prova com cordão nos comprimentos de embebimento de 10, 25 e 50 mm para a matriz F3.0-100MC, de forma a estabelecer o comprimento de embebimento que melhor caracterizaria a eficiência da interface fibra-matriz geopolimérica.

Foram utilizados moldes de PVC apoiados em uma base de acrílico, que permitiram a produção de 10 corpos de prova por vez. A Figura 4.6 mostra a moldagem dos corpos de prova. Os corpos de prova foram preparados em temperatura ambiente, desmoldados após 24 horas e mantidos acondicionados em um filme plástico até a desmoldagem e subsequente data de ensaio (7 dias).



Figura 4.6 – Moldagem dos corpos de prova para ensaios de arrancamento.

Os ensaios de *pull-out* foram realizados em um equipamento do tipo MTS, modelo 810, com célula de carga de 1 kN, aos 7 dias. Os ensaios foram realizados utilizando uma taxa de deslocamento de 1,0 mm/min. Os corpos de prova foram fixados em garras com um sistema de condições de contorno fixas. A Figura 4.7 mostra o posicionamento do corpo de prova no sistema.

Os valores experimentais de carga e deslocamento permitiram a obtenção da tensão cisalhante máxima (τ_{max}) por meio da seguinte equação:

$$\tau_{\max} = \frac{P_{max}}{2\pi rL} \tag{4.1}$$

onde, P_{max} é a carga máxima, r é o raio da fibra e L o comprimento de embebimento.



Figura 4.7 – Sistema de ensaio de arrancamento.

4.3. Resultados e discussão

4.3.1. Ensaios de Tração de Compósitos Têxteis Geopoliméricos

O comportamento dos compósitos geopoliméricos reforçados com 5 camadas de tecido bidirecional de juta submetidos a ensaios de tração direta é apresentado na Figura 4.8. Na Tabela 4.2 são apresentados os resultados (média de três corpos de prova), de tensão, deformação e módulo de elasticidade. Os valores de desvio-padrão estão entre parênteses.

A partir dos resultados apresentados na Figura 4.8 é possível perceber diferentes respostas em 4 estágios de carregamento nos compósitos, do ponto de vista macroscópico (SILVA *et al.*, 2009). A zona I corresponde à fase linear elástica onde tanto a matriz quanto a fibra se comportam linearmente. Devido à baixa fração volumétrica de fibras, a rigidez do compósito é governada pelas propriedades da matriz. Vale ressaltar que esta é a zona que exibe a maior rigidez. A zona linear é interrompida pela formação da primeira fissura. Neste ponto, pode-se observar que a matriz 60MC40EAF apresentou o melhor resultado quanto à tensão de primeira fissura (σ_{1f}), 4,37 MPa, em comparação aos 4,13 e 2,51 MPa obtidos para as matrizes 100MC e 80MC20SA, respectivamente.



Figura 4.8 – Curvas Tensão *versus* deformação de diferentes matrizes geopoliméricas reforçadas com fibras de juta.

Tabela 4.2 – Resultados dos ensaios de tração para os três compósitosgeopoliméricos.

Compósito	σ _{1f} (MPa)	E _{1f} (mm/mm)	σ _{máx} (MPa)	E _{máx} (mm/mm)	E _t (GPa)
F3.0-100MC + 5C	4,13 (0,51)	0,0007	6,31 (0,78)	0,034	14,92 (1,37)
F3.9-80MC20SA + 5C	2,51 (0,37)	0,0004	4,34 (0,55)	0,036	13,84 (1,09)
F3.9-60MC40EAF + 5C	4,37 (0,34)	0,0012	8,02 (1,13)	0,037	16,64 (1,15)

 σ_{1f} = tensão de 1^a fissura; \mathcal{E}_{1f} = deformação correspondente à 1^a fissura; $\sigma_{máx}$ = tensão máxima; $\mathcal{E}_{máx}$ = deformação correspondente à tensão máxima; \mathcal{E}_t = módulo de elasticidade na tração.

Após o início da formação de fissuras na matriz, é possível perceber que a capacidade de suportar carga dos compósitos não se esgota. Imediatamente após a formação da primeira fissura, outras fissuras vão surgindo e começam a se propagar de maneira distribuída na zona II. Nesta fase, enquanto a deformação aplicada aumenta, mais fissuras vão se formando e o espaçamento entre elas

diminuindo. Nesta fase, é possível perceber um comportamento similar entre os três compósitos, apesar da matriz 100MC apresentar um número menor de fissuras, enquanto a matriz 80MC20SA demonstrou menores aberturas de fissuras e uma maior quantidade destas, resultado da baixa resistência da matriz.

A zona III corresponde à finalização da fase de fissuração e começo do descolamento/arrancamento das fibras. À medida que a abertura de fissuras se satura, esta zona é dominada pelo dano progressivo, sendo caracterizada por um estágio de abertura de apenas uma fissura levando à ruptura por meio do arrancamento das fibras. Assim como ocorre na zona I, o compósito 60MC40EAF apresentou o maior resultado para a tensão máxima ($\sigma_{máx}$), 8,02 MPa, enquanto os outros dois compósitos atingiram 6,31 e 4,34 MPa, para 100MC e 80MC20SA, respectivamente. O comportamento de pós-pico ocorre na zona IV, região em que as tensões residuais são observadas.

Pode-se perceber também uma capacidade de deformação bastante similar entre as três matrizes, tanto na primeira fissura quanto na fissura correspondente à tensão última ($\mathcal{E}_{1f} \in \mathcal{E}_{máx}$). O módulo de elasticidade foi obtido no trecho linear até 40% da carga de primeira fissura (obtido pela inclinação da linha de tendência da origem até 40% da carga na primeira fissura), sendo encontrados os valores de 14,92, 13,84 e 16,64 MPa para os compósitos 100MC, 80MC20SA e 60MC40EAF, respectivamente. Todos os compósitos exibiram comportamento de *strain-hardening*. Com relação à densidade de macrofissuras nas placas após os ensaios de tração, é possível observar na Figura 4.9, como já mencionado anteriormente, que os compósitos 80MC20SA apresentaram os maiores valores de macrofissuras por metro, devido ao menor valor de tensão de primeira fissura. Os valores médios obtidos estão indicados na Tabela 4.3.



Figura 4.9 – Compósitos submetidos à tração direta com diferentes padrões de fissuração.

Compósito	Densidade de fissuras (nº/m)
F3.0-100MC + 5C	30,0 (2,33)
F3.9-80MC20SA + 5C	62,5 (7,86)
F3.9-60MC40EAF + 5C	42,5 (5,66)

Tabela 4.3 – Densidade de macrofissuras dos compósitos geopoliméricos submetidos à tração direta (valores de desvio-padrão em parênteses).

4.3.2. Ensaios de flexão de compósitos têxteis geopoliméricos

O comportamento nos ensaios de flexão a 4 pontos dos compósitos geopoliméricos com 5 camadas de tecido bidirecional de juta é apresentado na Figura 4.10. Na Tabela 4.4 estão sumarizados os resultados (média de três corpos de prova), de tensão equivalente na flexão e deflexão. Os valores de desvio-padrão estão entre parênteses.



Figura 4.10 – Curvas tensão equivalente na flexão *versus* deflexão das matrizes geopoliméricas reforçadas com fibras de juta.

Utilizando a mesma metodologia dos ensaios de tração direta, as curvas de flexão foram divididas em 4 zonas. A zona I corresponde à fase linear elástica onde tanto a matriz quanto a fibra trabalham de forma linear. Os valores de tensão equivalente de primeira fissura para os compósitos foram 8,36, 5,75 e 13,57 MPa

para as matrizes 100MC, 80MC20SA e 60MC40EAF, respectivamente. O compósito 60MC40EAF mais uma vez apresentou os melhores resultados devido à densificação de sua matriz. A região correspondente à fase pós-pico de primeira fissura, na zona II, é caracterizada pela formação de múltiplas fissuras. Novamente, o compósito 80MC20SA demonstrou menor abertura e formação de um número maior de fissuras, devido a menor resistência da matriz.

O espaçamento e formação de novas fissuras sofrem sua saturação ao fim da zona III, onde ocorre a tensão máxima do compósito, e deflexões entre 22,45 e 28,34 mm para as três marizes. A zona IV é caracterizada pelo comportamento de *strain-softening* devido à abertura de uma única fissura. Todos os compósitos apresentaram comportamento similar, com elevada capacidade de deformação e formação de múltiplas fissuras.

