BRUNORO LEITE GIORDANO

**CONTROLE DA FISSURAÇÃO EM COMPÓSITOS COM FIBRAS ORGÂNICAS
APLICANDO CONCEITO DE MATERIAIS COM GRADAÇÃO FUNCIONAL**

São Paulo

2011

BRUNORO LEITE GIORDANO

**CONTROLE DA FISSURAÇÃO EM COMPÓSITOS COM FIBRAS ORGÂNICAS
APLICANDO CONCEITO DE MATERIAIS COM GRADAÇÃO FUNCIONAL**

Dissertação apresentada à Escola Politécnica
da Universidade de São Paulo para obtenção
do título de Mestre em Engenharia

Área de concentração:
Engenharia de Construção Civil e Urbana

Orientador: Prof. Dr. Vanderley Moacyr John

**São Paulo
2011**

DEDICATÓRIA

Sem a presença constante daqueles que são minha força permanente, com certeza teria sucumbido no meio do caminho. Ao meu avô Mário, aos meus pais, João e Rosa, a minha irmã Caroline e aos meus amigos dedico este trabalho com muito carinho.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Vanderley John, pela orientação, dedicação, seriedade e paciência com que convivemos durante estes anos de trabalho; o meu respeito e enorme admiração por sua compreensão e destreza, nos diversos momentos que sucederam, até a conclusão desta importante etapa da minha vida;

Ao Prof. Msc. José Zacarias, pelos ensinamentos, conselhos e incentivo moral para seguir os estudos após o término da graduação;

À Prof^a. Dr^a. Maria Alba Cincotto, pelos ensinamentos de química do cimento durante a disciplina e os conselhos ao longo do mestrado;

Ao Prof. Dr. Eduardo Campello, pela contribuição dada para as análises dos resultados e melhor apresentação dos resultados;

À Instituição Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, por disponibilizar a infraestrutura para a obtenção do título de Mestre em Engenharia;

Aos Laboratórios de Microestrutura e de Caracterização Tecnológica (LCT) e seus funcionários, pela infraestrutura e seus colaboradores, pelo pronto atendimento na realização dos ensaios desta pesquisa;

Aos amigos Cleber Dias, Flávio Maranhão e Rui Barbosa pela importante contribuição na construção do projeto de pesquisa, realização de ensaios, interpretação de resultados e pelos conselhos, fruto da amizade, a qual irá perdurar por toda a vida;

Aos amigos Daniel Sentone, Eliane Betânia, Guénolé Labey, Romulo Bernardo e Ronaldo Oliveira pela alegria da convivência no apartamento 51B, fruto da amizade, a qual irá perdurar por toda a vida;

Aos amigos da pós-graduação Andréa Betioli, Carola Loschiavo, Daisy Okubo, Engler Apaza, Engrácia Bartuciotti, Fábio Alonso, Fátima Domingues, Isabela Libório, Juarez Hoppe, Laís Afonso, Marina Anzzelotti, Mário Takeashi e Wandréa Dantas, pela alegria da convivência em diversos momentos e, principalmente, naqueles aonde contribuíram de maneira importante para o andamento deste trabalho;

Aos amigos Waleska e Irô Barbosa (*in memorian*), pela alegria da convivência em diversos momentos e, principalmente, quando nos reuníamos em Curitiba para nos divertir e esquecer as aporrinhações da vida;

Ao amigo Ricardo Oliveira pela alegria da convivência em diversos momentos e, principalmente, naqueles aonde nos reunimos para integração social, fruto da amizade, a qual irá perdurar por toda a vida;

Aos primos Júnior, Marcio e Marcela Costa, pela alegria da convivência nos inúmeros finais de semana que nos reuníamos para almoçar;

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), pelo aporte financeiro para realização deste trabalho;

As indústrias INFIBRA e IMBRALIT, através do projeto de parceria com a Universidade, pela disponibilidade da infraestrutura e pela oportunidade de aprender mais sobre o processo Hatschek;

À Cimento Mizu e a Minasliga, pela doação de matérias primas;

A todos que colaboraram, direta ou indiretamente, para a realização deste trabalho;

Ao nosso Pai todo poderoso, o criador da humanidade, pelo dom da vida;

Muito obrigado!!!

A vida é como um livro: não importa que seja longa,
contanto que seja prazerosa.

RESUMO

Dissertação de Mestrado

Pós-Graduação em Engenharia de Construção Civil e Urbana

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

CONTROLE DA FISSURAÇÃO EM FIBROCIMENTOS APLICANDO O CONCEITO DE MATERIAIS COM GRADAÇÃO FUNCIONAL

Autor: Brunoro Leite Giordano

Orientador: Prof. Dr. Vanderley Moacyr John

O objetivo deste trabalho é controlar a incidência de fissuras em fibrocimentos aplicando o conceito de materiais com gradação funcional através da protensão química gerada pela aplicação de silicato de sódio alcalino entre as camadas dos fibrocimentos. Atualmente é bastante comum os fibrocimentos apresentarem fissuras ao longo das bordas devido aos gradientes de umidade gerados durante a estocagem das pilhas de telhas no pátio das indústrias. O potencial da protensão química foi avaliado através da porosidade total, da quantificação das fases hidratadas, da retração por secagem e do desempenho mecânico. A aplicação de silicato de sódio alcalino no ligante CPl F provocou retração por secagem 1,5 vezes maior que a referência aos 91 dias. O módulo de ruptura (MOR) não sofreu alteração, mas o limite de proporcionalidade da matriz (LOP) aumentou em torno de 95%. O módulo de elasticidade dinâmico foi 13 % maior. O aumento da retração por secagem e o ganho de desempenho mecânico apontam o potencial da protensão química para o controle da fissuração em fibrocimentos produzidos pelo processo Hatschek.

Palavras-chaves: Fibrocimento, retração por secagem, fissuração, protensão química e gradação funcional.

ABSTRACT

Dissertação de Mestrado

Pós-Graduação em Engenharia de Construção Civil e Urbana

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

CONTROL OF CRACKING IN FIBER CEMENT APLY CONCEPTS OF FUNCTIONALLY GRADED MATERIALS

Autor: Brunoro Leite Giordano

Orientador: Prof. Dr. Vanderley Moacyr John

The objective of this work is controlling the incidence of cracks in fiber cement, using the concept of functionally graded materials through the chemical prestressing, generated by application of alkaline sodium silicate among fiber cement layers. Currently, it's very common the fiber cements present cracks along the edges due to moisture gradients, caused during storage of piles of tiles in the courtyard of the industry. The chemical prestressing potential was evaluated through of the total porosity, the quantification of hydrate phases, the drying shrinkage and the mechanical performance. The application of alkaline sodium silicate in the cement CII F caused drying shrinkage 1,5 times greater than the reference to 91 days. The modulus of rupture (MOR) didn't suffer change, but the proportional limit of matrix (LOP) increased by around 95%. The dynamic modulus of elasticity was 13% higher. The increase of drying shrinkage and the mechanical performance gain indicate the chemical prestressing potential to control the cracking in fiber cement produced by the process Hatschek.

Key-words: Fiber cement, drying shrinkage, chemical prestressing, functionally graded and cracks.

Lista de figuras

FIGURA 1.1 – TELHA ONDULADA LOGO APÓS A CURA TÉRMICA E DESFORMA: A) BORDA DA TELHA NA DIREÇÃO LONGITUDINAL E B) APROXIMAÇÃO DA BORDA AONDE OBSERVAMOS O GRADIENTE DE UMIDADE NA BORDA DURANTE A ESTOCAGEM. FOTOS: BRUNORO E RUI BARBOSA NA FÁBRICA DA INFIBRA EM LEME, SP.	4
FIGURA 1.2 – FISSURAS DE BORDA ENCONTRADAS EM TELHAS ONDULADAS INSTALADAS EM ESTRUTURA METÁLICA: A) BORDA DA TELHA NA DIREÇÃO LONGITUDINAL E B) APROXIMAÇÃO NA BORDA FISSURADA. FOTOS: BRUNORO E CLEBER DIAS DA GRANJA EM BATATAIS, SP.....	4
FIGURA 1.3 – AVALIAÇÃO DE FIBROCIMENTOS EXTRAÍDOS DE CHAPAS PLANAS COM 10 DIAS DE IDADE. SECAGEM ATÉ O EQUILÍBRIO EM CÂMARA CLIMÁTICA A 23°C E 50% DE UMIDADE RELATIVA; A) RETRAÇÃO POR SECAGEM E CICLOS DE SECAGEM E MOLHAGEM AO LONGO DE 45 DIAS E B) ISOTERMAS DE SECAGEM E MOLHAGEM PARA CADA CICLO DE 48 HORAS. DADOS COLETADOS E ANALISADOS POR RUI BARBOSA EM 2008 E CEDIDOS PARA ESTE TRABALHO.	7
FIGURA 2.1 – SISTEMAS PRODUZIDOS PARA AVALIAÇÃO DO POTENCIAL DA GRADAÇÃO EM COMPÓSITOS.	15
FIGURA 2.2 – DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA DOS MATERIAIS PARTICULADOS: A) DISTRIBUIÇÃO DISCRETA E B) DISTRIBUIÇÃO ACUMULADA.	16
FIGURA 2.3 – MÉTODO DE MISTURA PARA PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS.....	17
FIGURA 2.4 – APARATO UTILIZADO PARA MEDIDA DA RETRAÇÃO. FOTO: MÁRIO SOUZA TAKEASHI.....	19
FIGURA 2.5 – DISTRIBUIÇÃO DE POROS DOS COMPÓSITOS AVALIADOS: A) DISTRIBUIÇÃO DISCRETA E B) DISTRIBUIÇÃO ACUMULADA..	22
FIGURA 2.6 – CURVAS TÍPICAS DOS COMPÓSITOS: A) LIGANTE CPII F (REFERÊNCIA), B) LIGANTE CPIII COM GRADAÇÃO FUNCIONAL (G), C) LIGANTE CPII F COM GRADAÇÃO FUNCIONAL (G) E D) CURVAS TÍPICAS QUE REPRESENTAM O COMPORTAMENTO DOS TRÊS COMPÓSITOS AVALIADOS.	23
FIGURA 2.7 – ANÁLISE TERMOTERMOMÉTRICA DOS COMPÓSITOS: A) CURVAS DERIVADAS (DTG) E CURVAS DE PERDA DE MASSA (TG).	25
FIGURA 2.8 – CURVAS DE RETRAÇÃO POR SECAGEM PARA OS COMPÓSITOS: A) RETRAÇÃO VERSUS TEMPO E B) RETRAÇÃO VERSUS UMIDADE RESIDUAL.	26
FIGURA 3.1 – PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL PARA AVALIAÇÃO DOS COMPÓSITOS COM APLICAÇÃO DA PROTENSÃO QUÍMICA.	28
FIGURA 3.2 – OS TRÊS SISTEMAS APLICADOS PARA PROMOVER A PROTENSÃO QUÍMICA.....	28
FIGURA 3.3 - DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA DOS MATERIAIS PARTICULADOS: A) DISTRIBUIÇÃO DISCRETA E B) DISTRIBUIÇÃO ACUMULADA.	30
FIGURA 3.4 – MÉTODO DE MISTURA PARA PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS EM LABORATÓRIO.	32
FIGURA 3.5 – CALORIMETRIA ISOTÉRMICA DOS CIMENTOS PORTLAND: A) CALOR TOTAL LIBERADO AO LONGO DE 72 HORAS E B) CALOR LIBERADO NAS PRIMEIRAS 20 HORAS.....	33
FIGURA 3.6 – DISPERSÃO DA FIBRA DE PVA: A) CHUMAÇO DE FIBRA DE PVA NÃO DISPERSA; B) DISPERSÃO DAS FIBRAS EM SACO PLÁSTICO AO AR E C) FIBRAS DISPERSA AO AR SOBRE A SUSPENSÃO CIMENTÍCIA.	34
FIGURA 3.7 – APARATO DE VÁCUO NAS PLACAS PARA RETIRADA PARCIAL DA ÁGUA: A) ACESSÓRIO PARA CONFORMAÇÃO E ACABAMENTO SUPERFICIAL E B) MOLDE PARA CONFORMAR AS CAMADAS.	35

FIGURA 3.8 – PRENSAGEM DOS COMPÓSITOS EM PRENSA UNIVERSAL: A) CURVA TÍPICA CARGA VERSUS TEMPO E B) CURVA TÍPICA CARGA VERSUS DESLOCAMENTO.	37
FIGURA 3.9 – CONDIÇÕES DE SECAGEM DA CÂMARA SECA: A) TEMPERATURA E B) UMIDADE RELATIVA.	39
FIGURA 3.10 – APARATO PARA MEDIÇÃO DA RETRAÇÃO: A) DETALHAMENTO DOS TRÊS PONTOS DE LEITURA DOS CORPOS DE PROVA, B) EQUIPAMENTO COM O CORPO DE PROVA E C) APROXIMAÇÃO NOS TRÊS PONTOS DE LEITURA. FOTOS: MÁRIO SOUZA TAKEASHI.	40
FIGURA 3.11 – CURVA TÍPICA DE DISTRIBUIÇÃO DE POROS EM COMPÓSITOS: A) DISTRIBUIÇÃO DISCRETA DE POROS E B) DISTRIBUIÇÃO ACUMULADA DE POROS.	42
FIGURA 3.12 – ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA DO COMPÓSITO COM FIBRAS ORGÂNICAS: A) CURVAS DE PERDA DE MASSA (TG) E PERDA DE MASSA DIFERENCIAL (DTG) E B) INTERVALOS DE TEMPERATURA DE DECOMPOSIÇÃO DOS COMPOSTOS INERENTES. .	43
FIGURA 3.13 – CONSUMO DE MATERIAL APLICADO EM CADA TIPO DE LIGANTE.....	44
FIGURA 3.14 – SEÇÃO TRANSVERSAL DO CORPO DE PROVA COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO LÍQUIDO NO LIGANTE CPII F-32.	44
FIGURA 3.15 – SEÇÃO TRANSVERSAL DO CORPO DE PROVA COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO LÍQUIDO NO LIGANTE CPII E-32.	44
FIGURA 3.16 – SEÇÃO TRANSVERSAL DO CORPO DE PROVA COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO LÍQUIDO NO LIGANTE CPIII-40. .	44
FIGURA 3.17 – SEÇÃO TRANSVERSAL DO CORPO DE PROVA COM APLICAÇÃO DE MISTURA DE ESCÓRIA ATIVADA COM SILICATO DE SÓDIO NO LIGANTE CPII F-32.....	44
FIGURA 3.18 – DISTRIBUIÇÃO DISCRETA E ACUMULADA DE POROS DOS COMPÓSITOS: A) DISTRIBUIÇÃO DISCRETA PARA O LIGANTE CPII F, B) DISTRIBUIÇÃO ACUMULADA PARA O LIGANTE CPII F, C) DISTRIBUIÇÃO DISCRETA PARA O LIGANTE CPII E, D) DISTRIBUIÇÃO ACUMULADA PARA O LIGANTE CPII E, E) DISTRIBUIÇÃO DISCRETA PARA O LIGANTE CPIII E F) DISTRIBUIÇÃO ACUMULADA PARA O LIGANTE CPIII.	48
FIGURA 3.19 – CURVAS DERIVADAS DE PERDA DE MASSA (DTG) E CURVAS DE PERDA DE MASSA (TG): A) DTG DO LIGANTE CPII F, B) TG DO LIGANTE CPII F, C) DTG DO LIGANTE CPII E, D) TG DO LIGANTE CPII E, E) DTG DO LIGANTE CPIII, F) TG DO LIGANTE CPIII.	51
FIGURA 3.20 – INFLUÊNCIA DO C-S-H NA POROSIDADE TOTAL E NO VOLUME DE POROS ENTRE 0,001 E 0,01 μm PARA OS COMPÓSITOS AVALIADOS.	52
FIGURA 3.21 – AVALIAÇÃO DA RETRAÇÃO POR SECAGEM DOS LIGANTES PORTLAND DO MERCADO NACIONAL: A) RETRAÇÃO POR SECAGEM AO LONGO DO TEMPO E B) VELOCIDADE DE SECAGEM EM FUNÇÃO DA RETRAÇÃO.	53
FIGURA 3.22 – SECAGEM DO LIGANTE CPII F : A) RETRAÇÃO AO LONGO DO TEMPO E B) CURVAS DE SECAGEM DOS COMPÓSITOS.....	54
FIGURA 3.23 – SECAGEM DO LIGANTE CPII F : A) RETRAÇÃO NOS 3 PONTOS DO COMPÓSITO DE REFERÊNCIA, B) DIFERENÇA ENTRE OS PONTOS DE LEITURA NO COMPÓSITO DE REFERÊNCIA, C) RETRAÇÃO NOS 3 PONTOS DO COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO E D) DIFERENÇA ENTRE OS PONTOS DE LEITURA NO COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO.	55
FIGURA 3.24 – DEFORMADA DOS CORPOS DE PROVA DO LIGANTE CPII F : A) COMPÓSITO DE REFERÊNCIA E B) COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DO SILICATO DE SÓDIO.	56
FIGURA 3.25 – SECAGEM DO LIGANTE CPII E : A) RETRAÇÃO AO LONGO DO TEMPO E B) CURVAS DE SECAGEM DOS COMPÓSITOS.....	56
FIGURA 3.26 - SECAGEM DO LIGANTE CPII E : A) RETRAÇÃO NOS 3 PONTOS DO COMPÓSITO DE REFERÊNCIA, B) DIFERENÇA ENTRE OS PONTOS DE LEITURA NO COMPÓSITO DE REFERÊNCIA, C) RETRAÇÃO NOS 3 PONTOS DO COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO E D) DIFERENÇA ENTRE OS PONTOS DE LEITURA NO COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO.	57

FIGURA 3.27 – DEFORMADA DOS CORPOS DE PROVA DO LIGANTE CPII E : A) COMPÓSITO DE REFERÊNCIA E B) COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DO SILICATO DE SÓDIO.	58
FIGURA 3.28 – SECAGEM DO LIGANTE CPIII : A) RETRAÇÃO AO LONGO DO TEMPO E B) CURVAS DE SECAGEM DOS COMPÓSITOS.	59
FIGURA 3.29 - SECAGEM DO LIGANTE CPIII : A) RETRAÇÃO NOS 3 PONTOS DO COMPÓSITO DE REFERÊNCIA, B) DIFERENÇA ENTRE OS PONTOS DE LEITURA NO COMPÓSITO DE REFERÊNCIA, C) RETRAÇÃO NOS 3 PONTOS DO COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO E D) DIFERENÇA ENTRE OS PONTOS DE LEITURA NO COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO.	60
FIGURA 3.30 – DEFORMADA DOS CORPOS DE PROVA DE LIGANTE CPIII : A) COMPÓSITO DE REFERÊNCIA E B) COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DO SILICATO DE SÓDIO.	61
FIGURA 3.31 – SECAGEM DO LIGANTE CPII F COM APLICAÇÃO DE MISTURAS DE ESCÓRIA ATIVADA: A) RETRAÇÃO AO LONGO DO TEMPO E B) CURVAS DE SECAGEM DOS COMPÓSITOS.	62
FIGURA 3.32 - SECAGEM DO LIGANTE CPII F COM APLICAÇÃO DAS MISTURAS DE ESCÓRIA ATIVADA: A) RETRAÇÃO NOS 3 PONTOS DO COMPÓSITO DE REFERÊNCIA, B) DIFERENÇA ENTRE OS PONTOS DE LEITURA NO COMPÓSITO DE REFERÊNCIA, C) RETRAÇÃO NOS 3 PONTOS DO COMPÓSITO COM ESCÓRIA ATIVADA COM RELAÇÃO ÁGUA/LIGANTE 0,40, D) DIFERENÇA ENTRE OS PONTOS DE LEITURA NO COMPÓSITO COM ESCÓRIA ATIVADA COM RELAÇÃO ÁGUA/SÓLIDOS 0,40, E) RETRAÇÃO NOS 3 PONTOS DO COMPÓSITO COM ESCÓRIA ATIVADA COM RELAÇÃO ÁGUA/LIGANTE 0,48 E F) DIFERENÇA ENTRE OS PONTOS DE LEITURA NO COMPÓSITO COM ESCÓRIA ATIVADA COM RELAÇÃO ÁGUA/SÓLIDOS 0,48.....	63
FIGURA 3.33 – DEFORMADA DOS CORPOS DE PROVA DO LIGANTE CPII F COM APLICAÇÃO DAS MISTURAS DE ESCÓRIA ATIVADA: A) COMPÓSITO DE REFERÊNCIA E B) COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DE ESCÓRIA ATIVADA COM RELAÇÃO ÁGUA/LIGANTE 0,40 E C) COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DE ESCÓRIA ATIVADA COM RELAÇÃO ÁGUA/LIGANTE 0,48.	64
FIGURA 3.34 – POTENCIAL DAS APLICAÇÕES EM CADA LIGANTE PARA PROMOVER A PROTENSÃO QUÍMICA NOS COMPÓSITOS.	65
FIGURA 3.35 – RETRAÇÃO POR SECAGEM VERSUS O VOLUME DE POROS ENTRE 0,001 E 0,01 μm PARA OS COMPÓSITOS AVALIADOS.	65
FIGURA 4.1 – APARELHO PARA MEDIDA DO MÓDULO DE ELASTICIDADE DINÂMICO: A) EQUIPAMENTO DE ULTRASSOM COM OS TRANSDUTORES E A BARRA DE REFERÊNCIA UTILIZADA PARA CALIBRAÇÃO E B) MEDIDA REALIZADA NO PONTO CENTRAL DO CORPO DE PROVA SOBRE O PINO METÁLICO DE RETRAÇÃO. FOTOS: MÁRIO SOUZA TAKEASHI.	69
FIGURA 4.2 – VARIAÇÃO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE DINÂMICO EM FUNÇÃO DA UMIDADE DOS COMPÓSITOS.	70
FIGURA 4.3 – ENSAIO DE FLEXÃO DE 4 PONTOS NA PRENSA UNIVERSAL E AS EQUAÇÕES PARA O CÁLCULO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	71
FIGURA 4.4 – AVALIAÇÃO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE DINÂMICO PARA TODOS OS LIGANTES: A) LIGANTE CPII F COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO, B) LIGANTE CPII E COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO, C) LIGANTE CPIII COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO E D) LIGANTE CPII F COM APLICAÇÃO DE ESCÓRIA ATIVADA.	74
FIGURA 4.5 – CURVAS TÍPICAS DO LIGANTE CPII F COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO AOS 100 DIAS DE IDADE: A) CURVAS TÍPICAS DO COMPÓSITO DE REFERÊNCIA, B) CURVAS TÍPICAS DO COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO E C) CURVAS TÍPICAS QUE REPRESENTAM O COMPORTAMENTO DOS COMPÓSITOS.	76
FIGURA 4.6 – CURVAS TÍPICAS DO LIGANTE CPII E COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO AOS 100 DIAS DE IDADE: A) CURVAS TÍPICAS DO COMPÓSITO DE REFERÊNCIA, B) CURVAS TÍPICAS DO COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO E C) CURVAS TÍPICAS QUE REPRESENTAM O COMPORTAMENTO DOS COMPÓSITOS.	77

FIGURA 4.7 – CURVAS TÍPICAS DO LIGANTE CPIII COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO AOS 100 DIAS DE IDADE: A) CURVAS TÍPICAS DO COMPÓSITO DE REFERÊNCIA, B) CURVAS TÍPICAS DO COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DE SILICATO DE SÓDIO E C) CURVAS TÍPICAS QUE REPRESENTAM O COMPORTAMENTO DOS COMPÓSITOS.	78
FIGURA 4.8 – CURVAS TÍPICAS DO LIGANTE CPII F COM APLICAÇÃO DE ESCÓRIA ATIVADA AOS 100 DIAS DE IDADE: A) CURVAS TÍPICAS DO COMPÓSITO DE REFERÊNCIA, B) CURVAS TÍPICAS DO COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DE ESCÓRIA ATIVADA COM RELAÇÃO ÁGUA/LIGANTE 0,40, c) CURVAS TÍPICAS DO COMPÓSITO COM APLICAÇÃO DE ESCÓRIA ATIVADA COM RELAÇÃO ÁGUA/LIGANTE 0,48 E D) CURVAS TÍPICAS QUE REPRESENTAM O COMPORTAMENTO DOS COMPÓSITOS.	79
FIGURA 4.9 – CORRELAÇÃO ENTRE O MÓDULO DE RUPTURA E LIMITE DE PROPORCIONALIDADE DA MATRIZ PARA OS COMPÓSITOS AVALIADOS.	79
FIGURA 4.10 – CORRELAÇÃO ENTRE O MÓDULO DE ELASTICIDADE DINÂMICO E O MÓDULO DE ELASTICIDADE NA FLEXÃO DOS COMPÓSITOS AVALIADOS.	80
FIGURA 4.11 – MÓDULO DE ELASTICIDADE DINÂMICO EM FUNÇÃO DA ABSORÇÃO DE ÁGUA DOS COMPÓSITOS.....	80
FIGURA 4.12 – CORRELAÇÃO ENTRE O LIMITE DE PROPORCIONALIDADE DA MATRIZ E O VOLUME DE POROS ENTRE 0,001 E 0,01 μm DOS COMPÓSITOS AVALIADOS.....	81
FIGURA 0.1 – RETRAÇÃO POR SECAGEM NOS 3 PONTOS DE LEITURA E A DIFERENÇA ENTRE OS PONTOS DE LEITURA DOS COMPÓSITOS COM APLICAÇÃO LOCALIZADA.	92
FIGURA 0.2 – DEFORMADA DOS CORPOS DE PROVA E AS CURVAS DE SECAGEM DOS COMPÓSITOS COM APLICAÇÃO LOCALIZADA.....	93

Lista de tabelas

TABELA 2.1 – FORMULAÇÕES EM MASSA UTILIZADAS PARA PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS.	17
TABELA 2.2 – POROSIDADE TOTAL E O VOLUME INTRUDIDO POR FAIXA DE POROS.	21
TABELA 2.3 – PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS COMPÓSITOS AVALIADOS.	22
TABELA 2.4 – PERDAS DE MASSA CORRIGIDAS NA BASE NÃO VOLÁTEIS PARA OS COMPÓSITOS.....	24
TABELA 3.1 – MASSA ESPECÍFICA E ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA DAS MATÉRIAS PRIMAS.	30
TABELA 3.2 – DADOS GRANULOMÉTRICOS PERCENTUAIS DOS MATERIAIS PARTICULADOS.....	31
TABELA 3.3 – ANÁLISE QUÍMICA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X DOS MATERIAIS PARTICULADOS.....	31
TABELA 3.4 – FORMULAÇÃO UTILIZADA PARA PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS EM MASSA.....	32
TABELA 3.5 – FORMULAÇÃO UTILIZADA NAS MISTURAS DE ESCÓRIA MOÍDA ATIVADA COM SILICATO DE SÓDIO.	36
TABELA 3.6 – CONSUMO DE MATERIAL APLICADO NOS LIGANTES.	36
TABELA 3.7 – UMIDADE DAS PLACAS MEDIDAS ANTES E DEPOIS DA PRENSAGEM.	38
TABELA 3.8 – POROSIDADE TOTAL, ABSORÇÃO DE ÁGUA E DENSIDADE APARENTE DOS COMPÓSITOS AOS 91 DIAS.	45
TABELA 3.9 – VALORES PERCENTUAIS OBTIDOS PELA DISTRIBUIÇÃO DE POROS AOS 3 E 91 DIAS.	47
TABELA 3.10 – PERDAS DE MASSA NA BASE NÃO VOLÁTEIS PARA OS LIGANTES AVALIADOS AOS 3 E 91 DIAS.	50
TABELA 4.1 – ESPESSURA MÉDIA DOS LIGANTES COM E SEM APLICAÇÃO.....	72
TABELA 4.2 – PROPRIEDADES MECÂNICAS DOS LIGANTES COM E SEM APLICAÇÃO.....	75

Lista de equações

EQUAÇÃO 3.1	41
EQUAÇÃO 4.1	69
EQUAÇÃO 4.2	71
EQUAÇÃO 4.3	71
EQUAÇÃO 4.4	71

INTRODUÇÃO	1
1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
1.1. COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRAS ORGÂNICAS	3
1.1.1. <i>Fatores que influenciam na fissuração</i>	<i>4</i>
1.1.2. <i>Retração em materiais cimentícios.....</i>	<i>6</i>
1.2. CIMENTO DE ESCÓRIA ATIVADA COM SILICATO DE SÓDIO.....	7
1.2.1. <i>Hidratação</i>	<i>7</i>
1.2.2. <i>Porosidade</i>	<i>8</i>
1.2.3. <i>Comportamento da retração</i>	<i>8</i>
1.3. MATERIAIS COM GRADAÇÃO FUNCIONAL.....	10
1.3.1. <i>Tipos de gradação.....</i>	<i>10</i>
1.3.2. <i>Aplicações e processamentos</i>	<i>11</i>
2. INFLUÊNCIA DO LIGANTE NA RETRAÇÃO POR SECAGEM	14
INTRODUÇÃO	14
2.1. MATERIAIS E MÉTODOS	15
2.1.1. <i>Produção dos compósitos</i>	<i>16</i>
2.1.2. <i>Cura e retração por secagem.....</i>	<i>18</i>
2.1.3. <i>Propriedades mecânicas</i>	<i>19</i>
2.1.4. <i>Distribuição do tamanho de poros</i>	<i>19</i>
2.1.5. <i>Análise termogravimétrica</i>	<i>20</i>
2.2. RESULTADOS E DISCUSSÕES	20
2.2.1. <i>Porosidade e distribuição do tamanho de poros</i>	<i>20</i>
2.2.2. <i>Propriedades mecânicas.....</i>	<i>22</i>
2.2.3. <i>Análises termogravimétricas</i>	<i>23</i>
2.2.4. <i>Retração por secagem</i>	<i>25</i>
2.3. CONCLUSÕES DO CAPÍTULO	26
3. CONTROLE DA RETRAÇÃO POR SECAGEM ATRAVÉS GRADAÇÃO FUNCIONAL.....	27
INTRODUÇÃO	27
3.1. MATERIAIS E MÉTODOS	28
3.1.1. <i>Caracterização das matérias primas</i>	<i>29</i>
3.1.2. <i>Produção dos compósitos em laboratório</i>	<i>31</i>
3.1.3. <i>Caracterização dos compósitos produzidos.....</i>	<i>38</i>
3.2. RESULTADOS E DISCUSSÕES	43

3.2.1.	<i>Porosidade</i>	45
3.2.2.	<i>Análise termogravimétrica</i>	48
3.2.3.	<i>Retração por secagem</i>	52
3.3.	CONCLUSÕES DO CAPÍTULO	65
4.	AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO MECÂNICO DOS COMPÓSITOS COM GRADAÇÃO FUNCIONAL	67
	INTRODUÇÃO	67
4.1.	MATERIAIS E MÉTODOS	67
4.1.1.	<i>Módulo de elasticidade dinâmico</i>	68
4.1.2.	<i>Flexão de quatro pontos</i>	70
4.2.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	71
4.2.1.	<i>Módulo de elasticidade dinâmico</i>	72
4.2.2.	<i>Flexão de quatro pontos</i>	74
4.3.	CONCLUSÕES DO CAPÍTULO	81
5.	CONCLUSÕES GERAIS E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	83
	REFERÊNCIAS	85
	ANEXO	91

Introdução

O objetivo desta dissertação é promover a protensão química, através da aplicação entre camadas de silicato de sódio alcalino ou misturas de cimento de escória ativada com silicato de sódio alcalino, para evitar fissuras de borda em compósitos reforçados com fibras orgânicas.

Componentes de fibrocimento reforçado com fibras orgânicas vêm sendo produzido de forma crescente no Brasil, em substituição ao fibrocimento reforçado com fibras de amianto. Entretanto acompanhado a esta crescente veio aparecimento de fissuras nas bordas, tanto em telhas onduladas quanto em chapas planas (painéis), principalmente durante a secagem dos componentes nas pilhas de estocagem. Estudos realizados por Akers et al. (1983; 1990; 2006) mostraram que as tensões desenvolvidas por gradientes de umidade dentro de componentes de fibrocimento são a maior causa da fissuração.

Vários são os fatores que influenciam o aparecimento de fissuras na borda, como a velocidade de secagem da superfície, que está diretamente ligado ao ambiente, resistência a tração, módulo de Young, magnitude da retração por secagem e a relaxação dos fibrocimentos. Todos estes fatores estão relacionados com a secagem e as propriedades dos compósitos, entretanto o fenômeno principal que governa a fissuração é a retração (SOUZA et al., 2010).

A partir deste cenário, existe um grande interesse das indústrias de fibrocimento em buscar soluções para fissuração em telhas e painéis de fibrocimento. O orientador desta pesquisa pensou porque não aplicarmos entre as camadas do fibrocimento um material de elevada de retração para provocar uma protensão química próxima a borda, e conseqüentemente, comprimi-la (JOHN, 1995).

As misturas de escória moída com ativador a base de silicato de sódio alcalino proporcionam elevadas retrações quando comparados aos ligantes Portland comuns. As bibliografias reportam que a retração por secagem deste tipo de misturas pode chegar a ser oito vezes maior que a do ligante comum. A seguir serão discutidos os principais fatores responsáveis pela elevada retração das misturas de escória ativada com silicato de sódio alcalino e suas

propriedades. A elevada retração pode ser justificada por três fatores principais: maior velocidade de dissolução, quantidade predominante de C-S-H e porosidade singular caracterizada por mesoporos (JONH, 1995; MELO NETO, 2008). A variação no teor de ativador também influencia no aumento da retração e este comportamento pode ser relacionado com a maior quantidade de produtos hidratados (C-S-H).

A aplicação de silicato de sódio líquido ou de escória ativada com silicato de sódio entre as camadas dos fibrocimentos para provocar a protensão química implica na aplicação do conceito de materiais com gradação funcional para o controle da fissuração em fibrocimentos.

Os materiais com gradação funcional (MGF) são caracterizados pela variação na composição e na estrutura, ao longo do volume, resultando em alterações nas propriedades do material (MIYAMOTO et al., 1999; KIEBACK, NEUBRAND, RIDEL, 2003; BOLANDER, 2007). A distribuição não homogênea de uma ou mais propriedades e a funcionalidade oriunda desta distribuição caracterizam o material com gradação funcional (DIAS, 2011).

Um dos primeiros trabalhos com aplicação na construção civil, foi desenvolvido por Dias et al. (2006) aonde apresentaram o potencial da aplicação do conceito MGF no desenvolvimento de fibrocimentos em escala laboratorial. Neste estudo foi variado o teor de fibra sintética ao longo das cinco camadas de fibrocimento e avaliado a influência desta distribuição heterogênea de fibra no comportamento mecânico e na microestrutura do compósito. Os resultados apontam que os fibrocimentos MGF têm desempenho mecânico similar e reduzem em torno de 16 a 18% o custo de produção em relação ao fibrocimento convencional. Dias (2011), em caráter embrionário e inovador, ainda demonstrou que é possível a aplicação localizada de misturas cimentícias ricas em fibras, entre as camadas do fibrocimento, durante o processo Hatschek de produção de telhas.

Ao longo dos capítulos desta dissertação será aprofundado melhor os conceitos, as metodologias envolvidas, as análises e discussões dos resultados para que possamos visualizar e quantificar o potencial da protensão química para o controle da fissuração em compósitos reforçados com fibras orgânicas.

1. Revisão bibliográfica

Neste capítulo 1 de revisão bibliográfica serão apresentados os fatores que influenciam na retração e fissuração dos fibrocimentos, o conceito e os fatores que influenciam na elevada retração do cimento de escória ativada e o conceito e as aplicações dos materiais com gradação funcional.

1.1. Compósitos reforçados com fibras orgânicas

Componentes de fibrocimento reforçado com fibras orgânicas vêm sendo produzido de forma crescente no Brasil, em substituição ao fibrocimento reforçado com fibras de amianto. Isso ocorre em várias localidades devido a leis que proíbem o uso desta fibra mineral. As fibras sintéticas de poli vinil-álcool (PVA) e polipropileno (PP) vêm sendo utilizadas, além das adições pozolânicas para melhorar as propriedades da matriz e, consequentemente, o desempenho dos compósitos reforçados com fibras orgânicas.

Na prática, tem sido comum os fibrocimentos reforçados com fibras orgânicas apresentarem fissuras nas bordas, tanto em telhas quanto em chapas planas (painéis), principalmente durante a secagem dos componentes nas pilhas de estocagem. Estudos realizados por Akers et al. (1983; 1990; 2006) apontam que a maior causa da fissuração é devido as tensões desenvolvidas por gradientes de umidade dentro dos componentes de fibrocimento.

A hipótese é confirmada através da avaliação minuciosa realizada em telhas onduladas produzidas na fábrica, uma das parceiras do projeto Cimento-Celulose. Este projeto envolve uma parceria pública privada entre a Universidade de São Paulo e as empresas IMBRALIT e INFIBRA. Logo após a etapa de cura térmica e desforma, observamos que a região próxima a borda encontra-se seca e bem ao lado avistamos uma região com umidade aparentemente muito maior, conforme podemos observar na Figura 1.1.

Esta variação de umidade dentro do produto provoca gradientes de tensões que acabam ultrapassando o limite de resistência do material, levando a fissuração da borda (AKERS, 2006). Estas fissuras ao longo da borda podem ser observadas nas telhas onduladas apresentadas na Figura 1.2.

Figura 1.1 – Telha ondulada logo após a cura térmica e desforma: a) borda da telha na direção longitudinal e b) aproximação da borda aonde observamos o gradiente de umidade na borda durante a estocagem. Fotos: Brunoro e Rui Barbosa na fábrica da INFIBRA em Leme, SP.

Figura 1.2 – Fissuras de borda encontradas em telhas onduladas instaladas em estrutura metálica: a) borda da telha na direção longitudinal e b) aproximação na borda fissurada. Fotos: Brunoro e Cleber Dias da granja em Batatais, SP.

1.1.1. Fatores que influenciam na fissuração

Os fatores que influenciam na fissuração estão relacionados com a velocidade de secagem da superfície, que está diretamente ligado ao ambiente, resistência a tração, módulo de Young, magnitude da retração por secagem e a relaxação dos fibrocimentos. Estes fatores estão relacionados com a secagem e as propriedades dos compósitos, porém o fenômeno principal que governa a fissuração é a retração (SOUZA et al., 2010).

Segundo Mehta e Monteiro (2008) a retração por secagem é influenciada pela presença de poros capilares (5 a 50 ηm) e isto está associado ao mecanismo de retração chamado de pressão capilar (WITTMANN, 1982). A magnitude da pressão gerada de três fatores principais: tensão superficial do líquido, ângulo de contato (MORA-RUACHO et al., 2009) e distribuição do tamanho de poros (BENTUR, 1979).

A tensão superficial pode ser definida pelas forças que agem nas moléculas da superfície do líquido, neste caso a água. Uma molécula que está localizada no interior do líquido está sujeita a forças intermoleculares de todas as outras moléculas ao seu redor. A força resultante destas forças intermoleculares será nula, permitindo assim o movimento das moléculas no interior do líquido (SHAW, 1975; ADAMSON; GAST, 1997). A tensão superficial da água é responsável pela formação dos meniscos e, conseqüentemente da curvatura nas paredes dos poros capilares que os suportam.

O ângulo de contato é a medida da interação entre a água e a superfície do material em que foi depositado. No caso dos materiais cimentícios, é afinidade do líquido com a parede do poro capilar. Qualquer modificação química na superfície pode ser utilizada para aumentar ou diminuir o ângulo de contato, influenciando assim na molhabilidade do sólido pelo líquido (SHAW, 1975; ADAMSON; GAST, 1997). Estudos realizados por MORA-RUACHO et al. (2009) apontam que a utilização de aditivos superplastificantes e redutores de retração (SRA) adicionados a mistura de concretos provocam redução significativa da tensão superficial.

Segundo Melo Neto (2007) a tensão superficial pode ser definida, também, como fenômeno básico para variação dimensional. A grande área específica formada pelos produtos hidratados dos ligantes Portland provoca a formação de inúmeras interfaces sólido-líquido ou meniscos. A variação da umidade relativa gera aumento da tensão superficial nos meniscos, resultando na retração do material.

A distribuição do tamanho de poros (terceiro fator) está relacionada com as propriedades do compósito, sendo que a distribuição de poros de materiais cimentícios depende de vários fatores, como: o tipo de ligante e adições ativas, processo de cura e grau de compactação, quantidade de água na mistura e dentre outros (SOUZA et al., 2010).

As matrizes cimentícias apresentam na sua distribuição de poros três faixas características: macroporos (maiores que 50 μm), poros capilares (2 a 50 μm) responsáveis pela retração por secagem e microporos (menores que 2 μm) que também são causadores da retração. O tamanho dos poros e seus respectivos diâmetros são regulamentados pela IUPAC (1997). Os microporos estão presentes entre as camadas do C-S-H, e a distância entre estas camadas

podem chegar até 30 ηm (TAYLOR, 1997; MEHTA; MONTEIRO, 2008). Segundo Young (1988) a pressão capilar é significativa somente em poros menores que 35 ηm

As lamelas do C-S-H apresenta superfície sólida hidrofílica e estão separadas por uma fina película de água, devido as superfícies estarem muito próximas uma das outras acaba gerando uma força repulsiva chamada de pressão de separação. Com a perda de água entre as lamelas, seja em razão da perda de água para o ambiente ou para as reações de hidratação, a pressão de separação é anulada resultando assim na retração do material (WITTMANN, 1982; YOUNG, 1988; MELO NETO, 2007; SOUZA et al., 2010).

1.1.2. Retração em materiais cimentícios

Segundo as bibliografias, de maneira geral podemos identificar quatro tipos de retração nos materiais cimentícios (BASTOS, 2001; MELO NETO, 2007; MEHTA; MONTEIRO, 2008). A retração plástica, autógena, por secagem e por carbonatação. Neste trabalho será avaliada somente a retração por secagem, devido a sua relação direta com a fissuração em fibrocimentos, conforme descrito no item 1.1.1.

A retração por secagem inicia-se após o fim de pega do ligante Portland e ocorre devido a variação da pressão capilar, da pressão de separação e da variação da tensão superficial ocasionada pela perda de água do poro para o ambiente. Cabe ressaltar que a retrações plástica e autógena estão inseridas dentro da retração por secagem (MELO NETO, 2007).

A retração por secagem apresenta algumas peculiaridades. Uma delas é o fato da maior magnitude da retração ocorrer na primeira secagem e permanecer (MINDESS; YOUNG, 1981). Logo após a primeira secagem, parte da retração pode ser reversível, pois a molhagem provoca uma recuperação parcial da deformação sofrida com a secagem (MEHTA; MONTEIRO, 2008). Entretanto, a amplitude da retração reversível não é suficiente para retornar a dimensão original.

Segundo MINDESS e YOUNG (1981), o conhecimento da parcela permanente e reversível da retração por secagem é essencial para intervenções práticas para a melhoria da estabilidade dimensional após a primeira secagem. Estudos realizados por Rui Barbosa, ao longo do projeto Cimento-Celulose, apontam que a primeira retração por secagem foi 20% maior que

a retração após os ciclos de secagem e molhagem, conforme podemos observar na Figura 1.3.

Figura 1.3 – Avaliação de fibrocimentos extraídos de chapas planas com 10 dias de idade. Secagem até o equilíbrio em câmara climática a 23°C e 50% de umidade relativa; a) Retração por secagem e ciclos de secagem e molhagem ao longo de 45 dias e b) Isotermas de secagem e molhagem para cada ciclo de 48 horas. Dados coletados e analisados por Rui Barbosa em 2008 e cedidos para este trabalho.

1.2. Cimento de escória ativada com silicato de sódio

O cimento de escória ativada pode ser definido como o ligante composto de escória de alto forno e a adição de um ou mais ativadores, que possua espécies químicas capazes de propiciar e acelerar as reações de hidratação (JOHN, 1995). A grande maioria dos estudos utiliza escória de alto forno básica, quando apresenta relação CaO/SiO_2 superior a 1, em razão de suas características químicas e mineralógicas propiciarem maior potencial ligante (JOHN, 1995).

A seguir serão descritas as principais propriedades das misturas de escória ativada com silicato de sódio, como a hidratação, a porosidade e o comportamento da retração.

1.2.1. Hidratação

O mecanismo de hidratação da escória ocorre por dissolução e precipitação nas primeiras idades, mas a dissolução da escória apenas em água é dificultada pela formação de uma película deficiente em Ca^{2+} que inibe o avanço da hidratação, sendo necessário um ataque hidroxílico (pelos íons OH^-) para proporcionar a dissolução desta película e, claro o avanço da hidratação (JOHN, 1995; RICHARDSON E CABRERA, 2000; BROUGH E ATKINSON, 2002; MELO NETO, 2008).

Um dos motivos principais da ativação da escória com álcalis é devido a elevação do pH da mistura. O pH é determinante para a evolução das reações de hidratação da escória, sendo necessária sua elevação para um valor igual ou maior a 12,6, semelhante ao dos ligantes Portland (JOHN, 1995; MELO NETO, 2007).

O principal produto hidratado do cimento de escória é o silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e em menor quantidade a hidrotalcita (ROY et al., 2006; MELO NETO, 2007). Estudos realizados por Melo Neto (2002) através de termogravimetria apontam 92% de C-S-H, 6% de hidrotalcita e o restante composto por outros produtos hidratados. Maiores detalhes sobre a estequiometria e a morfologia do C-S-H do cimento de escória ativada pode ser encontrado na bibliografia (RICHARDSON E CABRERA, 2000; BROUGH E ATKINSON, 2002; ROY et al., 2006; MELO NETO, 2007).

Estudos realizados por Melo Neto (2002) mostram que o aumento do teor de silicato de sódio provoca aumento na quantidade de C-S-H e, conseqüentemente, do grau de hidratação. Estudos realizados por calorimetria de condução constataam que o aumento da concentração de Na_2O encurta o período de indução e aumenta do calor total liberado (MELO NETO, 2008).

1.2.2. Porosidade

O cimento de escória ativada com silicato de sódio apresenta porosidade total e distribuição de poros singular. Um dos fatores que explica esta singularidade é a predominância quase que total de C-S-H. Conforme descrito no item 1.1.1, o C-S-H dos materiais cimentícios apresenta estrutura porosa com elevada área específica e com distribuição de poros concentrada na faixa de microporos e mesoporos (YOUNG, 1988). O cimento de escória ativada apresenta volume de poros concentrados em sua maior parte ($\pm 95\%$) na faixa de mesoporos (MELO NETO, 2007).

1.2.3. Comportamento da retração

O cimento de escória ativada com silicato de sódio apresenta elevada retração quando comparados aos ligantes Portland. As bibliografias reportam que a retração por secagem deste tipo de cimento pode chegar a ser oito vezes maior que a do ligante comum. Esta elevada retração pode ser justificada por três fatores principais: maior velocidade de

dissolução, quantidade predominante de C-S-H e porosidade concentrada na faixa de mesoporos, conforme descrito no item 1.2.2 (JONH, 1995; MELO NETO, 2008).

A distribuição de poros predominante na faixa de mesoporos sugere que a água presente na mistura com cimento de escória ativada provoque uma pressão capilar no poro maior devido a movimentação da água presente (parte consumida pelas reações de hidratação ou perda para o ambiente) e, conseqüentemente, maior retração (MELO NETO, 2007).

A partir dos resultados de Collins e Sanjayan (2000) e Melo Neto (2002), verificamos que o cimento de escória ativada com silicato de sódio apresenta retração por secagem maior que o ligante Portland, como era esperado, mas a perda de massa foi menor para o cimento de escória ativada com silicato. Este comportamento pode ser explicado pela singularidade da porosidade deste tipo de cimento na faixa de mesoporos. A predominância de poros nesta faixa faz com que seja mais difícil a saída da água, em consequência disso ocorre uma pressão capilar nos poros maiores e provocando assim uma retração maior mesmo com uma perda de massa menor (MELO NETO, 2007).

Através das bibliografias, contatamos que o cimento de escória ativada apresenta a primeira retração por secagem muito elevada quando comparada aos ligantes Portland. Isto se deve a baixa resistência deste tipo de cimento nas primeiras horas o que ocasiona o aparecimento de microfissuras. No caso do cimento de escória ativada, a retração química e o avanço da resistência ocorrem de maneira exponencial, resultando numa primeira retração por secagem elevada (CINCOTO et al., 2003; CHEN e BROUWERS, 2007).

Segundo Melo Neto (2002) o aumento da primeira retração neste tipo de cimento pode ser justificado pelo aumento do teor de silicato de sódio. O aumento do teor de silicato de sódio provoca aumento na quantidade de C-S-H, desta forma conclui-se que a quantidade predominante de C-S-H é responsável pela primeira retração elevada, provavelmente é devido ao aumento da retração química e do grau de hidratação.

O ganho de resistência implica na restrição das deformações, no entanto, o avanço da hidratação provoca crescimento de vazios internos e, conseqüentemente, da formação de menisco nos poros capilares que levam ao aumento das tensões, resultando em forças de contração e, novamente, a retração (conforme descrito no item 1.1.1). A velocidade das

reações de hidratação do cimento de escória ativada ocorre de maneira rápida, proporcionando o aumento de vazios internos e uma grande quantidade de poros na faixa de mesoporos. Esta característica explica a elevada retração deste tipo de cimento, devido ao refinamento dos poros contribuírem de maneira significativa para o aumento das tensões capilares (COLLINS e SANJAYAN, 2000; CINCOTO et al., 2003; CHEN e BROUWERS, 2007; MELO NETO, 2007).

1.3. Materiais com gradação funcional

A utilização do conceito de materiais com gradação funcional (MGF) não é recente, um exemplo clássico é o bambu oriundo da natureza, assim como o osso humano e as cascas de conchas marinhas (MIYAMOTO et al., 1999). O bambu é estruturado através de processos evolutivos naturais para apresentar maior teor de fibras nas regiões periféricas (próximas a casca), oferecendo assim maior resistência mecânica nas regiões mais solicitadas durante a ação do vento (AMADA et al., 1997; NOGOTA, 1999).

Os materiais com gradação funcional podem ser caracterizados através da variação na composição e/ou na estrutura, ao longo do volume, resultando em alterações nas propriedades do material (MIYAMOTO et al., 1999; KIEBACK, NEUBRAND, RIDEL, 2003; BOLANDER, 2007). A distribuição não homogênea de uma ou mais propriedades e a funcionalidade oriunda desta distribuição caracterizam o material com gradação funcional (DIAS, 2011). Exemplos que facilitam a visualização da diferença entre os materiais convencionais e os materiais com gradação funcional (MGF) estão apresentados no trabalho de Koisumi (1997).

1.3.1. Tipos de gradação

Dentro dos materiais com gradação funcional você tem vários tipos de gradação, como uma gradação unidirecional, bidirecional ou tridimensional em que a propriedade varia nas três direções (X, Y e Z). Segundo MIYAMOTO et al. (1999) a gradação se dá de duas formas: contínua, com a gradação podendo ser feita na interface entre dois materiais e descontínua, com a gradação feita em camadas (Dias, 2011). As gradações realizadas por Dias (2011) e as gradações deste trabalho reportam-se a uma gradação tridimensional e descontínua.

Dias (2011) realizou gradação envolvendo matriz e as fibras sintéticas. Através da teoria do ACK, composta por três equações, observamos que a variação da fração volumétrica de fibras implica em alterações das propriedades mecânicas dos compósitos. A utilização de fibras com geometrias distintas e a variação de quantidade de fibras em diferentes pontos do fibrocimento é outra forma de gradação. Segundo Bentur e Mindess (1990) o comprimento das fibras, bem como a aderência entre as fibras e a matriz, afeta a tenacidade dos fibrocimentos e, à medida que se aumenta o comprimento das fibras até o comprimento crítico, aumenta a tenacidade do compósito. Maiores detalhes das equações de ACK e sobre gradação envolvendo fibras podem ser encontradas no trabalho de Dias (2011).

Neste trabalho será realizada a gradação envolvendo a matriz. Segundo Dias (2011) a variação, da fração ou do tipo de adição ativa, de forma pontual num componente para conseguir regiões com diferentes propriedades mecânicas, caracteriza uma gradação. Especificamente neste trabalho optamos pela variação do ligante Portland em conjunto a aplicação de materiais de elevada retração para promover retrações diferenciais e, conseqüentemente, a protensão química nos fibrocimentos (GIORDANO et al., 2009).

1.3.2. Aplicações e processamentos

As primeiras aplicações gerais de materiais com gradação funcional (MGF) foi feito por Bever e Duwez (1972), em compósitos e materiais poliméricos, com objetivo de variar as propriedades dos materiais de maneira pontual visando obter desempenho superior aos materiais homogêneos.

O processamento dos materiais com gradação funcional (MGF) ocorre em duas etapas: primeiramente a gradação, procedimento utilizado para variar a composição e/ou estrutura das fases constituintes do material, e a consolidação, que consiste em garantir que a gradação permaneça no produto final (MIYAMOTO et al., 1999; KIEBACK, NEUBRAND, RIDEL, 2003). Segundo KIEBACK; NEUBRAND; RIDEL (2003) nos processos metalúrgicos ocorre a consolidação por sinterização e solidificação, através do resfriamento rápido. Em materiais cimentícios a consolidação ocorre com o avanço das reações de hidratação do ligante Portland até o endurecimento do produto final (TAYLOR, 1997; MEHTA e MONTEIRO, 2008).

As aplicações do conceito e o processamento dos materiais com gradação funcional já são difundidas em diversas áreas, como foi descrito e detalhado por Dias (2011). Neste trabalho vamos direcionar somente as aplicações na construção civil e neste cenário existem, aproximadamente, quatro grupos de pesquisa que aplicam o conceito MGF em materiais cimentícios reforçados ou não com fibras para desenvolvimento de novos produtos.

O pioneirismo foi do Laboratório de Microestrutura e Ecoeficiência (LME), liderado pelo professor Vanderley John e orientador deste trabalho, que desenvolveu a aplicação de teores variados de fibras sintéticas (PVA) ao longo das camadas de fibrocimento produzidas em laboratório através da técnica de drenagem a vácuo. Os resultados apontam que os fibrocimentos produzidos com 1% em média de fibras de PVA, em massa, distribuídas ao longo da espessura (da base até o topo do corpo de prova), iniciando com 0,2% (na primeira camada) e aumentando gradativamente 0,4% até chegar a 1,8% de fibras (na última camada) apresentou desempenho mecânico semelhante aos fibrocimentos homogêneos com 1,8% e 1,07% de fibras de PVA em média. Desta forma os fibrocimentos com gradação provocaram redução no custo de produção de 16 a 18% em relação ao fibrocimento homogêneo com 1,8% de fibra de PVA (DIAS et al., 2006).

Shen et al. (2006) também desenvolveu fibrocimentos com gradação funcional através da técnica de extrusão, aonde os teores de fibras são distribuídos de forma que a concentração é maior nas regiões mais solicitadas a esforços de tração, de forma semelhante aos estudos realizados por Dias et al. (2006). Os resultados apontam que fibrocimentos produzidos com 1% em média de fibras de PVA, em volume, distribuídas ao longo da espessura (da base até o topo do corpo de prova), iniciando com 0% (na primeira camada) e aumentando gradativamente 0,67% até chegar a 2% de fibras (na última camada) apresentaram desempenho semelhante aos fibrocimentos homogêneos com 1,33% de fibras de PVA, em volume.

Em outro trabalho, mas desenvolvido pelo mesmo grupo anterior, utiliza a técnica de co-extrusão simultânea para produção de diferentes camadas formuladas com cimento, cinza volante, aditivos a base de *methyl hidroxyethyl* celulose (MHEC) e água. Os resultados apontam que a co-extrusão em alta velocidade não afetou a interface das camadas, mas

ressaltam que as propriedades reológicas precisam estar bem ajustadas para produzir gradação em materiais cimentícios através do processo de co-extrusão (CHEN et al., 2008).

Maalej et al. (2002) desenvolveu concretos com gradação funcional, aplicando um concreto reforçado com fibras de aço próximo as armaduras longitudinais das vigas. Os resultados mostram redução das fissuras nesta região quando solicitada a esforços de flexão e, consequentemente, diminuição dos riscos de ataque por agentes agressivos.

Os pesquisadores Gao et al. (2007) e Ma et al. (2009) desenvolveram a aplicação de um concreto com baixa permeabilidade antes da estrutura espeda de concreto dos túneis e, claro, antes da camada fina de concreto projetado com fibras sintéticas para proteção ao fogo. Após as aplicações foram extraídos corpos de provas das estruturas e os resultados apontam redução de uma ordem de grandeza em relação ao coeficiente de difusão de cloretos ($6 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$) da estrutura convencional e, consequentemente, aumento da vida útil em mais de 10 vezes. A permeabilidade da estrutura diminui significativamente, constatada após a medida da permeabilidade a água, com o penetração de 0 mm após 4 horas. A resistência ao fogo desta estrutura foi aumentada cerca de 4,7 vezes em relação a estrutura não-tratada.

Em 2011, o mesmo grupo que iniciou a aplicação do conceito MGF em fibrocimento, realiza mais uma façanha. Cleber Dias, em caráter embrionário e inovador, demonstrou que é possível a aplicação localizada, entre as camadas do fibrocimento, de misturas cimentícias ricas em fibras sintéticas ao longo do processo Hatschek. O local usado para aplicação foi o rolo aonde as finas camadas são aderidas e prensadas para conformação da espessura. Maiores detalhes do equipamento de extrusão desenvolvido para aplicação estão descritos no trabalho de Dias (2011). Os resultados apontam que o fibrocimento com aplicação localizada da mistura cimentícia com 3% de fibra de PVA (em 4 camadas), em volume, proporcionou o aumento de 10% no módulo de ruptura (MOR) quando comparados ao fibrocimento convencional.

2. Influência do ligante na retração por secagem

Introdução

Este Capítulo 2 tem como objetivo de avaliar as possibilidades de alteração do tipo de ligante Portland para proporcionar aumento significativo da retração por secagem, visando aplicação em escala industrial, para produção de uma gradação capaz de gerar a protensão química.

Os fibrocimentos reforçados com fibras orgânicas vêm apresentando fissuras nas bordas, em telhas e painéis, principalmente durante a secagem dos componentes nas pilhas de estocagem. E através da revisão realizada no capítulo 1 sabemos que o fenômeno responsável pela fissuração é a retração.

Variações na composição dos ligantes, mesmo as já comuns substituições do clínquer por adições ativas (fíler calcário, escória de alto forno e pozolana), provocam não apenas alterações na velocidade de ganho de resistência, mas também afetam a cinética de hidratação do cimento e o calor de hidratação, e ainda modificam as fases mineralógicas e a microestrutura do compósito endurecido (SCRIVENER et al., 1992, JOHN, 1995). Neste estudo utilizamos somente a escória moída de alto forno como adição ativa.

As bibliografias mostram que a mistura de escória e água somente apresenta dificuldades para exercer as propriedades de ligante (JOHN, 1995; MELO NETO, 2008). As reações de hidratação da escória moída em água são dificultadas, já que a dissolução somente em água não é capaz de elevar o pH do meio. Necessitando da ativação por meio de álcalis, para elevar o pH até 12,6, e aí iniciar as reações de hidratação, conforme foi discutido no capítulo 1 da revisão. Optamos pelo ativador a base de silicato de sódio alcalino por proporcionar elevada retração e aumento de resistência à mistura de escória ativada.

A retração diferencial provocada pela alteração do ligante Portland em conjunto a aplicação de silicato de sódio alcalino aponta um grande potencial para promover a protensão química em fibrocimento.

2.1. Materiais e métodos

O planejamento experimental compreende três sistemas, conforme ilustra a Figura 2.1. O compósito de referência (CPII F) utilizando somente cimento CPII F-32 na composição, o segundo empregando cimento CPII F com substituição parcial por escória moída de alto forno (g-CPIII) e o terceiro (g-CPII F) substituindo a camada central de referência por uma camada semelhante a do compósito g-CPIII. Os compósitos com a nomenclatura (g) apresentam gradação ao longo da espessura.

Nos dois últimos sistemas foi aplicado silicato de sódio alcalino líquido entre camadas para acelerar as reações de hidratação do ligante composto de escória moída (JOHN, 1995; MELO NETO, 2008). O desempenho dos compósitos foi medido através da retração por secagem, propriedades mecânicas, grau de hidratação, porosidade e distribuição do tamanho de poros.

Inicialmente foi testada a aplicação da mistura de escória moída ativada com silicato de sódio alcalino no compósito com ligante CPII F, mas os esforços de retração e cisalhamento foram elevados o suficiente para romper a ligação entre camadas do compósito.

Figura 2.1 – Sistemas produzidos para avaliação do potencial da gradação em compósitos.

As matérias primas foram caracterizadas somente através da granulometria a laser MALVERN MSS (modelo MASTERSIZER), utilizando-se água deionizada como meio dispersante. O cimento Portland composto de filer calcário (CPII F-32) foi adquirido no mercado paulistano. A escória moída e o silicato de sódio são do mesmo lote utilizado por Melo Neto (2007). A escória moída de alto forno apresenta relação CaO/SiO_2 igual a 1,31 e o silicato de sódio alcalino líquido possui na sua composição 28,4% de SiO_2 e 54,9% de água em massa, consequentemente, o módulo de sílica ($\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$) igual a 1,7. O filer calcário magnésiano é oriundo da região sul do Brasil. A sílica ativa não densificada foi adquirida na

fábrica da INFIBRA, parceira do projeto de pesquisa Cimento Celulose com a Universidade de São Paulo. Foram empregadas fibra de celulose de eucalipto branqueada e fibra de PVA com 6 mm de comprimento, oriunda da China.

A partir dos resultados de granulometria a laser (Figura 2.2) podemos observar que a sílica ativa utilizada apresenta-se aglomerada devido a sua faixa granulométrica está compreendida entre 0,1 μm e 300 μm e o diâmetro médio (D_{50}) igual a 11,86 μm . Esta ocorrência já foi discutida por Romano et. al. (2008) e Souza et. al. (2010), sendo que neste último trabalho é relatado que este problema é recorrente durante a produção de telhas onduladas através do processo Hatschek.

Figura 2.2 – Distribuição granulométrica dos materiais particulados: a) distribuição discreta e b) distribuição acumulada.

2.1.1. Produção dos compósitos

Os compósitos foram produzidos através da metodologia de drenagem a vácuo, descrita por Savastano Jr. (2004), que busca reproduzir em laboratório o processo Hatschek de produção de telhas onduladas.

A produção dos compósitos seguiu as formulações comumente empregadas pelas fábricas nacionais (Tabela 2.1). O método utiliza misturador mecânico IKA Labortechnik RW 20 a velocidade média constante de 2000 rpm. Inicialmente mistura-se por 2,5 minutos a fibra de celulose em água (água total da suspensão). Em seguida adiciona a fibra de PVA e mistura por mais 2,5 minutos. Os materiais particulados (cimento, escória moída, filer calcário e sílica ativa) são adicionados e segue misturando por mais 3 minutos. A Figura 2.3 ilustra detalhadamente a metodologia de mistura utilizada.

Tabela 2.1 – Formulações em massa utilizadas para produção dos compósitos.

	CPII F*	g-CPIII*	g-CPII F**		
	C1=C2=C3	C1=C2=C3	C1	C2	C3
CPII F-32	60,4	24,2	60,4	24,2	60,4
Escória moída	-	36,2	-	36,2	-
Filer calcário	29,8	29,8	29,8	29,8	29,8
Sílica ativa	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Fibra de celulose	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
Fibra de PVA	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8
Água total (g)	1000	1000	1000	1000	1000
* Camadas homogêneas (C1=C2=C3).					
** Camadas heterogêneas (C2≠C1=C3).					

Ao final do processo de mistura, a suspensão foi despejada em recipiente (200 x 200 mm) para realização de vácuo a pressão de 200 mmHg para retirada da água em excesso, conformando uma camada de espessura média de 2,5 mm. Na filtragem foi utilizado um papel de gramatura 80. Aparato semelhante ao utilizado no método adaptado, apresentado e detalhado através da Figura 3.7 no capítulo 3.

Figura 2.3 – Método de mistura para produção dos compósitos.

Os compósitos foram montados através da superposição de três camadas. Nos compósitos com gradação funcional, g-CPIII e g-CPII F, foram aplicados silicato de sódio alcalino líquido com consumo aproximado de 0,25 g/cm². A aplicação foi feita através de pincel de nylon

com a largura de 5 cm. Para conformação da espessura final, os compósitos com 3 camadas foram comprimidos em prensa manual até a carga máxima de 12 toneladas e mantida durante 5 minutos. A espessura final em média dos corpos de prova é de 7,3 mm.

2.1.2. Cura e retração por secagem

Os compósitos assim que produzidos foram armazenados em câmara climática THERMOTRON (modelo SM-3.5 S) na condição de temperatura a $60\pm 2^{\circ}\text{C}$ e umidade relativa de $90\pm 5\%$ durante 72 horas. Após a cura térmica foram extraídos os corpos de prova (40 x 160 mm) através de serra com disco diamantado refrigerado a água. Em seguida as bordas dos corpos de prova foram impermeabilizadas com verniz poliuretano para garantir a perda de água somente pela superfície de maior área. Ainda nesta etapa foram fixadas as pastilhas metálicas de retração com massa plástica de secagem ultrarrápida. Foram utilizados seis corpos de prova por série.

Antes do início da secagem foi realizada a primeira leitura (inicial) logo em seguida a colagem das pastilhas metálicas de retração. As leituras de retração foram medidas em equipamento de retração com precisão de 0,001 mm e a massa foi quantificada em balança com precisão de 0,01 g, conforme equipamento apresentado na Figura 2.4. As medidas de retração foram obtidas através da equação apresentada na Figura 2.4.

A secagem dos compósitos foi realizada na mesma câmara climática da cura térmica, só que na temperatura de $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ e umidade relativa de $50\pm 5\%$. Após o término da secagem, foi determinada a massa seca em estufa ventilada a 60°C de temperatura durante 48 horas. A massa imersa e saturada foi determinada, após a imersão em água durante 24 horas, através de metodologia semelhante a utilizada para argamassas e concreto (NBR 9778, 2005). Através destes parâmetros determinamos a curva de secagem, a porosidade total e absorção de água.

$$Ret_{mm/m} = \left[\frac{(B_{ref} + L_{dia}) - (B_{ref} + L_{inicial})}{(B_{ref} + L_{inicial})} \right] \times 1000$$

B_{ref} – Comprimento da barra de referência (mm);

L_{dia} – Leitura no dia (mm);

$L_{inicial}$ – Leitura de início da secagem (mm).

Figura 2.4 – Aparato utilizado para medida da retração.
Foto: Mário Souza Takeashi.

2.1.3. Propriedades mecânicas

O desempenho mecânico foi avaliado a partir dos corpos de prova utilizados para medida da retração. Antes do ensaio os compósitos foram mantidos por 24 horas em câmara seca, igual à utilizada no ensaio de retração, na temperatura de 23°C e umidade relativa de 50%. Os compósitos foram ensaiados a flexão de quatro pontos em prensa universal INSTRON 5569 com célula de carga de 1 kN, com velocidade de carregamento de 5 mm/min, e sensor de deslocamento Solartron com curso de 5 mm, posicionado no vão central. Foram avaliados o módulo de ruptura (MOR), módulo de elasticidade (E), limite de proporcionalidade (LOP) e a tenacidade dos compósitos. Foram avaliados seis corpos de prova por série.

2.1.4. Distribuição do tamanho de poros

A distribuição do tamanho de poros foi realizada em porosímetro por intrusão de mercúrio MICROMERITICS (modelo Auto Pore III). As amostras de aproximadamente $1,0 \pm 0,2$ g foram retiradas dos corpos de prova que foram ensaiados a flexão de quatro pontos. A região próxima ao apoio e central do corpo de prova foi escolhida para retirada das amostras para evitar trechos fissurados. Antes da realização do ensaio as amostras foram seca em estufa ventilada a temperatura de $60 \pm 2^\circ\text{C}$ por 48 horas. Foram retiradas três amostras por série, somente em caso de discordância dos resultados era realizada a medida na terceira amostra.

A equação de Washburn foi utilizada para determinação do diâmetro dos poros, assim como o ângulo de contato igual a 130° e tensão superficial do mercúrio igual a 485×10^{-3} N/m (SATO,

1998). A equação de Wasburn está detalhada melhor no Capítulo 3. A pressão máxima aplicada durante os ensaios foi igual a 485 MPa. Embora alguns autores como Diamond (2000) considerem a porosimetria de mercúrio inapropriada para medir a distribuição de poros de materiais cimentícios, no entanto outros autores empregaram esta técnica de forma eficiente na comparação da estrutura de poros (JOHN, 1995; DIAS, 2005; MELO NETO, 2008; HOPPE FILHO, 2008; SOUZA et al., 2010).

2.1.5. Análise termogravimétrica

A termobalança NETZSCH (modelo STA 409 PG) foi utilizada para realização das análises termogravimétricas nos compósitos. As amostras foram extraídas juntamente com as de porosimetria e em seguida congeladas em freezer a temperatura abaixo de -30 °C. Antes do ensaio foram secas em liofilizador, seguindo a metodologia utilizada por Hoppe Filho (2008). A partir dos resultados obtidos pela análise termogravimétrica é possível quantificar a decomposição dos voláteis, entre outros a quantidade de água combinada em diferentes fases do cimento hidratado.

2.2. Resultados e discussões

A seguir serão avaliados e discutidos os resultados obtidos para cada propriedade dos compósitos produzidos.

2.2.1. Porosidade e distribuição do tamanho de poros

A porosidade total dos compósitos foi semelhante. Observou-se uma leve diferença, mas não significativa em relação à referência (CPII F). A partir destes resultados, foi avaliada a distribuição de poros dos compósitos por intrusão de mercúrio e observou que eles são bem diferentes conforme a distribuição de poros apresentada na Figura 2.5. Na Tabela 2.2 é apresentado o volume de mercúrio intrudido por faixa de poros.

O volume de mesoporos (0,003 a 0,05 μm), referente a formação do C-S-H, foi ligeiramente superior para o compósito (g-CPIII) com substituição parcial do cimento CPII F por escória moída. Já o compósito (g-CPII F) com substituição da camada central por uma camada igual ao compósito g-CPIII, apresentou volume de mesoporos 37 % maior que a referência, conforme resultados apresentados na Tabela 2.2. Lembrando que em ambos os compósitos

com gradação (g) foi aplicado silicato de sódio alcalino líquido para acelerar as reações de hidratação do cimento de escória (JOHN, 1995; MELO NETO, 2007).

O compósito g-CPIII apresenta volume de poros abaixo de 30 ηm , referente à distância interlamelar do C-S-H (MEHTA e MONTEIRO, 2008), muito superior à referência. Isto é devido, predominantemente, aos produtos hidratados do cimento de escória ativada com silicato de sódio. Conforme a revisão descrita no capítulo 1, o principal produto hidratado do cimento de escória é o C-S-H. Já no compósito g-CPII F observa-se uma redução significativa de 60% em relação à referência (Tabela 2.2). Isto se deve ao preenchimento parcial dos poros por produtos hidratados do cimento de escória ativada com silicato de sódio alcalino.

A faixa de poros entre 0,2 e 10 μm é associado por Dias (2005) ao lúmen da celulose e aos produtos hidratados do cimento Portlando. No compósito g-CPIII, possivelmente, os produtos hidratados do cimento de escória ativada com silicato de sódio preencheram o lúmen da celulose (Tabela 2.2). Já o compósito g-CPII F apresentou ligeira redução do volume de poros em relação a referência (Figura 2.5). Os poros acima de 10 μm apontam neste tipo de material a ocorrência de defeitos de moldagem, significativamente para os compósitos com gradação (g), devido aplicação de silicato de sódio alcalino líquido no ligante com adição de escória (Figura 2.5), provocando assim retração elevada na interface das camadas do produto.

Tabela 2.2 – Porosidade total e o volume intrudido por faixa de poros.

	CPII F	g-CPIII	g-CPII F
Porosidade total em água (ml/g)	0,359	0,378	0,365
Absorção de água (ml/g)	0,226	0,233	0,223
Intrusão de mercúrio total (ml/g)	0,182	0,140	0,205
Mesoporos 0,003 μm à 0,05 μm (ml/g)	0,071	0,076	0,097
Poros < 0,003μm (ml/g)	0,044	0,093	0,018
Lúmen da celulose 0,2 μm à 10 μm (ml/g)	0,070	0,041	0,069
Defeitos de moldagem > 10 μm (ml/g)	0,005	0,009	0,015

Figura 2.5 – Distribuição de poros dos compósitos avaliados: a) distribuição discreta e b) distribuição acumulada.

2.2.2. Propriedades mecânicas

Na Tabela 2.3 e na Figura 3.6 são apresentadas as propriedades mecânicas dos compósitos com gradação (g) e comparados a referência. O limite de proporcionalidade (LOP) da matriz do compósito g-CPIII foi 24% maior e do g-CPII F foi 20% maior em relação a referência. O ganho de resistência se deve a aplicação de silicato de sódio alcalino acelerar as reações de hidratação do cimento de escória, conforme foi descrito no item 1.2.1 da revisão.

O módulo de ruptura (MOR) não sofreu alteração significativa para ambos os compósitos. O módulo de elasticidade (E) foi 20% menor para o compósito g-CPIII e 9% menor para o compósito g-CPII F em relação à referência. Esta perda no módulo é devido a aplicação de silicato de sódio alcalino líquido entre camadas provocar uma retração elevada e, consequentemente, microfissuras na interface das camadas. Melo Neto (2002) apresentou perda no módulo de elasticidade das suas argamassas quando ativadas com silicato de sódio. A tenacidade do compósito g-CPIII apresentou redução significativa de 25%, provavelmente devido ao preenchimento do lúmen da celulose por produtos hidratados do cimento de escória ativada com silicato de sódio alcalino, conforme identificado na porosimetria de mercúrio (Tabela 2.2). Já o compósito g-CPII F se manteve semelhante à referência.

Tabela 2.3 – Propriedades mecânicas dos compósitos avaliados.

	CPII F	g-CPIII	g-CPII F
LOP (MPa)	10,52 ± 1,41	13,04 ± 1,55	12,63 ± 1,48
MOR (MPa)	14,82 ± 1,35	14,50 ± 1,65	15,66 ± 2,11
E (GPa)	10,20 ± 2,75	8,13 ± 1,78	9,31 ± 2,20
Tenacidade (kJ/m²)	1,54 ± 0,45	1,16 ± 0,16	1,51 ± 0,59

Figura 2.6 – Curvas típicas dos compósitos: a) ligante CII F (referência), b) ligante CPIII com gradação funcional (g), c) ligante CII F com gradação funcional (g) e d) curvas típicas que representam o comportamento dos três compósitos avaliados.

2.2.3. Análises termogravimétricas

Na Figura 2.7 são apresentadas as curvas diferenciais de perda de massa (DTG) e as curvas de perda de massa (TG) dos compósitos avaliados, e na Tabela 2.4 estão contidas as perdas de massa dos compósitos para cada faixa de temperatura.

Na faixa de temperatura (30 a 225 °C) referente à decomposição da água quimicamente combinada (TAYLOR, 1997), o compósito g-CPIII apresentou perda de massa 63% maior e o g-CPII F apresentou perda 15% maior em relação a referência. Estes resultados são coerentes com a porosimetria que apontou maior volume de mercúrio intrudido para os compósitos com gradação (g), conforme Tabela 2.2. Isto se deve ao fato do cimento de escória ativada com silicato de sódio alcalino formar maior quantidade de C-S-H quando comparado aos ligantes Portland. Não foi possível calcular o valor da quantidade de C-S-H presente nas amostras, pois nesta faixa de temperatura também ocorre a decomposição dos voláteis do monossulfoaluminato, aluminatos hidratados e etringita quando houver (HOPPE FILHO, 2008; SOUZA, 2006).

A perda de massa entre 225 a 295 °C de temperatura, relacionado por Dias (2005) a decomposição da fibra de PVA, no compósito g-CPIII a diferença foi superior a 9% e no compósito g-CPII F foi superior a 16%. A variação na perda de massa é aceitável, mesmo sabendo que os compósitos foram produzidos a partir de formulações iguais, conforme descrito na Tabela 2.1. Esta variação pode ser explicada pela fibra de PVA se decompor a partir de 225°C até 500°C, quando avaliada nas mesmas condições de ensaio (DIAS, 2005).

O compósito de referência apresentou 3 % de perda de massa, na faixa de temperatura de 295 a 370 °C referente a decomposição da fibra de celulose (DIAS, 2005). Já nos compósitos com gradação (g) não foi possível identificar fibra de celulose na amostra (Figura 2.7). Isto indica que o sistema escória/ativador, além de colmatar os poros (Tabela 2.2), degrada a fibra de celulose ao ponto de não ser possível quantificá-la na termobalança (Figura 2.7). Este comportamento vai ser mais bem discutido no Capítulo 3.

No compósito CPII F foram quantificados 1,6% de hidróxido de magnésio (370 a 420 °C) e 2,2% de hidróxido de cálcio (420 a 580 °C), sendo que nos sistemas escória/ativador não foi identificado (Figura 2.7). Isto se deve ao cimento de escória ativada com silicato de sódio alcalino não produzir hidróxido de cálcio a partir da reação hidroxílica dos compostos anidros com água e ativador (MELO NETO, 2002).

Por fim, o teor de carbonatos medido é inferior ao adicionado na forma de filer (29,8%) durante a produção dos compósitos, conforme formulação apresentada na Tabela 2.1. No compósito CPII F, o teor de carbonato de cálcio foi 14 % menor e sem contabilizar o carbonato presente no próprio ligante. O teor de carbonato quantificado para os compósitos com gradação, foi 21% menor para o g-CPIII e 7% menor para o g-CPII F. Portanto, podemos apontar que houve carbonatação da portlandita e também reação da calcita com as fases aluminato, formando carboaluminato (HOPPE FILHO, 2008).

Tabela 2.4 – Perdas de massa corrigidas na base não voláteis para os compósitos.

Temperatura (°C)	Principais fases decompostas	CPII F	g-CPIII	g-CPII F
30 – 225	C-S-H + Aluminatos	4,49	7,31	5,15
225 – 295	Fibras de PVA	4,01	4,38	4,65
295 – 370	Fibra de celulose	3,03	-	-
370 – 420	Hidróxido de magnésio	1,61	-	-
420 – 580	Hidróxido de cálcio	2,26	-	-
580 – 1000	Carbonato de cálcio	25,73	23,63	27,64
Massa residual	-	100,00	100,00	100,00

Figura 2.7 – Análise termogravimétrica dos compósitos: a) curvas derivadas (DTG) e curvas de perda de massa (TG).

2.2.4. Retração por secagem

A Figura 2.8 apresenta as curvas de retração ao longo do tempo e as curvas de retração versus umidade obtidas dos compósitos. Os compósitos com gradação (g) apresentaram retração média, aos 28 dias, 1,5 vezes maior que a referência. Resultados semelhantes aos obtidos por John (1995) e Melo Neto (2002) para argamassas com cimento de escória ativada com silicato de sódio alcalino. A retração elevada para o sistema escória/silicato é explicada pelo maior volume do silicato de cálcio hidratado (C-S-H), resultado semelhante ao identificado na porosimetria de mercúrio através dos poros menores que 30 μm (Tabela 2.2).

A aplicação de silicato de sódio alcalino líquido nos compósitos com gradação modificou a velocidade de secagem, sendo que o compósito g-CP III apresentou umidade final 67% maior e o g-CP II F apresentou umidade 53% maior que a referência (Figura 2.8). Isto se deve a água presente na mistura do cimento de escória ativada com silicato de sódio gerar maior pressão capilar devido a maior porcentagem de microporos (CHEN; BROUWERS, 2007).

A variação da cinética de secagem faz com que para uma mesma umidade de 15% o compósito com gradação g-CP III apresente retração 1,6 vezes maior e o g-CP II F apresente retração 1,1 vezes maior que a referência. Esta diferença de retração significativa nos aponta o potencial da variação do tipo de ligante para promover a protensão química.

Figura 2.8 – Curvas de retração por secagem para os compósitos: a) retração versus tempo e b) retração versus umidade residual.

2.3. Conclusões do capítulo

Os compósitos com gradação (g) com aplicação de silicato de sódio alcalino apresentaram aumento significativo no volume de poros do C-S-H, no limite de proporcionalidade matriz, no módulo de ruptura, na quantidade de fases hidratadas medida pela termogravimetria e na retração por secagem quando comparados à referência. