

HIMAD AHMED ALCAMAND

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO FÍSICA, QUÍMICA E MECÂNICA DE
COMPÓSITOS ÁLCALI-ATIVADOS TÊXTEIS REFORÇADOS COM FIBRAS DE
JUTA**

**Dissertação apresentada ao Programa de
Pós-graduação em Engenharia Civil do
Centro Federal de Educação Tecnológica de
Minas Gerais como requisito Parcial para
obtenção do título de Mestre em Engenharia
Civil.**

Orientador: Paulo Henrique Ribeiro Borges

Coorientador: Flávio de Andrade Silva

BELO HORIZONTE

2017

A346d Alcamand, Himad Ahmed
Desenvolvimento e caracterização física, química e mecânica de compósitos álcali-ativados têxteis reforçados com fibras de juta / Himad Ahmed Alcamand. – 2017.
109 f. : il., gráfs, tabs., fotos.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Civil.
Orientador: Paulo Henrique Ribeiro Borges.
Coorientador: Flávio de Andrade Silva.
Bibliografia: f. 101-109.
Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Departamento de Engenharia Civil.

1. Materiais compostos – Teses. 2. Fibras de celulose – Teses. 3. Reações alcalinas – Teses. I. Borges, Paulo Henrique Ribeiro. II. Silva, Flávio de Andrade. III. Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Departamento de Engenharia Civil. IV. Título.

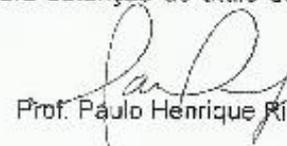
CDD 620.136

Elaboração da ficha catalográfica pela Biblioteca-Campus II / CEFET-MG

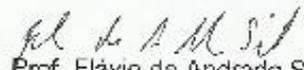
HIMAD AHMED ALCAMAND

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO FÍSICA,
QUÍMICA E MECÂNICA DE COMPOSITOS ÁLCALI-
ATIVADOS TÊXTEIS REFORÇADOS COM FIBRAS DE JUTA**

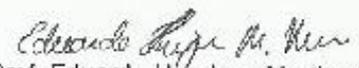
Dissertação apresentada ao Programa de Pós
Graduação em Engenharia Civil do CEFET-MG como
requisito parcial para obtenção do título de Mestre em
Engenharia Civil



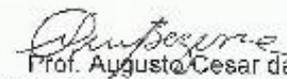
Prof. Paulo Henrique Ribeiro Borges
Orientador
Departamento de Engenharia Civil, CEFET-MG



Prof. Flávio de Andrade Silva
Coorientador
Departamento de Engenharia Civil, PUC-RIO



Prof. Eduardo Henrique Martins Nunes
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFMG



Prof. Augusto Cesar da Silva Bezerra
Departamento de Engenharia de Transportes, CEFET-MG

Belo Horizonte, 03 de Maio de 2017

Para as mais lindas do universo: Camila e Cecília (C² & H).

AGRADECIMENTOS

Ao grande Senhor Deus, minha eterna gratidão por nos fazer a sua imagem e semelhança.

Ao meu orientador, Paulo Henrique Ribeiro Borges, expresso minha admiração e gratidão por ter me recebido no seu grupo de pesquisa e por ter sido tão presente nesses dois anos de intenso trabalho. Agradeço pela constante orientação e por me fazer compreender que as limitações só podem ser vencidas por meio da paciência e perseverança.

Ao meu coorientador, Flávio de Andrade Silva, sou grato por todo conhecimento compartilhado, pelas dúvidas esclarecidas, pelas sugestões e por disponibilizar materiais e equipamentos para o desenvolvimento deste trabalho.

À colega Ana Carolina Constâncio Trindade, aluna de mestrado do Prof. Flávio, pelo grande auxílio na realização dos ensaios realizados na PUC do Rio de Janeiro e pela disponibilidade em ajudar, além das conversas para esclarecer as dúvidas.

Ao estimado Professor Conrado, responsável por me incentivar a entrar na pós-graduação após uma excelente aula de ciências dos materiais na graduação. Obrigado Professor Conrado.

Ao Professor Augusto César da Silva Bezerra, pelo auxílio em ceder o laboratório e equipamentos para a realização deste trabalho.

Ao Ivan, técnico do laboratório do Departamento de Engenharia Civil do CEFET/MG, pelo auxílio frequente nos ensaios e pelas conversas motivadoras.

Aos Professores da pós-graduação e aos Professores da Graduação do CEFET/MG, pela compreensão, pelo auxílio e pelo conhecimento compartilhado.

Ao Geraldo Magela de Lima, professor e pesquisador da UFMG do laboratório de química inorgânica, o primeiro pesquisador que tive contato ao iniciar minha vida acadêmica na graduação em química. Obrigado por me receber em seu laboratório de pesquisa.

Aos meus pais, Nasser Afonso Alcamand e Cristina Aparecida Bratilliere, agradeço a vocês por me amar com um amor incomparável e inefável. Aos meus irmãos, Henid Refet Alcamand (Guguinha) e Nayara Bratilliere Alcamand (Nana), pela nossa união. Aos meus queridos sobrinhos Arthur, Gustavo e Noah, os quais com sorrisos e brincadeiras, enchem minha vida de alegria. Ao meu querido amigo Fábio (Raul) e a todos os meus familiares, essa conquista é de todos nós.

RESUMO

Cimentos alcalinos ou materiais álcali-ativados (MAA) são materiais com propriedades aglomerantes obtidos pela mistura de fontes de alumina (Al_2O_3) e sílica (SiO_2) com soluções alcalinas concentradas. Tais materiais apresentam alta resistência mecânica e durabilidade, comparados ao cimento Portland. Observa-se o estudo e o uso crescente de fibras naturais como reforço para a produção de compósitos cimentícios, melhorando o comportamento mecânico dessas matrizes frágeis após a fissuração. Verifica-se, na literatura, que o uso de fibras vegetais em MAA é incipiente e, por isso, escasso. Este trabalho busca o desenvolvimento e a caracterização mecânica, física e química de compósitos álcali-ativados têxteis reforçados com fibras de juta. A argamassa de referência (matriz) é formada por metacaulim (MC), principal aluminossilicato ativado, mas a matriz foi alterada a partir da substituição parcial por sílica ativa (SA) e por escória de alto forno (EAF), visando alterar a sua composição (relação $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3 = 3.0$ e 3.9), e conseqüentemente as propriedades mecânicas e de durabilidade. Realizou-se o tratamento superficial das fibras de juta com polímero de estireno butadieno carboxilado (SBR), objetivando proteger a fibra do meio alcalino. As propriedades avaliadas foram resistência à compressão, coeficiente de capilaridade, constante de permeabilidade e a densidade. Produziram-se placas de argamassas e de compósitos reforçados com cinco camadas de tecido de juta sem e com tratamento, avaliando a resistência à flexão em três pontos. A durabilidade para as argamassas foi investigada por meio da exposição à solução de sulfato de magnésio (30, 90 e 180 dias de ataque) e para os compósitos utilizou-se o processo de envelhecimento acelerado (ciclos de molhagem e secagem). Os resultados em argamassas não reforçadas mostram que as argamassas produzidas com sílica ativa e escória de alto forno são susceptíveis ao ataque por sulfatos em relação à argamassa produzida apenas com metacaulim. Por sua vez, as alterações na composição da matriz e a introdução de fibras de juta melhoram significativamente o comportamento mecânico dos compósitos, sendo o melhor desempenho observado para aqueles compósitos confeccionados com maior relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (3,9), maiores teores de EAF (40%) e cujas fibras de juta não foram tratadas superficialmente com o polímero SBR.

Palavras-Chave: Compósitos. Fibras naturais. Materiais álcali-ativados.

ABSTRACT

The investigation of natural fibers as reinforcement in cement-based composites has grown recently, as a mean to improve their post-cracking mechanical behavior. The studies of natural fibers in alkali-activated materials (AAM), however, is still scarce. The objective of this work is to develop and assess the mechanical and physical properties of alkali-activated textile composites reinforced with jute fibers. A reference matrix is composed of alkali-activated metakaolin (MK), but this matrix was altered by partially replacing MK with silica fume (SF) and by blast furnace slag (BFS) in order to alter its composition ($\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ ratio = 3.0 and 3.9), and consequently the mechanical properties and durability. Surface treatment of the jute fibers was carried out with a carboxylated styrene butadiene polymer (SBR), in order to protect the fiber from the alkaline medium. For plain matrices, the evaluated properties were compressive strength, capillary coefficient, oxygen permeability and density. Those unreinforced matrices were also subjected to magnesium sulfate attack (30, 90 and 180 days of attack) to assess their durability. Jute-reinforced composites were subjected to bending tests before and after accelerated wetting and drying cycles. The results show that matrices containing SF and BFS are more susceptible to sulphate attack. In contrary, changes in the composition of the matrix and the introduction of jute fibers significantly improved the mechanical behavior of the composites, with best performance observed for the composites with higher $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ ratio (3.9), higher BFS content (40%), where fibers are not surface treated with the SBR polymer.

Keywords: Alkali-activated materials. Composites. Natural fibers.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Constituição estrutural da célula de uma fibra natural.	23
Figura 2 - (a) planta fonte de fibra de juta e (b) secagem das fibras de juta.	25
Figura 3 - Diferentes morfologias das fibras de juta (imagens obtidas por MEV).	27
Figura 4 - Diferentes morfologias das fibras de sisal: (a) forma de ferradura, (b) forma de arco e (c) forma de arco torcido.	32
Figura 5 - Processo de formação de géis devido à concentração de cálcio nos materiais precursores.	36
Figura 6 - Géis C-A-S-H e N-A-S-H em MAA contendo cálcio.	37
Figura 7 - Mecanismos de degradação das fibras de sisal por $\text{Ca}(\text{OH})_2$	41
Figura 8 - (a) separação dos materiais; (b) materiais sólidos após a mistura manual; (c) início da mistura mecânica com a adição da solução ativadora e (d) mistura homogeneizada.	49
Figura 9 - (a) moldagem dos corpos de prova cilíndricos (5 x 10) cm; (b) retirada da película de poliéster e (c) identificação dos corpos de prova.	50
Figura 10 - (a) corpos de prova cilíndricos (15 x 30) cm e (b) comparação entre os corpos de prova de (15 x 30) cm e (5 x 10) cm.	50
Figura 11 - (a) visão externa da máquina de corte e (b) corpo de prova retificado. ..	51
Figura 12 - Corpos de prova de (15 x 5) cm (diâmetro e espessura, respectivamente) para ensaios de permeabilidade ao oxigênio.	51
Figura 13 - (a) molde de acrílico com delimitação da área de moldagem e (b) molde de acrílico com esperas metálicas para confecção de compósitos têxteis.	52
Figura 14 - (a) camada delgada de argamassa álcali-ativada; (b) posicionamento da primeira camada de fibra; (c) segunda camada de argamassa e (d) compósito têxtil reforçado com cinco camadas de fibra.	53
Figura 15 - (a) varal para secagem; (b) fibras impregnadas para secagem na estufa; (c) visão frontal das fibras secas e (d) visão lateral das fibras secas.	54
Figura 16 - (a) compósito têxtil F3.0-100MC-FJ e (b) compósito têxtil F3.0-80MC20EAF-FJ.	54
Figura 17 - (a) placa da argamassa F3.0-100MC e (b) placa da argamassa F3.9-60MC40EAF.	55

Figura 18 - (a) identificação das placas e (b) acabamento da superfície em contato com o molde.....	55
Figura 19 - (a) prensa hidráulica EMIC e (b) posicionamento do corpo de prova.	56
Figura 20 - (a) visão frontal e (b) visão lateral com os dois LVDT's.	57
Figura 21 - (a) impermeabilização lateral e (b) dispositivo para ensaio.	58
Figura 22 - (a) identificação e impermeabilização; (b) limpeza das superfícies com jato de ar e (c) equipamento para ensaio de permeabilidade.	59
Figura 23 - Equipamento multipicnômetro.....	60
Figura 24 - Amostras cortadas para determinação da densidade.	61
Figura 25 - (a) medidas das alturas; (b) medidas de diâmetro; (c) início do ensaio e (d) armazenamento dos recipientes.	63
Figura 26 - (a) leitura do pH das soluções e (b) coleta dos sais formados na superfície dos corpos de prova e limpeza.	64
Figura 27 - Determinação dos tempos de molhagem e secagem: (a) argamassa F3.0-100MC e compósito F3.0-100MC-FJ e (b) argamassa F3.9-60MC40EAF e compósito 60MC40EAF-FJ.	65
Figura 28 - Curva granulométrica da SA, do MC e da EAF.....	67
Figura 29 - Curva granulométrica da areia passante na peneira 1,18 mm.....	69
Figura 30 - Difração de raios X de: (a) sílica ativa; (b) metacaulim e (c) escória de alto forno.	70
Figura 31 - Resistência à compressão aos 28 dias das argamassas com cura ambiente.....	72
Figura 32 - Visão superior do corpo de prova apresentando a estrutura porosa e pequenos aglomerados de SA na matriz N-A-S-(H).....	73
Figura 33 - (a) curva de absorção de água <i>versus</i> tempo e (b) curva de absorção de água <i>versus</i> a raiz quadrada do tempo.	74
Figura 34 - Correlação entre as propriedades físicas e mecânicas das argamassas álcali-ativadas.....	77
Figura 35 - (a) corpo de prova F3.0-100MC, (b) corpo de prova F3.9-80MC20SA, (b) corpo de prova F3.0-80MC20EAF e (d) corpo de prova F3.9-60MC40EAF.....	78
Figura 36 - Curva de variação do pH das soluções de MgSO ₄	79
Figura 37 - Difração de raios X dos sólidos formados na superfície das argamassas: (a) F3.9-80MC20SA, (b) F3.0-80MCEAF e (c) F3.9-60MCEAF.	81

Figura 38 - (a) variação percentual do comprimento e (b) variação percentual do diâmetro.	82
Figura 39 - Corpo de prova F3.9-80MC20SA com microfissuras após 180 dias de exposição.	83
Figura 40 - Corpo de prova F3.9-60MC40EAF com microfissuras após 180 dias de exposição.	83
Figura 41 - Resistência residual à compressão.....	84
Figura 42 - Curvas tensão versus deflexão e corpos de prova fissurados para os compósitos (a) F3.0-100MC-FJ; (b) F3.0-80MC20EAF-FJ; (c) F3.9-80MC20SA-FJ e (d) F3.9-60MC40EAF-FJ.....	86
Figura 43 - Curvas tensão versus deflexão e corpos de prova fissurados para os compósitos (a) F3.0-100MC-FJT; (b) F3.0-80MC20EAF-FJT; (c) F3.9-80MC20SA-FJT e (d) F3.9-60MC40EAF-FJT.....	87
Figura 44 - Curvas para os compósitos F3.0-100MC-FJ e corpos de prova fissurados após ensaios de flexão: (a) 28 dias de cura ambiente, (b) 15 ciclos e (c) 30 ciclos. .	92
Figura 45 - Curvas para os compósitos F3.0-100MC-FJT e corpos de prova fissurados após ensaios de flexão: (a) 28 dias de cura ambiente, (b) 15 ciclos e (c) 30 ciclos.	92
Figura 46 - Curvas para os compósitos F3.9-60MC40EAF-FJ e corpos de prova fissurados após ensaios de flexão: (a) 28 dias de cura ambiente, (b) 15 ciclos e (c) 30 ciclos.	93
Figura 47 - Curvas para os compósitos F3.9-60MC40EAF-FJT e corpos de prova fissurados após ensaios de flexão: (a) 28 dias de cura ambiente, (b) 15 ciclos e (c) 30 ciclos.	93
Figura 48 - Compósitos produzidos com a argamassa F3.0-100MC: (a) fibras sem tratamento e (b) fibras tratadas com SBR.	95

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Fatores que afetam a qualidade das fibras naturais em seus estágios de produção.	22
Tabela 2 - Composição química para algumas fibras naturais (percentual em massa).	23
Tabela 3 - Índice de cristalinidade e percentual em massa de celulose, hemicelulose e lignina.	26
Tabela 4 - Propriedades físicas encontradas na literatura para as fibras de juta.	26
Tabela 5 - Materiais utilizados para o desenvolvimento de materiais álcali-ativados.	33
Tabela 6 - Propriedades físicas e mecânicas das fibras de juta.....	45
Tabela 7 - Propriedades físico-químicas do silicato de sódio alcalino.....	45
Tabela 8 - Composição química e propriedades físicas do polímero de estireno-butadieno carboxilado.	45
Tabela 9 - Quantidades em massa de materiais sólidos necessários e relações molares finais correspondentes, para a produção das argamassas (a partir de 1000g de aglomerante).	47
Tabela 10 - Quantidade de corpos de prova para cada argamassa com o respectivo valor de pH para cada solução de sulfato de magnésio.	63
Tabela 11 - Composição química (principais óxidos) do MC, EAF e SA.	67
Tabela 12 - Diâmetro dos materiais (D10, D50 e D90).	68
Tabela 13 - Valores médios e desvios-padrão para a densidade das argamassas. .	71
Tabela 14 - Valores médios e desvios-padrão para os coeficientes de permeabilidade.....	76
Tabela 15 - Relação molar sílica / alumina e porcentagem.....	79
Tabela 16 - Resistência residual à compressão das argamassas após os períodos de exposição de 30, 90 e 180 dias.....	84
Tabela 17 - Propriedades mecânicas dos compósitos obtidos por meio de ensaios de flexão em três pontos.	88
Tabela 18 - Densidade linear de fissuras para os compósitos produzidos com fibras de juta não tratadas e tratadas com SBR após os ensaios de flexão em três pontos.	90

Tabela 19 - Propriedades mecânicas dos compósitos após ensaios de flexão em três pontos.	94
Tabela 20 - Reduções percentuais no valor médio do MOR após os ensaios de durabilidade em relação aos compósitos ensaiados aos 28 dias de cura ambiente.	94
Tabela 21 - Densidade linear de fissuras apresentada pelos compósitos após os ensaios de flexão em três pontos.....	96

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas;

ASTM - American Society for Testing & Materials;

CP - Cimento Portland;

DRX - Difração de raios X;

EAF - Escória de alto forno;

F3.0-100MC - Argamassa álcali-ativada de referência com relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ igual a 3,0 com o metacaulim como a principal fonte de aluminossilicato.

F3.0-100MC-FJ - Compósito reforçado com 5 camadas de tecido de fibras de juta.

F3.0-100MC-FJT - Compósito reforçado com 5 camadas de tecido de fibras de juta tratadas com o polímero estireno-butadieno carboxilado.

F3.0-80MC20EAF - Argamassa álcali-ativada com relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ igual a 3,0 e composta por 80% de metacaulim e 20% de escória de alto forno em massa.

F3.0-80MC20EAF-FJ - Compósito reforçado com 5 camadas de tecido de fibras de juta.

F3.0-80MC20EAF-FJT - Compósito reforçado com 5 camadas de tecido de fibras de juta tratadas com o polímero estireno-butadieno carboxilado.

F3.9-60MC40EAF - Argamassa álcali-ativada com relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ igual a 3,9 e composta por 60% de metacaulim e 40% de escória de alto forno em massa.

F3.9-60MC40EAF-FJ - Compósito reforçado com 5 camadas de tecido de fibras de juta.

F3.9-60MC40EAF-FJT - Compósito reforçado com 5 camadas de tecido de fibras de juta tratadas com o polímero estireno-butadieno carboxilado.

F3.9-80MC20SA - Argamassa álcali-ativada com relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ igual a 3,9 e composta por 80% de metacaulim e 20% de sílica ativa em massa.

F3.9-80MC20SA-FJ - Compósito reforçado com 5 camadas de tecido de fibras de juta.

F3.9-80MC20SA-FJT - Compósito reforçado com 5 camadas de tecido de fibras de juta tratadas com o polímero estireno-butadieno carboxilado.

MAA - Materiais álcali-ativados;

MC - Metacaulim;

MEV - Microscopia eletrônica de varredura;

MOR - Módulo de ruptura;

pH - Potencial hidrogeniônico;

SA - Sílica ativa;

SBR - Polímero estireno-butadieno carboxilado.

LISTA DE SÍMBOLOS

Al_2O_3 - Alumina;

Ca^+ - Cátions de cálcio;

CaO - Óxido de cálcio;

$\text{Ca}(\text{OH})_2$ - Hidróxido de cálcio;

C-A-S-H - Sílico-aluminato de cálcio hidratado ($\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$);

K^+ - Cátions de potássio;

KOH - Hidróxido de potássio;

MgSO_4 - Sulfato de magnésio;

$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ - Sulfato de magnésio heptahidratado;

Na^+ - Cátions de sódio;

N-A-S-H ou N-A-S-(H) - Sílico-aluminato de sódio hidratado ($\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$);

Na_2CO_3 - Carbonato de sódio;

NaOH - Hidróxido de sódio;

Na_2O - Óxido de sódio;

Na_2SiO_3 - Silicato de sódio;

Na_2SO_4 - Sulfato de sódio;

OH^- - Hidroxila;

SiO_2 - Sílica ou óxido de silício;

SO_4^{2-} - Ânion sulfato.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	19
1.1 OBJETIVOS.....	20
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
2.1 FIBRAS NATURAIS.....	22
2.1.1 <i>Fibras de Juta</i>	25
2.2 COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRAS NATURAIS	27
2.2.1 <i>Compósitos cimentícios reforçados com fibras naturais</i>	27
2.2.2 <i>Compósitos álcali-ativados reforçados com fibras naturais</i>	29
2.2.3 <i>Interface fibra-matriz</i>	30
2.3 MATERIAIS ÁLCALI-ATIVADOS (MAA).....	33
2.3.1 <i>Origem dos materiais álcali-ativados (MAA)</i>	33
2.3.2 <i>Ativação alcalina</i>	34
2.3.2.1 <i>Sistemas álcali-ativados sem cálcio (N-A-S-H) e com cálcio (C-A-S-H)</i>	35
2.3.3 <i>Influência das propriedades físico-químicas dos materiais precursores (aluminossilicatos) na produção dos MAA</i>	37
2.3.4 <i>Metodologia para misturas dos componentes dos MAA</i>	39
2.4 DURABILIDADE DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS.....	40
2.4.1 <i>Compósitos reforçados com fibras naturais</i>	40
2.4.2 <i>Durabilidade de materiais álcali-ativados</i>	41
3 MATERIAIS E MÉTODOS	44
3.1 MATERIAIS E CARACTERIZAÇÃO	44
3.2 DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DAS ARGAMASSAS E DOS COMPÓSITOS ÁLCALI-ATIVADOS.....	46
3.2.1 <i>Procedimento de mistura das argamassas álcali-ativadas</i>	48
3.2.2 <i>Moldagem de corpos de prova cilíndricos</i>	49
3.2.3 <i>Moldagens de placas de argamassas álcali-ativadas e dos compósitos têxteis</i>	51
3.2.4 <i>Propriedades das argamassas e dos compósitos no estado endurecido</i> ..	55
3.2.4.1 <i>Comportamento mecânico das argamassas à compressão e flexão</i> ..	55
3.2.4.2 <i>Absorção de água por capilaridade das argamassas</i>	57
3.2.4.3 <i>Permeabilidade a gás (oxigênio) para as argamassas</i>	58
3.2.4.4 <i>Picnometria a gás hélio para as argamassas</i>	60
3.3 ENSAIOS DE DURABILIDADE	62

3.3.1 Ataque por solução de sulfato de magnésio nas argamassas	62
3.3.2 Ciclos de molhagem e secagem nos compósitos.....	64
4 RESULTADOS.....	67
4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS PRIMAS	67
4.2 PROPRIEDADES FÍSICAS, MECÂNICAS E DE DURABILIDADE DAS ARGAMASSAS.....	71
4.2.1 Picnometria a gás hélio	71
4.2.2 Resistência à compressão a 28 dias	71
4.2.3 Absorção de água por capilaridade e permeabilidade.....	74
4.3 DURABILIDADE DAS MATRIZES A SULFATO DE MAGNÉSIO	78
4.4 COMPORTAMENTO MECÂNICO DOS COMPÓSITOS À FLEXÃO	86
4.5 DURABILIDADE DOS COMPÓSITOS A CICLOS DE MOLHAGEM E SECAGEM.....	91
4.5.1 Comparações entre os compósitos álcali-ativados com compósitos cimentícios reforçados com fibra juta	96
5 CONCLUSÕES	98
REFERÊNCIAS.....	100

1 INTRODUÇÃO

Cimentos alcalinos ou materiais alcali-ativados (MAA) contemplam uma diversa gama de aglomerantes que apresentam algumas vantagens sobre o cimento Portland para a produção de argamassas e concretos, dentre elas o desenvolvimento rápido de resistência mecânica, alta durabilidade química e térmica (DAVIDOVITS, 1988). Estes materiais são obtidos pela mistura de uma ou mais fontes de alumina (Al_2O_3) e sílica (SiO_2) ativados por soluções alcalinas concentradas de hidróxidos e silicatos de sódio ou potássio. A principal vantagem dos MAA, no entanto, é o menor impacto ambiental associado à sua produção, devido a (i) utilização de rejeitos e resíduos industriais como matéria prima; (ii) baixa energia de processamento e (iii) significativa redução das emissões de CO_2 (DUXSON & PROVIS, 2008).

Apesar das vantagens apresentadas pelos MAA, estes materiais apresentam comportamento frágil à ruptura, similar a outros materiais cerâmicos, incluindo o cimento Portland. O emprego de fibras como reforço em matrizes cimentícias vem justamente melhorar o comportamento mecânico dessas matrizes após a fissuração do compósito. As fibras reduzem a falha abrupta, permitindo com que o compósito apresente maiores deformações até a ruptura, levando, portanto, ao aumento da tenacidade e da resistência ao impacto. Ou seja, o compósito apresenta um comportamento mais dúctil ao invés do comportamento frágil que ocorre em matrizes cimentícias não reforçadas (BENTUR & MINDESS, 2006).

Diversas fibras têm sido empregadas como reforços de matrizes cimentícias, com destaque às fibras metálicas (aço), poliméricas (polipropileno, álcool polivinílico, etc.) e cerâmicas (principalmente vidro e carbono). Há também as fibras vegetais que são renováveis e encontram-se geograficamente dispersas por todo o planeta terra. Por isso, sua utilização como reforços de materiais cimentícios constitui uma apreciável contribuição para a sustentabilidade das construções, na medida em que as pesquisas indicam que, quando comparadas às fibras sintéticas, as fibras naturais apresentam comportamento

mecânico bastante satisfatório (FIDELIS, 2014; UPADHYAY, 2015). Destaca-se o emprego dos seguintes tipos de fibras naturais em compósitos cimentícios: fibras de coco (SYMINGTON *et al.*, 2009; DEFOIRDT *et al.*, 2010), sisal (SYMINGTON *et al.*, 2009; TOLEDO FILHO *et al.*, 2009), juta (SYMINGTON *et al.*, 2009; DEFOIRDT *et al.*, 2010) e bambu (DEFOIRDT *et al.*, 2010). Um trabalho recente de Fidelis (2014) mostra que compósitos cimentícios com fibras contínuas de juta apresentam comportamento do tipo *strain-hardening*, com múltipla fissuração, sob tração direta. Além disso, o aumento de camadas dessa fibra no compósito provoca um aumento no número de fissuras e a diminuição no espaçamento entre elas.

O estudo de reforço de matrizes álcali-ativadas com fibras naturais ainda é incipiente. Este trabalho avalia o desempenho mecânico de argamassas álcali-ativadas e de seus compósitos reforçados com fibras contínuas de juta. A matriz é predominantemente composta por metacaulim (MC) ativado por silicato e hidróxido de sódio. No entanto, sua composição foi alterada a partir da substituição parcial da matriz de MC por sílica ativa (SA) e escória de alto forno (EAF). Além disso, as argamassas foram expostas à solução de sulfato de magnésio, avaliando-se a resistência mecânica à compressão ao final de cada período. Finalmente, os compósitos foram submetidos ao envelhecimento acelerado (ciclos de molhagem e secagem), avaliando-se a resistência mecânica à flexão em três pontos.

1.1 OBJETIVOS

O objetivo geral desta pesquisa consiste em desenvolver e caracterizar compósitos álcali-ativados têxteis reforçados com fibras de juta, utilizando argamassas obtidas por meio da substituição parcial de metacaulim por escória de alto forno e sílica ativa, alterando as relações molares $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Além disso, o trabalho visa avaliar a durabilidade (i) das matrizes por meio de exposição à solução de sulfato de magnésio e (ii) dos compósitos por ciclos de molhagem e secagem.

Assim, os objetivos específicos propostos são:

- Avaliar a influência da composição química da matéria-prima no desenvolvimento dos materiais álcali-ativados;
- Avaliar o comportamento físico e mecânico de materiais álcali-ativados produzidos com quatro proporções distintas (sem reforço);
- Avaliar o comportamento mecânico de materiais álcali-ativados com reforço de fibras de juta sem e com tratamento e
- Avaliar a durabilidade de materiais álcali-ativados por meio de ensaios acelerados.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 FIBRAS NATURAIS

As fibras naturais são um recurso natural abundante, renovável e biodegradável, possuindo papel importante no desenvolvimento sustentável. Diante disso, a Organização das Nações Unidas para a Alimentação e Agricultura (FAO-ONU) declarou o ano de 2009 com sendo o ano internacional das fibras naturais (FAO, 2009). Isso se deve ao baixo custo de produção associado ao menor gasto energético durante os processos de produção e beneficiamento das fibras.

Diferentes tipos de fibras naturais podem ser extraídos de partes distintas de uma mesma planta. Assim, as possíveis fontes de fibras vegetais são o caule, as folhas, as sementes ou os frutos, de acordo com as características de cada espécie produtiva. As propriedades das fibras naturais estão condicionadas aos estágios de produção (DITTENBER & GANGARAO, 2012), os quais influenciam na qualidade das fibras e devem ser monitorados durante o cultivo e o beneficiamento (TABELA 1).

Tabela 1 - Fatores que afetam a qualidade das fibras naturais em seus estágios de produção.

Estágio	Fatores que afetam a qualidade das fibras
Crescimento das plantas	Espécie da planta; Cultivo; Localização do cultivo; Local da fibra na planta e Clima local.
Colheita das fibras	Processo de crescimento da fibra: Espessura da parede celular; Aspereza das fibras e Aderência entre as fibras e a estrutura.
Extração das fibras	Separação das fibras da parte lenhosa e Tipo do método de maceração
Fornecimento das fibras	Condições de transporte; Condições de armazenamento e Idade da fibra.

Fonte: Adaptado de Dittenberg & Gangarao (2012).

De acordo com Zimniewska *et al.* (2011), os principais componentes das fibras naturais são a celulose, hemicelulose, lignina ou lenhina, pectinas e ceras (TABELA 2).

Tabela 2 - Composição química para algumas fibras naturais (percentual em massa).

Fibras	Celulose	Hemicelulose	Pectina	Lignina
Linho	64-84	16-18	1,8-2,0	0,6-5,0
Cânhamo	67-78	16-18	0,8	3,5-5,5
Rami	67-99	13-14	1,9-2,1	0,5-1,0
Juta	51-78	12-13	0,2-4,4	10,0-15,0
Quenafe	44-72	19	-	9-19
Urtiga	53-86	4-10	0,6-4,8	3,5-9,4

Fonte: Adaptado de Zimniewska *et al.* (2011).

A celulose, a hemicelulose e a lignina são os principais componentes da parede celular, os quais permitem com que as fibras possuam estruturas complexas constituídas por uma parede principal fina formada durante o crescimento celular e uma parede secundária formada por três camadas (S1, S2 e S3) (FIGURA 1), sendo que a camada do meio (S2) dessa parede é responsável pelas propriedades mecânicas das fibras (JOHN & ANANDJIWALA, 2008).

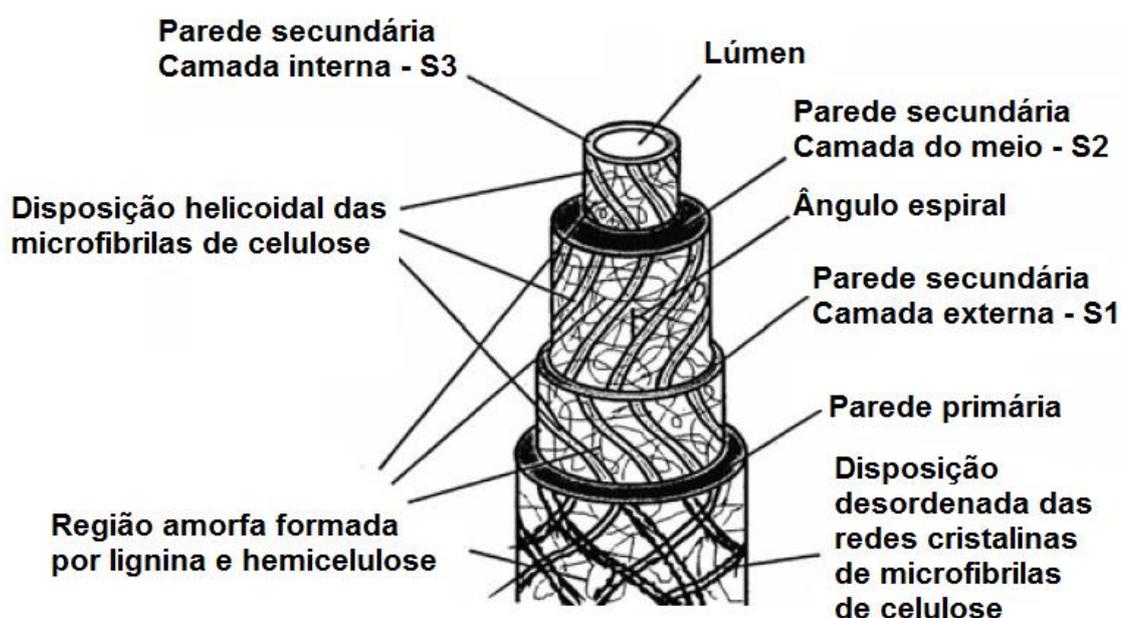


Figura 1 - Constituição estrutural da célula de uma fibra natural.

Fonte: Adaptado de Rong *et al.* (2001).

A camada do meio (S2), pertencente à parede secundária das fibras vegetais, contém estruturas denominadas de microfibrilas, estruturas constituídas por celulose. As microfibrilas se entrelaçam e formam as fibrilas ou macrofibrilas, as quais estão envolvidas em uma matriz amorfa formada por polissacarídeos não celulósicos, tais como: hemicelulose, pectinas, glicoproteínas (proteínas estruturais e enzimas) e substâncias incrustantes, tais como: lignina e suberina. Além disso, as microfibrilas possuem diâmetro variável de 10 - 30 nm e são constituídas em média por 30 - 100 moléculas de celulose (JOHN & ANANDJIWALA, 2008; THOMAS *et al.*, 2011; DITTENBER & GANGARAO, 2012).

De acordo com Defoirdt *et al.* (2010), existe um ângulo que direciona a formação das microfibrilas nas fibras vegetais. Esse ângulo é denominado de ângulo microfibrilar, o qual corresponde ao ângulo formado entre as microfibrilas e o eixo da fibra. Tal ângulo varia de acordo com cada espécie vegetal, sendo que pequenos ângulos correspondem a fibras com maior resistência e rigidez, enquanto maiores ângulos correspondem a fibras com comportamento dúctil. Ainda, Ray *et al.* (2005) e D'Almeida *et al.* (2006) constataram que a resistência à tração e o módulo de elasticidade das fibras aumentam com o teor de celulose, sendo que o ângulo microfibrilar determina a rigidez das fibras. Assim, as fibras vegetais serão mais dúcteis se as microfibrilas apresentarem orientação angular e em espiral com o eixo da fibra. Se as microfibrilas estiverem orientadas paralelamente ao eixo da fibra, as fibras serão rígidas e inflexíveis, apresentando elevada resistência à tração.

Segundo Kulkarni *et al.* (1981) e Defoirdt *et al.* (2010), o maior teor de celulose presente nas fibras possibilita maior formação de microfibrilas, conferindo à fibra vegetal maior módulo de elasticidade e menor capacidade de deformação. As propriedades mecânicas como a rigidez e a resistência das fibras são influenciadas pelo o arranjo espacial ordenado das estruturas de celulose. Ainda, as dimensões da estrutura celular, o ângulo microfibrillar, a quantidade de fibras e os defeitos existentes e a composição química das fibras são fatores importantes que determinam as propriedades globais das fibras (MURHERJEE & SATYANARAYANA, 1986).

2.1.1 Fibras de Juta

As fibras de juta são obtidas de plantas que pertencem ao gênero *Corchorus* da ordem das Tiliáceas. Duas espécies desta ordem são cultivadas para obtenção de fibras: *Corchorus capsularis* e *Corchorus olitorius*. Elas têm sua origem na Índia e em Bangladesh, tendo sido introduzidas no Brasil em 1930, com a chegada de uma missão japonesa, chefiada por Tsukasa Oyetsuka, sendo aperfeiçoada por Ryota Oyama (HOMMA, 2007).

A planta atinge o ponto ideal para o corte e processamento transcorrido um período de quatro a cinco meses após o plantio das sementes. Nesse estágio de crescimento, a planta possui de três a quatro metros de altura e um caule com 2 cm de espessura. A fibra útil está entre a casca e o talo interno, sendo a extração realizada pelo processo da maceração. Após o corte, as folhas são retiradas, produzindo-se feixes. Em seguida, os feixes são colocados dentro de rios por alguns dias. Finalmente, os feixes são retirados de dentro do rio e as fibras são separadas do caule e colocadas para secar (FIGURA 2).

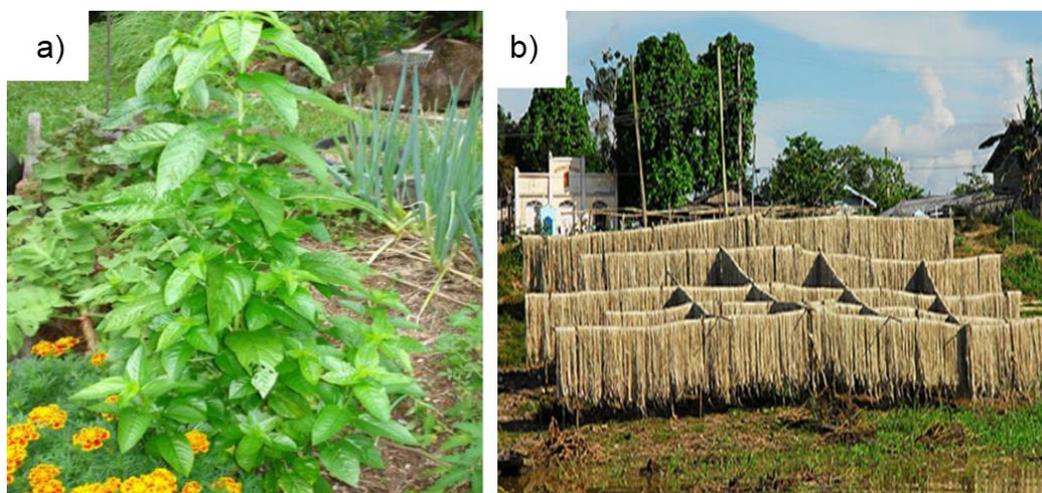


Figura 2 - (a) planta fonte de fibra de juta e (b) secagem das fibras de juta.
Fonte: (a) Adaptado de Alila *et al.* (2013) e (b) <http://portalamazonia.com/>

No Brasil, o cultivo se dá principalmente na região norte. De acordo com Homma (2007), a segunda guerra mundial inviabilizou a importação da fibra de juta da Índia, devido à inexistência de transporte marítimo. Esse fato contribuiu

para o cultivo nas várzeas na Amazônia brasileira para suprir a demanda de sacaria para os produtos agrícolas, sobretudo para a exportação de café.

A resistência mecânica das fibras de juta depende da sua composição química, sendo o teor de celulose responsável pelo desempenho mecânico. Associado a esse teor de celulose, tem-se o índice de cristalinidade que é um indicativo de organização das cadeias poliméricas de celulose e o ângulo microfibrilar que é um indicativo de rigidez ou ductilidade das fibras. Por isso, estudos foram realizados sobre a composição química e as propriedades mecânicas das fibras de juta. Alguns resultados encontrados na literatura são apresentados nas Tabelas 3 e 4.

Tabela 3 - Índice de cristalinidade e percentual em massa de celulose, hemicelulose e lignina.

Fibras de juta				
Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Lignina (%)	Índice de cristalinidade	Referências
61,0	20,4	13,0	-	Bledzki <i>et al.</i> (1996)
65,4	17,6	14,4	-	Wang <i>et al.</i> (2008)
65,0	20,0	12,0	-	Saw <i>et al.</i> (2012)
72,0	12,8	8,1	75,2	Fidelis (2014)

Tabela 4 - Propriedades físicas encontradas na literatura para as fibras de juta.

Fibras de juta					
Densidade (g/cm ³)	Diâmetro médio (µm)	Ângulo microfibrilar (°)	Resistência à tração (MPa)	Módulo de elasticidade (GPa)	Referências
1,45	-	8,0	550	13	Bledzki <i>et al.</i> (1996)
-	-	-	500 - 1000	30	Tripathy <i>et al.</i> (2000)
-	-	-	148	7,61	Ray <i>et al.</i> (2005)
-	44 – 52	-	340 – 385	-	Xia <i>et al.</i> (2009)
1,39 ± 0,05	50 ± 10	8,0	307 - 399	26,25	Defoirdt <i>et al.</i> (2010)
1,45	54 ± 6	8,1	473	19,50	Saw <i>et al.</i> (2012)
-	48,64	-	430	-	Meredith <i>et al.</i> (2012)
1,61	66	-	249 - 314	35 – 41	Fidelis (2014)

Quanto à morfologia dos filamentos das fibras de juta, Meredith *et al.* (2012) verificaram alterações nos diâmetros e falhas nessas fibras, as quais interferem nas propriedades mecânicas. Fidelis (2014) analisou a morfologia do filamento de juta e constatou significativa variabilidade na espessura das paredes celulares, no tamanho dos diâmetros e na quantidade dos lumens (FIGURA 3).

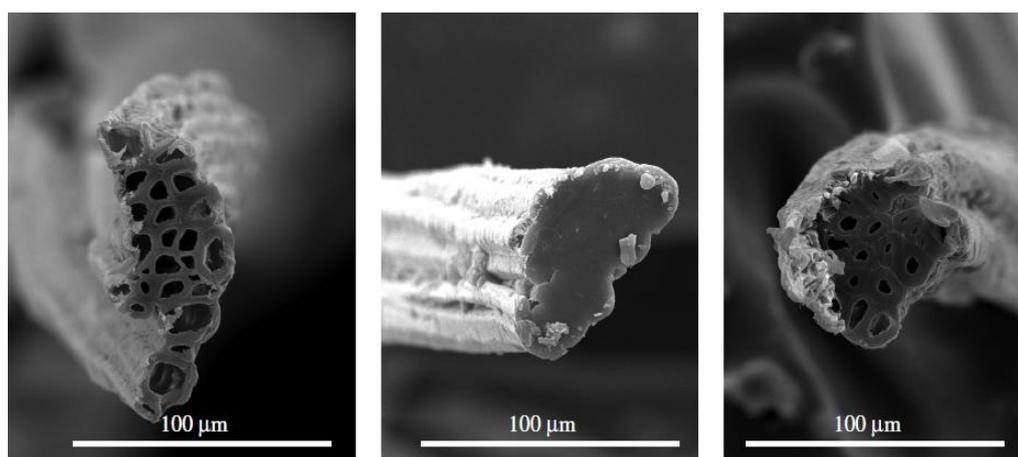


Figura 3 - Diferentes morfologias das fibras de juta (imagens obtidas por MEV).
Fonte: Fidelis (2014).

2.2 COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRAS NATURAIS

2.2.1 *Compósitos cimentícios reforçados com fibras naturais*

As matrizes cimentícias são resistentes a esforços de compressão, mas são frágeis e se rompem sem deformação plástica, não suportando esforços solicitantes de tração. De acordo com Agopyan & Savastano Jr. (1997), a utilização de fibras naturais resistentes à tração e de baixo módulo de elasticidade em matrizes frágeis dá origem a materiais resistentes ao impacto, além de melhorar a absorção de energia, permitindo o trabalho do compósito no estágio pós-fissuração.

Lima (2004) estudou a utilização de fibras curtas de sisal como reforço de argamassa de cimento Portland. A adição dessas fibras aumentou a deformação na ruptura do material, além de conferir maior tenacidade. De acordo com o pesquisador, isso se deve à presença das fibras na argamassa,

as quais atuam ligando as microfissuras e reduzindo intensidade com que elas se propagam.

Melo Filho (2012) estudou compósitos laminados cimentícios reforçados com 3 e 5 camadas de fibras longas de sisal alinhadas unidirecionalmente. Nesse trabalho, verificou-se que o aumento no número de camadas melhora as propriedades dos compósitos, promovendo um aumento na tensão de primeira fissura, na carga pós-fissuração suportada pelo compósito e na tenacidade com surgimento de múltiplas fissuras, sendo os melhores resultados observados para os compósitos produzidos com 5 camadas de fibras, permitindo a formação de mais fissuras com menor espaçamento entre elas.

Kundu *et al.* (2012) estudaram os efeitos de fibras curtas de juta como agente de reforço para melhorar as propriedades mecânicas de tubos de concretos. As fibras foram submetidas a dois tratamentos químicos, sendo o primeiro o tratamento alcalino e o segundo com o polímero de estireno-butadieno carboxilado. Os tratamentos prévios das fibras contribuíram para melhorar a interface fibra-matriz, permitindo melhorar significativamente a resistência à compressão e à flexão do concreto reforçado.

Estudos realizados por Fidelis (2014) sobre a utilização de fibras de juta na forma de tecido (não tratadas e tratadas com polímero estireno butadieno carboxilado) como reforço para argamassas demonstraram um aumento proporcional entre o número de camadas do tecido vegetal e a capacidade de deformação e a múltipla fissuração. Dentre os compósitos reforçados com 1, 3 e 5 camadas de tecido de juta sem tratamento, observou-se que aqueles produzidos com 3 e 5 camadas apresentaram comportamento do tipo *strain-hardening*, com múltipla fissuração, sob tração direta. Da mesma forma, os compósitos com tecido tratado apresentaram aumento da resistência à tração direta e da capacidade de deformação, em comparação aos compósitos reforçados com tecido sem tratamento.

2.2.2 Compósitos álcali-ativados reforçados com fibras naturais

Correia (2011) estudou compósitos reforçados com fibras vegetais de abacaxi e de sisal, verificando que essas fibras melhoram o desempenho mecânico dos compósitos sujeitos à flexão, permitindo o material suportar carga de forma contínua sem ruptura brusca, apresentando maiores deformações em relação ao material sem fibras. Marques (2014) realizou estudo acerca da utilização de fibras naturais de linho para a produção de compósitos álcali-ativados, sugerindo aperfeiçoar o desenvolvimento dessas matrizes e o estudo da interface fibra-matriz.

Musil *et al.* (2013) estudaram o comportamento mecânico de MAA reforçados com fibras da palha do milho, as quais possuíam orientação aleatória. Para os ensaios de flexão em quatro pontos, os autores constataram que os compósitos produzidos apresentaram tensão de ruptura inferior à matriz de referência, mas conferiu ganho de tenacidade e ductilidade em relação à matriz álcali-ativada sem fibras. Para os ensaios de tração, os resultados mostraram que o reforço com fibras da palha de milho também reduziu a resistência à tração em aproximadamente dois terços. Os pesquisadores verificaram que esses resultados encontrados se devem a dois fatores: (i) elevado volume de fibras utilizado, sugerindo a determinação do teor de fibra ideal e (ii) espaços vazios existentes entre a fibra e a matriz, o que comprometeu a aderência na interface fibra-matriz.

Natali Murri *et al.* (2014) desenvolveram vasos cerâmicos destinados ao cultivo de planta produzidos com MAA reforçados com resíduos de lã. Segundo os pesquisadores, os vasos produzidos com esse compósito apresentaram durabilidade química superior em relação aos vasos tradicionais devido à inércia química dos MAA durante as molhagens.

Sankar & Kriven (2015) estudaram as propriedades mecânicas de compósitos álcali-ativados reforçados com tecido (disposição bidirecional) e fibras (disposição unidirecional) de fique, sendo que tanto o tecido como as fibras foram tratadas com solução alcalina. Os pesquisadores verificaram que os

compósitos produzidos com fibras de fique dispostas em uma direção apresentaram resistência média à tração superior àqueles produzidos com tecidos. Segundo os autores, esse resultado é atribuído a maior quantidade de fibras de fique alinhadas na direção da carga de tração, ao contrário dos compósitos produzidos com tecido, os quais possuem uma menor quantidade de fibras alinhadas na direção da carga de tração e a outra parcela alinhada transversalmente.

Outro estudo de Sankar & Kriven (2015) avaliou as propriedades mecânicas de compósitos álcali-ativados reforçados com tecido de juta com e sem tratamento alcalino. Os pesquisadores verificaram que os compósitos produzidos com tecido de juta tratada apresentaram resistência média à tração 1,65 vezes a resistência média à tração apresentada pelo o compósito sem tratamento. Segundo os autores, esse aumento na resistência à tração com fibras tratadas pode ser atribuído à lixiviação de materiais não celulósicos das fibras de juta durante o tratamento, reduzindo a hidrofiliabilidade e aumentando rugosidade das fibras de juta, melhorando assim a interface fibra-matriz no compósito.

Ribeiro & Kriven (2016) analisaram as propriedades mecânicas de compósitos álcali-ativados reforçados com cinco camadas de fibras de basalto em forma de tecido bidirecional. De acordo com os pesquisadores, os compósitos produzidos com o tecido de basalto apresentaram melhorias significativas para a resistência mecânica tanto à tração quanto à flexão em relação à argamassa sem reforço. Os pesquisadores constataram que argamassa sem reforço apresentou resistência média à tração e à flexão de 1,2 MPa e 4,5 MPa, respectivamente; enquanto que para os compósitos, essas resistências médias foram de 37,77 MPa e 19,77 MPa, respectivamente.

2.2.3 Interface fibra-matriz

As fibras desempenham importante função na melhoria das propriedades mecânicas dos materiais compósitos, e isso se deve à uniformidade de distribuição de tensões na interface entre as fibras e a matriz frágil. De acordo com Lima (2004), quando os compósitos são sujeitos a esforços solicitantes, há

uma contribuição mútua para suportar essas tensões: uma parte dos esforços é resistida pela matriz e outra pelas fibras. A transmissão de forças entre a fibra e a matriz é obtida por aderência, definida como uma tensão cisalhante na interface fibra-matriz. Essa aderência por cisalhamento é determinada por meios de ensaios de arrancamento de fibras, conhecidos como *pull-out*, para compreensão dos mecanismos de interação fibra-matriz.

Segundo Naaman *et al.* (1991), a aderência existente na interface fibra-matriz nos compósitos reforçados com fibra vegetais é resultante da interação de fatores relacionados (i) à aderência físico-química entre a fibra e a matriz; (ii) à componente mecânica de ancoragem e (iii) ao atrito existente entre no sistema fibra-matriz. Esses são diretamente influenciados pelas características de cada fibra (volume, geometria, tipo de fibra, composição química e forma da superfície), bem como as características da matriz, tais como a composição, propriedades físicas e mecânicas e condição de fissuração.

Melo Filho (2005) afirma que alguns procedimentos podem ser utilizados para melhorar a tensão de aderência da interface fibra-matriz como, por exemplo: limpeza da superfície das fibras; tratamento químico para reduzir a absorção de água e também para protegê-las do meio externo; finalmente, uma distribuição uniforme das fibras na matriz durante a mistura. Os tratamentos químicos devem permitir o aumento da rugosidade, para otimizar a transferência de tensões devido ao atrito. Segundo o pesquisador, um dos métodos utilizados frequentemente consiste em submeter as fibras ao tratamento alcalino, o que permite aumentar a rugosidade e melhorar a aderência entre a fibra e a matriz.

Tratamentos das fibras vegetais com polímeros são usados para garantir a durabilidade dos compósitos reforçados com fibras vegetais, permitindo controlar a variação de volume das fibras com a absorção de água e para evitar a migração de hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) para o lúmen e para a parede das fibras, sendo que este processo é conhecido como mineralização das fibras. O polímero estireno-butadieno carboxilado tem sido usado com tratamento de fibras vegetais. Kundu *et al.* (2012) verificaram que compósitos produzidos com fibras curtas de juta tratadas com esse polímero apresentaram aumento

significativo de resistência à compressão e à flexão em decorrência de melhorias ocorridas na interface fibra-matriz. Da mesma forma, Fidelis (2014) tratou tecidos de juta com esse polímero, constatando um aumento na resistência à tração direta e da capacidade de deformação dos compósitos.

Silva *et al.* (2011) avaliaram os efeitos de diferentes morfologias da fibra de sisal (FIGURA 4) na interface fibra-matriz de compósitos cimentícios. De acordo com os pesquisadores, os diferentes tipos de morfologias afetam a aderência entre a fibra-matriz. Os autores constataram, por meio de ensaios de arrancamento (*pull-out*), que os maiores valores de tensão de aderência foram encontrados para as fibras que apresentaram a forma de arco torcido, seguido das fibras em forma de arco e, por último, fibras em forma de ferradura. Segundo os pesquisadores, as irregularidades nas formas das fibras aumentam a força friccional necessária para o arrancamento das fibras.

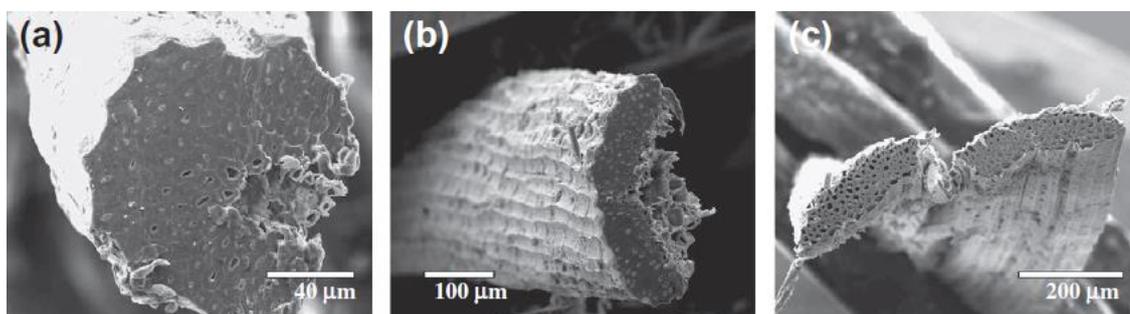


Figura 4 - Diferentes morfologias das fibras de sisal: (a) forma de ferradura, (b) forma de arco e (c) forma de arco torcido.

Fonte: Adaptado de Silva *et al.* (2011).

Ferreira *et al.* (2015) realizaram quatro tipos diferentes de tratamentos em fibras de sisal (hornificação, tratamento alcalino com hidróxido de cálcio, impregnação com o polímero estireno butadieno e uma combinação de hornificação e impregnação com polímero estireno butadieno) e investigaram a influência desses tratamentos sobre interface fibra-matriz de compósitos cimentícios. Os pesquisadores observaram que todos os tratamentos resultaram em melhorias na ligação entre a fibra de sisal e a matriz em relação às fibras não tratadas, associadas ao aumento da rigidez, da aderência e do atrito existente na interface fibra-matriz.

2.3 MATERIAIS ÁLCALI-ATIVADOS (MAA)

2.3.1 Origem dos materiais álcali-ativados (MAA)

Os primeiros estudos sobre materiais álcali-ativados iniciaram-se com Purdon (1940) que investigou a ativação alcalina de escória de alto forno com hidróxido de sódio. Após analisar as construções antigas, Glukhovsky (1959) verificou que os materiais utilizados eram compostos por aluminossilicato de cálcio hidratado. Nos anos subsequentes, outros pesquisadores investigaram esses materiais obtidos por ativação alcalina, sendo que os trabalhos realizados por Davidovits (1979, 1988) contribuíram para o entendimento da obtenção e das propriedades mecânicas, físicas e químicas desses materiais, os quais foram denominados de “geopolímeros” para designar materiais álcali-ativados de origem geológica (inorgânicos) obtidos por um processo de polimerização. De fato, diversos materiais compostos por SiO_2 e Al_2O_3 podem ser utilizados para a produção de materiais álcali-ativados. A Tabela 5 apresenta alguns desses materiais utilizados em pesquisas ao longo dos anos.

Tabela 5 - Materiais utilizados para o desenvolvimento de materiais álcali-ativados.

Fontes de SiO_2 e Al_2O_3	Referências
Argilas caulínicas	Davidovits & Sawyer, 1985; Davidovits, 1988; Rahier <i>et al.</i> , 1996; Barbosa <i>et al.</i> , 2000.
Metacaulim	Davidovits, 1999; Barbosa <i>et al.</i> , 2000; Alonso & Palomo, 2001; Pinto, 2004.
Cinzas volantes	Palomo <i>et al.</i> , 1999; Fernandez-Jimenez & Palomo, 2005.
Escórias de alto forno	Purdon, 1940; Fernandez- Jimenez <i>et al.</i> , 1999; Adolf & Bazan, 2007.
Mistura de cinzas volantes e escórias de alto forno	Puertas <i>et al.</i> , 2000; Puertas & Fernandez-Jimenez, 2003.
Mistura de cinzas volantes e metacaulim	Swanepoel & Strydom, 2002.
Mistura de escórias de alto forno e metacaulim	Cheng & Chiu, 2003.
Mistura de escórias de alto forno e lamas vermelhas	Pan <i>et al.</i> , 2002.
Mistura de cinzas e materiais não calcinados como caulinita e albita	Xu <i>et al.</i> , 2002.

2.3.2 Ativação alcalina

A ativação alcalina é uma técnica utilizada para a obtenção de aglomerantes a partir da mistura de aluminossilicatos com soluções alcalinas (solução ativadora ou ativadores alcalinos). Em decorrência dos estudos realizados por Glukhovsky (1981) sobre a ativação alcalina, o pesquisador classificou os ativadores alcalinos em 6 grupos, onde M é um cátion, como por exemplo, Na⁺, K⁺ e Ca²⁺.

- a) Álcalis (MOH);
- b) Sais de ácidos fracos (M₂CO₃, M₂SO₃, M₃PO₄, MF);
- c) Silicatos (M₂O.nSiO₃);
- d) Aluminatos (M₂O.nAl₂O₃);
- e) Aluminossilicatos (M₂O.Al₂O₃.(2-6)SiO₂) e
- f) Sais de ácidos fortes (M₂SO₄).

Para a produção de MAA, pesquisadores utilizam, para promover a ativação alcalina, soluções ativadoras compostas principalmente por soluções de hidróxido de sódio (NaOH) ou hidróxido de potássio (KOH), com silicato de sódio (nSiO₂Na₂O) ou de potássio (nSiO₂K₂O) (GRANIZO, 1998; DAVIDOVITS, 1999; FERNANDEZ-JIMENEZ *et al.*, 1999; PALOMO *et al.*, 1999). Estudos apontam que a concentração da solução ativadora influencia na resistência mecânica (KATZ, 1998; WANG *et al.*, 2005; PINTO, 2004; PALOMO *et al.*, 1999).

De um modo geral, a utilização apenas de soluções alcalinas sem a adição de silicatos reduz a eficiência da ativação (PALOMO *et al.*, 1999; PINTO, 2004). No entanto, quando se utilizam soluções ativadoras que compostas por silicatos solúveis de sódio ou potássio, observa-se o ganho de resistência mecânica (PALOMO *et al.*, 1999). De acordo com Xu & Deventer (2000), a solução ativadora formada por silicato de sódio com hidróxido de sódio é ideal, pois a presença do NaOH aumenta o pH garantindo melhor dissolução dos materiais precursores para a produção dos materiais álcali-ativados; por sua vez, a adição de silicato de sódio funciona como fonte de silício já em solução,

pois as fontes naturais de aluminossilicatos não possuem quantidades suficientes para iniciar a reação de polimerização.

2.3.2.1 Sistemas álcali-ativados sem cálcio (N-A-S-H) e com cálcio (C-A-S-H)

Os MAA podem ser divididos em dois grupos de acordo com a composição química dos materiais sólidos precursores. O primeiro grupo refere-se a precursores compostos por CaO, SiO₂ e Al₂O₃, sendo portanto, ricos em cálcio. O segundo grupo refere-se aos precursores (aluminossilicatos) com baixos teores de CaO. Os materiais obtidos com os precursores do segundo grupo são os únicos ainda denominados atualmente de geopolímeros (PALOMO *et al.*, 1999).

Materiais álcali-ativados produzidos a partir de precursores com baixo teor de cálcio dão origem ao gel de aluminossilicato alcalino hidratado N-A-S-H, abreviatura de Na₂O-Al₂O₃-SiO₂-H₂O, com formação também de alguns tipos de zeólitas (GARTNER e MACPHEE, 2011). Além disso, esse gel apresenta estrutura amorfa ou semicristalina (FERNANDEZ-JIMENEZ & PALOMO, 2009).

De acordo com Davidovits (1991), o gel formado se apresenta na forma $M_2O.mAl_2O_3.nSiO_2$, onde normalmente m representa a parcela do álcali é aproximadamente 1 e n varia entre 2 e 6. Nos estudos realizados por Provis & Bernal (2014), verificou-se que a água não é um componente estrutural importante no gel e por isso pode ser representado por N-A-S-(H). A Figura 5 ilustra a formação dos géis sem cálcio (N-A-S-H) e com cálcio (C-A-S-H).

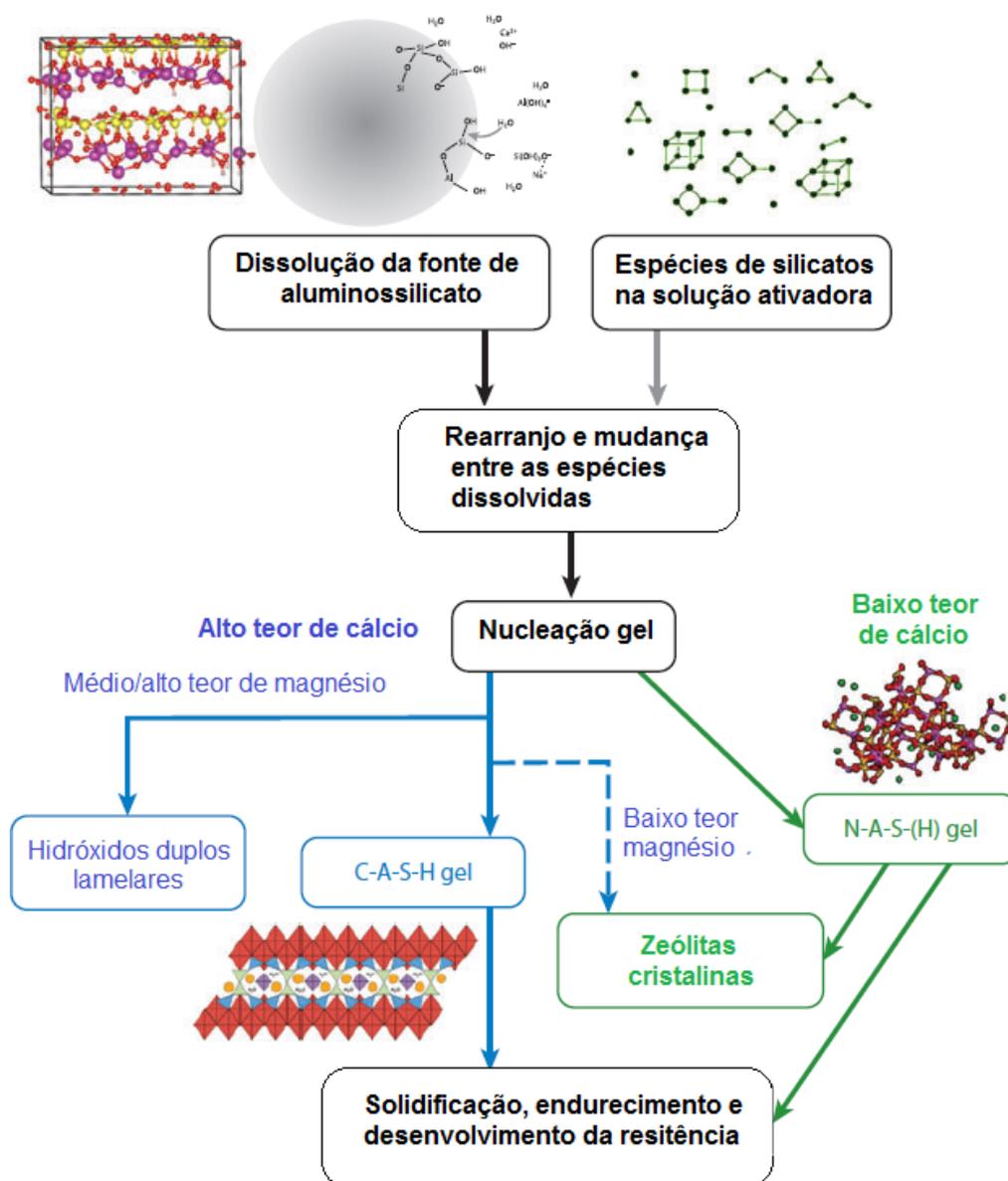


Figura 5 - Processo de formação de géis devido à concentração de cálcio nos materiais precursores. Fonte: Adaptado de Provis & Bernal (2014)

Yip *et al.* (2005) realizaram o estudo sobre MAA produzidos com EAF e constataram a coexistência dos géis de N-A-S-(H) e de C-A-S-H, sendo que a presença deste último contribui para o aumento na resistência mecânica devido ao preenchimento dos poros e espaços vazios, o que também foi observado por Bernal *et al.* (2011). De acordo com BUCHWALD *et al.* (2009), a ativação alcalina de fontes de aluminossilicatos ricos em cálcio permite acelerar a reação de condensação. Borges *et al.* (2016) estudaram materiais álcali-ativados produzidos com alto teor de cálcio, utilizando metacaulim e escória de alto forno (fonte de cálcio). De acordo com os pesquisadores, a substituição

parcial de MC por EAF permitiu melhorias significativas nas argamassas produzidas; a presença significativa de cálcio contribuiu para a redução da porosidade, menor absorção de água por capilaridade, além de aumentar a resistência à compressão. Estes autores confirmam a coexistência dos géis de N-A-S-(H) e de C-A-S-H, promovendo a densificação dos materiais (FIGURA 6).

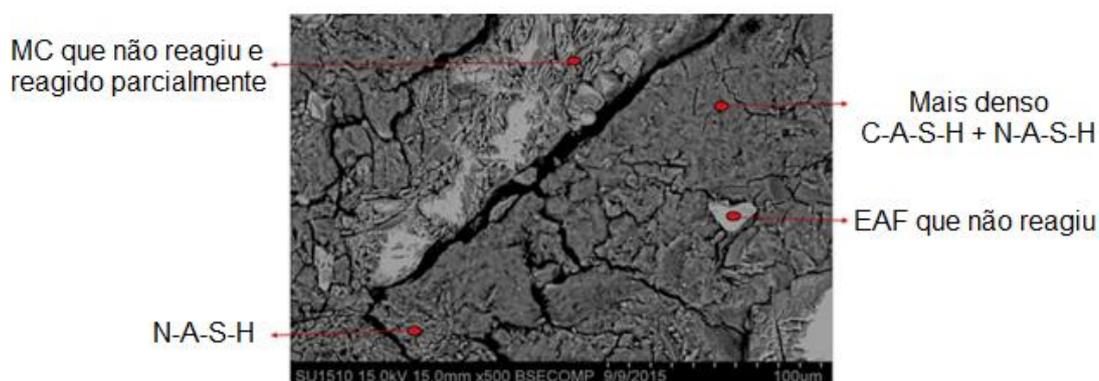


Figura 6 - Géis C-A-S-H e N-A-S-H em MAA contendo cálcio.
Fonte: Adaptado de Borges *et al.* (2016)

2.3.3 Influência das propriedades físico-químicas dos materiais precursores (aluminossilicatos) na produção dos MAA

O desenvolvimento e as propriedades dos MAA devem-se às relações molares dos principais óxidos constituintes dos materiais utilizados. Nos trabalhos realizados por Davidovits (1999), o pesquisador utilizou materiais com elevado grau de pureza, identificando e estabelecendo valores para as principais relações molares que contribuem para a durabilidade e resistência dos MAA. De acordo com seus estudos, a solução ativadora deve possuir relação molar $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ igual a 1,85 e para a ativação da metacaulinita deve-se ter os seguintes valores para as relações molares do sistema (ligante e ativador): $3,5 \leq \text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 \leq 4,5$; $0,2 \leq \text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 \leq 0,48$; $0,8 \leq \text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 \leq 1,6$. Além disso, deve-se manter a relação molar $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ entre 10 e 25; esta última controla a quantidade total de água na mistura e, considerando que a água não faz parte das reações, fica livre para evaporação e criação de uma rede porosa e permeável nos MAA.

No entanto, esses materiais utilizados por Davidovits (1999) não representam as características reais dos materiais (relações molares) utilizados para a produção dos MAA. Além disso, verifica-se que tanto a SiO_2 como o Al_2O_3 não são completamente reativas e, por isso, não contribuem efetivamente para as reações de polimerização (RAHIER *et al.*, 1996; VAN JAARSVELD *et al.*, 1997; HOS, 2002).

Dessa forma, pesquisas foram realizadas com materiais com grau de pureza inferior àqueles propostos por Davidovits (1999). Assim, através do estudo de MAA obtidos pela ativação do metacaulim com a solução ativadora formado por silicato de sódio e hidróxido de sódio, Barbosa *et al.* (2000) identificaram que as melhores propriedades mecânicas foram obtidas para as matrizes produzidas com $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ igual a 0,25; $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ igual a 10 e $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ igual a 3,3. Estes autores também constataram que o uso de misturas com $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ igual a 25 produziam materiais com baixa resistência mecânica, devido à excessiva quantidade de água na mistura.

Outras pesquisas verificaram a relação existente entre a resistência mecânica dos materiais álcali-ativados e a relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (XU & DEVENTER, 2000; FLETCHER *et al.*; 2004). Duxson *et al.* (2005) verificaram que para a relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ igual a 3,8 a mistura de metacaulim com silicato de sódio e NaOH apresentou máxima resistência. No entanto, cabe ressaltar que relações molares ótimas de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (por exemplo, iguais a 3,2 e 3,7) podem dar origem a géis com composição bastante inferior (1,42 e 2,38), devido a reatividade parcial das matérias primas (Fernandez–Jimenez *et al.*, 2006).

Estudos realizados indicam que a superfície específica dos materiais precursores influencia na reatividade e nas propriedades mecânicas dos MAA. De um modo geral, o aumento na superfície específica das escórias de alto forno aumenta a resistência mecânica dos materiais produzidos (ANDERSSON & GRAM, 1988; TALLING, 1989; WANG *et al.*, 1994; BROUGH & ATKINSON, 2002). Granizo (1998) e Weng *et al.* (2005), por sua vez, também verificaram que a superfície específica do metacaulim é uma propriedade importante para a ativação alcalina. Em outras palavras, o aumento na superfície específica

permite elevar a resistência mecânica dos materiais. Isso se deve a quantidade de alumina disponível para reagir com a solução alcalina, produzindo mais íons $[Al(OH)_4]^-$, os quais aumentam a reatividade do meio. Entretanto, quanto maior a superfície específica dos materiais, maior será o consumo de água ou solução alcalina para se obter uma trabalhabilidade desejada e isso, por sua vez, pode acarretar o aumento na porosidade e redução na resistência mecânica.

2.3.4 Metodologia para misturas dos componentes dos MAA

De acordo com pesquisas realizadas, a ordem de mistura dos componentes para a produção dos materiais álcali-ativados influencia as propriedades mecânicas desses materiais. Pesquisadores relatam que a sequência ideal para a produção do MAA consiste em duas etapas: a primeira consiste na mistura a seco dos materiais sólidos e a segunda na adição da solução ativadora (VAN JAARVELD *et al.*, 1998; SWANEPOEL & STRYDOM, 2002; CHENG & CHIU, 2003; SUMAJOUW & RANGAN, 2006). Nos estudos realizados por Pinto (2004) sobre a ativação alcalina de aluminossilicatos, observou-se que a mistura prévia dos componentes sólidos (areia e metacaulim) antes da adição da solução ativadora, permite homogeneizar a mistura mais eficientemente, reduzindo o tempo de mistura.

2.4 DURABILIDADE DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS

2.4.1 Compósitos reforçados com fibras naturais

As fibras vegetais possuem diferentes formas de degradação em matrizes cimentícias. Primeiramente, as fibras podem se degradar pela alta alcalinidade do meio, com conseqüente decomposição da lignina e hemicelulose. Além disso, as fibras possuem a capacidade de absorção de água e podem sofrer variações volumétricas em sua estrutura celular pelas alterações de umidade da estrutura porosa de matrizes cimentícias (ciclos de molhagem e secagem), o que prejudica a interface fibra-matriz. Outros estudos mostram que os produtos de hidratação (precipitação de hidróxido de cálcio na superfície das células) promovem a degradação das fibras (SAVASTANO Jr. 2000; MELO FILHO *et al.*, 2013; FIDELIS, 2014).

Toledo Filho *et al.* (2009) estudaram a influência da composição da matriz cimentícia na degradação de compósitos laminados reforçados com fibras contínuas de sisal. Para isso, os pesquisadores usaram metacaulim (MC) e argila calcinada em substituição parcial ao cimento Portland (CP), com o objetivo de produzir argamassas livres de hidróxido de cálcio (argila calcinada agindo como pozolana, consumindo o Ca(OH)_2). Tais compósitos foram submetidos a 25, 50, 75 e 100 ciclos de molhagem e secagem. A análise microestrutural indicou que a matriz livre de CH evitou o processo de mineralização das fibras, contribuindo para a preservação do compósito mesmo depois dos 100 ciclos aplicados. Entretanto, observou-se a mineralização das fibras para os compósitos produzidos com a matriz de referência confeccionada exclusivamente com CP.

Melo Filho *et al.* (2013) também estudaram a degradação de compósitos cimentícios reforçados com fibras contínuas de sisal usando duas matrizes, uma de referência apenas de cimento Portland (CP) e outra 50% de substituição do CP por MC. Os pesquisadores submeteram os compósitos a 5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem, avaliando a resistência à flexão em quatro pontos. Para os compósitos produzidos com CP e MC não foi

observado a mineralização significativa das fibras após esses ciclos. Isso se deve ao baixo teor de hidróxido de cálcio (CH) produzido na argamassa em decorrência da substituição realizada. Contudo, para os compósitos produzidos com CP, verificou-se a existência de dois mecanismos de degradação das fibras que influenciaram na resistência à flexão após o envelhecimento acelerado. O primeiro mecanismo refere-se à mineralização das fibras devido à precipitação de hidróxido de cálcio na superfície das células e o segundo mecanismo corresponde à degradação da celulose, hemicelulose e lignina, devido à adsorção dos íons de cálcio e hidroxila (FIGURA 7). Além disso, os autores observaram que o processo de degradação foi intensificado a partir de 10 ciclos de molhagem e secagem.

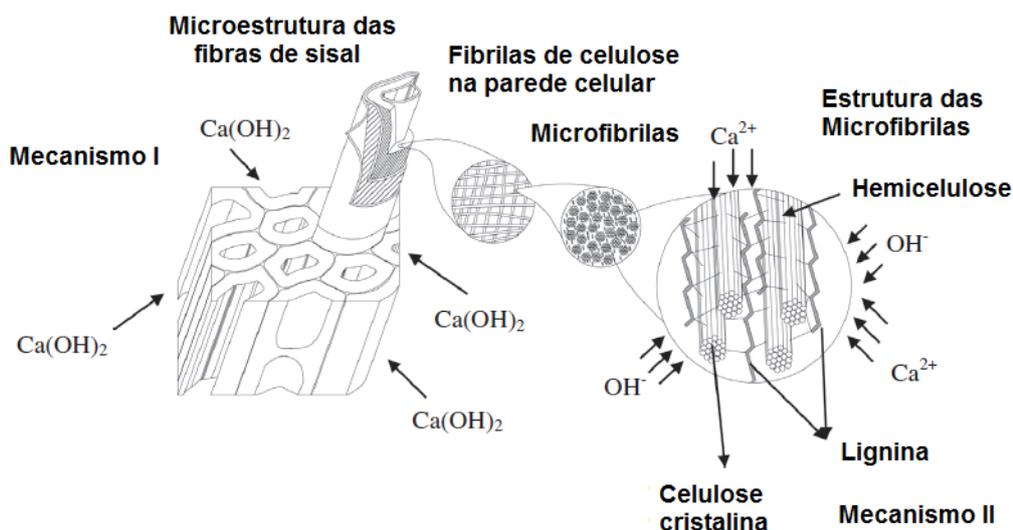


Figura 7 - Mecanismos de degradação das fibras de sisal por Ca(OH)_2 .
Fonte: Adaptado de Melo Filho *et al.* (2013).

2.4.2 Durabilidade de materiais álcali-ativados

Os MAA são considerados vantajosos não somente em relação ao seu desempenho mecânico quando comparado às matrizes de cimento Portland, mas também no que diz respeito a sua maior durabilidade ao congelamento e descongelamento, à corrosão e reação álcali-agregado (DAVIDOVITS, 1984). Fontes alternativas de alumina e sílica, como as cinzas volantes e a escória de alto forno vêm sendo utilizadas para a produção de MAA.

Palomo *et al.* (1999) estudaram a durabilidade de MAA produzidos com MC e solução ativadora formada por NaOH e silicato de sódio. Os materiais álcali-ativados foram imersos em soluções de ácido sulfúrico e de sulfato de sódio. Os pesquisadores observaram variações no comportamento mecânico desses materiais ao logo dos ensaios. Inicialmente, houve a diminuição da resistência mecânica à flexão nos primeiros 28 dias de imersão. Entre 28 e 56 dias de imersão, os autores observaram o aumento na resistência à flexão, que voltou a diminuir entre 56 e 90 dias; após esse período, verificou-se novamente um aumento na resistência. De acordo com os pesquisadores, os aumentos observados no comportamento mecânico estão relacionados ao processo de reações químicas que ainda continuam ocorrendo, formando zeólitos, os quais diminuem a porosidade, contribuindo para o aumentando da resistência à flexão. As reduções observadas nos ensaios realizados pode ser consequência da fraca interação dos íons de sódio na estrutura dos MAA, permite a lixiviação desses cátions, provocando aumento na porosidade, reduzindo a resistência mecânica à flexão.

Thokchom *et al.* (2010) estudaram a durabilidade de argamassas álcali-ativadas produzidas com cinzas volantes e com diferentes teores de Na₂O. As argamassas foram expostas à solução de sulfato de magnésio (10 % em massa) durante 24 semanas. Verificou-se um aumento considerável nos valores do pH das soluções devido à migração de Na₂O da argamassa, sendo o maior aumento do pH da solução na formulação com maior teor de Na₂O (8 % em massa), o que sugere uma maior migração de álcalis. Os autores ainda relatam que o MAA fabricado com maior teor de Na₂O apresentou maior retenção de resistência mecânica após ensaios.

Bakharev (2004) estudou o desempenho de MAA produzidos com cinzas volantes submetidos ao ataque ácido (acético e sulfúrico). Em meio ácido, a deterioração desses materiais está relacionada à despolimerização, provocando perda de resistência mecânica devido ao surgimento de fissuras. Ainda, Bakharev (2005) realizou estudos sobre a durabilidade desses mesmos materiais álcali-ativados expostos às soluções alcalinas (sulfato de sódio e sulfato de magnésio); em ambos os casos ocorreram a migração de álcalis do

interior do MAA para o meio externo, ocasionando o surgimento de fissuras, as quais contribuíram para a redução à resistência mecânica a compressão. Além disso, observou-se a formação de etringita devido à solução de sulfato de magnésio, proporcionando também o surgimento de fissuras e perda de resistência mecânica.

Chindaprasirt *et al.* (2013) avaliaram a durabilidade de MAA produzidos com cinzas volantes contendo alto teor de cálcio (16,9 % em massa) após exposição a soluções ácida e alcalina pelos períodos de 90 e 180 dias. De acordo com os pesquisadores, a utilização de alta cinzas volantes levou à formação de Ca(OH)_2 no interior da argamassa que reagiu com os íons SO_4^{2-} , produzindo etringita, causando a expansão da argamassa, gerando microfissuras e perda de resistência mecânica à compressão. A exposição das argamassas à solução de sulfato de magnésio provocou maior degradação, reduzindo a resistência à compressão dos MAA em relação às argamassas expostas à solução ácida.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS E CARACTERIZAÇÃO

Para o desenvolvimento das argamassas geopoliméricas e dos compósitos geopoliméricos têxteis reforçados com fibras de juta, utilizaram-se os seguintes materiais:

- Metacaulim branco (MC) fornecido pela empresa Metacaulim do Brasil (Jundiaí, S.P.);
- Escória de alto forno (EAF) fornecida pela empresa Central IBEC (Matozinhos, M.G.);
- Sílica ativa (SA) fornecida pela empresa Tecnosil (Itupeva, S.P.);
- Areia de rio passante na peneira 1,18 mm;
- Solução de silicato de sódio alcalino da empresa Getex - Indústria e Comércio Ltda;
- Solução de hidróxido de sódio (NaOH) a 50% em massa (19 Molar) da Sulfal Química Ltda.;
- Sulfato de Magnésio heptahidratado (padrão USP) da Sulfal Química Ltda.
- Polímero estireno-butadieno carboxilado (SBR) fornecido pela empresa Nitriflex;
- Fibras de juta;
- Água destilada.

O tecido bidirecional de fibras de juta utilizado neste trabalho foi fornecido pela Companhia Têxtil Castanhal (Pará / Brasil). Fidelis (2014) utilizou essas mesmas fibras e determinou suas propriedades mecânicas, físicas e químicas. De acordo com a pesquisadora, essas fibras de juta são compostas, aproximadamente, por 72% de celulose, 12,8% de hemicelulose e 8,1% de lignina. Além disso, as propriedades físicas e mecânicas dos cordões de juta são apresentadas na Tabela 6 (FIDELIS, 2014).

Tabela 6 - Propriedades físicas e mecânicas das fibras de juta

Propriedades	Cordão de Juta
Tex (g/1000 m)	326
Diâmetro (mm)	0.785
Massa específica (g/cm ³)	1,61
Número de filamentos	141
Resistência à tração (MPa)	104
Deformação máxima (%)	2.11
Módulo de Young (GPa)	5.68

Tex = unidade de medida da densidade linear das fibras têxteis, definida como a massa em gramas da fibra por 1000 metros.

Fonte: Adaptado de Fidelis (2014).

Ainda, Fidelis (2014) verificou que no tecido de juta, os cordões na direção longitudinal têm espaçamento diferente dos cordões dispostos transversalmente, sendo que na direção transversal a abertura da malha é 2,7 cordões/cm, e na direção longitudinal 3,5 cordões/cm.

As propriedades físico-químicas para a solução de silicato de sódio alcalino foram fornecidas pelo fabricante por meio de laudo técnico e encontram-se na Tabela 7.

Tabela 7 - Propriedades físico-químicas do silicato de sódio alcalino.

Composição química (%)	Resultado
Na ₂ O	15,00
SiO ₂	31,79
Módulo de sílica (MS)	2,12
Massa específica (g/cm ³)	1,58

A Tabela 8 apresenta a estrutura molecular e algumas propriedades físicas e químicas fornecidas pelo fabricante (laudo técnico) para o polímero de estireno-butadieno carboxilado.

Tabela 8 - Composição química e propriedades físicas do polímero de estireno-butadieno carboxilado.

Estrutura molecular	Propriedades físicas e químicas
	Aspecto: líquido branco com odor característico
	Teor de sólidos: 50%
	pH: 8,5
	Massa específica: 1 g/cm ³

A determinação da composição química dos materiais precursores (metacaulim, escória de alto forno e sílica ativa) foi realizada no Centro de Desenvolvimento Técnico Nuclear (CDTN), localizado na Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), por meio do espectrômetro de energia dispersiva de raios X (EDS), modelo EDX-720 da Shimadzu, método quantitativo. A composição mineralógica dos mesmos materiais se deu por difração de raios X, utilizando-se um difratômetro da marca Shimadzu, modelo XRD-7000, com radiação de cobre ($\text{Cu-K}\alpha$, $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$), operando a 40 kV e 30 mA. Para determinação das fases, foram realizadas varreduras com velocidade angular de $0,02^\circ$ por segundo e intervalo de medida entre os ângulos de Bragg (2θ) de 5° e 80° .

Determinou-se as distribuições granulométricas por difração a LASER para o MC, EAF e SA, utilizando-se um equipamento CILAS1090. 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.

Realizou-se também um ensaio para determinar a composição granulométrica da areia (agregado miúdo) de acordo com a ABNT NBR NM 248. Para isso, utilizou-se um agitador mecânico, marca Mesh e peneiras de abertura em mm de: 0,075; 0,150; 0,300; 0,600 e 1,180.

3.2 DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DAS ARGAMASSAS E DOS COMPÓSITOS ÁLCALI-ATIVADOS

Para este trabalho, produziram-se quatro argamassas álcali-ativadas, adotando a relação em massa de 1:1, semelhante ao trabalho realizado por Fidelis (2014), para os materiais aglomerantes e o agregado miúdo (TABELA 9) para todas as formulações. A primeira argamassa (F3.0-100MC), representa a matriz de referência composta por 100% de MC e com relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ igual a 3,0.

A segunda argamassa (F3.0-80MC20EAF) também possui a relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ igual a 3,0; mas obtida por meio da substituição de 20%, em massa, de MC por EAF, ou seja, produzida com menor quantidade de silicato de sódio. A terceira (F3.9-80MC20SA) e quarta (F3.9-60MC40EAF) argamassas possuem maior relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (igual a 3,9), obtidas com a proporção em massa de 80/20 para MC/SA e de 60/40 para MC/EAF, respectivamente.

A nomenclatura das argamassas contém a relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, seguida da proporção em massa dos aglomerantes. Assim, por exemplo, F3.9-60MC40EAF indica a argamassa com relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ igual a 3,9; produzida com 60% de MC e 40% de EAF.

Tabela 9 - Quantidades em massa de materiais sólidos necessários e relações molares finais correspondentes, para a produção das argamassas (a partir de 1000g de aglomerante).

Matrizes	Massa (g)				Relações molares			
	MC	EAF	SA	Areia	$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	$\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$
F3.0-100MC	1000	-	-	1000	3,0	11	0,25	0,75
F3.0-80MC20EAF	800	200	-	1000	3,0	11	0,25	0,75
F3.9-80MC20SA	800	-	200	1000	3,9	11	0,25	0,98
F3.9-60MC40EAF	600	400	-	1000	3,9	11	0,25	0,98

Fonte: Autor.

Percebe-se, portanto, que a escolha das matrizes permite comparar o desempenho das argamassas segundo: (i) devido à presença de cálcio quando a relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ é 3,0 e 3,9 e (ii) quando a relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ também é 3,0 e 3,9, contudo sem cálcio (contendo MC e MC/SA).

É importante salientar que, inicialmente, utilizou-se a relação $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ como referencial para determinar a trabalhabilidade das argamassas com o objetivo de permitir a penetração da matriz no tecido, a fim de se obter adequada aderência e boa transferência de carga, e facilitar a moldagem dos compósitos. Para isso, realizaram-se moldagens preliminares com as quatro argamassas com relações molares $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ iguais a 10,0; 10,5; 11,0 11,5 e 12,0. Constatou-se que as argamassas produzidas com 100% de MC e 80/20 MC/SA apresentaram baixa trabalhabilidade para relações molares $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ iguais a 10,0 e 10,5, tornando a moldagem difícil. Da mesma forma, as argamassas

compostas por EAF possuíam elevada trabalhabilidade para relações molares H_2O/Na_2O iguais a 11,5 e 12,0, ocasionando a segregação dos materiais. Assim sendo, a relação molar H_2O/Na_2O igual a 11,0 foi escolhida para produção de todas as argamassas, haja visto que proporcionou a produção com trabalhabilidades compatíveis à moldagem das argamassas e à necessidade do tecido de juta.

As quantidades de silicato e hidróxido de sódio utilizadas nas quatro argamassas são variáveis, de modo a garantir que as relações molares (i) SiO_2/Al_2O_3 sejam 3,0 ou 3,9; (ii) H_2O/Na_2O e Na_2O/SiO_2 sejam fixas (iguais a 11,0 e 0,25, respectivamente) para todas as argamassas e (iii) Na_2O/Al_2O_3 sejam iguais a 0,75 ou 0,98, respectivamente para SiO_2/Al_2O_3 iguais a 3,0 e 3,9 (Tabela 8).

3.2.1 Procedimento de mistura das argamassas álcali-ativadas

Para a preparação das argamassas álcali-ativadas, realizou-se, inicialmente, a mistura manual dos materiais sólidos com o auxílio de uma espátula metálica. Transferiu-se essa mistura para um recipiente plástico e iniciou-se a mistura mecânica por meio de um misturador com pás, adicionando-se, à mistura dos sólidos, a solução ativadora formada pela mistura da solução de hidróxido de sódio e da solução de silicato de sódio, produzida previamente.

Realizou-se a mistura dos materiais por 4 minutos com velocidade aproximada de 500 rpm. Desligou-se o misturador, e com uma espátula, retirou-se o material aderido nas paredes laterais e no fundo do recipiente. Após este procedimento, iniciou-se novamente a mistura por um período de 2 minutos a uma velocidade aproximada de 800 rpm. A Figura 8 ilustra o processo de mistura dos materiais.

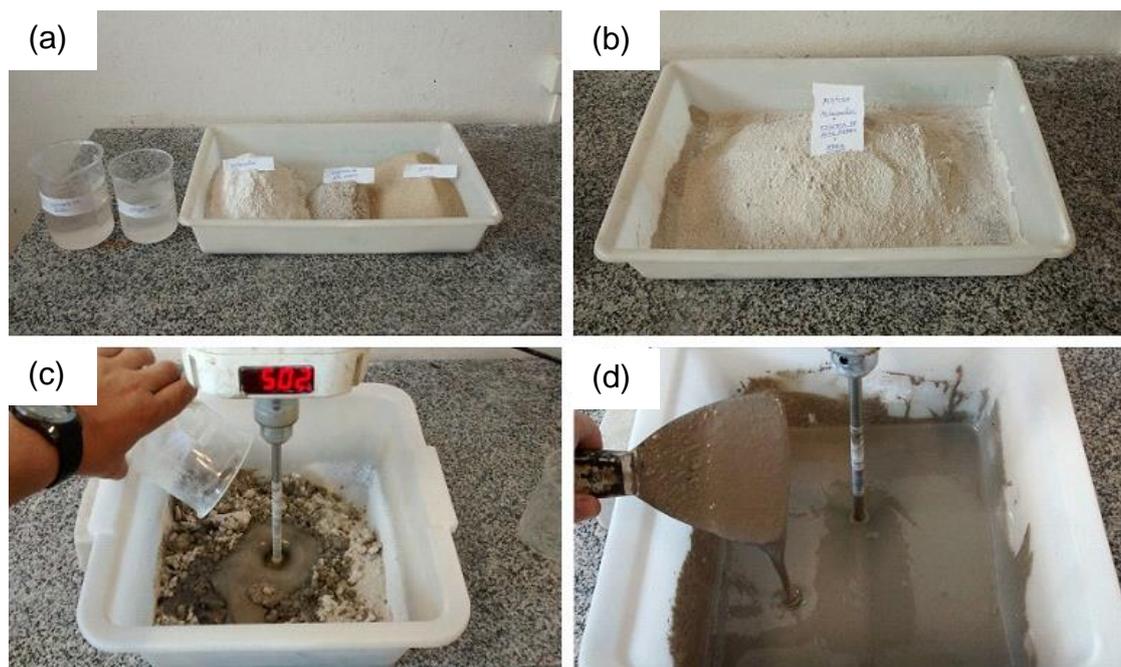


Figura 8 - (a) separação dos materiais; (b) materiais sólidos após a mistura manual; (c) início da mistura mecânica com a adição da solução ativadora e (d) mistura homogeneizada.

3.2.2 Moldagem de corpos de prova cilíndricos

Para a realização dos ensaios de resistência mecânica à compressão, absorção de água por capilaridade e para os ensaios de durabilidade (ataque por exposição à solução de sulfato de magnésio), moldaram-se corpos de provas cilíndricos de 5 cm de diâmetro por 10 cm de altura. Para ensaios de permeabilidade ao oxigênio, moldaram-se, corpos de prova cilíndricos de 15 cm de diâmetro por 30 cm de altura, os quais foram serrados, posteriormente, para se obter a dimensão de (15 x 5) cm (diâmetro x altura) por ensaio de permeabilidade.

Para todos os cilindros, a base e as paredes dos moldes metálicos foram protegidas com filme de poliéster 100 micrômetros. Devido à alta trabalhabilidade das argamassas, não houve a necessidade de vibração para adensamento. Além disso, a cura dos corpos de prova ocorreu à temperatura ambiente (25 ± 2) °C. Os corpos de prova cilíndricos foram desmoldados após 24 horas da moldagem. A Figura 9 ilustra o processo de moldagem e desmoldagem dos corpos de prova de (5 x 10) cm. A Figura 10 ilustra os corpos de prova de (15 x 30) cm.

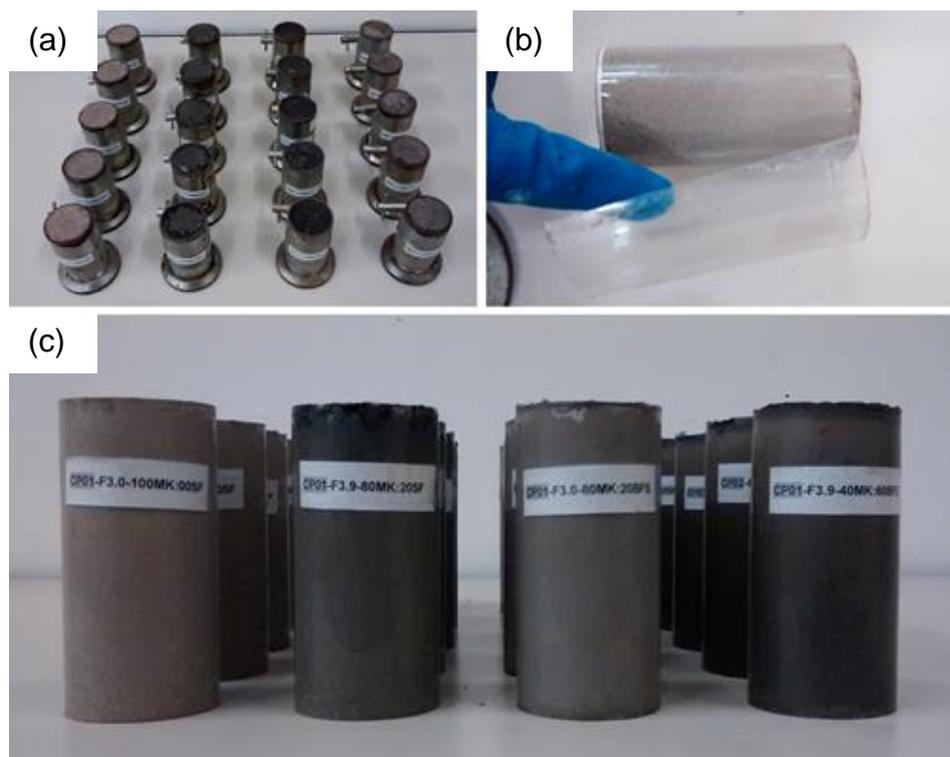


Figura 9 - (a) moldagem dos corpos de prova cilíndricos (5 x 10) cm; (b) retirada da película de poliéster e (c) identificação dos corpos de prova.

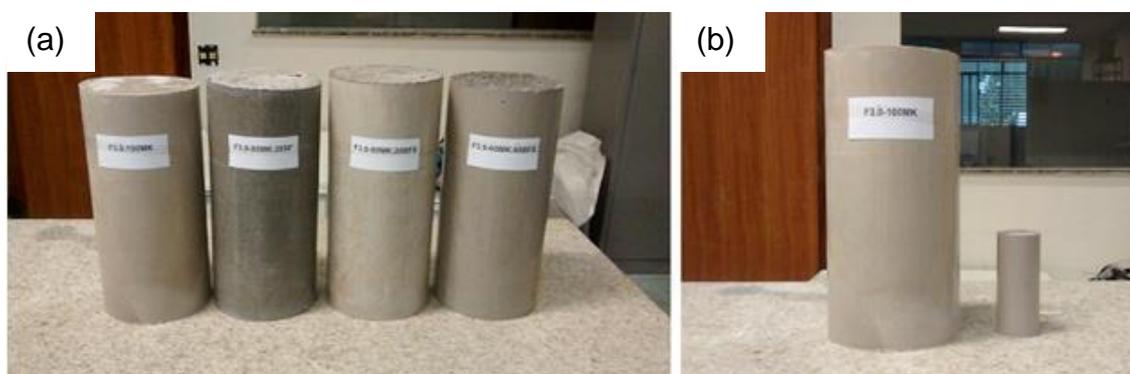


Figura 10 - (a) corpos de prova cilíndricos (15 x 30) cm e (b) comparação entre os corpos de prova de (15 x 30) cm e (5 x 10) cm.

Realizou-se a retífica dos corpos de prova de (5 x 10) cm. Para isso, utilizou-se o equipamento de corte da Metkon, modelo Servocut 301 - MM. A regularização da superfície evita a concentração de tensões na face do corpo de prova durante os ensaios de compressão. A Figura 11 mostra o equipamento utilizado para retífica e a face do corpo de prova retificado após o procedimento.

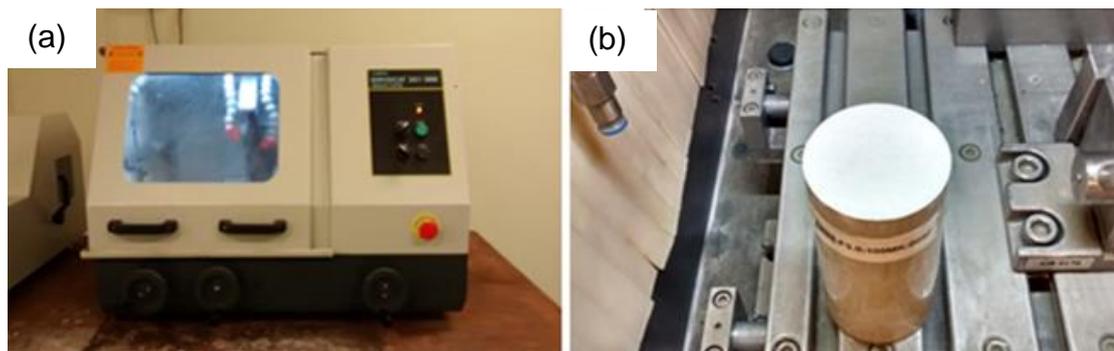


Figura 11 - (a) visão externa da máquina de corte e (b) corpo de prova retificado.

Os corpos de prova cilíndricos de (15 x 30) cm foram cortados em uma marmoraria para obtenção de corpos de prova menores de dimensões de 15 cm de diâmetro por 5 cm de altura (FIGURA 12) para os ensaios de permeabilidade ao oxigênio (RILEM, 1999).



Figura 12 - Corpos de prova de (15 x 5) cm (diâmetro e espessura, respectivamente) para ensaios de permeabilidade ao oxigênio.

3.2.3 Moldagens de placas de argamassas álcali-ativadas e dos compósitos têxteis

Para as moldagens das placas de MAA e dos compósitos, desenvolveu-se um molde de acrílico com hastes metálicas adaptadas em dois lados do molde para travamento de régua lateral e posicionamento das fibras (FIGURA 13). As dimensões das placas moldadas são (540 x 330 x 12) mm (comprimento, largura e espessura, respectivamente).

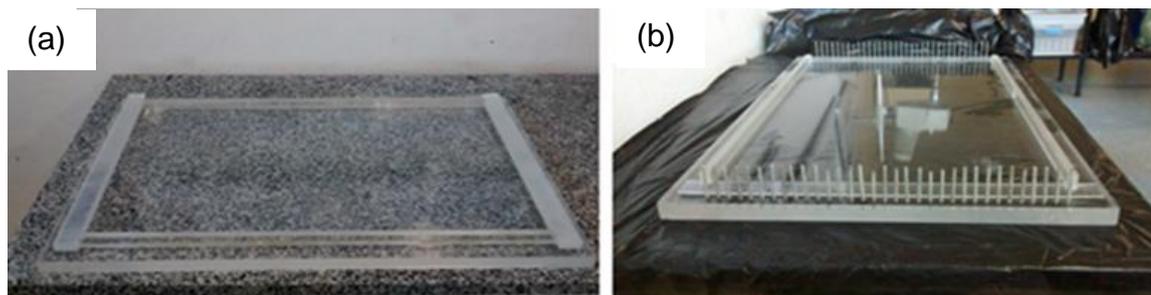


Figura 13 - (a) molde de acrílico com delimitação da área de moldagem e (b) molde de acrílico com esperas metálicas para confecção de compósitos têxteis.

Realizaram-se as moldagens de placas com as quatro argamassas apenas (sem a adição de fibras de juta), espalhando o material álcali-ativado com o auxílio de uma espátula. Para dar acabamento na superfície, utilizou-se uma régua de acrílico, retirando o excesso de argamassa por meio de raspagem. Não foi necessária vibração para adensamento devido à alta fluidez das argamassas.

Para a produção das placas das argamassas com reforço têxtil, utilizaram-se cinco camadas de fibras de juta sem tratamento, alternadas com camadas de argamassa álcali-ativadas, sendo a primeira e a última camada de argamassa. O número ótimo de camadas de fibra de juta (cinco) foi definido de acordo com o trabalho de Fidelis (2014) para matrizes formadas por cimento Portland e metacaulim. Realizou-se a raspagem da superfície do compósito moldado para retirar o excesso de argamassa. A Figura 14 ilustra o processo de moldagem das placas dos compósitos álcali-ativados têxteis reforçados com cinco camadas de fibras de juta sem tratamento para a matriz produzida apenas por metacaulim (F3.0-100MC-FJ).

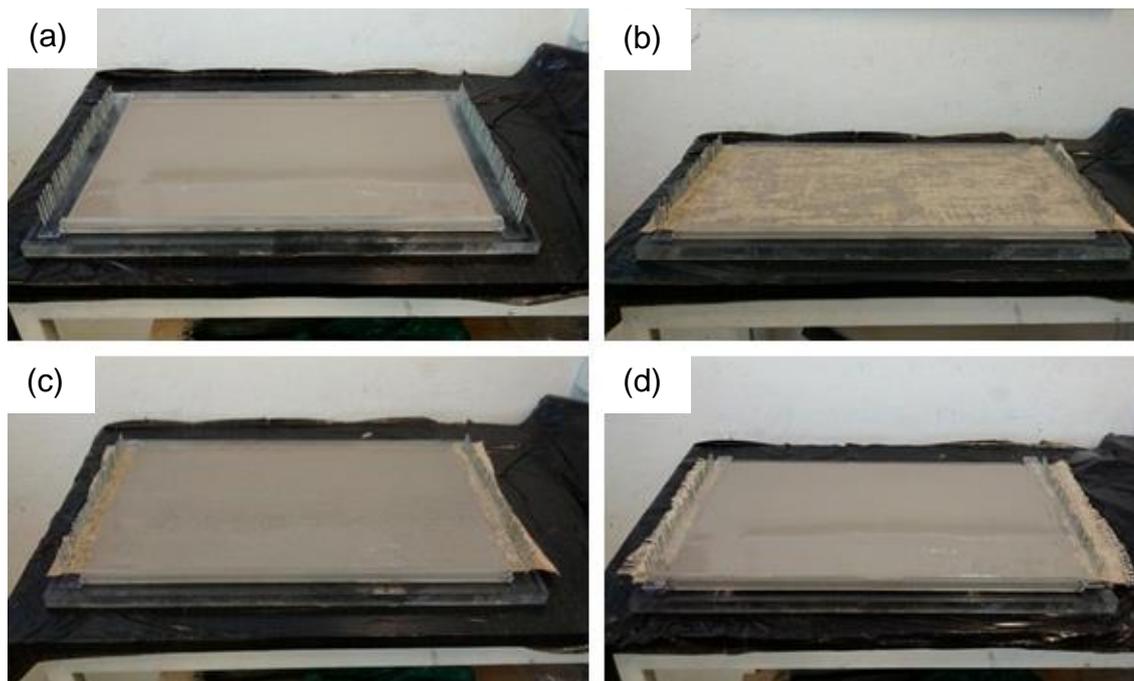


Figura 14 - (a) camada delgada de argamassa álcali-ativada; (b) posicionamento da primeira camada de fibra; (c) segunda camada de argamassa e (d) compósito têxtil reforçado com cinco camadas de fibra.

Realizaram-se moldagens de compósitos têxteis utilizando fibras de juta tratadas com o polímero estireno-butadieno carboxilado (SBR). O tratamento das fibras foi realizado visando proteger as fibras do meio alcalino e reduzir a variação dimensional das fibras no compósito devido à absorção e perda de água. Escolheu-se esse tratamento com base nos estudos de Fidelis (2014). O tratamento das fibras ocorreu por meio de imersão por um período ideal de 50 minutos (FIDELIS, 2014). Após a impregnação, as fibras de juta foram colocadas em uma estufa a uma temperatura de $(38 \pm 2) ^\circ\text{C}$, por 24 horas para prover a polimerização (FIGURA 15). Para as moldagens dos compósitos com essas fibras tratadas, utilizaram-se os mesmos procedimentos das fibras de juta sem tratamento.



Figura 15 - (a) varal para secagem; (b) fibras impregnadas para secagem na estufa; (c) visão frontal das fibras secas e (d) visão lateral das fibras secas.

Todas as placas foram desmoldadas 24 horas após as moldagens e embaladas em sacos plásticos para evitar fissurações por perda de umidade e deixadas para curar a temperatura ambiente (25 ± 2) °C. A Figura 16 ilustra as placas de compósitos têxteis com cinco camadas de fibras de juta não tratadas após a desmoldagem.

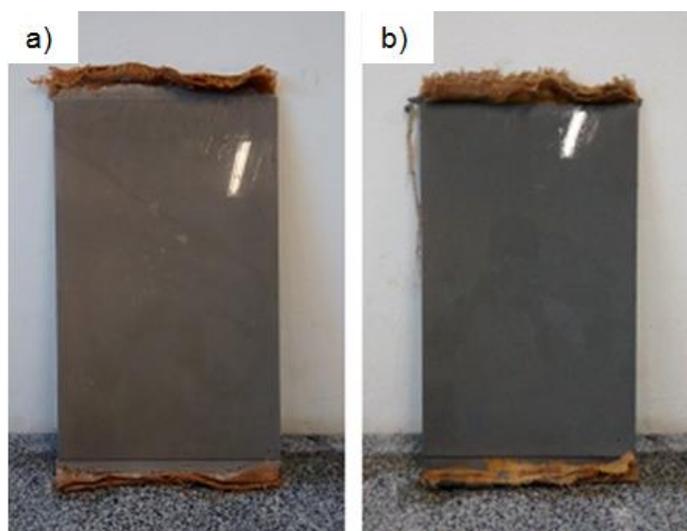


Figura 16 - (a) compósito têxtil F3.0-100MC-FJ e (b) compósito têxtil F3.0-80MC20EAF-FJ.

Realizou-se o corte das placas das argamassas e dos compósitos utilizando-se uma serra mármore adaptada a uma mesa de corte desenvolvida no laboratório (FIGURA 17).

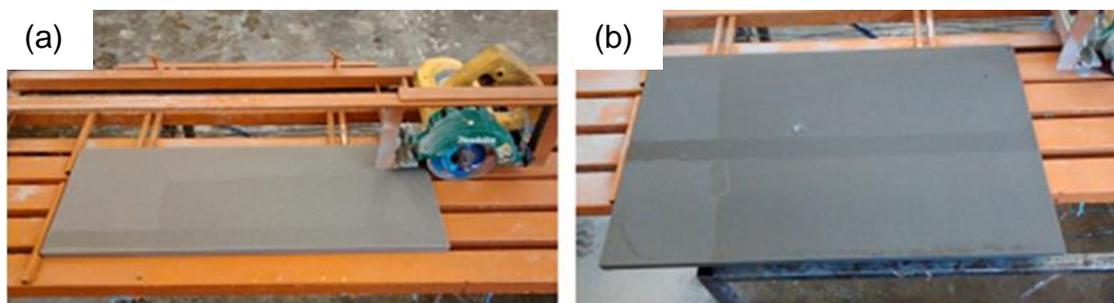


Figura 17 - (a) placa da argamassa F3.0-100MC e (b) placa da argamassa F3.9-60MC40EAF.

As placas foram cortadas em corpos de prova de dimensões de (270 x 60 x 12) mm (comprimento, largura e espessura, respectivamente) (FIGURA 18) para o ensaio de flexão em três pontos e para os ensaios de durabilidade (ciclos de secagem e molhagem).

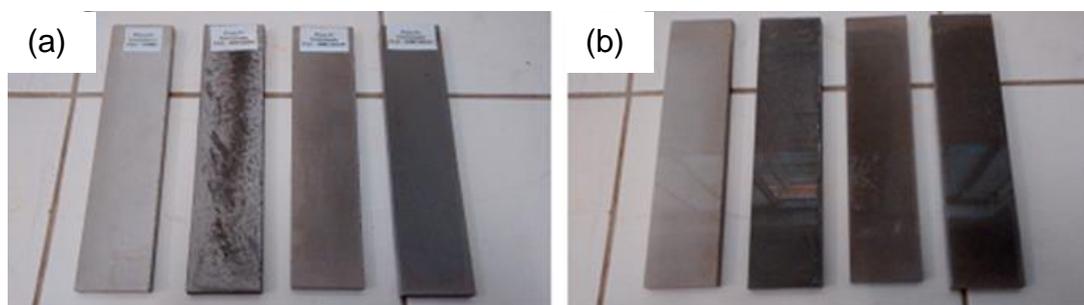


Figura 18 - (a) identificação das placas e (b) acabamento da superfície em contato com o molde.

3.2.4 Propriedades das argamassas e dos compósitos no estado endurecido

3.2.4.1 Comportamento mecânico das argamassas à compressão e flexão

Os ensaios de compressão foram realizados aos 28 dias, conforme a NBR 5739 (ABNT, 2007). Cinco corpos de prova para cada argamassa foram ensaiados em uma prensa universal EMIC, modelo DL 30000, com célula de carga de 300 kN e sob uma velocidade de carregamento de 0,25 MPa/s. A Figura 19 ilustra o equipamento utilizado no ensaio de compressão.

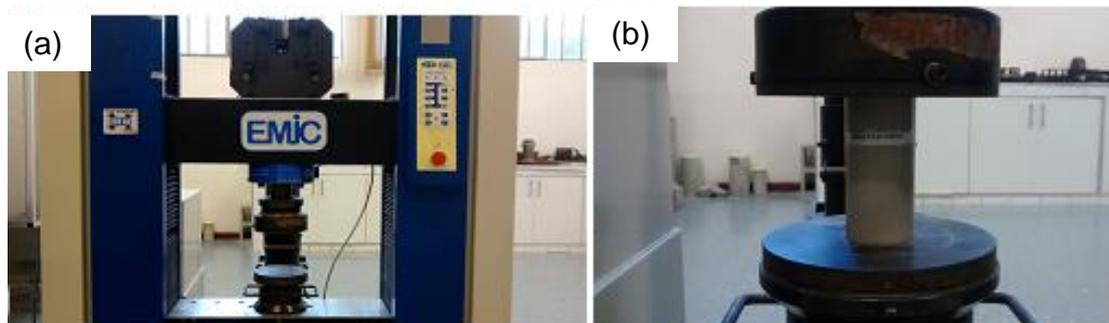


Figura 19 - (a) prensa hidráulica EMIC e (b) posicionamento do corpo de prova.

Realizaram-se os ensaios de flexão em três pontos em uma máquina universal de ensaios MTS, com controle por deslocamento em uma taxa de 0,1 mm/min para as placas sem fibras e 1,5 mm/min para as placas reforçadas com fibras. O vão entre os apoios externos foi de 200 mm com aplicação do carregamento central. Os deslocamentos foram medidos por dois LVDT's posicionados no meio do vão em cada lado.

Utilizaram-se três placas para cada formulação. Neste ensaio foram determinados a tensão correspondente à primeira fissura (Equação 1) e módulo de ruptura, MOR, (Equação 2). As áreas sob as curvas força (N) versus deflexão (mm) foram determinadas para cálculo do valor médio da tenacidade dos compósitos até final do ensaio. A Figura 20 ilustra o ensaio de flexão em três pontos.

$$\sigma_{1^{a}f} = \frac{3F_{1^{a}f}l}{2bh^2} \quad (\text{Equação 1})$$

$$MOR = \frac{3Fl}{2bh^2} \quad (\text{Equação 2})$$

Onde:

$\sigma_{1^{a}f}$ = tensão de primeira fissura (MPa).

$F_{1^{a}f}$ = força de primeira fissura (kN).

F = força máxima na ruptura (kN).

l = distância entre os apoios (cm).

b = largura média da placa (cm).

h = espessura média da placa (cm).

MOR = módulo de ruptura (MPa).

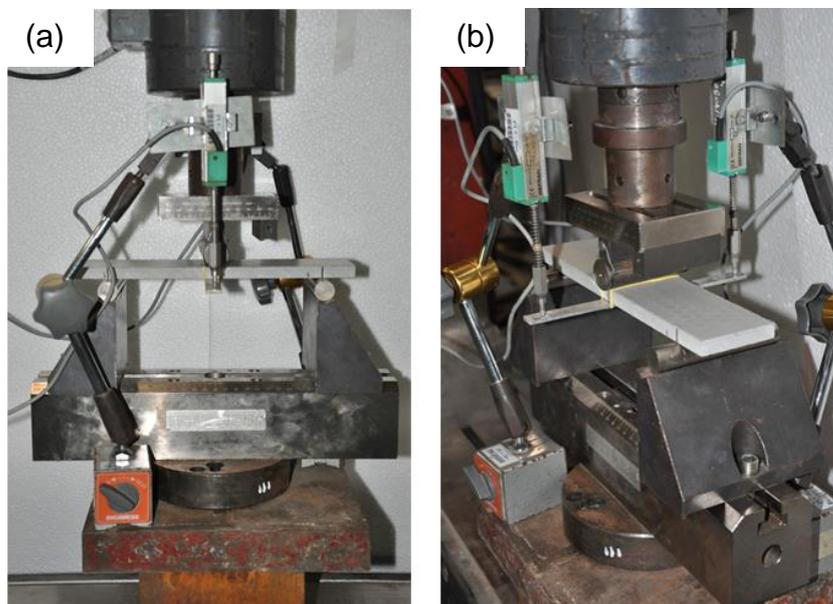


Figura 20 - (a) visão frontal e (b) visão lateral com os dois LVDT's.

3.2.4.2 Absorção de água por capilaridade das argamassas

Realizou-se o ensaio de absorção de água por capilaridade conforme a NBR 9779 (ABNT, 1995). Para isso, utilizou-se um recipiente plástico com régua interna para medir e garantir que os corpos de prova estivessem imersos em um nível de água de (5 ± 1) mm e malhas de aço galvanizado colocadas no fundo do recipiente para impedir o contato direto dos corpos de prova com a superfície do recipiente. A tampa do recipiente possuía abertura igual a 1% da área da seção transversal do recipiente.

Os corpos de prova foram secos em estufa à temperatura de (105 ± 5) °C até a constância das massas e resfriados à temperatura ambiente de (25 ± 2) °C em um dessecador por 24 horas. Impermeabilizaram-se as laterais dos corpos de prova com fita adesiva para que a absorção de água se desse somente pela base. Mediu-se a massa de cada corpo de prova impermeabilizado. Mediu-se a massa dos corpos de provas após contato com a lâmina d'água nos seguintes intervalos de tempo: 0, 5h, 1h, 2h, 3h, 6h, 24h, 48h, 72h e 96h.

Antes de cada pesagem, utilizou-se um pano umedecido com água para retirar o excesso de líquido aderido na lateral e na face inferior dos corpos de prova. Após cada medida, retornaram-se, imediatamente, os corpos de prova ao recipiente de ensaio. Utilizaram-se cinco corpos de prova para cada argamassa. A Figura 21 ilustra os procedimentos para esse ensaio.

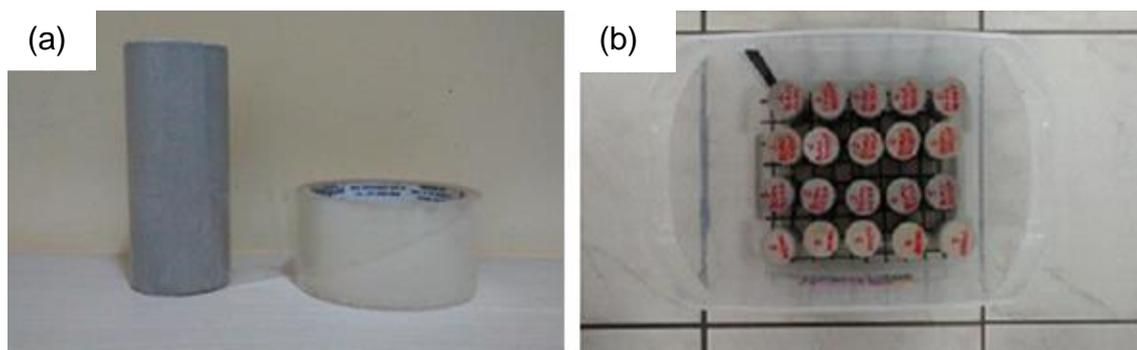


Figura 21 - (a) impermeabilização lateral e (b) dispositivo para ensaio.

A absorção de água por capilaridade (C) é expressa em g/cm^2 e é determinada pela equação 3.

$$C = \frac{A - B}{S} \quad (\text{Equação 3})$$

Onde:

C = absorção de água por capilaridade (g/cm^2).

A = massa do corpo-de-prova em contato com a lâmina d'água por um determinado período de tempo submerso (g).

B = massa do corpo-de-prova seco (g).

S = área da seção transversal do corpo de prova (cm^2).

3.2.4.3 Permeabilidade a gás (oxigênio) para as argamassas

Realizou-se o ensaio de permeabilidade ao gás oxigênio (O_2) em corpos de prova cilíndricos com espessura de (50 ± 1) mm e diâmetro de (150 ± 1) mm, os quais foram submetidos a três pressões: $P_1 = 0,15$ MPa, $P_2 = 0,20$ MPa e $P_3 = 0,30$ MPa em concordância com o método do CEMBUREAU (RILEM, 1999).

Para esse ensaio, utilizaram-se cinco exemplares para cada argamassa. Os corpos de prova foram secos por um período de 24 horas em estufa à temperatura de 60°C para a retirada de água dos poros, até que se obtivesse a constância nas massas, sendo resfriados à temperatura ambiente de (25 ± 2) °C até a realização do ensaio. Antes do início dos ensaios, impermeabilizou-se a lateral dos corpos de prova com fita adesiva para impedir a passagem de ar pelas laterais. Além disso, promoveu-se a limpeza das faces dos corpos de prova utilizando jato de ar comprimido para desobstrução dos poros superficiais. (FIGURA 22).

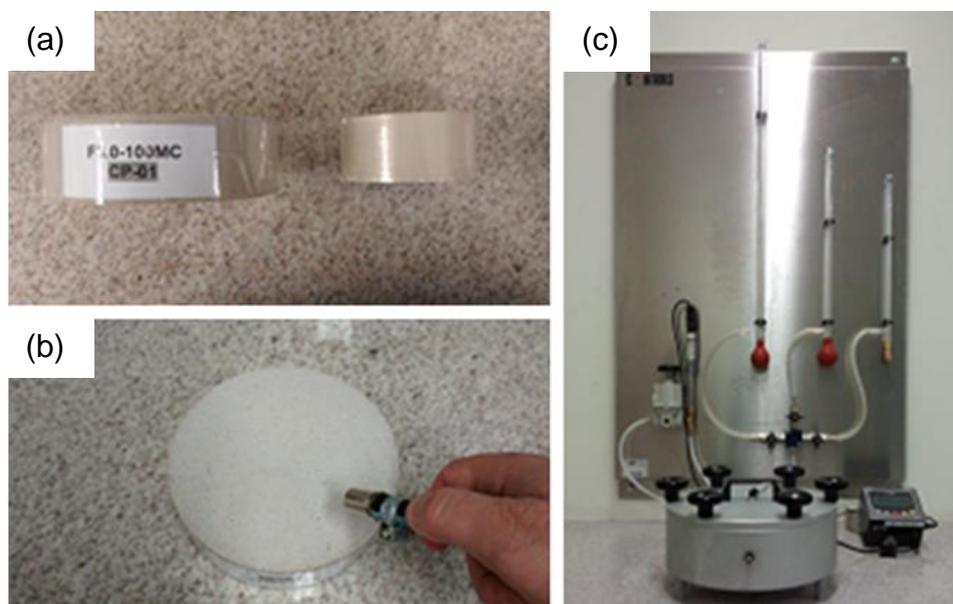


Figura 22 - (a) identificação e impermeabilização; (b) limpeza das superfícies com jato de ar e (c) equipamento para ensaio de permeabilidade.

Conforme a Equação 4, calcularam-se os coeficientes de permeabilidade (K_i) para cada corpo de prova em cada uma das pressões adotadas e determinou-se o coeficiente de permeabilidade médio (K_{med}) para cada argamassa conforme RILEM (1999).

$$K_i = \frac{2P_a Q_i L \mu}{A(P_i^2 - P_a^2)} \quad (\text{Equação 4})$$

Onde:

K_i = coeficiente de permeabilidade (m^2);

P_i = pressão de teste aplicada no ensaio (Pa);

P_a = pressão atmosférica (10^5 Pa);

A = área da seção transversal do corpo de prova (m^2).

L = espessura do corpo de prova (m);

Q_i = taxa de fluxo medida para cada P_i e

μ = viscosidade dinâmica do ar ($2,02 \times 10^{-5}$ Pa.s).

3.2.4.4 Picnometria a gás hélio para as argamassas

Determinou-se a densidade real das argamassas álcali-ativadas por meio da técnica de picnometria a gás hélio, utilizando o equipamento multipicnômetro, modelo MVP-6DC (Quantachrome). O picnômetro a gás determina o volume de sólidos por variação da pressão do gás em uma câmara de volume conhecido (WEBB; ORR, 1997). O gás hélio é utilizado por ser inerte e monoatômico, com raio atômico igual a 31×10^{-12} m, permitindo com que ele penetre na amostra. A Figura 23 ilustra o equipamento utilizado nesse ensaio.



Figura 23 - Equipamento multipicnômetro.

Para cada argamassa, retiraram-se três amostras (FIGURA 24) do interior de um corpo de prova cilíndrico (5 x 10) cm com o auxílio da máquina de corte da Metkon, modelo Servocut 301 – MM. As amostras foram secas em estufa por 24 horas a uma temperatura de (50 ± 2) °C e resfriadas a temperatura ambiente de (25 ± 2) °C até a realização do ensaio.

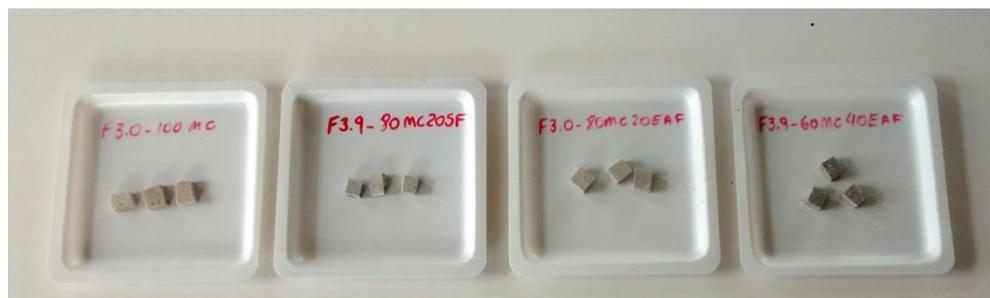


Figura 24 - Amostras cortadas para determinação da densidade.

3.3 ENSAIOS DE DURABILIDADE

3.3.1 *Ataque por solução de sulfato de magnésio nas argamassas*

As quatro argamassas álcali-ativadas foram submetidas ao ataque por imersão em solução de sulfato de magnésio (MgSO_4) à 5% em massa. Para esse ensaio de durabilidade, utilizaram-se os procedimentos descritos na ASTM C1012/C1012M - 15 que estabelece o método para avaliar alterações no comprimento de argamassas quando expostas à solução de sulfatos. A norma em questão permite o uso de sulfato de sódio (Na_2SO_4) ou sulfato de magnésio (MgSO_4), bem como uma solução composta pela mistura de ambos os sais.

Essa norma também estabelece três critérios importantes que devem ser observados para a realização dos ensaios: (i) a fonte de sulfato utilizada deve obedecer ao padrão farmacêutico, ou seja, apresentar um grau de pureza de 99,999%; (ii) a solução produzida deverá conter 352 moles de sulfato por m^3 (50g/L) e (iii) o pH das soluções produzidas deve estar no intervalo de 6,0 a 8,0.

Dessa forma, utilizou-se o sulfato de magnésio heptahidratado ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), massa molar 246,47 g/mol e densidade de $1,68 \text{ g/cm}^3$, padrão farmacêutico, para a produção de quatro soluções a 5% em massa. A composição percentual em massa desse sulfato é: 48,80% de MgSO_4 e 51,20% de H_2O . Assim, para a produção de soluções a 5% em massa, dissolveu-se 1000 gramas desse sal em 8760,48 gramas de água destilada, obtendo 9760,48 gramas por solução.

Retirou-se 260,48 gramas de cada solução para verificação do pH, cujos valores encontram-se na Tabela 10; percebe-se que todos os valores e pH estão de acordo com o intervalo estabelecido pela norma. Utilizaram-se dezoito corpos de prova cilíndricos (5 x 10 cm) para cada argamassa, os quais foram identificados e numerados de 01 a 18. Realizaram-se três medidas para as alturas (FIGURAS 25a) e para os diâmetros (FIGURAS 25b) antes do início dos ensaios. Cada argamassa foi condicionada em um recipiente distinto. Os corpos de prova foram colocados nos recipientes, adicionando, em seguida,

9500 gramas da solução desse sulfato (TABELA 10), fechando hermeticamente os recipientes para evitar a perda de água para o meio (FIGURA 25d). Durante todo o ensaio, mantiveram-se as mesmas soluções.

Tabela 10 - Quantidade de corpos de prova para cada argamassa com o respectivo valor de pH para cada solução de sulfato de magnésio.

Argamassa	Quantidade de copos de prova cilíndricos (5 x 10 cm) por argamassa	Massa da solução de MgSO ₄ a 5% em massa (g)	pH
F3.0-100MC	18	9500	7,14
F3.0-80MC20EAF	18	9500	7,25
F3.9-80MC20SA	18	9500	7,27
F3.9-60MC40EAF	18	9500	7,19

Fonte: Autor.

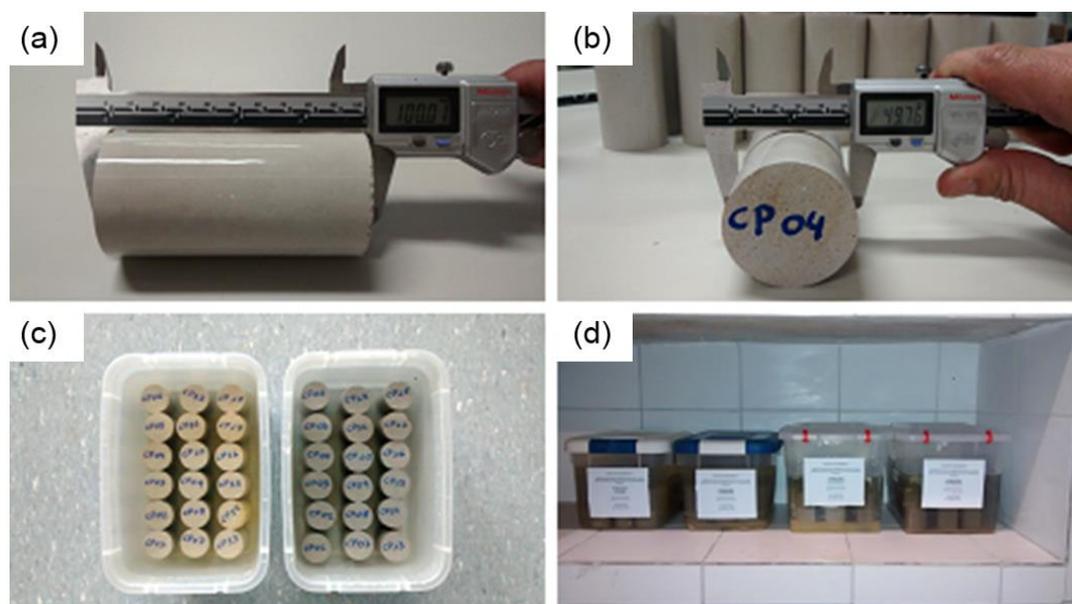


Figura 25 - (a) medidas das alturas; (b) medidas de diâmetro; (c) início do ensaio e (d) armazenamento dos recipientes.

Após os seguintes períodos de exposição: 30, 90 e 180 dias, retirou-se, de cada recipiente, seis corpos de prova, iniciando pelo corpo de prova 01. Além disso, após cada período de exposição, realizaram-se novas leituras do pH de cada solução antes da retirada dos corpos de prova (FIGURA 26a). Os corpos de prova retirados das soluções foram imediatamente secos em estufa por 48 horas a uma temperatura de $(45 \pm 2) ^\circ\text{C}$ e resfriados a temperatura ambiente de $(25 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Após este procedimento, com auxílio de uma espátula metálica, retiraram-se os sais formados na sua superfície para análise por difração de raios X (DRX) (FIGURA 26b). Em sequência, com uma escova com cerdas

metálicas, procedeu-se a limpeza dos corpos de prova e realizaram-se, novamente, três medidas para os diâmetros e para as alturas para verificar alterações nas dimensões dos cilindros. Realizaram-se ensaios de compressão para verificar alterações na resistência mecânica (EQUAÇÃO 5).

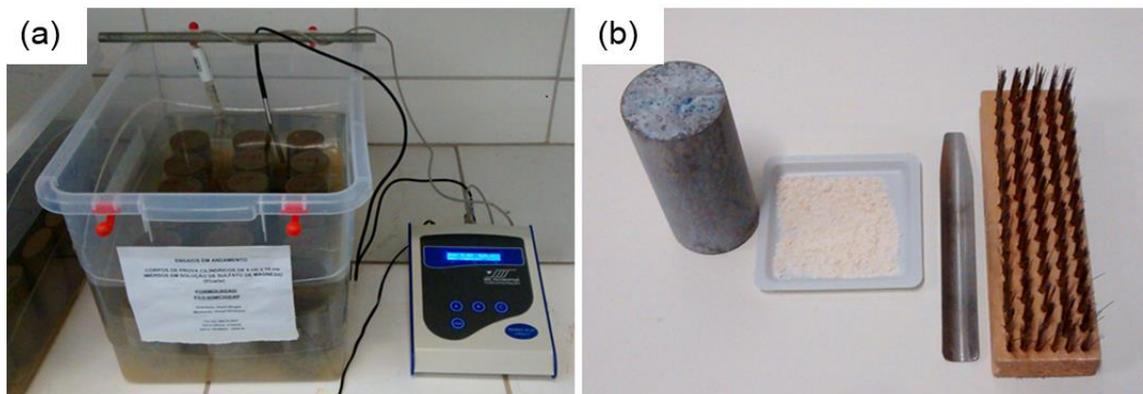


Figura 26 - (a) leitura do pH das soluções e (b) coleta dos sais formados na superfície dos corpos de prova e limpeza.

$$CR = \left(\frac{R_f}{R_i} \right) \times 100\% \quad (\text{Equação 5})$$

Onde:

CR = Compressão residual (MPa).

R_f = Resistência à compressão determinada ao final de cada período de exposição à solução de sulfatos (Mpa).

R_i = Resistência à compressão dos corpos de prova aos 28 dias de cura ambiente (Mpa).

3.3.2 Ciclos de molhagem e secagem nos compósitos

Os ensaios de molhagem e secagem (envelhecimento acelerado) foram realizados de acordo com a metodologia utilizada por Toledo Filho *et al.* (2009), Melo Filho *et al.* (2013) e Fidelis (2014). Assim, para os ensaios de envelhecimento acelerado, foram escolhidos dois compósitos produzidos com o tecido de juta não tratado tomando como base os seguintes fatores: (i) um compósito cuja argamassa álcali-ativada não possuísse cálcio e outra com a

presença de cálcio na composição e (ii) compósitos produzidos com fibras de juta não tratadas que apresentaram os melhores desempenhos mecânicos nos ensaios de flexão em três pontos. Dessa forma, os compósitos escolhidos para os ciclos de molhagem e secagem são F3.0-100MC-FJ (sem cálcio na composição) e F3.9-60MC40EAF-FJ (com cálcio na composição). Também, realizaram ensaios de molhagem e secagem nos compósitos dessas mesmas argamassas produzidos com fibras de juta tratadas com SBR (F3.0-100MC-FJT e F3.9-60MC40EAF-FJT).

Inicialmente, para a determinação da duração dos ciclos de molhagem e secagem, testes foram realizados em corpos de prova (placas de 270 x 60 x 12 mm) de cada um dos dois compósitos produzidos com o tecido de juta não tratado (F3.0-100MC-FJ e F3.9-60MC40EAF-FJ) (maior absorção de água pelas fibras sem tratamento). Sendo assim, os corpos de prova foram secos em estufa até que se obtivesse a constância das massas, sendo esse valor registrado. Após resfriados a temperatura ambiente, os mesmos foram imersos em água para a determinação do tempo de saturação. Após este procedimento, realizou-se novamente a secagem dos corpos de prova em estufa ($38 \pm 2^\circ\text{C}$) até a constância das massas secas. A Figura 27 apresenta as curvas obtidas experimentalmente para a determinação dos tempos de molhagem e secagem para as argamassas (F3.0-100MC e F3.9-60MC40EAF) e para os compósitos reforçados com fibras não tratadas (F3.0-100MC-FJ e F3.9-60MC40EAF-FJ).

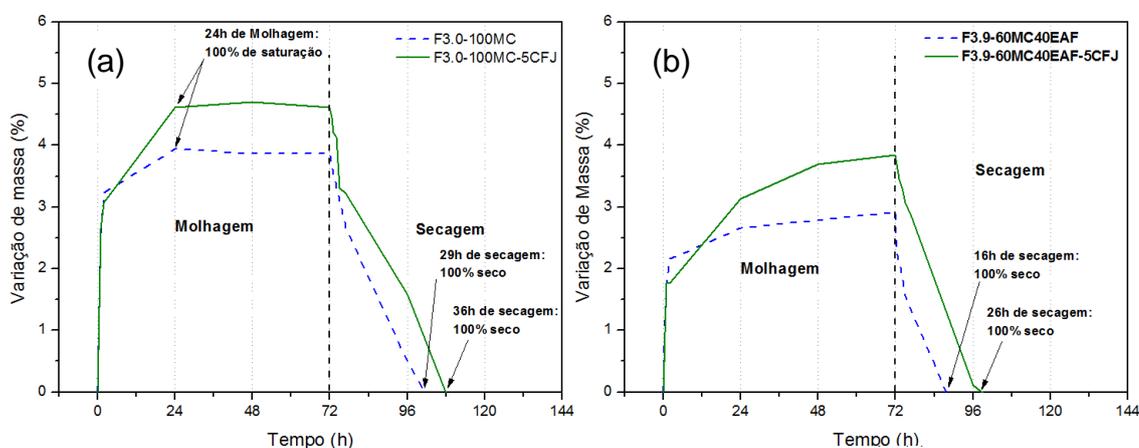


Figura 27 - Determinação dos tempos de molhagem e secagem: (a) argamassa F3.0-100MC e compósito F3.0-100MC-FJ e (b) argamassa F3.9-60MC40EAF e compósito 60MC40EAF-FJ.

Observa-se que o tempo necessário para a saturação por água tanto para a argamassa F3.0-100MC quanto para o compósito F3.0-100MC-FJ foi de aproximadamente 24 horas; já para a secagem, os tempos necessários foram de 29 horas e 34 horas, respectivamente (FIGURA 27a). No entanto, para as argamassas e compósitos contendo EAF em sua constituição (F3.9-60MC40EAF e F3.9-60MC40EAF-FJ) (FIGURA 27b), observa-se que, tanto para a argamassa quanto para o compósito, as 72 horas de imersão não foram suficientes para promover a completa saturação dos corpos de prova por água. Os tempos necessários para a secagem foram, aproximadamente, 16 horas e 26 horas (FIGURA 27b).

Por questões práticas laboratoriais (TOLEDO FILHO *et al.*, 2009; MELO FILHO *et al.*, 2013; FIDELIS, 2014), definiu-se a duração de cada ciclo de molhagem e secagem com o sendo de 24 horas para a molhagem e 48 horas para a secagem, ainda que se saiba que estes períodos definidos não são suficientes para completa saturação e secagem dos compósitos contendo EAF. Os trabalhos realizados por Melo Filho *et al.* (2013) sobre os mecanismos de degradação de compósitos cimentícios têxteis reforçados com fibras de sisal mostraram alterações significativas nas propriedades mecânicas desse compósito quando submetidos a 10 ciclos de molhagem e secagem. Devido à durabilidade superior dos materiais álcali-ativados em relação ao cimento Portland, escolheu-se para que os primeiros ensaios de flexão seriam realizados após 15 ciclos de molhagem e secagem. Novos ensaios de flexão foram realizados em corpos de prova submetidos a 30 ciclos de molhagem e secagem, a partir da análise dos resultados obtidos nos ensaios de flexão em três pontos realizados nos compósitos submetidos a 15 ciclos. Em cada ciclo de ensaio acelerado (15 e 30) utilizaram-se para cada formulação escolhida: (i) três corpos de prova para compósitos com fibras de juta não tratadas e (ii) três para compósitos com fibras de juta tratadas com polímero estireno butadieno carboxilado. Utilizaram-se dois recipientes plásticos para as etapas de molhagem, sendo que todos os corpos de prova de mesma argamassa foram colocados juntos no mesmo recipiente. Para as etapas de secagem, os corpos de prova foram colocados em uma estufa, a uma temperatura de $38 \pm 2^\circ\text{C}$.

4 RESULTADOS

4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS PRIMAS

A Tabela 11 mostra os resultados em percentual em massa para a composição química dos materiais utilizados nessa pesquisa. A Figura 28 apresenta a distribuição de tamanho de partículas (curva granulométrica) para o MC, EAF e a SA.

Tabela 11 - Composição química (principais óxidos) do MC, EAF e SA.

Análise química (% em massa)			
Composição química	Metacaulim branco (MC)	Escória de alto forno (EAF)	Sílica ativa (SA)
SiO ₂	55,93	45,18	95,09
Al ₂ O ₃	43,02	10,78	0,66
CaO	0,10	32,74	0,38
Fe ₂ O ₃	0,47	2,30	1,13
MgO	-	5,38	0,84
MnO	-	1,38	0,05
K ₂ O	0,17	0,93	1,33
SO ₃	0,04	0,44	0,30
TiO ₂	0,06	0,43	-

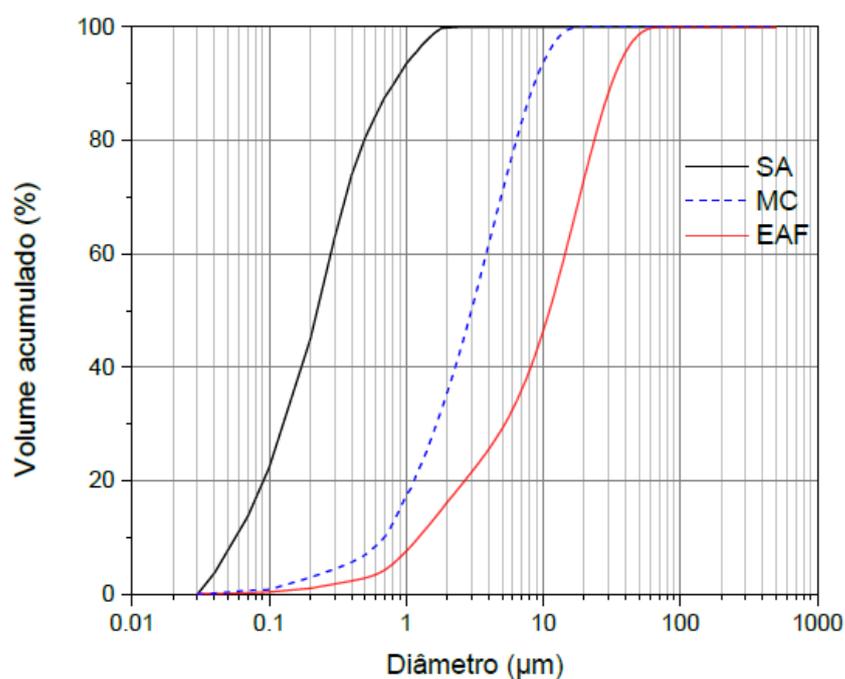


Figura 28 - Curva granulométrica da SA, do MC e da EAF.

A Tabela 12 apresenta os diâmetros D10, D50 e D90 dos mesmos materiais sólidos utilizados. Esses diâmetros correspondem aos tamanhos de partículas abaixo dos quais se encontram 10%, 50% e 90% da massa do material analisado.

Tabela 12 - Diâmetro dos materiais (D10, D50 e D90).

Diâmetro	Sílica ativa (μm)	Metacaulim (μm)	Escória de alto forno (μm)
D10	0,06	0,70	1,30
D50	0,24	3,00	11,00
D90	0,85	9,00	33,00

A análise da Figura 28 e Tabela 12 permite concluir que a sílica ativa e metacaulim são significativamente mais finos que a escória de alto forno. Esta diferença nos tamanhos de partícula afeta a trabalhabilidade das diversas argamassas produzidas. Assim sendo, para uma mesma trabalhabilidade, as argamassas produzidas com MC e SA necessitam da adição de uma maior quantidade de água devido ao menor tamanho das partículas (maior área superficial). Da mesma forma, como a EAF possui partículas de diâmetros maiores em relação ao MC e à SA, a presença do primeiro material (EAF) demanda uma menor quantidade de água para a produção das argamassas. Cabe lembrar que a trabalhabilidade das argamassas se alterou no processo de confecção deste trabalho, ou seja, não houve fixação da consistência. No entanto, a fixação da relação molar $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ em 11,0 garantiu que a quantidade de água total nas argamassas fosse sempre a mesma.

A curva da distribuição granulométrica da areia é mostrada na Figura 29. Os diâmetros D10, D50 e D90 da areia são: 0,14 mm, 0,34 mm e 0,90 mm, respectivamente.

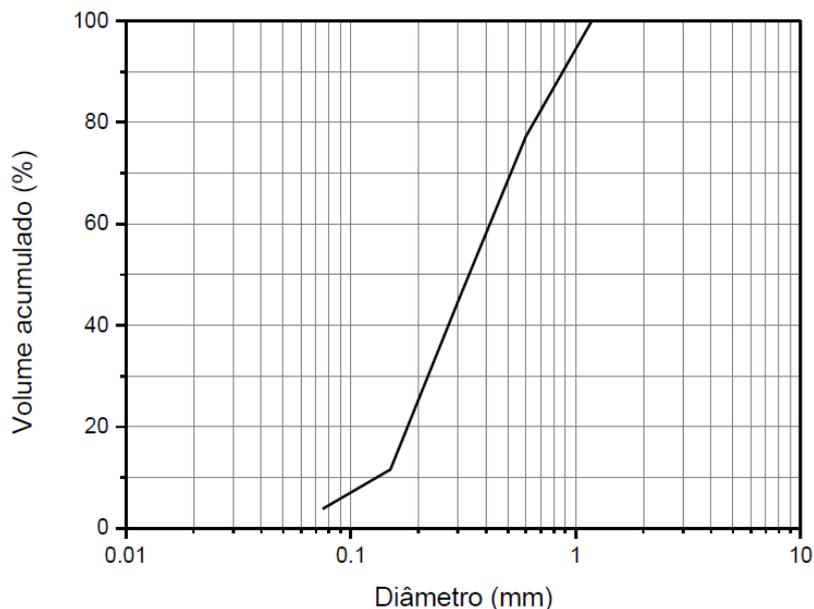


Figura 29 - Curva granulométrica da areia passante na peneira 1,18 mm.

A Figura 30 apresenta os resultados para a difração de raios X para o MC, EAF e SA. Pode-se perceber pela Figura 30a que a sílica ativa é um material predominantemente amorfo. As Figuras 30b e 30c, respectivamente para MC e EAF, indicam que estes dois materiais são aluminossilicatos na sua maioria amorfo. O MC contém picos de quartzo, moscovita, caulinita e illita, sendo alguns devido a impurezas e outros devido à transformação incompleta da caulinita em metacaulinita durante a calcinação. A EAF apresenta picos cristalinos para o mineral gehlenita, que é normalmente encontrado em escórias de ferro-gusa e também akermanita.

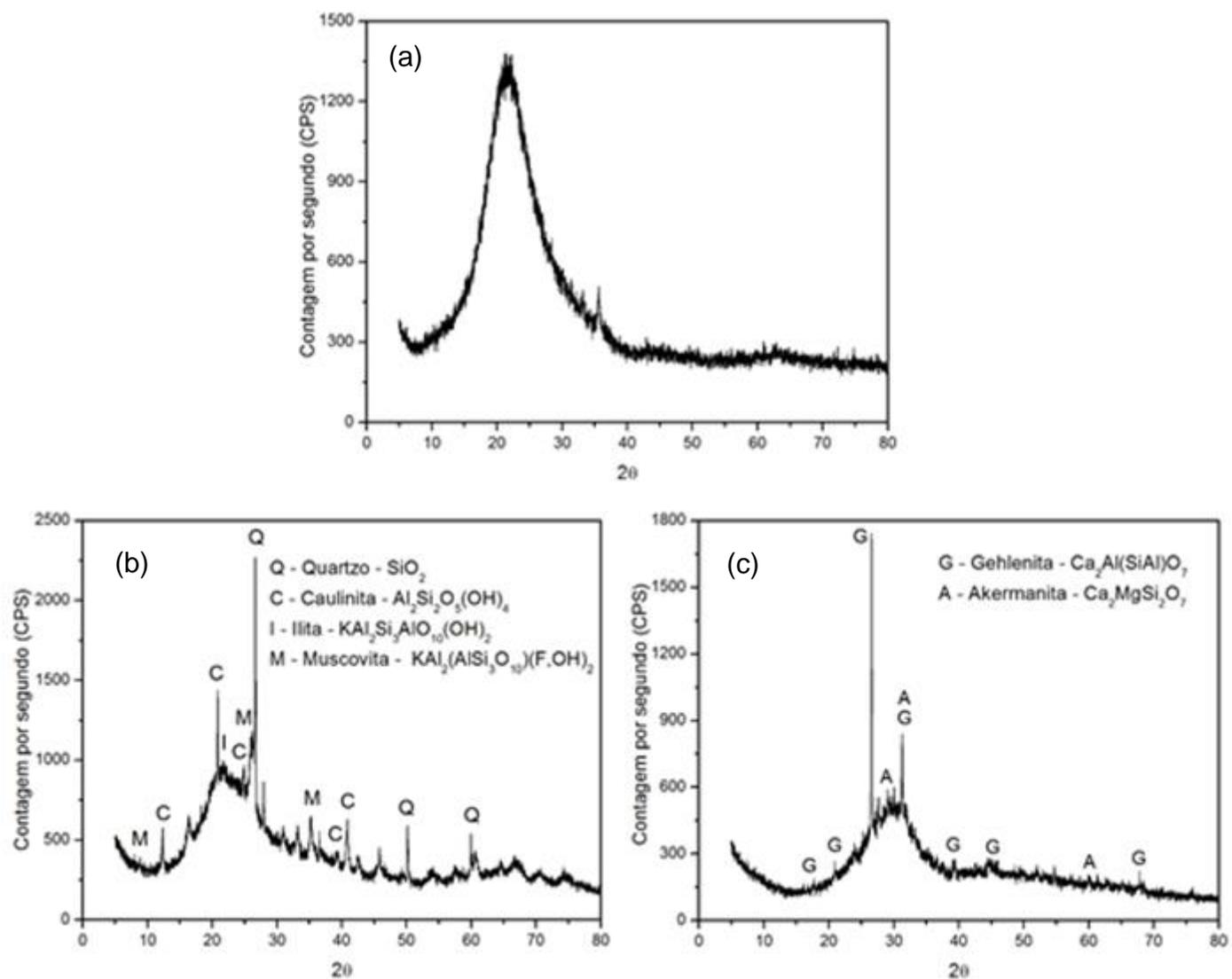


Figura 30 - Difração de raios X de: (a) sílica ativa; (b) metacaulim e (c) escória de alto forno.

4.2 PROPRIEDADES FÍSICAS, MECÂNICAS E DE DURABILIDADE DAS ARGAMASSAS

4.2.1 Picnometria a gás hélio

A Tabela 13 apresenta os valores médios e desvios-padrão para a densidade das quatro argamassas. Pode-se observar que a argamassa produzida com SA possui menor valor médio para a densidade ($1,17 \text{ g/cm}^3$), o que indica maior porosidade, ou seja, uma menor quantidade de matéria para um determinado volume em comparação a matriz de referência F3.0-100MC ($2,25 \text{ g/cm}^3$). As substituições parciais de MC por 20% e 40% em massa de EAF promoveram a densificação das argamassas ($2,27 \text{ g/cm}^3$ e $2,31 \text{ g/cm}^3$, respectivamente), o que será discutido nos próximos itens.

Tabela 13 - Valores médios e desvios-padrão para a densidade das argamassas.

Argamassa	Valor médio para a densidade (g/cm^3)	Desvio padrão (g/cm^3)
F3.0-100MC	2,25	0,04
F3.0-80MC20EAF	2,27	0,03
F3.9-80MC20SA	1,17	0,07
F3.9-60MC40EAF	2,31	0,01

Fonte: Autor.

4.2.2 Resistência à compressão a 28 dias

A Figura 31 mostra os resultados para a resistência à compressão das argamassas. Verifica-se um aumento significativo da resistência à compressão para as matrizes que contém EAF, independente da relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. De acordo com Yip *et al.*, 2005; Buchwald *et al.*, 2007; Buchwald *et al.*, 2009; Bernal *et al.*, 2011; Bernal *et al.*, 2012; Provis & Bernal, 2014; Bernal, 2015; Borges *et al.*, 2016; a substituição parcial de MC por EAF aumenta a resistência mecânica devido à formação adicional do gel de $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ (C-A-S-H) (sílico-aluminato de cálcio hidratado) em decorrência da presença de cálcio advinda da EAF, o qual preenche os espaços vazios na matriz alcali-ativada $\text{Na}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-(H}_2\text{O)}$ (N-A-S-(H)) (sílico-aluminato de sódio hidratado), densificando a matriz (TABELA 13) e reduzindo a porosidade e a permeabilidade, com conseqüente aumento da resistência mecânica.

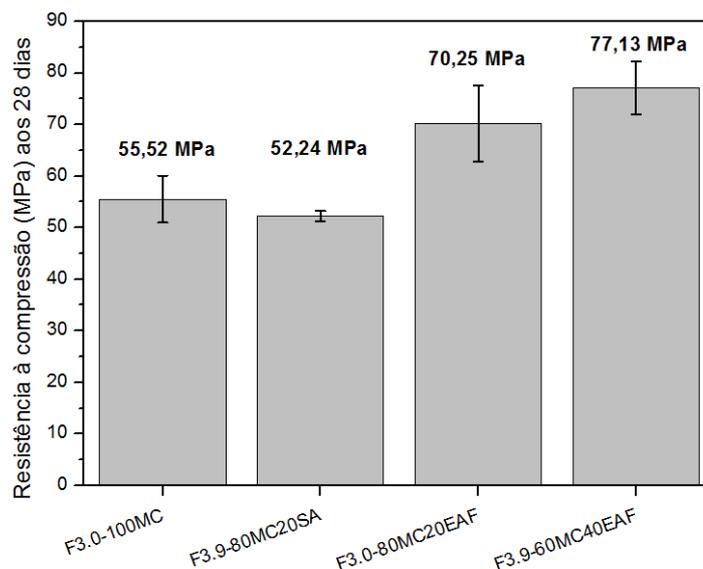


Figura 31 - Resistência à compressão aos 28 dias das argamassas com cura ambiente.

A sílica ativa pode atuar como *filler*, preenchendo os espaços vazios, reduzindo a porosidade e também servir de fonte de SiO_2 na composição da matriz. Neste último caso, era de se esperar que a argamassa F3.9-80MC20SA apresentasse maior resistência mecânica que a argamassa F3.0-100MC, haja visto que um aumento da relação sílica / alumina tende a aumentar a resistência mecânica, conforme observado por Wan *et al.* (2017) ao estudar a influência da sílica ativa na relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ na produção de MAA. Verifica-se, no entanto, que a substituição parcial de MC por SA reduziu a média da resistência à compressão em relação à argamassa F3.0-100MC (média de 55,52 MPa para F3.0-100MC contra 52,24 MPa para F3.9-80MC20SA).

Da mesma forma, comparando as duas argamassas com $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ igual a 3,9, é possível verificar que aquela que contem SA possui resistência à compressão bastante inferior (média de 52,24 MPa para F3.9-80MC20SA contra 77,13 MPa para F3.9-60MC40EAF). De fato, percebe-se uma dispersão incompleta da SA durante a mistura dos materiais, com consequente formação de pequenos aglomerados desse material que podem ser os responsáveis pelo aumento da porosidade e diminuição da resistência mecânica à compressão (FIGURA 32).

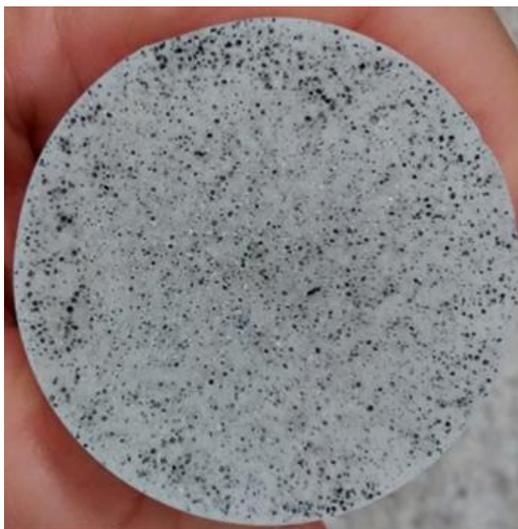


Figura 32 - Visão superior do corpo de prova apresentando a estrutura porosa e pequenos aglomerados de SA na matriz N-A-S-(H).

O método de mistura adotado para todos MAA parece não ser adequado para a produção da argamassa F3.9-80MC20SA, uma vez que há a formação de aglomerados de SA. Verifica-se, ainda, que pesquisas demonstram a contribuição da utilização de sílica ativa para a melhoria das propriedades mecânicas, físicas e de durabilidade de argamassas (OKOYE *et al.*, 2016; WAN *et al.*, 2017). Talvez, um meio alternativo de se melhorar a dispersão da sílica ativa, consistiria em adicioná-la à solução alcalina (NaOH) sob agitação magnética por um período de 24 horas (BERNAL *et al.*; MINELLI *et al.*, 2016). Entretanto, esse método possui aspectos a serem considerados: (i) economicamente inviável por exigir equipamentos específicos para a mistura para ser reproduzido industrialmente; (ii) a solução em suspensão produzida deve ser usada rapidamente para evitar a deposição das partículas sólidas no fundo recipiente e (iii) a taxa de evaporação do solvente deve ser controlada. Ainda, há outro aspecto a ser considerado: levando em consideração que as partículas de SA e de MC são mais finas que as de EAF e a fixação da relação H_2O/Na_2O (igual a 11) para todas as argamassas, observou-se que a argamassa produzida por meio da mistura de SA e MC apresentou menor fluidez e trabalhabilidade, o que dificulta a dispersão da SA. Da mesma forma, durante o processo de mistura dessa argamassa, a incorporação de ar pode ter sido maior em relação às demais.

4.2.3 Absorção de água por capilaridade e permeabilidade

A Figura 33a mostra a curva de absorção de água das quatro argamassas e a Figura 33b mostra as mesmas curvas de absorção em função da raiz quadrada do tempo em horas, para cálculo do coeficiente de capilaridade (c).

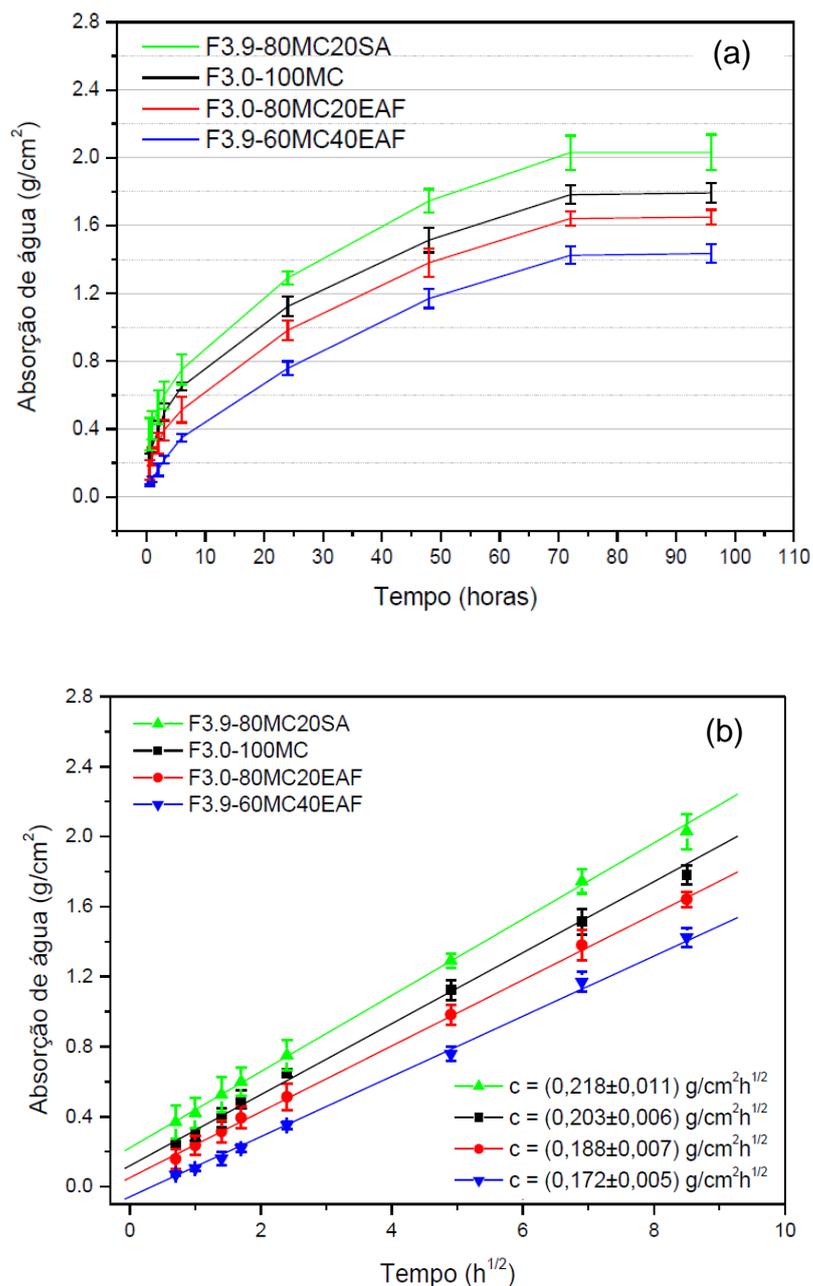


Figura 33 - (a) curva de absorção de água *versus* tempo e (b) curva de absorção de água *versus* a raiz quadrada do tempo.

Verifica-se que absorções significativas de água pelas argamassas ocorrem em até 72 horas após a exposição, não sendo observados ganhos expressivos

após esse período (FIGURA 33a). A análise da Figura 33b, permite concluir que a argamassa F3.9-80MC20SA apresenta maior coeficiente de capilaridade ($0,218 \text{ g/cm}^2 \cdot \text{h}^{1/2}$), o que implica em uma absorção de água superior às demais argamassas. Assim, a argamassa produzida por meio da substituição parcial de MC por SA (F3.9-80MC20SA) proporcionou o aumento de absorção de água por capilaridade em relação à argamassa de referência F3.0-100MC ($0,203 \text{ g/cm}^2 \cdot \text{h}^{1/2}$). Conforme dito no item anterior (4.2.2), esse fato pode ser atribuído à dispersão incompleta de SA na argamassa, produzindo grumos (aglomerados) que contribuem para o aumento da porosidade e absorção de água.

Verifica-se uma redução na absorção de água por capilaridade para as argamassas obtidas por meio da substituição parcial de MC por 20% e 40% de EAF ($0,188 \text{ g/cm}^2 \cdot \text{h}^{1/2}$ e $0,172 \text{ g/cm}^2 \cdot \text{h}^{1/2}$, respectivamente) (FIGURA 33b), em relação à matriz de referência formada por MC ($0,203 \text{ g/cm}^2 \cdot \text{h}^{1/2}$) (FIGURA 33b). Em outras palavras, a substituição parcial de MC por EAF permite a produção de argamassas com menores coeficientes de capilaridade. Estes resultados estão de acordo com aqueles de densidade (item 4.2.1) e resistência à compressão (4.2.2) no que diz respeito à formação adicional do gel de $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ (C-A-S-H) em decorrência da presença de cálcio proveniente da EAF (YIP *et al.*, 2005; BORGES *et al.*, 2016).

A Tabela 14 apresenta os valores médios e desvios-padrão para a permeabilidade ao gás oxigênio para as quatro argamassas. Os resultados estão em concordância com os resultados de densidade, absorção de água por capilaridade e também para a resistência mecânica à compressão. De fato, argamassa com maior coeficiente de permeabilidade k ($10,68 \times 10^{-20} \text{ m}^2$) é aquela contendo SA (F3.9-80MC20SA). Além disso, a substituição parcial de MC por 20% e 40% de EAF produziu argamassas com menores coeficientes de permeabilidade ($6,01 \times 10^{-20} \text{ m}^2$ e $3,86 \times 10^{-20} \text{ m}^2$, respectivamente). Verifica-se, portanto, que a aglomeração da SA contribuiu para a conectividade dos poros, aumentando assim a permeabilidade, enquanto que a EAF produz o efeito contrário.

Tabela 14 - Valores médios e desvios-padrão para os coeficientes de permeabilidade.

Argamassa	Valor médio para o coeficiente de permeabilidade k (10^{-20} m^2)	Desvio padrão (10^{-20} m^2)
F3.0-100MC	7,10	0,98
F3.0-80MC20EAF	6,01	0,09
F3.9-80MC20SA	10,68	0,18
F3.9-60MC40EAF	3,86	0,18

Fonte: Autor.

Os resultados encontrados neste trabalho estão em conformidade com as pesquisas realizadas por Bernal *et al.* (2012) e Bernal (2015). Os pesquisadores avaliaram a influência da relação molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e da relação em massa de $\text{EAF}/(\text{EAF}+\text{MC})$ nas propriedades mecânicas, físicas e de durabilidade de MAA. Esses pesquisadores constataram que o aumento na relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, por meio da mistura metacaulim e de escória de alto forno para a produção de argamassas álcali-ativadas, contribui para a redução da porosidade e da absorção de água por capilaridade, além de aumentar a resistência mecânica à compressão. Os autores atribuem essas melhorias à coexistência dos géis N-A-S-H e C-A-S-H. Ainda, ressalta-se que as relações $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (3,6; 4,0 e 4,4) utilizadas pelos pesquisadores são superiores às utilizadas neste trabalho (3,0 e 3,9) o que impede uma comparação direta com os valores encontrados. Entretanto, observa-se a mesma contribuição nas propriedades das argamassas produzidas neste trabalho devido à utilização dos sistemas formados por MC e EAF.

A FIGURA 34 apresenta a correlação entre o coeficiente de capilaridade (c), o coeficiente de permeabilidade ao gás oxigênio (k) e a resistência mecânica à compressão para as quatro argamassas álcali-ativadas. Pode-se observar, finalmente, que a substituição parcial de MC por SA não parece vantajosa, haja visto que reduz a resistência mecânica e afeta negativamente as propriedades ligadas à durabilidade (neste caso, absorção por capilaridade e permeabilidade). Em contrapartida, nota-se a melhoria crescente das propriedades das argamassas produzidas com 20% e 40% de EAF.

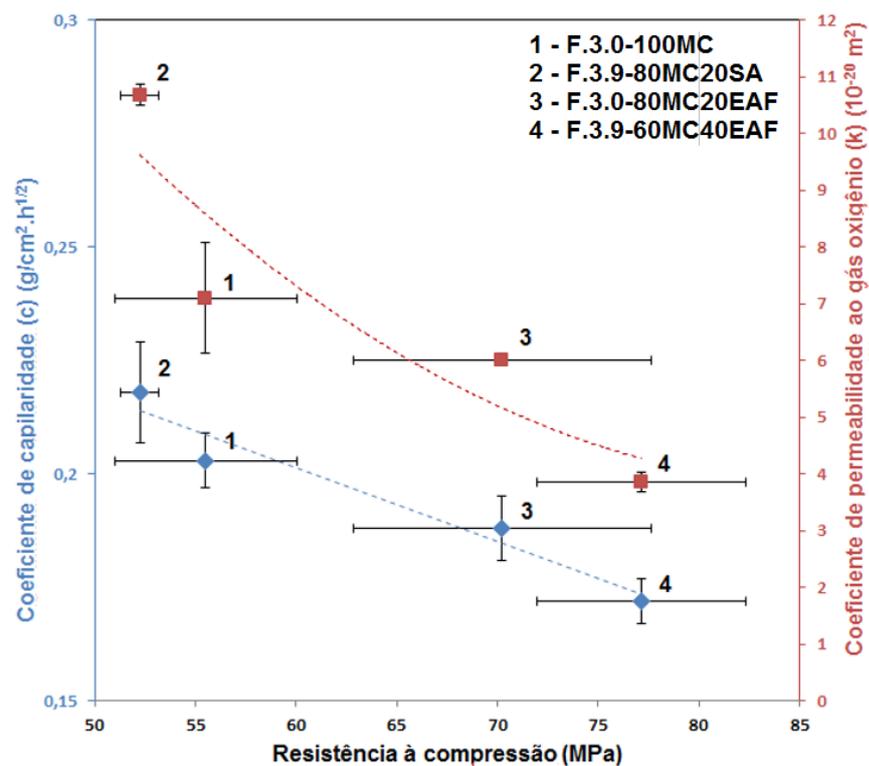


Figura 34 - Correlação entre as propriedades físicas e mecânicas das argamassas álcali-ativadas.

Soma-se a isto o fato da EAF melhorar a trabalhabilidade das argamassas e demandar menos silicato de sódio na confecção das mesmas, o que consequentemente também contribui para a redução do impacto ambiental (emissão de CO₂ associado à produção do silicato de sódio) e custo de produção das argamassas (o que vai além do escopo deste trabalho) (GARTNER, 2004; DUXSON *et al.*, 2007; KOMNITSAS, 2011; BIGNOZZI, 2011; PACHECO-TORGAL *et al.*, 2016).

4.3 DURABILIDADE DAS MATRIZES A SULFATO DE MAGNÉSIO

A Figura 35 mostra um corpo de prova para cada uma das quatro argamassas expostas à solução de sulfato de magnésio ($MgSO_4$) (5% em massa) após o período de 180 dias. Observa-se, visualmente, que não houve a formação de materiais sólidos sobre a superfície dos corpos de prova produzidos apenas por metacaulim (F3.0-100MC) (FIGURA 35a). Para as demais argamassas, houve a formação de um material sólido de coloração branca, sendo que a quantidade produzida obedeceu a seguinte ordem crescente: F3.0-80MC20EAF (FIGURA 35c), F3.9-60MC40EAF (FIGURA 35d) e F3.9-80MC20SA (FIGURA 35b).

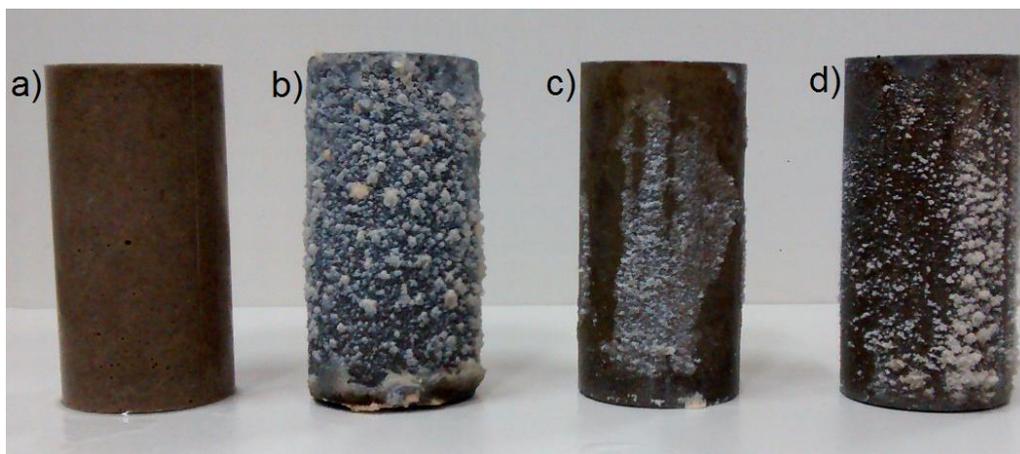


Figura 35 - (a) corpo de prova F3.0-100MC, (b) corpo de prova F3.9-80MC20SA, (c) corpo de prova F3.0-80MC20EAF e (d) corpo de prova F3.9-60MC40EAF.

A Figura 36 mostra a variação no pH das soluções de $MgSO_4$ durante os 180 dias de exposição. Verifica-se que as variações significativas no pH das soluções contendo as quatro argamassas ocorreram durante os primeiros 30 dias (FIGURA 36).

Observa-se que após 30 dias de exposição, as soluções contendo F3.0-100MC, F3.9-80MC20SA, F3.0-80MC20EAF e F3.9-60MC40EAF apresentaram, respectivamente, os seguintes aumentos no pH: 19,75%, 31,36%, 21,79% e 31,29%. Não se observaram aumentos significativos do pH das soluções após esse período de 30 dias, exceto para a solução contendo

F3.0-80MC20EAF, para a qual se observa um pequeno aumento (4,98%) aos 90 dias de exposição.

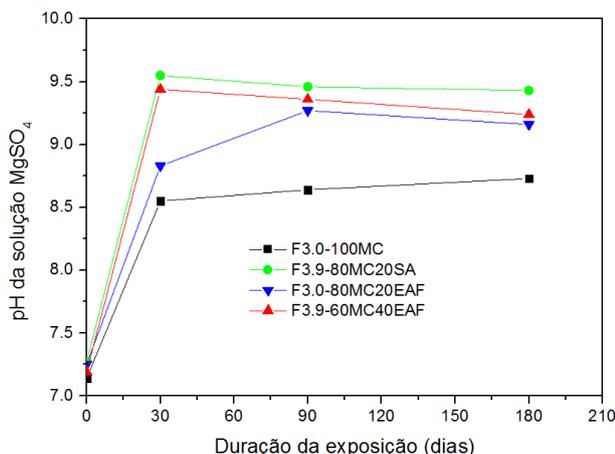


Figura 36 - Curva de variação do pH das soluções de $MgSO_4$

De acordo com pesquisas realizadas por Bakharev (2005) e Thokchom *et al.* (2010), os aumentos observados nos valores de pH das soluções de $MgSO_4$ utilizadas durante os ensaios de durabilidade de materiais álcali-ativados podem ser atribuídos à migração de álcalis (Na^+ e K^+) constituintes das argamassas para as soluções, sendo mais acentuada nas primeiras semanas e diminuindo após 30 dias de exposição a sulfatos. Esta tendência observada pelos autores é semelhante à indicada pela Figura 36.

A Tabela 15 apresenta os valores para as relações molares SiO_2/Al_2O_3 e as porcentagens em massa de Na_2O (óxido de sódio) utilizadas na produção das argamassas. Comparando as argamassas F3.0-100MC e F3.9-80MC20SA, é possível perceber que o aumento na relação SiO_2/Al_2O_3 leva a um aumento na quantidade de Na_2O . O mesmo fato ocorre ao se comparar as argamassas F3.0-80MC20EAF e F3.9-60MC40EAF.

Tabela 15 - Relação molar sílica / alumina e porcentagem em massa de Na_2O para as argamassas álcali-ativadas.

Argamassa	SiO_2/Al_2O_3	Na_2O (% em massa)
F3.0-100MC	3,0	6,36
F3.9-80MC20SA	3,9	6,63
F3.0-80MC20EAF	3,0	5,86
F3.9-60MC40EAF	3,9	6,08

Fonte: Autor.

A Figura 37 apresenta os resultados para a difração de raios X para os materiais formados na superfície dos corpos de prova das argamassas F3.9-80MC20SA, F3.0-80MC20EAF e F3.9-60MC40EAF. Verifica-se, para a argamassa F3.9-80MC20SA (FIGURA 37a), a existência de picos correspondentes à formação de carbonato de sódio (Na_2CO_3) devido às interações dos íons Na^+ com o gás carbônico (CO_2) dissolvido na água e também a formação de sulfato de sódio (Na_2SO_4) em decorrência da interação do cátion Na^+ com os ânions sulfato (SO_4^{2-}). Observa-se, também, as formações dos sólidos de silicato de sódio (Na_2SiO_3) e óxido de silício (SiO_2) que podem ser atribuídos ao acúmulo de silicato de sódio nos poros dessa argamassa e que se solidificou em Na_2SiO_3 , além de se decompor, ao longo da exposição, em SiO_2 . A presença de sulfato de magnésio (MgSO_4) deve-se à saturação da solução por íons que migraram da argamassa, contribuindo para a formação de MgSO_4 .

As Figuras 37b e 37c correspondem, respectivamente, às argamassas F3.0-80MC20EAF e F3.9-60MC40EAF. Nota-se, também, para ambas as argamassas, a formação de carbonato de sódio (Na_2CO_3) sulfato de sódio (Na_2SO_4) pelas mesmas razões apresentadas para a argamassa F3.9-80MC20SA. Observa-se, ainda, picos característicos correspondentes à formação de gipsita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) e também de etringita ($6\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$) em decorrência do ataque químico provocado pelos íons sulfatos da solução sobre o cálcio da argamassa álcali-ativada (C-A-S-H).

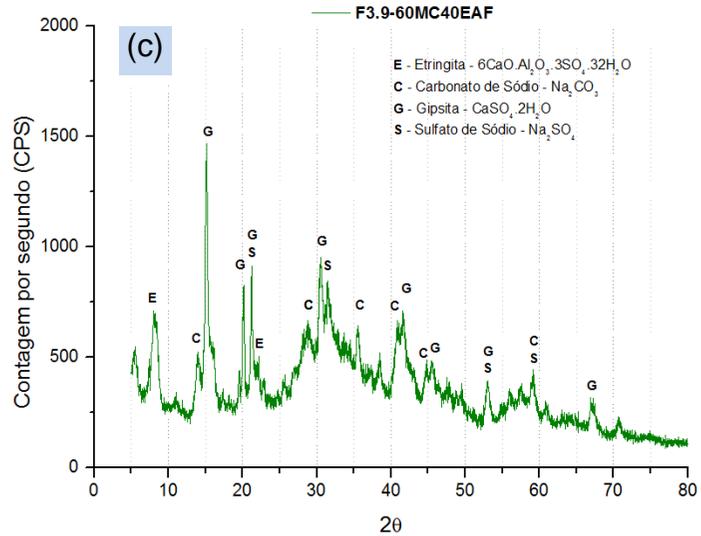
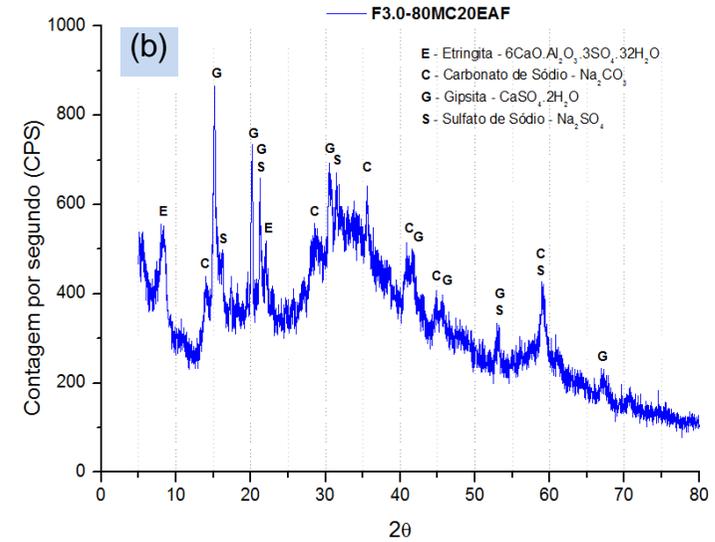
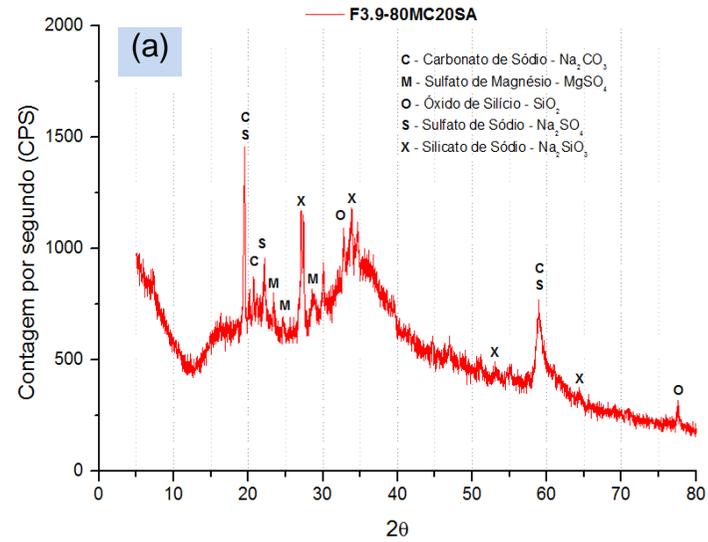


Figura 37 - Difração de raios X dos sólidos formados na superfície das argamassas: (a) F3.9-80MC20SA, (b) F3.0-80MCEAF e (c) F3.9-60MCEAF.

A Figura 38 mostra a variação percentual das dimensões (comprimento e diâmetro) dos corpos de prova cilíndricos das argamassas álcali-ativadas expostos à solução de sulfato de magnésio pelos períodos de 30, 90 e 180 dias.

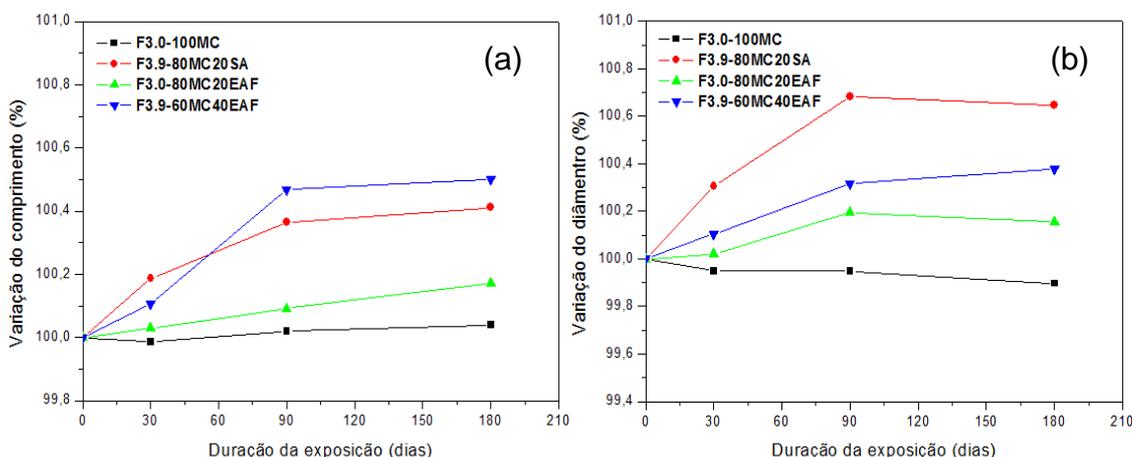


Figura 38 - (a) variação percentual do comprimento e (b) variação percentual do diâmetro.

Observa-se que para a argamassa F3.0-100MC, constituída apenas por metacaulim, os corpos de prova não apresentaram alterações nas dimensões (comprimento e diâmetro).

Para os corpos de prova cilíndricos produzidos com a argamassa F3.9-80MC20SA, constata-se aumentos tanto no comprimento (FIGURA 38a) quanto no diâmetro (FIGURA 38b) que podem ser atribuídos ao acúmulo de silicato de sódio nos poros da argamassa que se solidificou em Na_2SiO_3 , bem como a formação de SiO_2 devido à decomposição desse silicato. Além disso, constata-se que essas variações observadas nas dimensões provocaram o surgimento de microfissuras verticais e horizontais (FIGURA 39).

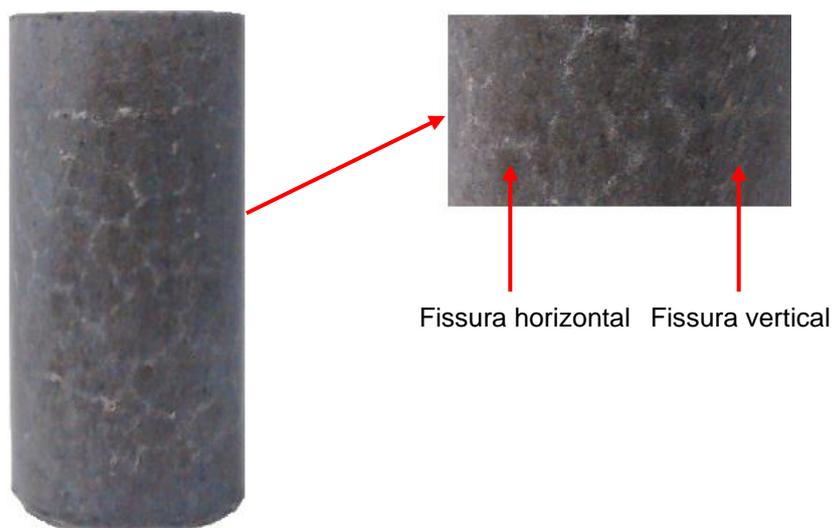


Figura 39 - Corpo de prova F3.9-80MC20SA com microfissuras após 180 dias de exposição.

Para as argamassas produzidas com escória de alto forno, verifica-se que para a argamassa F3.0-80MC20EAF, menor quantidade de EAF, apresentou menores alterações nas dimensões dos corpos de prova em comparação à argamassa com maior quantidade de EAF (F3.9-60MC40EAF) (FIGURA 38). Para as argamassas produzidas com EAF, esses aumentos no diâmetro e no comprimento podem ser atribuídos à formação de etringita, constatada por difração de raios X (FIGURAS 37b e 37c), ocasionando o surgimento de microfissuras verticais e horizontais, principalmente na argamassa com maior quantidade de EAF (FIGURA 40).

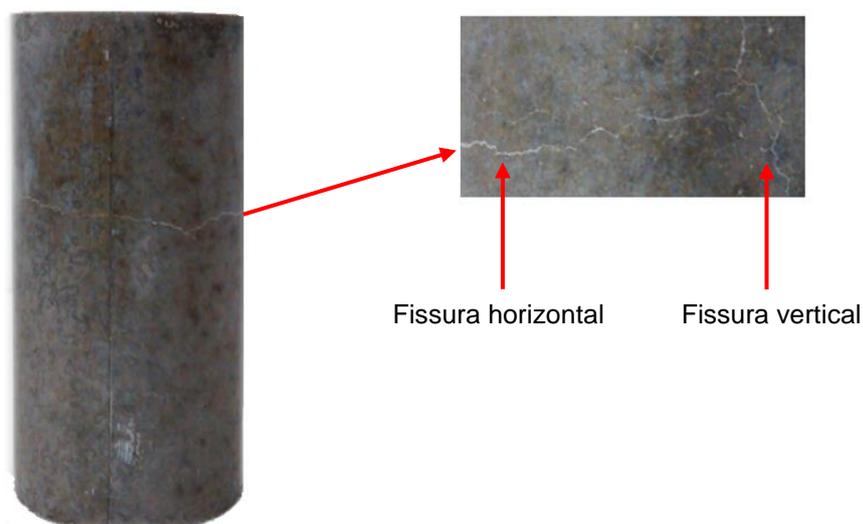


Figura 40 - Corpo de prova F3.9-60MC40EAF com microfissuras após 180 dias de exposição.

A Figura 41 mostra a variação da resistência à compressão residual com o tempo para as argamassas álcali-ativadas em soluções de sulfato de magnésio a 5% em massa e a Tabela 16 apresenta as alterações (aumentos e reduções) em percentual para a resistência residual à compressão das argamassas após os períodos de exposição de 30, 90 e 180 dias.

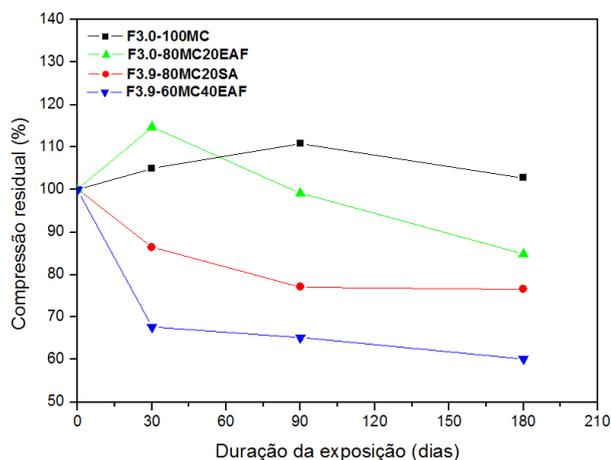


Figura 41 - Resistência residual à compressão.

Tabela 16 - Resistência residual à compressão das argamassas após os períodos de exposição de 30, 90 e 180 dias.

Argamassa	Período de exposição		
	30 dias (%)	90 dias (%)	180 dias (%)
F3.0-100MC	+ 5,02	+ 5,57	- 7,27
F3.9-80MC20SA	- 13,50	- 10,84	- 0,76
F3.0-80MC20EAF	+ 14,76	- 13,56	- 14,89
F3.9-60MC40EAF	- 32,29	- 3,70	- 7,75

Para F3.0-100MC, os aumentos verificados podem ser atribuídos às reações de polimerização que continuaram ocorrendo e também à estabilidade das ligações químicas de MAA obtidos pela ativação alcalina de fontes de sílica e alumina sem a presença de cálcio, também chamados de geopolímeros (DAVIDOVITS, 1988). Para F3.9-80MC20SA, as reduções sucessivas devem-se ao surgimento de microfissuras (FIGURA 39).

Já para F3.0-80MC20EAF, verifica-se que aumento observado pode-se relacionado, também, às reações de polimerização que continuaram ocorrendo, formando N-A-S-H e C-A-S-H, sendo que as reduções podem ser relacionadas à perda de alcalinidade e à formação de etringita. Da mesma forma, para a formulação contendo maior quantidade de EAF (F3.9-60MC40EAF), as reduções podem estar relacionadas à formação mais acentuada de etringita e de gipsita; além da migração de uma maior quantidade de álcalis durante os 30 dias de exposição. Verifica-se que a formulação F3.0-100MC mostrou-se resistente ao ataque por sulfatos, enquanto que a formulação contendo 40% EAF pode ser desvantajosa em aplicações onde a presença de sulfatos é constatada.

4.4 COMPORTAMENTO MECÂNICO DOS COMPÓSITOS À FLEXÃO

A Figura 42 mostra as curvas de tensão (MPa) *versus* deflexão (mm) para os compósitos produzidos com as quatro argamassas álcali-ativadas reforçados com fibras de juta sem tratamento e a formação e a distribuição de fissuras, após os ensaios de flexão em três pontos.

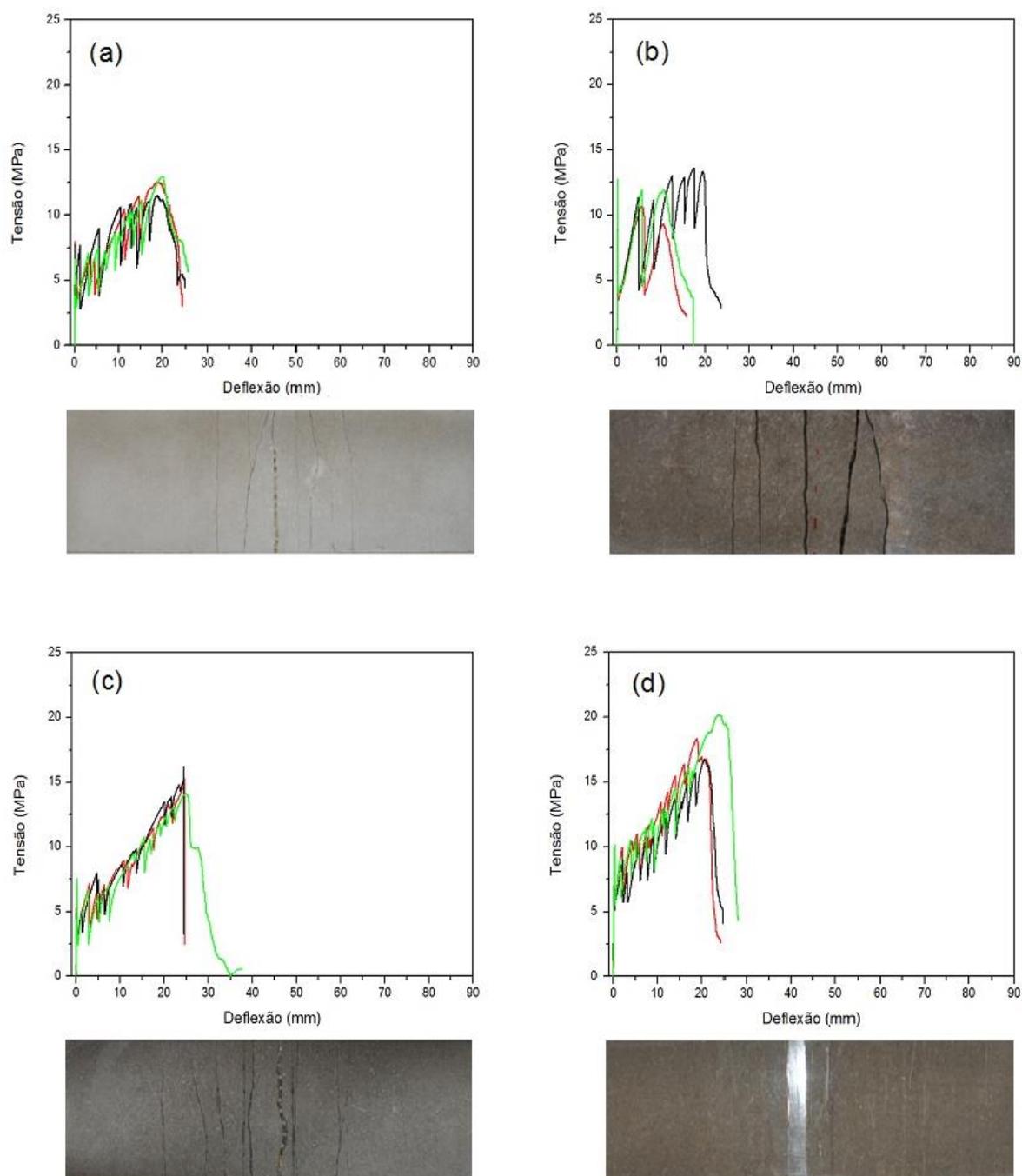


Figura 42 - Curvas tensão versus deflexão e corpos de prova fissurados para os compósitos (a) F3.0-100MC-FJ; (b) F3.0-80MC20EAF-FJ; (c) F3.9-80MC20SA-FJ e (d) F3.9-60MC40EAF-FJ.

A Figura 43 mostram as curvas de tensão (MPa) *versus* deflexão (mm) para os compósitos produzidos com as quatro argamassas álcali-ativadas reforçados com fibras de juta tratadas e a formação e a distribuição de fissuras, após os ensaios de flexão em três pontos.

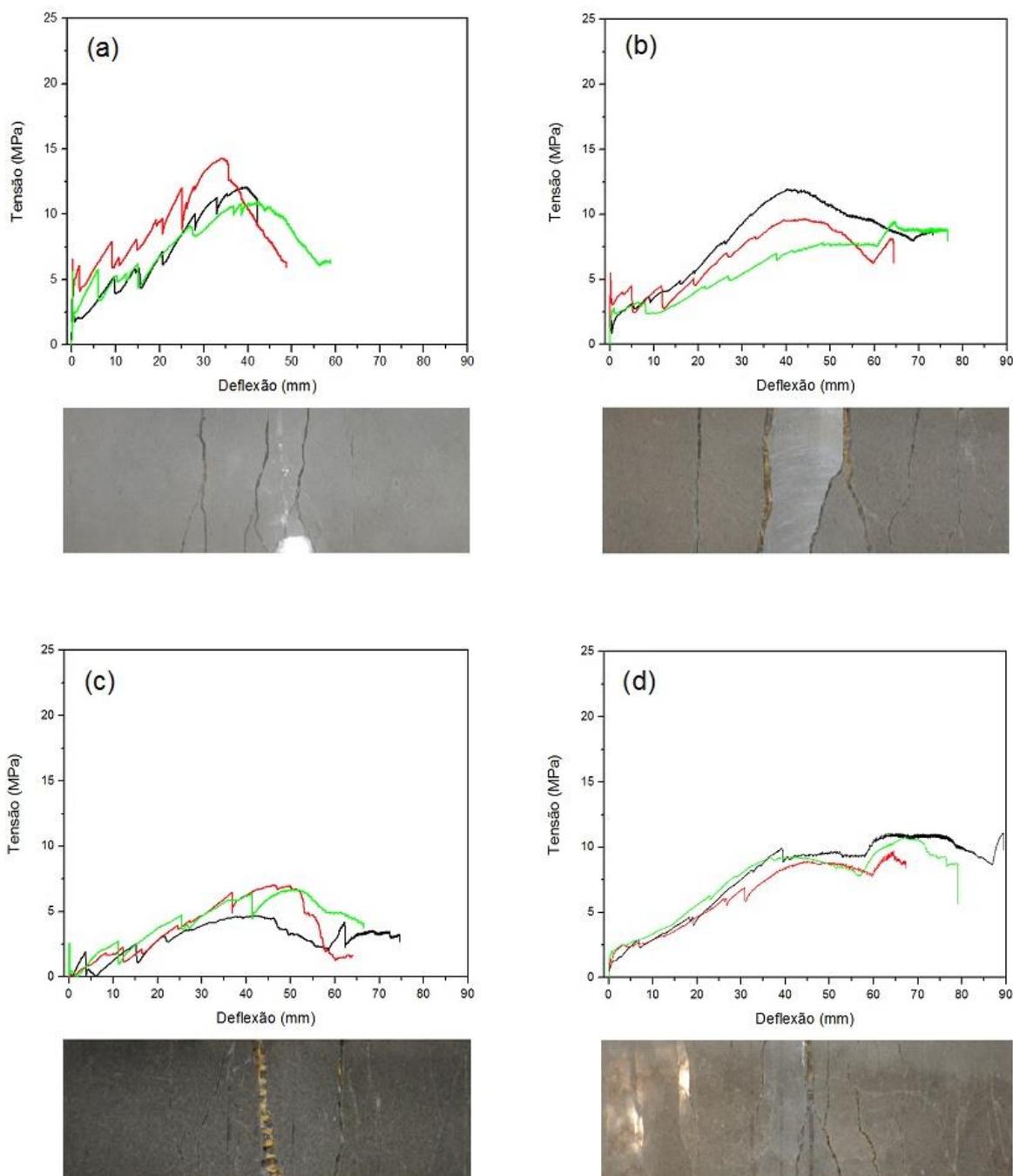


Figura 43 - Curvas tensão versus deflexão e corpos de prova fissurados para os compósitos (a) F3.0-100MC-FJT; (b) F3.0-80MC20EAF-FJT; (c) F3.9-80MC20SA-FJT e (d) F3.9-60MC40EAF-FJT.

A Tabela 17 apresenta os valores médios e desvios-padrão para a queda de tensão correspondente à primeira fissura ($\sigma_{1^{ef}}$), módulo de ruptura (MOR) e tenacidade para os compósitos apresentados nas FIGURAS 42 e 43.

Tabela 17 - Propriedades mecânicas dos compósitos obtidos por meio de ensaios de flexão em três pontos.

Argamassas e Compósitos	$\sigma_{1^{ef}}$ (MPa)	MOR (MPa)	Tenacidade (10^{-3} J)
Compósitos com fibras de juta não tratadas			
F3.0-100MC-FJ	7,49 ± 0,72	12,33 ± 0,61	6822 ± 129
F3.0-80MC20EAF-FJ	10,27 ± 2,08	11,54 ± 2,05	5666 ± 1975
F3.9-80MC20SA-FJ	6,83 ± 1,09	15,08 ± 1,07	8082 ± 549
F3.9-60MC40EAF-FJ	9,57 ± 0,56	18,36 ± 1,80	8730 ± 450
Compósitos com fibras de juta tratadas com SBR			
F3.0-100MC-FJT	5,04 ± 1,33	12,43 ± 1,71	13117 ± 2711
F3.0-80MC20EAF-FJT	3,52 ± 1,78	10,35 ± 1,42	15144 ± 1367
F3.9-80MC20SA-FJT	1,90 ± 0,65	6,15 ± 1,27	7953 ± 410
F3.9-60MC40EAF-FJT	2,05 ± 0,76	10,54 ± 0,72	16090 ± 3343

$\sigma_{1^{ef}}$ = tensão de primeira fissura corresponde à primeira queda de tensão observada experimentalmente durante os ensaios de flexão; MOR = módulo de ruptura

As Figuras 42 e 43 mostram que a adição de fibras de juta, sem ou com tratamento por estireno butadieno carboxilado (SBR), reduz o comportamento frágil de todas as argamassas, conferindo ductilidade aos compósitos (maior deflexão). Nota-se que todos os compósitos apresentaram comportamento do tipo *deflection-hardening* e múltipla fissuração.

Uma visão geral das curvas da Figura 43 (fibras tratadas com polímeros SBR) em comparação com as curvas da Figura 42 (fibras não tratadas) permite concluir que o polímero interfere drasticamente na aderência da interface existente entre a argamassa e as fibras tratadas (redução significativa da aderência). Acredita-se que o SBR utilizado para o tratamento das fibras possui baixa aderência química com a matriz além de aumentar o diâmetro dos cordões, fazendo com que uma menor quantidade de argamassa álcali-ativada seja utilizada entre as camadas de fibras, influenciando negativamente a tensão de primeira fissura e MOR.

Entre os compósitos com adição de fibras não tratadas (Figura 42), a substituição parcial em massa de MC por 20% de EAF (FIGURA 42b) parece não ser a mais favorável no que diz respeito ao desempenho mecânico à

flexão, haja visto que o compósito F3.0-80MC20EAF-FJ apresentou deflexão equivalente e MOR menor que o compósito F3.0-100MC-FJ. No entanto, o compósito produzido com 40% EAF (F3.9-60MC40EAF-FJ, FIGURA 42d) e, portanto, com maior relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (igual a 3,9), apresentou o maior valor médio para o MOR (18,36 MPa) e maior tenacidade (8730×10^{-3} J), correspondendo a um aumento aproximado de 49% no MOR e 54% na tenacidade, quando comparado com o compósito F3.0-100MC-FJ. Constata-se que o maior percentual de EAF utilizado melhora a trabalhabilidade das argamassas alcali-ativadas, provavelmente permitindo a melhor penetração da matriz no tecido, e otimizando o compósito no que diz respeito à aderência fibra-matriz e rigidez.

A comparação entre os compósitos F3.0-100MC-FJ ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3,0$) e F3.9-80MC20SA-FJ ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3,9$) (FIGURAS 42a e 42c), também permite concluir que o aumento na relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ promoveu um acréscimo no valor médio do MOR e tenacidade desse compósito (F3.9-80MC20SA-FJ); é provável que a SA dispersa na argamassa atue como *filler*, penetrando nas fibras de juta, contribuindo para melhorar ligeiramente a aderência na interface fibra-matriz.

Devido ao tratamento das fibras com SBR, o qual provocou uma baixa aderência química com as matrizes, não é possível concluir precisamente os efeitos da relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e da presença de cálcio nas matrizes sobre o desempenho mecânico dos compósitos.

A Tabela 18 apresenta os valores médios e desvios-padrão para a densidade linear de fissuras para os compósitos produzidos com de fibras de juta não tratadas e tratadas com SBR após serem submetidos aos ensaios de flexão em três pontos aos 28 dias de cura ambiente.

Tabela 18 - Densidade linear de fissuras para os compósitos produzidos com fibras de juta não tratadas e tratadas com SBR após os ensaios de flexão em três pontos.

Compósitos	D_f (fissuras/metro)
Referência - 28 dias de cura ambiente	
Compósitos com fibras de juta não tratadas	
F3.0-100MC-FJ	29,63 ± 3,70
F3.0-80MC20EAF-FJ	14,81 ± 6,42
F3.9-80MC20SA-FJ	39,51 ± 2,14
F3.9-60MC40EAF-FJ	51,85 ± 3,70
Compósitos com fibras de juta tratadas com SBR	
F3.0-100MC-FJT	17,28 ± 2,14
F3.0-80MC20EAF- FJT	24,69 ± 7,71
F3.9-80MC20SA- FJT	25,93 ± 7,41
F3.9-60MC40EAF- FJT	16,05 ± 5,66

D_f = densidade linear de fissuras por metro

Verifica-se que os compósitos produzidos com fibras não tratadas apresentaram maior densidade linear de fissuras do que aqueles com fibras tratadas com SBR, pois parece que aderência nas fibras não tratadas é maior do que as fibras tratadas com o polímero.

4.5 DURABILIDADE DOS COMPÓSITOS A CICLOS DE MOLHAGEM E SECAGEM

As Figuras 44 e 45 mostram, respectivamente, as curvas de tensão (MPa) *versus* deflexão (mm) e a formação e a distribuição de fissuras após ensaios de flexão em três pontos, para os compósitos F3.0-100MC-FJ e F3.0-100MC-FJT, após: (i) 28 dias de cura ambiente; (ii) 15 ciclos de molhagem e secagem (iii) 30 ciclos de molhagem e secagem.

Da mesma forma, as Figuras 46 e 47 mostram as curvas de tensão (MPa) *versus* deflexão (mm) e a distribuição de fissuras, respectivamente, para os compósitos F3.9-60MC40EAF-FJ e F3.9-60MC40EAF-FJT. Os demais compósitos (F3.0-80MC20EAF-FJ, F3.0-80MC20EAF-FJT, F3.9-80MC20SA-FJ e F3.9-80MC20SA-FJ) não foram submetidos a estes ensaios acelerados conforme exposto no item 3.3.2.

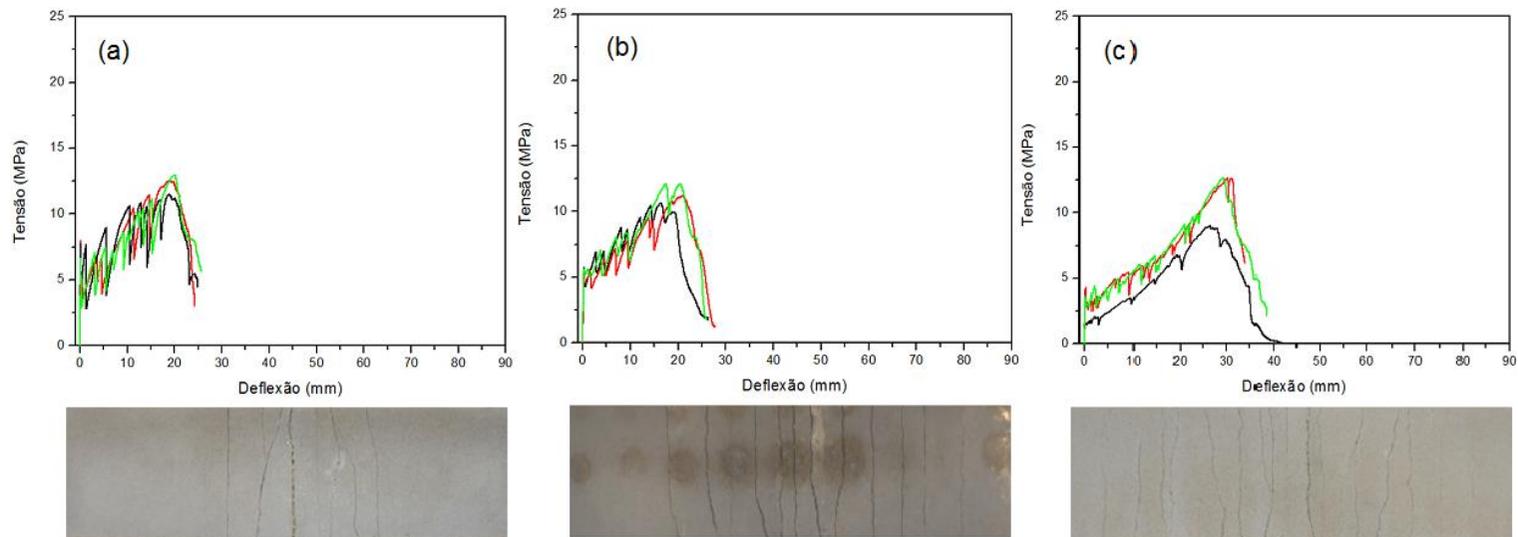


Figura 44 - Curvas para os compósitos F3.0-100MC-FJ e corpos de prova fissurados após ensaios de flexão: (a) 28 dias de cura ambiente, (b) 15 ciclos e (c) 30 ciclos.

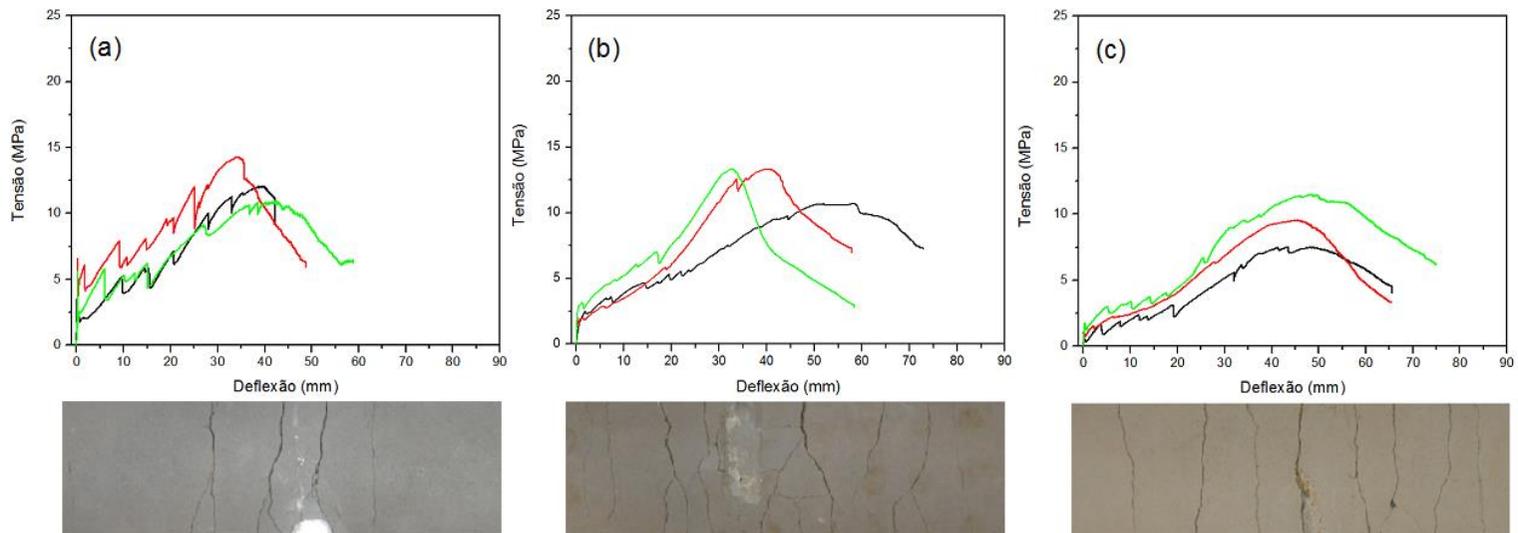


Figura 45 - Curvas para os compósitos F3.0-100MC-FJT e corpos de prova fissurados após ensaios de flexão: (a) 28 dias de cura ambiente, (b) 15 ciclos e (c) 30 ciclos.

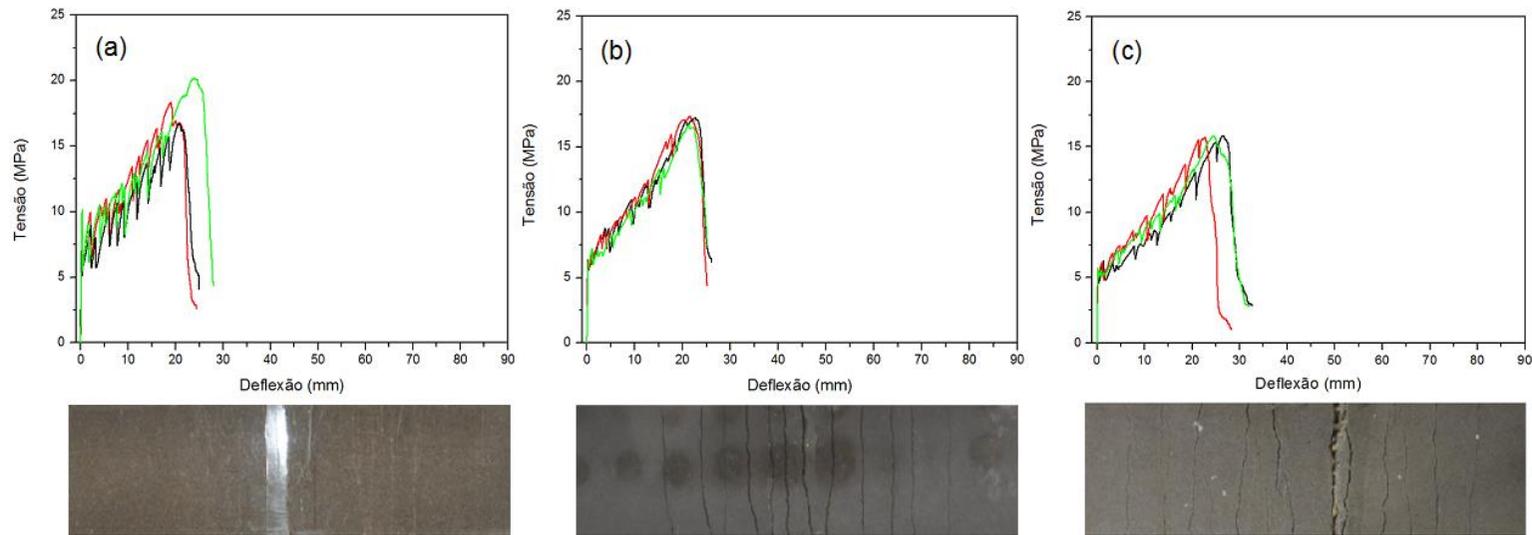


Figura 46 - Curvas para os compósitos F3.9-60MC40EAF-FJ e corpos de prova fissurados após ensaios de flexão: (a) 28 dias de cura ambiente, (b) 15 ciclos e (c) 30 ciclos.

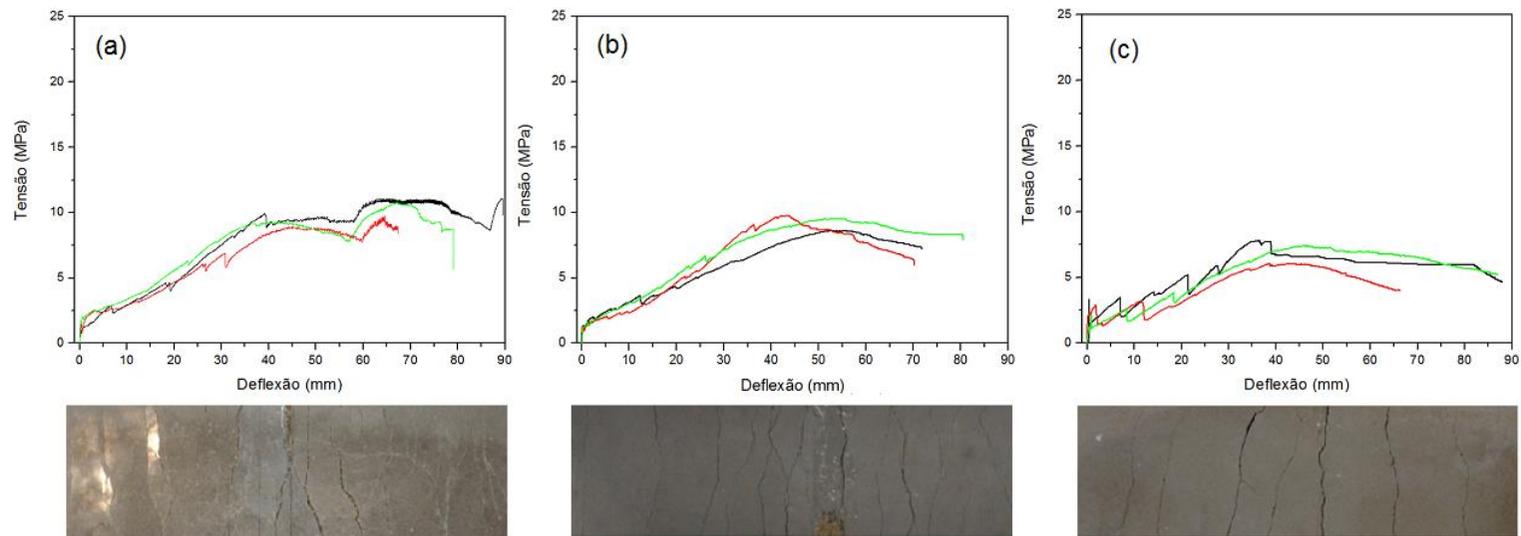


Figura 47 - Curvas para os compósitos F3.9-60MC40EAF-FJT e corpos de prova fissurados após ensaios de flexão: (a) 28 dias de cura ambiente, (b) 15 ciclos e (c) 30 ciclos.

A Tabela 19 apresenta os valores médios e desvios-padrão para a queda de tensão correspondente à primeira fissura (σ_{1ef}), módulo de ruptura e tenacidade para os compósitos antes e após 15 e 30 ciclos de ensaio acelerado.

Tabela 19 - Propriedades mecânicas dos compósitos após ensaios de flexão em três pontos.

Compósitos	σ_{1ef} (MPa)	MOR (MPa)	Tenacidade (10^{-3} J)
Referência - 28 dias de cura ambiente			
F3.0-100MC-FJ	7,49 ± 0,72	12,33 ± 0,61	6822 ± 129
F3.9-60MC40EAF-FJ	9,57 ± 0,56	18,36 ± 1,80	8730 ± 450
F3.0-100MC-FJT	5,04 ± 1,33	12,43 ± 1,71	13117 ± 2711
F3.9-60MC40EAF- FJT	2,05 ± 0,76	10,54 ± 0,72	16090 ± 3343
15 ciclos de molhagem e secagem			
F3.0-100MC-FJ	5,64 ± 0,11	11,33 ± 0,75	5803 ± 435
F3.9-60MC40EAF-FJ	6,30 ± 0,06	17,10 ± 0,36	8507 ± 158
F3.0-100MC-FJT	2,56 ± 0,60	12,45 ± 1,55	12516 ± 969
F3.9-60MC40EAF- FJT	1,32 ± 0,05	9,28 ± 0,60	13830 ± 2103
30 ciclos de molhagem e secagem			
F3.0-100MC-FJ	4,13 ± 0,49	11,43 ± 2,11	6828 ± 1199
F3.9-60MC40EAF-FJ	5,55 ± 0,16	15,81 ± 0,7	8374 ± 766
F3.0-100MC-FJT	1,49 ± 0,29	9,51 ± 1,99	12126 ± 4181
F3.9-60MC40EAF- FJT	2,24 ± 1,05	7,10 ± 0,94	14750 ± 694

σ_{1ef} = tensão de primeira fissura corresponde à primeira queda de tensão observada experimentalmente durante os ensaios de flexão; MOR = módulo de ruptura.

As informações da Tabela 19 mostram reduções nos valores médios das tensões de primeira fissura e nos módulos de ruptura dos compósitos submetidos os ciclos de molhagem e secagem em relação àqueles ensaiados aos 28 dias de cura, sendo que as variações percentuais se encontram na Tabela 20.

Tabela 20 - Reduções percentuais no valor médio do MOR após os ensaios de durabilidade em relação aos compósitos ensaiados aos 28 dias de cura ambiente.

Compósitos	Reduções na σ_{1ef} em %		Reduções no MOR em %	
	Após 15 ciclos	Após 30 ciclos	Após 15 ciclos	Após 30 ciclos
F3.0-100MC-FJ	- 24,7	- 44,8	- 8,1	- 7,3
F3.9-60MC40EAF-FJ	- 34,1	- 42,0	- 6,8	- 13,9
F3.0-100MC-FJT	- 49,2	- 70,4	+ 0,2	- 23,5
F3.9-60MC40EAF- FJT	- 35,6	+ 9,3	- 11,9	- 32,6

Podem-se atribuir essas reduções na tensão de primeira fissura de todos os compósitos (fibras sem tratamento ou tratadas) à degradação das argamassas durante os ensaios de durabilidade devido à perda de alcalinidade em decorrência da lixiviação de álcalis (PALOMO *et al.*, 1999; BAKHAREV, 2005; THOKCHOM *et al.*, 2010; NIKOLIĆ *et al.*, 2013; HORPIBULSUK *et al.*, 2015; SLATY *et al.*, 2015). Além disso, ao submeter os compósitos a uma série de ciclos de molhagem e secagem,

não se pode excluir que este processo pode contribuir para agravar o estado das microfissuras existentes, conduzindo a uma diminuição adicional das propriedades mecânicas. Finalmente, durante os ciclos de molhagem e secagem, tem-se a variação dimensional das fibras vegetais no interior do compósito devido à absorção de água que provoca a expansão das fibras e à secagem que promove a contração, sendo que esses mecanismos podem contribuir para a formação de microfissuras devido ao surgimento de tensões adicionais provocadas no compósito (FERREIRA *et al.*, 2012).

Conforme dito no item 4.4, o tratamento das fibras proporciona o aumento no diâmetro cordões do tecido devido à absorção polímero. Em consequência disso, para produzir os compósitos com a espessura de 12 mm, utiliza-se uma menor quantidade de argamassa álcali-ativada entre as camadas do tecido de juta. Essas camadas mais delgadas de argamassa álcali-ativadas são mais susceptíveis aos efeitos decorrentes da migração de álcalis e também à formação e propagação de microfissuras (FIGURA 48). Logo, é de se esperar uma redução mais acentuada na tensão de primeira fissura para compósitos com fibras tratadas, o que não ocorreu para o compósito contendo 40% de EAF.



Figura 48 - Compósitos produzidos com a argamassa F3.0-100MC: (a) fibras sem tratamento e (b) fibras tratadas com SBR.

Ainda, considerando que as reduções nas tensões de primeira fissura e MOR são similares para matrizes sem cálcio (F3.0-100MC) e com cálcio (F3.9-60MC40EAF), pode-se concluir que a degradação dos compósitos não está associada à formação de Ca(OH)_2 devido à presença de cálcio e nem à degradação das fibras, pois os compósitos produzidos com fibras não tratadas e submetidos aos ciclos de

molhagem e secagem apresentaram ductilidade e padrão de fissuração semelhante aos compósitos de referência (28 dias de cura ambiente). Além disso, a variação dimensional das fibras durante os ensaios de durabilidade pode resultar em uma degradação da interface fibra-matriz, reduzindo por consequência as propriedades mecânicas dos compósitos. A Tabela 21 apresenta os valores médios e desvios-padrão para a densidade linear de fissuras para os compósitos de referência (antes do ensaio acelerado) e após 15 e 30 ciclos. Pode-se perceber que a densidade linear de fissuras aumenta com os ciclos.

Tabela 21 - Densidade linear de fissuras apresentada pelos compósitos após os ensaios de flexão em três pontos.

Compósitos	D_f (fissuras/metro)
Referência - 28 dias de cura ambiente	
F3.0-100MC-FJ	29,63 ± 3,70
F3.9-60MC40EAF-FJ	51,85 ± 3,70
F3.0-100MC-FJT	17,28 ± 2,14
F3.9-60MC40EAF- FJT	16,05 ± 5,66
15 ciclos de secagem e molhagem	
F3.0-100MC-FJ	32,10 ± 4,28
F3.9-60MC40EAF-FJ	54,66 ± 2,66
F3.0-100MC-FJT	20,99 ± 2,14
F3.9-60MC40EAF- FJT	27,16 ± 8,55
30 ciclos de secagem e molhagem	
F3.0-100MC-FJ	43,21 ± 5,66
F3.9-60MC40EAF-FJ	66,67 ± 5,33
F3.0-100MC-FJT	24,69 ± 2,14
F3.9-60MC40EAF- FJT	23,46 ± 5,66

D_f = densidade linear de fissuras por metro

De um modo geral, os ensaios acelerados de molhagem e secagem até 30 ciclos indicam a manutenção do comportamento do tipo *deflection-hardening* e múltipla fissuração dos compósitos, ou seja, pouca alteração no comportamento mecânico, com destaque a um ligeiro aumento na deflexão dos compósitos.

4.5.1 Comparações entre os compósitos álcali-ativados com compósitos cimentícios reforçados com fibra juta

Após a caracterização do comportamento mecânico dos compósitos álcali-ativados reforçados com fibra de juta e dos ensaios de durabilidade, é interessante realizar uma comparação entre os compósitos desenvolvidos neste trabalho com os compósitos cimentícios reforçado com a mesma quantidade e tipo de tecido de

fibras de juta. FIDELIS (2014) produziu compósitos cimentícios têxteis reforçados com 5 camadas de tecido de juta, utilizando uma argamassa constituída apenas por cimento Portland e outra obtida pela mistura de CP, metacaulim (40%) e cinzas volantes (10%), além da utilização de superplastificante (2,5%). De acordo com a pesquisadora, a argamassa cimentícia (mistura de CP, metacaulim e cinzas volantes) apresentou uma resistência média à compressão de 59,50 MPa; enquanto que as argamassas álcali-ativadas F3.0-100MC, F3.9-80MC20SA, F3.0-80MC20EAF e F3.9-60MC40EAF apresentaram uma resistência média à compressão, respectivamente, de 55,52 MPa, 52,24 MPa, 70,25 MPa e 77,13 MPa. Pode-se verificar que as argamassas álcali-ativadas produzidas com EAF possuem valor médio de resistência mecânica à compressão superior a esta argamassa cimentícia. Além disso, as argamassas F3.0-100MC e F3.9-80MC20SA possuem valores de resistência mecânica próximos à argamassa produzida com cimento Portland.

Ainda, Fidelis (2014) avaliou a durabilidade dos compósitos produzidos apenas com cimento Portland e o outro por meio da mistura de CP, metacaulim e cinzas volantes, ambos reforçados com 5 camadas de fibras de juta sem e com tratamento (SBR), submetidos a 5, 10, 15, 20 e 25 ciclos de molhagem e secagem. De acordo com a pesquisadora, para os compósitos fabricados com CP e fibras não tratadas, verificou-se reduções crescentes e significativas a partir de 5 ciclos na tensão de primeira fissura, módulo de ruptura e na quantidade de fissuras (ensaios de tração direta) devido à degradação das fibras; enquanto que para os compósitos com fibras tratadas, estes preservaram suas propriedades mecânicas após os ensaios devido ao polímero que protegeu as fibras da variação dimensional e do ataque de Ca(OH)_2 . Já para os compósitos fabricados com argamassa constituída por CP, metacaulim e cinzas volantes, Fidelis (2014) verificou que a partir de 20 ciclos esses compósitos apresentaram alterações em suas propriedades mecânicas, sendo que aos 25 ciclos houve a degradação das fibras com conseqüente perda das propriedades mecânicas do compósito. Comparando esses compósitos cimentícios e álcali-ativados reforçados com fibras não tratadas após os ensaios de durabilidade (ciclos de molhagem e secagem), verifica-se que compósitos F3.0-100MC-FJ e F3.9-60MC40EAF apresentaram durabilidade superior aos cimentícios, pois preservaram suas propriedades mecânicas após serem submetidos a 30 ciclos.

5 CONCLUSÕES

Este trabalho desenvolveu e avaliou as propriedades mecânicas e de durabilidade de argamassas álcali-ativadas. Além disso, produziu-se compósitos álcali-ativados têxteis reforçados com tecido de juta, avaliando, também, as propriedades mecânicas e de durabilidade. São conclusões deste trabalho:

- A alteração da composição da matriz de metacaulim (referência) por meio de sua substituição parcial em massa por EAF e SA altera as propriedades físicas, mecânicas e as relacionadas à durabilidade das argamassas. A presença de escória de alto forno aumenta significativamente a resistência mecânica à compressão das argamassas devido à formação adicional do gel $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ (C-A-S-H), diminuindo a permeabilidade e a absorção de água por capilaridade, além de densificar a argamassa. Em decorrência da dispersão incompleta da SA, não se observou o ganho de resistência mecânica devido a essa substituição, o que provocou o aumento no coeficiente de capilaridade e na constante de permeabilidade, além de tornar essa argamassa menos densa em relação à argamassa de metacaulim (referência).

- Constata-se que argamassa produzida apenas por metacaulim apresenta maior resistência ao ataque aos sulfatos, devido à estabilidade do N-A-S-H. Por sua vez, as argamassas obtidas por meio das substituições parciais em massa de MC por EAF apresentaram reduções nas propriedades mecânicas após ataque a sulfato, sendo que argamassas álcali-ativadas produzidas com maior quantidade de EAF são degradadas mais rapidamente devido à formação de etringita e gipsita em decorrência da presença de cálcio, além da perda de alcalinidade proveniente da migração de álcalis (Na^+) para a solução.

- A utilização de fibras de juta (com e sem tratamento) como reforço para a produção de compósitos altera o comportamento mecânico das argamassas, tornando o material dúctil e alterando o padrão de fissuração. Os compósitos apresentaram o comportamento do tipo *deflection-hardening* e o surgimento de múltiplas fissuras. Os compósitos produzidos com fibras tratadas apresentaram maiores valores para a tenacidade à fratura e maiores deformações em relação aos compósitos com fibras

não tratadas; entretanto os menores valores médios para a tensão de primeira fissura e módulos de ruptura (MOR) indicam que o tratamento de fibra com polímero SBR não parece atrativo no desenvolvimento de compósitos.

- Os compósitos selecionados para ensaios acelerados de ciclos de molhagem e secagem apresentaram queda da tensão de primeira fissura devido degradação das matrizes em decorrência da lixiviação de álcalis (Na^+) durante os ensaios. Contudo, mesmo após os ciclos de molhagem e secagem, os compósitos continuaram a apresentar o comportamento do tipo *deflection-hardening* e múltiplas fissuras. Além disso, pode-se constatar que as fibras não foram degradadas durante os ensaios, o que mostra um desempenho superior de argamassas álcali-ativadas frente a matrizes de cimento Portland.

- Verifica-se que dentre os compósitos desenvolvidos e estudados neste trabalho, o compósito F3.0-100MC-FJ é provavelmente o compósito mais durável, pois além de ter argamassa mais resistente ao ataque por sulfatos em relação às demais, também mostrou-se resistente aos ciclos de molhagem e secagem, ao contrário da argamassa F3.9-60MC40EAF que apresentou baixa resistência a sulfatos.

REFERÊNCIAS

ADOLF, Z.; BAZAN, J. Utilisation of metallurgical slags as raw material basis for preparation of alkali activated materials. In: **Proceedings of the 2007–Alkali Activated Materials–Research, Production and Utilization 3rd Conference. Agentura Action, Prague, Czech Republic.** 2007. p. 11-19.

AGOPYAN, V.; SAVASTANO JR, H. Uso de materiais alternativos à base de fibras vegetais na construção civil: experiência brasileira. **Seminário Ibero americano**, p. 23-40, 1997.

ALILA, S., BESBES, I., VILAR, M.R., MUTJÉ, P., BOUFI, S., 2013, “Non-woody Plants as Raw Materials for Production of Microfibrillated Cellulose (MFC): A Comparative Study”, *Industrial Crops and Products*, v.41, pp. 250–259.

ALONSO, S.; PALOMO, A. Alkaline activation of metakaolin and calcium hydroxide mixtures: influence of temperature, activator concentration and solids ratio. **Materials Letters**, v. 47, n. 1, p. 55-62, 2001.

ALONSO, S.; PALOMO, A. Calorimetric study of alkaline activation of calcium hydroxide–metakaolin solid mixtures. **Cement and Concrete Research**, v. 31, n. 1, p. 25-30, 2001.

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 9799: argamassa e concreto endurecidos-determinação da absorção de água por capilaridade. Rio de Janeiro, 1995.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR NM 248, Agregados – Determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003.

ASTM, 2015. ASTM C1012M, Standard Test Method for Length Change of Hydraulic-Cement Mortars Exposed to a Sulfate Solution. American Society for Testing and Materials. West Conshohocken, Pennsylvania, USA.

BAKHAREV, T. Resistance of geopolymer materials to acid attack. **Cement and Concrete Research**, v. 35, n. 4, p. 658-670, 2004.

BAKHAREV, T. Durability of geopolymer materials in sodium and magnesium sulfate solutions. **Cement and Concrete Research**, v. 35, n. 6, p. 1233-1246, 2005.

BARBOSA, Valeria FF; MACKENZIE, Kenneth JD; THAUMATURGO, Clelio. Synthesis and characterisation of materials based on inorganic polymers of alumina and silica: sodium polysialate polymers. **International Journal of Inorganic Materials**, v. 2, n. 4, p. 309-317, 2000.

BENTUR, Arnon; MINDESS, Sidney. **Fibre reinforced cementitious composites**. CRC Press, 2006.

BERNAL, S. A., RODRIGUEZ, E. D., de GUTIERREZ, R. M., GORDILLO, M., PROVIS, J. L. Mechanical and thermal characterisation of geopolymers based on silicate-activated metakaolin/slag blends. **Journal of materials science**, v. 46, n. 16, p. 5477-5486, 2011.

BERNAL, Susan A.; DE GUTIÉRREZ, Ruby Mejía; PROVIS, John L. Engineering and durability properties of concretes based on alkali-activated granulated blast furnace slag/metakaolin blends. **Construction and Building Materials**, v. 33, p. 99-108, 2012.

BERNAL, S. A.; RODRÍGUEZ, E. D.; DE GUTIÉRREZ, R. M.; PROVIS, J. L.; DELVASTO, S. Activation of metakaolin/slag blends using alkaline solutions based on chemically modified silica fume and rice husk ash. **Waste and Biomass Valorization**, v. 3, n. 1, p. 99-108, 2012.

BERNAL, Susan A. Effect of the activator dose on the compressive strength and accelerated carbonation resistance of alkali silicate-activated slag/metakaolin blended materials. **Construction and Building Materials**, v. 98, p. 217-226, 2015.

BIGNOZZI, Maria Chiara. Sustainable cements for green buildings construction. **Procedia Engineering**, v. 21, p. 915-921, 2011.

BLEDZKI, A. K.; REIHMANE, S.; GASSAN, J. Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 59, n. 8, p. 1329-1336, 1996.

BORGES, P.H.R; BANTHIA, N.; ALCAMAND, H. A.; VASCONCELOS, W. L.; NUNES, E. H. Performance of blended metakaolin/blastfurnace slag alkali-activated mortars. **Cement and Concrete Composites**, v. 71, p. 42-52, 2016.

BUCHWALD, A.; HILBIG, H.; KAPS, Ch. Alkali-activated metakaolin-slag blends-performance and structure in dependence of their composition. **Journal of materials science**, v. 42, n. 9, p. 3024-3032, 2007.

BUCHWALD, Anja; TATARIN, R.; STEPHAN, D. Reaction progress of alkaline-activated metakaolin-ground granulated blast furnace slag blends. **Journal of materials science**, v. 44, n. 20, p. 5609-5617, 2009.

CORREIA, Edvaldo Amaro Santos. **Compósitos de Matriz Geopolimérica Reforçados com Fibras Vegetais de Abacaxi e de Sisal**. 2011. Tese de Doutorado. Universidade Federal da Paraíba.

CHENG, T. W.; CHIU, J. P. Fire-resistant geopolymer produced by granulated blast furnace slag. **Minerals Engineering**, v. 16, n. 3, p. 205-210, 2003.

CHINDAPRASIRT, Prinya; RATTANASAK, Ubolluk; TAEBUANHUAD, Sompop. Resistance to acid and sulfate solutions of microwave-assisted high calcium fly ash geopolymer. **Materials and structures**, v. 46, n. 3, p. 375-381, 2013.

D'ALMEIDA, J. R. M.; AQUINO, R. C. M. P.; MONTEIRO, S. N. Tensile mechanical properties, morphological aspects and chemical characterization of piassava (*Attalea funifera*) fibers. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 37, n. 9, p. 1473-1479, 2006.

DAVIDOVITS, Joseph; CORDI, S. A. Synthesis of new high temperature geopolymers for reinforced plastics/composites. **SPE PACTEC**, v. 79, p. 151-154, 1979.

DAVIDOVITS, Joseph. **Synthetic mineral polymer compound of the silicoaluminates family and preparation process**. U.S. Patent n. 4,472,199, 18 set. 1984.

DAVIDOVITS, Joseph; SAWYER, James L. **Early high-strength mineral polymer**. U.S. Patent n. 4,509,985, 9 abr. 1985.

DAVIDOVITS, Joseph. Geopolymer chemistry and properties. In: **Geopolymer**. 1988. p. 25-48.

DAVIDOVITS, J. Chemistry of Geopolymeric Systems, Terminology In: Proceedings of 99 International Conference. eds. **Joseph Davidovits, R. Davidovits & C. James, France**, 1999.

DEFOIRD, N., BISWAS, S., VRIESE, L., TRAN, L. Q. N., ACKER, J. V., AHSAN, Q., GORBATIKH, L. VUURE, A. V., VERPOEST, I., 2010, "Assessment of the Tensile Properties of Coir, Bamboo and Jute Fibre", *Composites: Part A*, v. 41, pp. 588-595.

DITTENBER, David B.; GANGARAO, Hota VS. Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 43, n. 8, p. 1419-1429, 2012.

DUXSON, P., PROVIS, J. L., LUKEY, G. C., MALLICOAT, S. W., KRIVEN, W. M., VAN DEVENTER, J. S. Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 269, n. 1, p. 47-58, 2005.

DUXSON, P.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G. C.; VAN DEVENTER, J. S. The role of inorganic polymer technology in the development of 'green concrete'. **Cement and Concrete Research**, v. 37, n. 12, p. 1590-1597, 2007.

DUXSON, Peter; PROVIS, John L. Designing precursors for geopolymer cements. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 91, n. 12, p. 3864-3869, 2008.

FAO, Organização das Nações Unidas para Agricultura e Alimentação, 2009. Disponível em: <<http://www.naturalfibres2009.org/en/index.html>> Acesso em: 30 maio de 2016.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, Ana; PALOMO, J. G.; PUERTAS, F. Alkali-activated slag mortars: mechanical strength behaviour. **Cement and Concrete Research**, v. 29, n. 8, p. 1313-1321, 1999.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, Ana; PALOMO, A. Composition and microstructure of alkali activated fly ash binder: effect of the activator. **Cement and concrete research**, v. 35, n. 10, p. 1984-1992, 2005.

FERREIRA, S. R.; LIMA, P. R. L.; SILVA, F. A.; TOLEDO FILHO, R. D. Influência de ciclos molhagem-secagem em fibras de sisal sobre a aderência com matrizes de cimento Portland. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 17, n. 2, p. 1024-1034, 2012.

FERREIRA, S. R., DE ANDRADE SILVA, F., LIMA, P. R. L., TOLEDO FILHO, R. D. Effect of fiber treatments on the sisal fiber properties and fiber–matrix bond in cement based systems. **Construction and Building Materials**, v. 101, p. 730-740, 2015.

FIDELIS, M. E. A., 2014, *Desenvolvimento e Caracterização Mecânica de Compósitos Cimentícios Têxteis Reforçados com Fibras de Juta*, Tese de Doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro.

FLETCHER, R. A., MACKENZIE, K. J., NICHOLSON, C. L., SHIMADA, S. The composition range of aluminosilicate geopolymers. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 25, n. 9, p. 1471-1477, 2005.

GARTNER, Ellis. Industrially interesting approaches to “low-CO 2” cements. **Cement and Concrete research**, v. 34, n. 9, p. 1489-1498, 2004.

GARTNER, Ellis M.; MACPHEE, Donald E. A physico-chemical basis for novel cementitious binders. **Cement and Concrete Research**, v. 41, n. 7, p. 736-749, 2011.

GLUKHOVSKY, V. D. Slag-alkali concretes produced from fine-grained aggregate. **Kiev: Vishcha Shkolay**, 1981.

GRANIZO, M. L. Activation alcalina de metacaolin: Desarrollo de nuevos materiales cementantes. **University Autonoma of Madrid, Spanish**, 1998.

HAKAMY, A., SHAIKH, F. U. A., LOW, I. M., 2014, “Characteristics of Hemp Fabric Reinforced Nanoclay–Cement Nanocomposites”, *Cement and Concrete Composites*, v.50, pp. 27-35.

HOMMA, Alfredo Kingo Oyama. **A imigração japonesa na Amazônia: sua contribuição ao desenvolvimento agrícola**. Embrapa Amazônia Oriental, 2007.

HORPIBULSUK, S.; SUKSIRIPATTANAPONG, C.; SAMINGTHONG, W.; RACHAN, R.; ARULRAJAH, A. Durability against wetting–drying cycles of water treatment sludge–fly ash geopolymer and water treatment sludge–cement and silty clay–cement systems. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 28, n. 1, p. 04015078, 2015.

HOS, J. P.; MCCORMICK, P. G.; BYRNE, L. T. Investigation of a synthetic aluminosilicate inorganic polymer. **Journal of Materials Science**, v. 37, n. 11, p. 2311-2316, 2002.

JOHN, Maya Jacob; ANANDJIWALA, Rajesh D. Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites. **Polymer composites**, v. 29, n. 2, p. 187-207, 2008.

KATZ, A. Microscopic study of alkali-activated fly ash. **Cement and Concrete Research**, v. 28, n. 2, p. 197-208, 1998.

KOMNITSAS, Konstantinos A. Potential of geopolymer technology towards green buildings and sustainable cities. **Procedia Engineering**, v. 21, p. 1023-1032, 2011.

KULKARNI, A. G., SATYANARAYANA, K. G., SUKUMARAN, K., ROHATGI, P. K., 1981, "Mechanical Behaviour of Coir Fibres under Tensile Load", *Journal of Materials Science*, v. 16, pp. 905-914.

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

MELO FILHO, J. A., 2005, *Desenvolvimento e Caracterização de Laminados Cimentícios Reforçados com Fibras Longas de Sisal*, Dissertação de Mestrado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro.

MELO FILHO, J. A.; DE ANDRADE SILVA, Flávio; TOLEDO FILHO, Romildo Dias. Degradation kinetics and aging mechanisms on sisal fiber cement composite systems. **Cement and Concrete Composites**, v. 40, p. 30-39, 2013.

MEREDITH, J.; EBSWORTH, R.; COLES, S. R.; WOOD, B. M.; KIRWAN, K. Natural fibre composite energy absorption structures. **Composites Science and Technology**, v. 72, n. 2, p. 211-217, 2012.

MINELLI, M.; MEDRI, V.; PAPA, E.; MICCIO, F.; LANDI, E.; DOGHIERI, F. Geopolymers as solid adsorbent for CO₂ capture. **Chemical Engineering Science**, v. 148, p. 267-274, 2016.

MURHERJEE, P. S.; SATYANARAYANA, K. G. Structure and properties of some vegetable fibers. **Journal of Materials Science**, v. 21, p. 51-56, 1986.

MUSIL, Sean S.; KEANE, P. F.; KRIVEN, W. M. Green Composite: Sodium-Based Geopolymer Reinforced with Chemically Extracted Corn Husk Fibers. **Developments in Strategic Materials and Computational Design IV**, p. 123-133, 2013.

NAAMAN, A.E., NAMUR, G.G., ALWAN, J.M., NAJM, H.S., Fiber pull-out and bond slip. I: Analytical study, **Journal of structural engineering**, V. 117, p.2769-2800, Sep.1991.

NATALI MURRI, A., PAPA, E., MEDRI, V., LANDI, E. Design of Wool-Geopolymer Pots. In: **Developments in Strategic Materials and Computational Design V: A**

Collection of Papers Presented at the 38th International Conference on Advanced Ceramics and Composites January 27-31, 2014 Daytona Beach, Florida. John Wiley & Sons, Inc. p. 79-86.

NIKOLIĆ, I.; ZEJAK, R.; JANKOVIĆ-ČASTVAN, I.; KARANOVIC, L.; RADMILOVIĆ, V.; RADMILOVIĆ, V. Influence of alkali cation on the mechanical properties and durability of fly ash based geopolymers. **Acta Chimica Slovenica**, v. 60, n. 3, p. 636-643, 2013.

OKOYE, F. N.; DURGAPRASAD, J.; SINGH, N. B. Effect of silica fume on the mechanical properties of fly ash based-geopolymer concrete. **Ceramics International**, v. 42, n. 2, p. 3000-3006, 2016.

PACHECO-TORGAL, F.; ABDOLLAHNEJAD, Z.; MIRALDO, S.; KHERADMAND, M. Alkali-Activated Cement-Based Binders (AACBs) as Durable and Cost-Competitive Low-CO₂ Binder Materials: Some Shortcomings That Need to be Addressed. **Handbook of Low Carbon Concrete**, p. 195, 2016.

PALOMO, A.; BLANCO-VARELA, M. T.; GRANIZO, M. L.; PUERTAS, F.; VASQUEZ, T.; GRUTZECK, M. W. Chemical stability of cementitious materials based on metakaolin. **Cement and Concrete Research**, v. 29, n. 7, p. 997-1004, 1999.

PAN, Z., CHENG, L., Lu, Y., YANG, N. Hydration products of alkali-activated slag-red mud cementitious material. **Cement and Concrete Research**, v. 32, n. 3, p. 357-362, 2002.

PROVIS, John L.; BERNAL, Susan A. Geopolymers and related alkali-activated materials. **Annual Review of Materials Research**, v. 44, p. 299-327, 2014.

PURDON, A. O. The action of alkalis on blast-furnace slag. **Journal of the Society of Chemical Industry**, v. 59, n. 9, p. 191-202, 1940.

PUERTAS, F., MARTÍNEZ-RAMÍREZ, S., ALONSO, S., VAZQUEZ, T. Alkali-activated fly ash/slag cements: strength behaviour and hydration products. **Cement and Concrete Research**, v. 30, n. 10, p. 1625-1632, 2000.

PUERTAS, F.; FERNANDEZ-JIMENEZ, A. Mineralogical and microstructural characterization of alkali-activated fly ash/slag pastes. **Cement and Concrete Composites** Vol.25, pp.287-292, 2003.

RAY, A. K.; MOANDAL, S.; S. DAS, K.; RAMACHANDRARAO, P. Bamboo - a functionally graded composite-correlation between microstructure and mechanical strength. **Journal of materials science**, v. 40, n. 19, p. 5249-5253, 2005.

RAY, D.; RANA, A. K.; BOSE, N. R.; SENGUPTA, S. P. Effect of guar-gum treatment on mechanical properties of vinyl ester resin matrix composites reinforced with jute yarns. **Journal of applied polymer science**, v. 98, n. 2, p. 557-563, 2005.

RAHIER, H., VAN MELE, B., BIESEMANS, M., WASTIELS, J., & WU, X. Low-temperature synthesized aluminosilicate glasses. **Journal of Materials Science**, v. 31, n. 1, p. 71-79, 1996.

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

RILEM, T. C. 116-PCD: Recommendations of TC 116-PCD, Tests for gas permeability of concrete. B. Measurement of the gas permeability of concrete by the RILEM. CEMBUREAU method. **Mater. & Struct.**, v. 32, p. 176-179, 1999.

RONG, Min Zhi; ZHANG, M.Q.; LIU, Y.; YANG, G.C.; ZENG, H.M. The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites. **Composites Science and Technology**, v. 61, n. 10, p. 1437-1447, 2001.

SAW, Sudhir Kumar; SARKHEL, Gautam; CHOUDHURY, Arup. Preparation and characterization of chemically modified Jute–Coir hybrid fiber reinforced epoxy novolac composites. **Journal of applied polymer science**, v. 125, n. 4, p. 3038-3049, 2012.

SANKAR, Kaushik; KRIVEN, Waltraud M. Potassium Geopolymer Reinforced with Alkali-Treated Figue. In: **Developments in Strategic Materials and Computational Design V: A Collection of Papers Presented at the 38th International Conference on Advanced Ceramics and Composites January 27-31, 2014 Daytona Beach, Florida**. John Wiley & Sons, Inc., 2015. p. 61-78.

SANKAR, Kaushik; KRIVEN, Waltraud M. Sodium geopolymer reinforced with jute weave. In: **Developments in Strategic Materials and Computational Design V: A Collection of Papers Presented at the 38th International Conference on Advanced Ceramics and Composites January 27-31, 2014 Daytona Beach, Florida**. John Wiley & Sons, Inc., 2015. p. 39-60.

SILVA, F. A.; MOBASHER, B.; SORANAKOM, C.; TOLEDO FILHO, R. D. 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.

SLATY, F.; KHOURY, H.; RAHIER, H.; WASTIELS, J. Durability of alkali activated cement produced from kaolinitic clay. **Applied Clay Science**, v. 104, p. 229-237, 2015.

SUMAJOUW, M. D. J.; RANGAN, B. Vijaya. Low-calcium fly ash-based geopolymer concrete: reinforced beams and columns. **Curtin University of Technology**, 2006.

SWANEPOEL, J. C.; STRYDOM, C. A. Utilisation of fly ash in a geopolymeric material. **Applied Geochemistry**, v. 17, n. 8, p. 1143-1148, 2002.

SYMINGTON, M. C., BANKS, W. M., WEST, O. D., PETHRICK, R. A., 2009, "Tensile Testing of Cellulose Based Natural Fibers for Structural Composite Applications", *Journal of Composite Materials*, v. 43, pp. 1083-1108.

PINTO, AMÂNDIO TEIXEIRA. Sistemas ligantes obtidos por ativação alcalina de metacaulim. Tese de Doutorado, Universidade do Minho, 2004.

THOMAS, S.; PAUL, S. A.; POTHAN, L. A.; DEEPA, B., 2011, "Natural Fibres: Structure, Properties And Applications", in *Cellulose Fibers: Bio and Nano Polymer Composites – Green Chemistry and Technology*. Springer-Verlag. Edited by KALIA, S., KAITH, B. S., KAUR, I.

TOLEDO FILHO, Romildo Dias; DE ANDRADE SILVA, Flávio; FAIRBAIRN, E.M.R.; MELO FILHO, João de Almeida. Durability of compression molded sisal fiber reinforced mortar laminates. **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 6, p. 2409-2420, 2009.

TRIPATHY, S. S., DI LANDRO, L., FONTANELLI, D., MARCHETTI, A., LEVITA, G. Mechanical properties of jute fibers and interface strength with an epoxy resin. **Journal of applied polymer science**, v. 75, n. 13, p. 1585-1596, 2000.

UPADHYAY, Rahul Kumar; ALI, Muzzafar; GAUTAM, Girish Dutt. Tensile and Impact Strength Analysis of Natural Fiber Reinforced Polymer Composites for Building Structural Applications. Volume 2, Number 14; July-September, 2015 pp. 81-84

VAN JAARSVELD, J. G. S.; VAN DEVENTER, J. S. J.; LORENZEN, L. The potential use of geopolymeric materials to immobilise toxic metals: Part I. Theory and applications. **Minerals Engineering**, v. 10, n. 7, p. 659-669, 1997.

VAN JAARSVELD, J. G. S.; VAN DEVENTER, J. S. J.; LORENZEN, LI. Factors affecting the immobilization of metals in geopolymerized flyash. **Metallurgical and materials transactions B**, v. 29, n. 1, p. 283-291, 1998.

VARMA, D. S.; VARMA, Manika; VARMA, I. K. Coir fibers Part I: Effect of physical and chemical treatments on properties. **Textile Research Journal**, v. 54, n. 12, p. 827-832, 1986.

WAN, Q., RAO, F., SONG, S., GARCÍA, R. E., ESTRELLA, R. M., PATIÑO, C. L., & ZHANG, Y. Geopolymerization reaction, microstructure and simulation of metakaolin-based geopolymers at extended Si/Al ratios. **Cement and Concrete Composites**, v. 79, p. 45-52, 2017

WANG, Wei-ming; CAI, Zai-sheng; YU, Jian-yong. Study on the chemical modification process of jute fiber. **Journal of Engineered Fibers and Fabrics**, v. 3, n. 2, p. 1-11, 2008.

WANG, Hongling; LI, Haihong; YAN, Fengyuan. Synthesis and tribological behavior of metakaolinite-based geopolymer composites. **Materials letters**, v. 59, n. 29, p. 3976-3981, 2005.

WEBB, Paul A.; ORR, Clyde. **Analytical methods in fine particle technology**. Micromeritics Instrument Corp, 1997.

XIA, Z. P.; YU, J. Y.; CHENG, L. D.; LIU, L. F.; WANG, W. M. Study on the breaking strength of jute fibers using modified Weibull distribution. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 40, n. 1, p. 54-59, 2009.

XU, HUA; DEVENTER, J. S. J. The geopolymerisation of alumino-silicate minerals. *International Journal of Mineral Processing* Vol.59, pp.247-266, 2000.

XU, Hua; VAN DEVENTER, J.S.J. Geopolymerisation of multiple minerals. **Minerals Engineering**, v. 15, n. 12, p. 1131-1139, 2002.

YIP, Ch K.; LUKEY, G. C.; VAN DEVENTER, J. S. J. The coexistence of geopolymeric gel and calcium silicate hydrate at the early stage of alkaline activation. **Cement and Concrete Research**, v. 35, n. 9, p. 1688-1697, 2005.

ZHANG, Zuhua; YAO, Xiao; ZHU, Huajun. Potential application of geopolymers as protection coatings for marine concrete: I. Basic properties. **Applied clay science**, v. 49, n. 1, p. 7-12, 2010.

ZIMNIEWSKA, Malgorzata; WLADYKA-PRZYBYLAK, Maria; MANKOWSKI, Jerzy. Cellulosic bast fibers, their structure and properties suitable for composite applications. In: **Cellulose Fibers: Bio-and Nano-Polymer Composites**. Springer Berlin Heidelberg, 2011. p. 97-119.