Tabela 4.4 – Resultados dos ensaios de flexão a 4 pontos para os três compósitos geopoliméricos.

Compósito	P _{1f} (kN)	σ _{1f} (MPa)	δ_{1f} (mm)	σ _{máx} (MPa)	δ _{máx} (mm)
F3.0-100MC + 5C	0,25	8,36 (0,63)	0,24	15,21 (2,01)	28,34 (2,89)
F3.9-80MC20SA + 5C	0,17	5,75 (1,21)	0,17	11,56 (1,31)	22,45 (3,12)
F3.9-60MC40EAF + 5C	0,41	13,57 (1,45)	0,51	19,91 (2,37)	27,19 (3,46)

 P_{1f} = carga máx. na 1^a fissura; σ_{1f} = tensão de 1^a fissura;

 δ_{1f} = deflexão de 1^a fissura; $\sigma_{máx}$ = tensão máxima do compósito;

 $\delta_{máx}$ = deflexão correspondente à tensão máxima;

4.3.3. Interface fibra-matriz

O estudo da interface fibra-matriz é fundamental para a análise das transferências de tensões que ali ocorrem. A eficiência das fibras como reforço depende principalmente das seguintes interações: adesão físico química, adesão friccional e ancoragem mecânica (FIDELIS, 2014). A composição química da fibra contribui não só para a adesão, mas também para o comportamento de adsorção. A adesão química corresponde à adesão primária da interface, sendo o

resultado de reações químicas que ocorrem entre a superfície da fibra e a matriz (SILVA *et al.*, 2011).

A transferência de esforços por cisalhamento é determinada por meio de ensaios de arrancamento (*pull-out*) da fibra. Por meio da análise das cargas e deslocamentos relativos que ocorrem entre a fibra e a matriz é possível definir os valores de tensão de aderência (SILVA *et al.*, 2011).



Figura 4.11 – Curvas força de arrancamento *versus* deslizamento em diferentes comprimentos de embebimento (10, 25 e 50 mm) para a matriz F3.0-100MC.

Tabela 4.5 – Resultados dos ensaios de arrancamento para a matriz F3.0-100MCcom diferentes comprimentos de embebimento.

Comprimento	P _{máx}	τ _{máx}	δ _{máx}
	(N)	(MPa)	(mm)
10 mm	15,26	0,62	1,02
	(4,05)	(0,17)	(0,28)
25 mm	30,10	0,48	1,36
	(8,74)	(0,14)	(0,13)
50 mm	35,76	0,29	1,28
	(9,65)	(0,08)	(0,03)

 $P_{max} = carga de arrancamento máxima;$

 $\delta_{máx}$ = deslocamento referente à $P_{máx}$;

 $\tau_{máx}$ = tensão cisalhante máxima de aderência.

A Figura 4.11 mostra as curvas típicas de força *versus* deslizamento para o cordão, com comprimentos de embebimento de 10, 25 e 50 mm para a matriz F3.0-100MC. Os valores experimentais de carga, deslocamento máximo referente à P_{max} , e $\tau_{máx}$ são mostrados na Tabela 4.5 (média de 7 corpos de prova). Os valores de desvio-padrão estão entre parênteses.

Observando a Figura 4.11 é possível perceber que, no caso dos corpos de prova com 10 e 25 mm de comprimento de embebimento, ocorreu o arrancamento da fibra, já nos corpos de prova com 50 mm, a fibra sofreu sua fratura após atingir 35,76 N. Os resultados da Tabela 4.5 também mostram que a tensão de aderência foi ligeiramente maior para os comprimentos de 10 e 25 mm, com valores iguais a 0,62 e 0,48 MPa, respectivamente. No caso onde ocorreu a fratura da fibra, para o comprimento de 50 mm, obteve-se o menor valor para a tensão de aderência. Assim, é possível afirmar que o comprimento de embebimento de 25 mm a maior capacidade de transferência de tensões entre a fibra e a matriz. Por este motivo, este comprimento foi escolhido como ideal para analisar e comparar a aderência entre as três diferentes matrizes.

Sendo assim, a Figura 4.12 mostra as curvas típicas de força *versus* deslizamento para o cordão, com comprimento de embebimento de 25 mm para as matrizes F3.0-100MC, F3.9-80MC20SA e F3.9-60MC40EAF. Os valores experimentais de carga, deslocamento máximo referente à $P_{máx}$, e $\tau_{máx}$ são apresentados na Tabela 4.6 (média de 7 corpos de prova). Os valores de desviopadrão estão entre parênteses.

As curvas podem ser divididas em três regiões, que são baseadas em estágios de distribuição de tensões de cisalhamento na fibra. A região I corresponde ao trecho elástico-linear, com aumento de carga a uma taxa elevada. Com o aumento desta carga, em determinado ponto da curva a resposta torna-se não-linear, região II, que define o ponto inicial da decoesão da fibra. O pico máximo ocorre na região II, em condições de decoesão parcial, onde a força de *pull-out* atinge o valor máximo ($P_{máx}$). A matriz 80MC20SA apresentou a maior força de arrancamento, 39,75 N, enquanto as outras duas matrizes apresentaram resultados iguais a 30,10 e 35,12 N (100MC e 60MC40EAF, respectivamente). O deslizamento neste ponto pode ser considerado como o comprimento de decoesão crítico.



Figura 4.12 – Curvas força de arrancamento versus deslizamento com 25 mm de embebimento – comparação entre as três matrizes geopoliméricas.

Matriz	P _{máx}	τ _{máx}	δ _{máx}
	(N)	(MPa)	(mm)
F3.0-100MC	30,10	0,48	1,36
	(8,74)	(0,14)	(0,13)
F3.9-80MC20SA	39,75	0,64	1,78
	(9,40)	(0,16)	(0,21)
F3.9-60MC40EAF	35,12	0,57	1,15
	(6,79)	(0,11)	(0,18)

Tabela 4.6 – Resultados dos ensaios de arrancamento com 25 mm de embebimento – comparação entre as três matrizes geopoliméricas.

 $P_{máx}$ = carga de arrancamento máxima;

 $\delta_{máx}$ = deslocamento referente à $P_{máx}$;

 $\tau_{máx}$ = tensão cisalhante máxima de aderência.

A resistência ao cisalhamento é definida como a tensão de adesão máxima (τ_{max}) (SILVA *et al.*, 2011). Os valores obtidos mostram uma melhor aderência fibra-matriz para o compósito 80MC20SA, com 0,64 MPa de tensão cisalhante máxima de aderência. Na região III a carga decresce de maneira constante. O comportamento na região pós-pico é governado pela resistência ao cisalhamento

friccional da interface e continua até a fibra ser completamente descolada da matriz. A resistência ao cisalhamento nessa região é definida como tensão friccional (τ_{fr}) (SILVA *et al.*, 2011). Finalmente, pode-se afirmar que a aderência da fibra natural de juta com relação às três matrizes geopoliméricas é bastante similar.

4.3.4. Comparação entre compósitos cimentícios e geopoliméricos reforçados com fibra juta

Após a caracterização do comportamento mecânico dos compósitos geopoliméricos reforçados com fibra de juta, é interessante realizar uma análise comparativa entre estes compósitos com um compósito cimentício reforçado da mesma forma. O trabalho desenvolvido por FIDELIS (2014) apresentou ensaios de tração direta em compósitos cimentícios têxteis reforçados com 5 camadas de tecido de juta. Foi utilizada matriz com substituição parcial do cimento (50%) por metacaulim (40%) e cinza volante (10%), com resistência à compressão de 59,5 MPa. Para comparação, foi escolhido o compósito geopolimérico que obteve comportamento mecânico intermediário, ou seja, 100MC. A Figura 4.13 mostra os resultados comparativos entre o compósito geopolimérico (aos 7 dias) e cimentício (28 dias).



Figura 4.13 – Curvas tensão versus deformação de compósitos geopoliméricos (100MC) e cimentícios reforçados com 5 camadas de fibra de juta.

Os resultados indicam capacidades de deformação e aberturas de fissuras bastante similares para ambos os compósitos. No entanto, o compósito geopolimérico suportou maiores tensões, tanto para a primeira quanto para a última fissura, resultado de maiores resistências provenientes da matriz geopolimérica. O compósito cimentício apresentou a formação de um número ligeiramente elevado de fissuras (caracterizadas por picos e quedas de tensão), provavelmente resultado de uma menor resistência mecânica, e consequentemente menor aderência fibra-matriz.

Passa-se a analisar, então, a diferença entre a aderência fibra-matriz do cordão de juta em matrizes geopoliméricas e cimentícias. FIDELIS (2014) analisou o arrancamento do cordão de juta para o comprimento de 10 mm de embebimento. A autora obteve 25,96 N para a força de arrancamento e 1,05 MPa para a tensão cisalhante de aderência máxima. Portanto, os resultados apresentados para a fibra embebida em matriz cimentícia (Figura 4.14) foram 50% maiores do que os resultados de aderência entre a fibra de juta e a matriz geopolimérica 100%MC.



Figura 4.14 – Curvas força de arrancamento *versus* Deslizamento com 10 mm de embebimento – comparação entre a) uma matriz geopolimérica e b) cimentícia.

4.4. Conclusão

Nesse Capítulo foram apresentados os resultados dos ensaios de tração direta e flexão a 4 pontos em compósitos geopoliméricos têxteis, além de ensaios de

arrancamento de cordão de juta em matrizes geopoliméricas. Foram produzidos compósitos reforçados com 5 camadas de tecido e utilizadas as matrizes definidas no Capítulo 3, com combinações de MC, SA e EAF.

Todos os compósitos apresentaram comportamento de *strain-hardening* com formação de múltiplas fissuras. A inclusão de fibras de juta bidirecionais modificou o comportamento mecânico das matrizes geopoliméricas, tornando-as materiais dúcteis e modificando o padrão de fissuras. Em ambos os ensaios, os compósitos com matriz 60MC40EAF demonstraram valores de resistência mecânica superiores quando comparados as outras duas matrizes, compostas por 100MC, e 80MC20SA, resultado atribuído a um aumento na resistência da matriz devido à presença do gel adicional (C-A-S-H) já mencionado na caracterização das matrizes.

A matriz 80MC20SA demonstrou um maior número de fissuras, atribuída à melhor aderência fibra-matriz, comprovada por meio dos ensaios de arrancamento. Também foi realizada uma comparação entre o comportamento mecânico (tração) e aderência fibra-matriz entre matrizes geopoliméricas e cimentícias, obtendo tensões mais elevadas de tração e menores tensões de aderência para as matrizes geopoliméricas. Com base nos bons resultados proporcionados pelas matrizes e compósitos geopoliméricos, a durabilidade térmica destes compósitos foi avaliada no Capítulo 5.

5 Durabilidade de geopolímeros submetidos a altas temperaturas

5.1. Introdução

O estudo da durabilidade é de grande importância em compósitos reforçados com fibras naturais devido ao processo de degradação das fibras causado pelo meio em que estão inseridas. As variações volumétricas das matrizes quando submetidas a altas temperaturas criam tensões internas no material, que podem afetar diretamente o comportamento mecânico do compósito (BERNAL et al., 2011). Essas variações também influenciam a interface fibra-matriz, pois também geram variação volumétrica das fibras, induzindo tensões nesta região, que podem resultar em perda de aderência (MEHTA e MONTEIRO, 2014).

Sendo assim, neste capítulo são apresentados os comportamentos mecânicos das matrizes e dos compósitos geopoliméricos reforçados com fibra de juta quando expostos a altas temperaturas. No caso das matrizes, foi incluída mais uma variável com relação aos agregados (substituição da areia por chamote), para melhor avaliação e comparação da compatibilidade dos materiais quando expostos à temperatura. Para os compósitos, além da matriz com agregado refratário, também foi analisado o comportamento mecânico de uma matriz sem agregados, com o objetivo de melhorar o comportamento de *strain-hardening*, tanto em condições usuais quanto em condições extremas de temperatura. Uma boa compatibilidade e adesão química entre a fibra e a matriz pode melhorar o tratamento das superfícies externas da fibra, protegendo-as de diversos tipos de degradação. Os corpos de prova avaliados foram submetidos a ensaios de compressão axial, tração direta e arrancamento, aos 7 dias.

5.2. Materiais e métodos

Para avaliação do comportamento termomecânico das matrizes geopoliméricas, além das matrizes já indicadas no item 3.3 deste trabalho (F3.0-100MC, F3.9-80MC20SA, F3.9-60MC20EAF), uma combinação adicional da matriz F3.0-100MC foi elaborada. Esta inclusão teve como objetivo avaliar a compatibilidade de diferentes agregados com matrizes geopoliméricas sob exposição a altas temperaturas. Sendo assim, uma quarta matriz foi produzida, nomeada F3.0-100MC+CHA, com as mesmas especificações da F3.0-100MC, porém com substituição do agregado regular (areia) pelo agregado refratário, chamote 70, com massa específica igual a 2,66 g/cm³ e porosidade aparente igual a 6,3%. Tem como matérias preponderantes em sua composição química: 70,8% de Al₂O₃ e 19,9 de SiO₂. Esta formulação foi feita com relação, em massa, igual a 1:0,5 entre materiais aglomerantes/agregado, para obter trabalhabilidade suficiente, sendo este material fornecido pela empresa Togni Materiais Refratários S/A, localizada em Poços de Caldas–MG. A Figura 5.1 compara a granulometria do chamote com a da areia.



Figura 5.1 – Curvas granulométricas da areia e do chamote.

Inicialmente, três corpos de prova cilíndricos para cada formulação (em temperatura ambiente) foram submetidos a ensaios de compressão axial. Após estes ensaios, corpos de prova similares de cada formulação foram expostos a diferentes temperaturas em um forno mufla (Figura 5.2b). Os corpos de prova foram submetidos a temperaturas de 100, 300, 500, 700 e 1000°C (em grupos de 3 corpos de prova) a uma taxa de aquecimento de aproximadamente 10°C/min. Assim que a temperatura desejada foi atingida, o sistema foi mantido por 1 hora, quando então o forno era desligado e os corpos de prova eram mantidos dentro do

mesmo, resfriando naturalmente. Depois do resfriamento e faceamento das superfícies, todos os corpos de prova foram ensaiados à compressão axial.

Ensaios de compressão axial foram realizados em um equipamento MTS, modelo 810, com capacidade de carga de 500 kN, em corpos de prova cilíndricos com 100 mm de altura por 50 mm de diâmetro, aos 7 dias de idade. Os corpos de prova foram previamente preparados de forma a se obter superfícies lisas, evitando-se a concentração de tensões. Os ensaios foram realizados com taxa de deslocamento de 0,5 mm/min, sendo os deslocamentos axiais medidos por dois LVDTs, com comprimento de 70 mm, presos em anéis de acrílico posicionados ao redor do corpo de prova. O encurtamento final foi obtido a partir da média dos valores obtidos. A Figura 5.2a mostra o esquema de ensaio.

Para avaliação do comportamento termomecânico dos compósitos geopoliméricos, além do compósito já indicado no item 4.3 deste trabalho (F3.0-100MC+5C), duas outras combinações com essa matriz foram elaboradas. Esta inclusão teve como objetivo avaliar a compatibilidade de diferentes agregados em compósitos geopoliméricos quando submetidos a altas temperaturas. Assim, um quarto compósito foi fabricado, nomeado F3.0-100MC+CHA+5C, com as mesmas especificações da matriz F3.0-100MC, porém com substituição do agregado regular (areia) pelo agregado refratário, chamote. Por fim, um quinto compósito foi fabricado, sem a utilização de qualquer tipo de agregado, contendo apenas o material aluminossilicato, 100MC, e solução ativadora, sendo este nomeado como F3.0-100MC-S/A+5C.

Ensaios de consistência-padrão também foram realizados com as novas matrizes, conforme NBR 7215/96, e os resultados foram de 185,5 mm para a matriz F3.0-100MC+CHA, e 212,0 mm para a matriz F3.0-100MC-S/A. Estes resultados mostram que a substituição de areia por chamote torna a matriz mais fluida, e que a matriz sem adição de agregados possui a maior trabalhabilidade em comparação a todas as outras estudadas.



Figura 5.2 – a) Arranjo dos ensaios de compressão axial; b) aquecimento de amostra em forno mufla.

Ensaios de tração direta foram realizados em uma máquina de ensaios mecânicos MTS, modelo 311, para os dois novos compósitos, aos 7 dias de idade, em temperatura ambiente, a fim de se estabelecer o comportamento dos compósitos em condições usuais. Os ensaios foram realizados com taxa de deslocamento de 0,1 mm/min e as dimensões dos corpos de prova foram de 450 mm x 60 mm x 12 mm (comprimento x largura x espessura). Os deslocamentos foram medidos por meio de dois LVDTs posicionados em cada lado da amostra, com 250 mm de comprimento útil para medição. Os corpos de prova foram fixados em placas de aço com parafusos. A Figura 5.3a mostra o esquema do ensaio.

Após estes ensaios, compósitos com as três variações da formulação 100MC (areia, chamote e sem agregados) reforçados com 5 camadas de juta foram expostos a diferentes temperaturas em uma estufa (Figura 5.3b). Os corpos de prova foram submetidos a temperaturas de 100, 150, 200 e 250°C (em grupos de 3 corpos de prova) a uma taxa de aquecimento de aproximadamente 10°C/min. Assim que a temperatura desejada foi atingida, o sistema foi mantido por 1 hora, quando então foram resfriados naturalmente no interior da estufa. Depois do processo de resfriamento, os corpos de prova foram ensaiados à tração direta.


Figura 5.3 – a) Esquema dos ensaios de tração direta; b) aquecimento dos corpos de prova em estufa.

Para analisar a interface fibra-matriz de todas as matrizes indicadas neste trabalho, sob condições usuais, ensaios de arrancamento de cordão de juta foram realizados com as duas novas matrizes (F3.0-100MC+CHA e F3.0-100MC-S/A), de maneira similar ao capítulo anterior. Foi utilizado um equipamento de ensaios do tipo MTS, modelo 810, com célula de carga de 1 kN. Os ensaios foram realizados aos 7 dias de idade, com taxa de deslocamento de 1,0 mm/min. Os corpos de prova foram fixados em garras com um sistema de condições fixas de contorno.

5.3. Resultados e discussão

5.3.1. Matrizes geopoliméricas submetidas a altas temperaturas

5.3.1.1. Resultados em condições extremas de temperatura

Os resultados dos ensaios de compressão axial para as quatro matrizes em diferentes temperaturas são mostrados na Figura 5.4 e Tabelas 5.1 e 5.2. Os resultados para as matrizes a temperatura ambiente já foram discutidos anteriormente neste trabalho. De forma geral, foi observado que a matriz composta com EAF obteve maior resistência à compressão provavelmente devido

à formação do gel adicional C-A-S-H, que ocorre devido à presença de cálcio em sua composição. Diferentemente das outras matrizes compostas por MC e/ou SA, em que há apenas a formação do gel N-A-S-(H).



Figura 5.4 – Curvas tensão *versus* deformação em diferentes temperaturas para: a) F3.0-100MC; b) F3.9-80MC20SA; c) F3.9-60MC40EAF; e d) F3.0-100MC+CHA.

De acordo com a Figura 5.4 e com as Tabelas 5.1 e 5.2, pode-se perceber que todas as matrizes sofreram perdas de resistência mecânica depois de expostas à temperatura. No entanto, apresentaram comportamentos distintos em intervalos específicos. Aos 100°C, todas as amostras sofreram pequena redução em sua resistência mecânica, com quedas significativas do módulo de elasticidade, resultado da perda de água livre nos poros das matrizes (BERNAL *et al.*, 2011). Aos 300°C, é possível perceber que as matrizes 100MC e 80MC20SA sofreram maiores degradações quando comparadas à matriz 60MC20EAF (BARBOSA *et al.*, 2003). Este fato está relacionado diretamente à estrutura geopolimérica das matrizes 100MC e 80MC20SA, que possuem maior quantidade de poros em sua estrutura, associada às degradações das zeólitas e outras fases presentes na matriz geopolimérica.

desvio-padrão). Ensaios de compressão axial 25°C 100°C 300°C Matriz Ec Ec $\sigma_{máx}$ Ec $\sigma_{máx}$ $\sigma_{máx}$ (GPa) (MPa) (GPa) (MPa) (MPa) (GPa) 72.70 64,00 25,53 14,26 2,91 F3.0-100MC 11,01 (2, 17)(3, 64)(2,07)51.24 48,65 19,45 12,05 8,32 F3.9-80MC20SA 2.13 (1, 43)(2,30)(2,98)81.98 77,00 51,31 F3.9-60MC40EAF 23,94 12,31 5,04 (3, 29)(3, 81)(3,21)61.73

14,7

(2.91)

_

_

Tabela 5.1 – Resultados dos ensaios de compressão axial das matrizes expostas a diferentes temperaturas – Parte 1 (valores entre parênteses correspondem ao

 $\sigma_{máx}$ = tensão máxima na compressão;

 $E_c = m \acute{o} du lo de elasticidade.$

F3.0-100MC + CHA

Aos 500°C, todas as matrizes com agregado usual (areia) apresentaram maiores degradações do que a matriz com chamote, tanto para a resistência à compressão quanto para o módulo de elasticidade. Este fato está relacionado à instabilidade volumétrica da areia, que apresenta instabilidade térmica acima de 300°C (LIMA, 2005), resultando em expansões e tensões trativas internas na matriz, acarretando em perdas na sua capacidade de suportar tensões externas elevadas.

Entre 700 e 1000°C, as matrizes 100MC e 80MC20SA não possuíam mais capacidade portante, enquanto a matriz 60MC40EAF apresentou melhor comportamento mecânico (BARBOSA et al., 2003). A matriz 100MC+CHA obteve o melhor comportamento quando exposta a temperaturas elevadas, atingindo 19,82 MPa aos 1000°C.

desvio-padrão). Ensaios de compressão axial 500°C 700°C 1000°C Matriz Ec Ec $\sigma_{máx}$ $\sigma_{máx}$ $\sigma_{máx}$ Ec (MPa) (GPa) (MPa) (GPa) (MPa) (GPa) 11,42 18,88 4,82 F3.0-100MC 1,63 0,43 0,35 (4, 13)(3,53)(1,88)11,21 6,76 _ F3.9-80MC20SA 1,02 0,39 (2,10)(3, 92)32,17 16,08 9,51 2,34 0,93 0,47 F3.9-60MC40EAF (5,01)(3, 36)(2,79)38,86 19,82 3.99 F3.0-100MC + CHA 1,35 _

 Tabela 5.2 - Resultados dos ensaios de compressão axial das matrizes expostas a

 diferentes temperaturas – Parte 2 (valores entre parênteses correspondem ao

 $\sigma_{máx}$ = tensão máxima na compressão;

(3, 37)

 $E_c = m \acute{o} du lo de elasticidade.$

As Figuras 5.5 e 5.6 mostram os resultados anteriores na forma gráfica, a fim de facilitar a compreensão dos efeitos da exposição a temperaturas elevadas na resistência à compressão axial e no módulo de elasticidade das diferentes matrizes geopoliméricas. De acordo com a Figura 5.6, pode-se perceber que a matriz 100MC+CHA sofreu menos danos durante o processo de aquecimento, apresentando a maior resistência residual. Com relação às matrizes fabricadas com areia, a de melhor comportamento mecânico foi a 60MC40EAF, justamente pela provável formação dos géis N-A-S-(H) e C-A-S-H, ou seja, uma matriz mais densa, justificando a menor deterioração.

Com relação ao módulo de elasticidade, é importante ressaltar as elevadas reduções entre as temperaturas de 100 e 500°C (já justificadas pela presença de água nos poros da matriz, deterioração do gel geopolimérico e do agregado).

(3,54)



Figura 5.5 – Efeito da exposição a temperaturas elevadas na resistência à compressão axial de diferentes matrizes geopoliméricas.



Figura 5.6 – Efeito da exposição a temperaturas elevadas no módulo de elasticidade de diferentes matrizes geopoliméricas.

5.3.2. Compósitos geopoliméricos têxteis submetidos a altas temperaturas

5.3.2.1. Resultados em condições usuais de temperatura

Os resultados dos ensaios de tração direta para as três variações de compósitos da matriz F3.0-100MC (sem agregado, com areia e com chamote), em condições de temperatura usuais (25°C) com 5 camadas de tecido bidirecional de juta, são mostrados na Figura 5.7. Na Tabela 5.3 estão os resultados (média de três corpos de prova), de tensão, deformação e módulo de elasticidade. Os valores de desvio-padrão estão entre parênteses. O módulo de elasticidade foi obtido no trecho linear até 40% da carga de primeira fissura (obtido pela inclinação da linha de tendência da origem até 40% da carga na primeira fissura). Os compósitos demonstraram elevada capacidade de deformação e formação de múltiplas fissuras.



Figura 5.7 – Curvas tensão *versus* deformação da matriz F3.0-100MC reforçada com fibras de juta: sem agregado, com areia e com chamote.

Comparando os resultados dos três compósitos é possível perceber que, apesar de haver queda na tensão de primeira fissura (σ_{1f}) dos compósitos com agregado refratário e sem agregado, a tensão máxima ($\sigma_{máx}$) manteve-se bastante

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1512776/CA

alta, atingindo valores bem próximos do compósito de referência (com areia). Os dois compósitos alternativos também apresentaram um melhor comportamento de *strain-hardening* em comparação ao compósito de referência, com elevados valores de deformação ($\mathcal{E}_{1f} \in \mathcal{E}_{máx}$) e maior número de fissuras, sem quedas bruscas de tensão, apresentadas pelos compósitos de referência. Este fato está associado a menores resistências mecânicas das matrizes fabricadas com chamote e sem agregado.

Com relação à densidade de macrofissuras das placas, é possível observar que os compósitos sem agregado apresentaram um número maior por metro, justificados pela melhor aderência fibra-matriz e menor valor de tensão na primeira fissura. Os valores médios obtidos estão mostrados na Tabela 5.4 e os padrões de fissuração estão representadas na Figura 5.8.

Tabela 5.3 - Resultados dos ensaios de tração direta para os compósitosgeopoliméricos F3.0-100MC: sem agregado, com areia e com chamote (valoresentre parênteses correspondem ao desvio-padrão).

Compósito	σ _{1f} (MPa)	E _{1f} (mm/mm)	σ _{máx} (MPa)	E _{máx} (mm/mm)	E _t (GPa)
F3.0-100MC + 5C	4,13 (0,51)	0,0007	6,31 (0,78)	0,034	14,92 (1,37)
F3100MC+CHA+ 5C	2,31 (0,29)	0,0010	5,54 (0,48)	0,033	12,04 (1,06)
F3.0-100MC-S/A + 5C	1,37 (0,18)	0,0011	5,21 (0,76)	0,030	10,53 (1,88)
- $-$ tongão do 1ª fieguro: C $-$ deformação correspondente à 1ª fieguro:					

 σ_{1f} = tensão de la fissura; \mathcal{E}_{1f} = deformação correspondente à la fissura; $\sigma_{máx}$ = tensão máxima; $\mathcal{E}_{máx}$ = deformação correspondente à tensão máxima; \mathcal{E}_t = módulo de elasticidade na tração.

 Tabela 5.4 - Densidade de macrofissuras dos compósitos F3.0-100MC+5C com

 diferentes agregados, submetidos a ensaios de tração direta.

Compósito	Densidade de fissuras (nº/m)
F3.0-100MC+5C	30,0 (2,33)
F3.0-100MC+CHA+5C	73,5 (4,73)
F3.0-100MC-S/A+5C	82,5 (7,86)



Figura 5.8 – Padrão de fissuração após ensaios de tração para os compósitos geopoliméricos F3.0-100MC: sem agregado, com areia e com chamote.

A Figura 5.9 e a Tabela 5.5 mostram a comparação dos resultados de ensaios de arrancamento de cordão de fibra de juta, realizados em todas as matrizes geopoliméricas, em um comprimento de embebimento de 25 mm. Os resultados apontam uma pequena melhoria na aderência fibra-matriz com o uso das matrizes alternativas (F3.0-100MC+CHA e F3.0-100MC-S/A). A matriz sem agregados apresentou os melhores resultados, sendo 46,16 N para a carga máxima ($P_{máx}$) e 0,75 MPa ($\tau_{máx}$) para a tensão máxima de aderência. Este fato pode estar relacionado a menor resistência da matriz e maior penetração da matriz no tecido. A mesma justificativa pode ser aplicada à matriz com chamote. No geral, o comportamento de aderência das matrizes geopoliméricas é bastante similar, independentemente de seus constituintes.



Figura 5.9 – Curvas força de arrancamento versus deslizamento com 25 mm de embebimento – comparação entre todas as matrizes.

Matriz	P _{máx}	τ _{máx}	δ _{máx}
	(N)	(MPa)	(mm)
F3.0-100MC	15,26	0,62	1,02
	(4,05)	(0,17)	(0,28)
F3.9-80MC20SA	30,10	0,48	1,36
	(8,74)	(0,14)	(0,13)
F3.9-60MC40EAF	35,76	0,29	1,28
	(9,65)	(0,08)	(0,03)
F3.0-100MC+CHA	43,22	0,70	1,26
	(12,56)	(0,20)	(0,13)
F3.0-100MC-S/A	46,16	0,75	1,83
	(11,23)	(0,18)	(0,05)

Tabela 5.5 - Resultados dos ensaios de arrancamento com 25 mm deembebimento – comparação entre todas as matrizes.

 $P_{máx}$ = carga de arrancamento máxima;

 $\delta_{máx}$ = deslocamento referente à P_{max} ;

 $\tau_{máx}$ = tensão cisalhante máxima de aderência.

5.3.2.2. Resultados em condições extremas de temperatura

Os resultados dos ensaios de tração direta dos compósitos F3.0-100MC (com areia, chamote e sem agregados) em elevadas temperaturas, são apresentados segundo a metodologia apresentada no capítulo anterior. Na Figura 5.10 e na Tabela 5.8 estão os resultados (média de três corpos de prova) de tensão, deformação e módulo de elasticidade para o compósito 100MC com areia, em temperatura ambiente (25°C) e a temperaturas de 100 e 150°C. Os valores de desvio-padrão estão entre parênteses. No ponto em que a zona linear é interrompida pela formação da primeira fissura, é possível perceber comportamentos bastante distintos.

O comportamento linear elástico foi bastante afetado, já que nesta região a rigidez do compósito é governada pelas propriedades da matriz. Propriedades estas que são diretamente atingidas entre 100 e 150°C pela perda de água estrutural das zeólitas e do gel geopolimérico, já discutidos anteriormente (BERNAL et al., 2011). Pode-se observar que o compósito a temperatura ambiente obteve 4,13 MPa na tensão de primeira fissura (σ_{1f}) e 14,92 GPa para o

módulo de elasticidade (E_t), em comparação aos 1,43 MPa – 7,35 GPa e 1,05 MPa – 5,39 GPa obtidos a 100 e 150°C, respectivamente.

Após o início da propagação de fissuras na matriz, é possível perceber que a capacidade de transferência de tensões também sofre modificações em condições extremas com fissuras de maior abertura e menor valor de macrofissuras por metro. No entanto, é possível perceber que a fibra de juta, conhecida por sua completa degradação acima de 170°C (GASSAN *et al.*, 2001), continuou suportando e redistribuindo tensões ao longo dos compósitos. Pode-se afirmar, então, que as modificações relativas à interface fibra-matriz são provenientes principalmente da deterioração que ocorre na matriz, afetando em menor escala as fibras ali contidas, já que os compósitos submetidos à temperaturas elevadas ainda apresentam um comportamento de propagação de fissuras.



Figura 5.10 – Curvas tensão *versus* deformação do compósito F3.0-100MC+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas.

Com relação à densidade de macrofissuras, é possível observar que o compósito com areia submetido a altas temperaturas apresentou pouca marofissuração por metro, em função da maior degradação da matriz e menor aderência fibra-matriz. Os valores médios obtidos estão na Tabela 5.7 e as aberturas de fissura na Figura 5.11.

Temperatura	σ _{1f} (MPa)	E _{1f} (mm/mm)	σ _{máx} (MPa)	E _{máx} (mm/mm)	E _t (GPa)
25°C	4,13 (0,51)	0,0007	6,31 (0,78)	0,034	14,92 (1,37)
100°C	1,43 (0,42)	0,0002	3,86 (0,67)	0,021	7,35 (0,96)
150°C	1,05 (0,38)	0,0001	2,26 (0,78)	0,051	5,39 (0,71)

Tabela 5.6 - Resultados dos ensaios de tração para o compósito F3.0-100MC+5C,antes e após ser submetido a altas temperaturas.

 $\begin{aligned} &\sigma_{1f} = \text{tensão de 1}^{a} \text{ fissura; } E_{1f} = \text{deformação correspondente à 1}^{a} \text{ fissura;} \\ &\sigma_{máx} = \text{tensão máxima; } E_{máx} = \text{deformação correspondente à tensão} \\ &máxima; \quad E_t = \text{módulo de elasticidade na tração.} \end{aligned}$



Figura 5.11 – Padrão de fissuração após ensaios de tração para o compósito F3.0-100MC+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas.

Tabela 5.7 - Densidade de macrofissuras do compósito F3.0-100MC+5C, antes e

após serem submetidos a altas temperaturas.

Temperatura	Densidade de fissuras (nº/m)
25°C	30,0 (2,33)
100°C	19,97 (6,65)
150°C	22,20 (4,43)

Os resultados dos ensaios de tração direta do compósito F3.0-100MC+CHA (com chamote), em condições extremas de temperatura, são mostrados na Figura 5.12. Na Tabela 5.8 estão os resultados de tensão, deformação e módulo de elasticidade. A partir dos resultados é possível perceber respostas bastante

similares nos 4 estágios de carregamento no compósito com chamote. Na fase linear elástica tanto a matriz quanto a fibra se comportam linearmente e a rigidez é governada pelas propriedades da matriz, havendo uma queda de tensão gradativa após o aparecimento da primeira fissura (σ_{1f}), conforme a temperatura foi elevada. Novamente, de acordo com as análises feitas nas matrizes, sabe-se que as propriedades dos geopolímeros são afetadas nesta faixa de temperatura (100-250°C) e estão relacionadas à perda de água devido à desidratação das zeólitas e do gel geopolimérico (BERNAL et al., 2011).

Pode-se observar que o compósito com chamote e a temperatura ambiente obteve 2,31 MPa na tensão de primeira fissura (σ_{1f}), e 12,04 GPa para o módulo de elasticidade (Et). Já a 100, 150, 200 e 250°C apresentaram os valores presentes na Tabela 5.8, com elevada degradação da matriz. O compósito após aprimeira fissura continua apresentando propagação distribuída de fissuras com maiores aberturas e menor quantidade de macrofissuras por metro. À medida que a abertura de fissuras se satura, ocorre o dano progressivo caracterizado por um estágio de abertura de apenas uma fissura, levando à ruptura por meio do arrancamento das fibras. É possível perceber que a inclinação da curva do último estágio não sofre grandes alterações nas temperaturas avaliadas, mostrando que a



Figura 5.12 – Curvas tensão *versus* deformação do compósito F3.0-100MC+CHA+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas.

Assim como na fase linear elástica, o compósito com chamote a 100, 150, 200 e 250°C apresentou queda da tensão máxima. Pode-se afirmar, novamente, que a degradação da interface fibra-matriz ocorre especialmente na matriz e em menor escala na fibra de juta. Todos os compósitos nas diferentes temperaturas apresentaram comportamento de *strain-hardening* e múltipla fissuração.

Temperatura	σ _{1f} (MPa)	E _{1f} (mm/mm)	σ _{máx} (MPa)	E _{máx} (mm/mm)	Et (GPa)
25°C	2,31 (0,29)	0,0010	5,54 (0,48)	0,033	12,04 (1,06)
100°C	2,10 (0,27)	0,0005	3,68 (0,62)	0,025	11,42 (1,09)
150°C	1,87 (0,34)	0,005	2,86 (0,81)	0,031	10,53 (1,11)
200°C	1,16 (0,18)	0,002	2,59 (1,03)	0,038	8,01 (1,52)
250°C	0,41 (0,09)	0,004	1,53 (0,56)	0,032	4,22 (0,43)

Tabela 5.8 - Resultados dos ensaios de tração para o compósito F3.0-100MC+CHA+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas.

 σ_{1f} = tensão de 1^a fissura; E_{1f} = deformação correspondente à 1^a fissura; $\sigma_{máx}$ = tensão máxima;

 $\mathcal{E}_{máx}$ = deformação correspondente à tensão máxima;

 $E_t = m$ ódulo de elasticidade na tração.

Com relação à densidade de macrofissuras antes e após exposição a altas temperaturas nos ensaios de tração direta, é possível observar que o compósito apresentou baixa quantidade de macrofissuras por metro. Este fator é resultado da menor resistência da matriz, que afeta a aderência. Porém, ainda assim, apresentaram valores bastante elevados, comprovando então a múltipla fissuração. A densidade de macrofissuras do compósito com chamote está na Tabela 5.9 e as aberturas de fissura estão representadas na Figura 5.13.

Temperatura	Densidade de fissuras (nº/m)
25°C	73,5 (4,73)
100°C	57,72 (7,10)
150°C	48,84 (6,66)
200°C	59,94 (4,43)
250°C	39,96 (6,67)





Figura 5.13 – Padrão de fissuração após ensaios de tração para o compósito F3.0-100MC+CHA+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas.

Os resultados de tração direta para o compósito da F3.0-100MC-S/A (sem agregados) em altas temperaturas são apresentados na Figura 5.14. Na Tabela 5.10 estão os resultados de tensão, deformação e módulo de elasticidade. Mais uma vez todos os compósitos apresentaram comportamento semelhante nos 4 estágios de carregamento. Na fase linear elástica, na qual o comportamento é governado pela matriz, ocorre redução gradativa da tensão de primeira fissura (σ_{1f}) com o aumento da temperatura, ou seja, a matriz é diretamente afetada. Isto ocorre pelos mesmos motivos apresentados anteriormente. O compósito sem agregados apresentou 1,37 MPa na tensão de primeira fissura (σ_{1f}) em temperatura ambiente e 10,53 GPa para o módulo de elasticidade (Et). Quando a 100, 150 e 200°C, apresentaram os valores mostrados na Tabela 5.10, indicando degradação da matriz.



Figura 5.14 – Curvas tensão *versus* deformação do compósito F3.0-100MC-S/A+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas.

Tabela 5.10 - Resultados dos ensaios de tração para o compósito F3.0-100MC-S/A+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas.

Temperatura	σ _{1f} (MPa)	E _{1f} (mm/mm)	σ _{máx} (MPa)	E _{máx} (mm/mm)	Et (GPa)
25°C	1,37 (0,18)	0,0011	5,21 (0,76)	0,030	10,53 (1,88)
100°C	1,24 (0,12)	0,0006	3,84 (0,85)	0,026	9,67 (2,02)
150°C	0,76 (0,07)	0,0004	3,15 (1,24)	0,031	6,76 (1,25)
200°C	0,60 (0,09)	0,0004	2,11 (1,01)	0,032	5,30 (1,33)

 σ_{1f} = tensão de 1^a fissura; E_{1f} = deformação correspondente à 1^a fissura; $\sigma_{máx}$ = tensão máxima;

 $E_{máx}$ = deformação correspondente à tensão máxima;

 $E_t = m$ ódulo de elasticidade na tração.

Os compósitos, na região logo após a primeira fissura, apresentaram propagação e formação distribuída de fissuras. Para este compósito, verificou-se maior quantidade de fissuras por metro, ou seja, a matriz sem agregado, quando submetida a temperaturas elevadas, apresenta densificação da interface fibramatriz. À medida que a abertura de fissuras se satura, ocorre dano progressivo caracterizado por um estágio de abertura de apenas uma fissura levando à ruptura por meio do arrancamento da fibra de todos os compósitos. A inclinação da curva deste último estágio não sofre grandes alterações entre as diferentes temperaturas avaliadas, já que a fibra ainda demonstra capacidade de carga. Foram avaliados os módulos de elasticidade equivalentes à zona III, através da inclinação da curva, da Figura 5.14 correspondentes a estas regiões de saturação. Estes pontos estão indicados na Figura 5.14 como E_1 , E_2 , E_3 e E_4 . Os valores obtidos estão na Tabela 5.11.

Os resultados demonstram que até a temperatura de 150°C, os compósitos apresentaram menores degradações na fibra, suportando cargas elevadas e obtendo os mesmos padrões de fissuração. Já quando submetidos à temperatura de 200°C, os compósitos apresentaram uma maior degradação tanto na matriz quanto na fibra, obtendo-se então resultados inferiores relativos à tensão e módulo de elasticidade neste trecho.

Tabela 5.11 - Módulos de elasticidade equivalentes obtido no último trecho (zonaIII) nos ensaios de tração para o compósito F3.0-100MC-S/A+5C.

Módulos de elasticidade equivalentes na zona III (GPa)		
E_1	0,166	
E_2	0,165	
E ₃	0,159	
E_4	0,093	

Assim como na fase linear elástica, o compósito sem agregados, a 100, 150 e 200°C apresentou redução gradativa da tensão máxima. Pode-se afirmar, mais uma vez, que as modificações relativas à interface fibra-matriz são provenientes principalmente da deterioração da matriz, e em menor escala da fibra de juta. Este compósito, em todas as temperaturas, também apresentou comportamento de *strain-hardening* e múltipla fissuração.

Com relação à densidade de macrofissuras após exposição a altas temperaturas e aos ensaios de tração, é possível observar que os compósitos degradados obtiveram maiores valores de macrofissuras por metro a partir de 150°C, justificados pela densificação da interface fibra-matriz, comprovando, então, a múltipla fissuração. Os valores médios obtidos estão na Tabela 5.12 e as aberturas de fissura na Figura 5.15. A Figura 5.16 mostra a densidade de macrofissuras (nº/m) dos compósitos submetidos à variação térmica, sendo o melhor comportamento de múltipla fissuração o da matriz sem agregados (F3.0-100MC-S/A+5C).

F3.0-100MC+S/A-200°C	
F3.0-100MC+S/A-150°C	
F3.0-100MC+S/A-100°C	
F3.0-100MC+S/A-25°C	

Figura 5.15 – Padrão de fissuração após ensaios de tração para o compósito F3.0-100MC-S/A+5C, antes e após ser submetido a altas temperaturas.

Tabela 5.12 - Densidade de macrofissuras do compósito F3.0-100MC-S/A+5C,

antes e após ser submetido a altas temperaturas.

Temperatura	Densidade de fissuras (nº/m)
25°C	82,5 (7,86)
100°C	73,26 (8,88)
150°C	108,78 (13,32)
200°C	97,68 (12,21)



Figura 5.16 – Densidade de macrofissuras dos compósitos submetidos a altas temperaturas.

5.4. Conclusão

Resultados mecânicos demonstraram que o geopolímero 80MC20SA apresentou maior deterioração quando exposto à temperatura do que os outros dois (100MC e 80MC20SA). Sendo a deterioração nas primeiras temperaturas associada à desidratação das zeólitas e do gel geopolimérico, causando a maior degradação na matriz 80MC20SA. A compatibilidade entre a matriz e seus agregados interfere diretamente em temperaturas de até 500°C. Esta afirmação é comprovada por meio dos resultados obtidos com a matriz 100MC+CHA. Apesar de sua resistência à compressão inicial ser 11 MPa menor do que a matriz 100MC, a substituição mostrou-se benéfica, atingindo resultados satisfatórios a 1000°C.

Os compósitos reforçados com fibras naturais demonstraram elevadas degradações para a matriz 100MC (com areia). A substituição por chamote e/ou a retirada completa de agregados mostrou-se bastante benéfica. Estas matrizes foram capazes de proteger a fibra, que se degradaria totalmente a 170°C (GASSAN *et al.*, 2001), e ainda assim suportar tensões elevadas, demonstrando comportamento de múltipla fissuração.

6 Conclusões e sugestões

6.1. Conclusões

Foram realizadas caracterizações de três matrizes geopoliméricas distintas (com diferentes teores de metacaulim, sílica ativa e escória de alto-forno), por meio de ensaios de tração direta, compressão axial e flexão a 4 pontos. Foi possível perceber que as diferentes composições tiveram comportamentos mecânicos bem distintos entre si. A presença de escória de alto-forno aumentou significativamente a resistência à compressão axial devido à provável formação do gel adicional CaO-Al₂O₃-SiO₂-H₂O [C-A-S-H], que penetra e preenche os poros da matriz geopolimérica Na₂O-Al₂O₃-SiO₂-(H₂O)[N-A-S-(H)]. Além disso, as três matrizes alcançaram elevadas resistências à compressão axial aos sete dias, com valores de até 82 MPa (para a matriz com metacaulim e escória de alto-forno).

Também foram feitas caracterizações de compósitos geopoliméricos reforçados com fibras bidirecionais de juta por meio de ensaios de tração direta e flexão a 4 pontos, bem como ensaios de arrancamento de cordão de juta em matrizes geopoliméricas. Foram produzidos compósitos reforçados com 5 camadas de tecido e utilizadas as matrizes caracterizadas anteriormente, com MC, MC+SA e MC+EAF. Todos os compósitos apresentaram comportamento de *strainhardening* e formação de múltiplas fissuras. A inclusão de fibras de juta bidirecionais modificou o comportamento mecânico das matrizes geopoliméricas, tornando-as dúteis, modificando também o padrão de fissuras. Em ambos os ensaios os compósitos formados a partir de MC + EAF apresentaram melhor comportamento mecânico, sendo este atribuído ao aumento da resistência da matriz devido à provável presença do gel adicional (C-A-S-H).

Os compósitos com MC + EAF e MC + SA apresentaram maior formação de fissuras, devido à melhor aderência da interface fibra-matriz. Este fato foi comprovado por meio dos ensaios de arrancamento com diferentes comprimentos de embebimento. Avaliou-se também a diferença de aderência fibra-matriz entre matrizes geopoliméricas e cimentícias, obtendo resultados de aderência 50% menores para aquelas em relação a estas.

Foram realizados estudos de durabilidade térmica nas matrizes e nos compósitos. Geopolímeros à base de MC+SA apresentaram maiores degradações devido a maiores perdas de água nas primeiras temperaturas. A compatibilidade entre as matrizes e o agregado influenciou os resultados para temperaturas de até 500°C. Esta afirmação foi comprovada por meio dos resultados obtidos para a matriz de MC com substituição da areia por chamote. Esta matriz, mesmo tendo baixa resistência mecânica em relação às demais, teve o melhor comportamento a 1000°C.

Os compósitos reforçados com fibras naturais de juta tiveram maiores degradações para a matriz com MC e areia. A substituição da areia por chamote e a ausência de agregados mostrou-se bastante benéfica. Essas matrizes foram capazes de proteger a fibra e ainda suportar tensões elevadas, mostrando comportamento satisfatório quanto à durabilidade térmica de compósitos geopoliméricos reforçados com fibras naturais de juta.

6.2. Sugestões para futuros trabalhos

A partir das conclusões obtidas nesta pesquisa, pode-se sugerir a realização de outras análises experimentais, para justificar e fundamentar os efeitos não conclusivos deste trabalho como, por exemplo:

 termogravimetria e MEV nas fibras, além de realização de ensaios de arrancamento em corpos de prova submetidos a altas temperaturas para completa avaliação da interface fibra-matriz;

- análise de RMN-MAS para entendimento das diferentes fases do gel geopolimérico submetido a altas temperaturas;

- estudo das reologias das matrizes geopoliméricas;

- utilização de polímeros no tratamento das fibras para se obter uma melhor aderência fibra-matriz;

- estudo da mineralização das fibras naturais em matrizes geopoliméricas.

7 Referências bibliográficas

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5739:** Concreto – Ensaios de compressão de Corpos-de-prova Cilíndricos. Rio de Janeiro, 2007.

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

ALCAMAND, H. A. et al. **Desempenho mecânico de compósitos** geopoliméricos reforçados com fibras naturais. In: 58° CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO. 2016, Belo Horizonte.

BARBOSA, V. F.; MACKENZIE, K. J. Thermal behaviour of inorganic geopolymers and composites derived from sodium polysialate. Materials Research Bulletin, v. 38, n. 2, p. 319-331, 2003.

BENTUR, A.; MINDESS, S. Fibre reinforced cementitious composites. CRC Press, 2006.

BERNAL, S. A. et al. Mechanical and thermal characterisation of geopolymers based on silicate-activated metakaolin/slag blends. Journal of materials science, v. 46, n. 16, p. 5477, 2011.

BORGES, P. H. R. et al. Estudo comparativo da análise de ciclo de vida de concretos geopoliméricos e de concretos à base de cimento Portland composto (CP II). Ambiente Construído, v. 14, n. 2, p. 153-168, 2014.

BORGES, P. H. R. et al. **Performance of blended metakaolin/blastfurnace slag alkali-activated mortars.** Cement and Concrete Composites, v. 71, p. 42-52, 2016.

BRAMESHUBER, W. **Textile Reinforced Concrete State-of-the-Art Report of RILEM TC 201-TRC. RILEM** (Reunion Internationale des Laboratoires et Experts des Materiaux, Systemes de Construction et Ouvrages): Bagneux, France, 2006.

CANEVAROLO J. Ciência dos polímeros. Artiliber editora, São Paulo, 2002.

DAVIDOVITS, J. et al. Geopolymer: ultra-high temperature tooling material for the manufacture of advanced composites. How Concept Becomes Reality., v. 36, p. 1939-1949, 1991.

DAVIDOVITS, J. Geopolymers: man-made rock geosynthesis and the resulting development of very early high strength cement. Journal of Materials education, v. 16, p. 91-91, 1994.

DAVIDOVITS, J. Chemistry of geopolymeric systems, terminology. In: Geopolymer. p. 9-39. 1999.

DIAS, D.; THAUMATURGO, C. Fracture toughness of geopolymeric concretes reinforced with basalt fibers. Cement and concrete composites, v. 27, n. 1, p. 49-54, 2005.

DUXSON, P. et al. Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties. Colloids and Surfaces: Physicochemical and Engineering Aspects, v.269, n. 1, p. 47-58, 2005.

DUXSON, P. et al. The effect of alkali and Si/Al ratio on the development of mechanical properties of metakaolin-based geopolymers. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, v. 292, n. 1, p. 8-20, 2006.

FARUK, O. et al. **Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010**. Progress in polymer science, v. 37, n. 11, p. 1552-1596, 2012.

FIDELIS, M. E. **Desenvolvimento e caracterização mecânica de compósitos cimentícios têxteis reforçados com fibra de juta.** 2014. (Tese de Doutorado). Engenharia Civil, UFRJ.

FIDELIS, M. E. et al. 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, 2013.

GASSAN, J.; BLEDZKI, A. K. Thermal degradation of flax and jute fibers. Journal of Applied Polymer Science, v. 82, n. 6, p. 1417-1422, 2001.

GIANCASPRO, J et al. Use of inorganic polymer to improve the fire response of balsa sandwich structures. Journal of materials in civil engineering, v. 18, n. 3, p. 390-397, 2006.

GHOSH, S. Effect of synthesizing parameters on workability and compressive strength of Fly ash based geopolymer mortar. International journal of civil and structural engineering, v. 3, n. 1, p. 168-177, 2012.

GOURLEY, J. T.; JOHNSON, G. B. **Developments in geopolymer precast** concrete. In: World Congress Geopolymer. p. 139-143. 2005.

HOMMA, A. K. O. A imigração Japonesa na Amazônia – Sua contribuição ao movimento agrícola, Belém–PA, EMBRAPA,2007.

KONG, D. et al. **Damage due to elevated temperatures in metakaolinite-based geopolymer pastes.** In: International workshop on geopolymer and geopolymer concrete. p. 28-29. 2005.

KONG, D. L. Y.; SANJAYAN, J. G.; SAGOE-CRENTSIL, K. Comparative performance of geopolymers made with metakaolin and fly ash after exposure to elevated temperatures. Cement and Concrete Research, v. 37, n. 12, p. 1583-1589, 2007.

KONG, D. L. Y.; SANJAYAN, J. G. Effect of elevated temperatures on geopolymer paste, mortar and concrete. Cement and concrete research, v. 40, n. 2, p. 334-339, 2010.

KRIVEN, W. et al. **High temperature microhardness of single crystal mullite.** Journal of the American Ceramic Society, v. 87, n. 5, p. 970-972, 2004.

KRIVEN, W. et al. Geopolymer refractories for the glass manufacturing industry. In: 64th Conference on Glass Problems: Ceramic Engineering and Science Proceedings, Volume 25, Issue 1. John Wiley & Sons, Inc., p. 57-80. 2008.

LEMOUGNA, P. et al. Laterite based stabilized products for sustainable building applications in tropical countries: review and prospects for the case of Cameroon. Sustainability, v. 3, n. 1, p. 293-305, 2011.

LIMA, P. R. Análise teórica e experimental de compósitos reforçados com fibras de sisal. 2004. (Tese de Doutorado). Engenharia Civil, UFRJ.

LIMA, R. C. A. de. Investigação do comportamento de concretos em temperaturas elevadas. Tese (Doutorado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2005.

LIN, T. et al. Effects of fiber length on mechanical properties and fracture behavior of short carbon fiber reinforced geopolymer matrix composites. Materials Science and Engineering: A, v. 497, n. 1, p. 181-185, 2008.

MEHTA, K; MONTEIRO, P. J. Concrete: Microstructure, Properties, and Materials. McGraw-Hill Publishing, 2006.

MUSIL, S.; KRIVEN, W. In Situ Mechanical Properties of Chamotte Particulate Reinforced, Potassium Geopolymer. Journal of the American Ceramic Society, v. 97, n. 3, p. 907-915, 2014.

OBONYO, E. et al. A sustainable approach for the geopolymerization of natural iron-rich aluminosilicate materials. Sustainability, v. 6, n. 9, p. 5535-5553, 2014.

PACHECO, F. et al. **Durability of historic mortars**. Historic Mortars Conference (pp. 1–7). 2008.

PACHECO-TORGAL, F.; CASTRO-GOMES, J. P.; JALALI, S. Adhesion characterization of tungsten mine waste geopolymeric binder. Influence of

OPC concrete substrate surface treatment. Construction and Building Materials, v. 22, n. 3, p. 154-161, 2008.

PALOMO, A. et al. Alkali-activated fly ashes: a cement for the future. Cement and concrete research, v. 29, n. 8, p. 1323-1329, 1999.

PALOMO, A. et al. Alkali activation of industrial by-products to develop new earth-friendly cements. In: Proceedings of the 11th International Conference on Non-Conventional Materials and Technologies (NOMAT 2009). 2009.

PROVIS, J. et al. Geopolymers: structures, processing, properties and industrial applications. Elsevier, 2009.

RIBERO, D.; KRIVEN, W. M. **Properties of geopolymer composites reinforced with basalt chopped strand mat or woven fabric**. Journal of the American Ceramic Society, 2016.

SAHEB, D. et al. Natural fiber polymer composites: a review. Advances in polymer technology, v. 18, n. 4, p. 351-363, 1999.

SANKAR, K. et al. Potassium-Based Geopolymer Composites Reinforced with Chopped Bamboo Fibers. Journal of the American Ceramic Society, 2014.

SILVA, F. et al. Cracking mechanisms in durable sisal fiber reinforced cement composites. Cement and Concrete Composites, v. 31, n. 10, p. 721-730, 2009.

SILVA, F. et al. Effect of fiber shape and morphology on interfacial bond and cracking behaviors of sisal fiber cement based composites. Cement and Concrete Composites, v. 33, n. 8, p. 814-823, 2011.

SILVA, J.; THAUMATURGO, C. Fibre reinforcement and fracture response in geopolymeric mortars. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, v. 26, n. 2, p. 167-172, 2003.

SHAIKH, F. et al. Synthesis and mechanical properties of cotton fabric reinforced geopolymer composites. Composites Part B: Engineering, v. 60, p. 36-42, 2014.

SHI, C. et al. Stabilization/solidification of hazardous and radioactive wastes with alkali-activated cements. Journal of hazardous materials, v. 137, n. 3, p. 1656-1663, 2006.

THOMAS, S. et al. Natural fibres: Structure, properties and applications. In: Cellulose Fibers: Bio-and Nano-Polymer Composites. Springer Berlin Heidelberg, 2011. p. 3-42.

TOLEDO FILHO, R. et al. **Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites.** Cement and Concrete composites, v. 22, n. 2, p. 127-143, 2000.

VAN RIESSEN, A. et al. **Preparation and characterisation of fly ash based geopolymer mortars.** Construction and Building Materials, v. 24, n. 10, p. 1906-1910, 2010.

VAN VLACK, L. **Physical ceramics for engineers**. Addison Wesley Publishing Company, 1964.

VICKERS, L. et al. Fire resistant geopolymers: role of fibres and fillers to enhance thermal properties. Springer. 2015.

WHITE, C. E. et al. The effects of temperature on the local structure of metakaolin-based geopolymer binder: A neutron pair distribution function investigation. Journal of the American Ceramic Society, v. 93, n. 10, p. 3486-3492, 2010.

ZHANG, H. et al. Effect of Carbon Fibers on Thermal and Mechanical Properties of Metakaolin Fly-Ash-Based Geopolymers. ACI Materials Journal, v. 112, n. 3, 2015.

ZOLLO, R. F. Fiber-reinforced concrete: an overview after 30 years of development. Cement and Concrete Composites, v. 19, n. 2, p. 107-122, 1997.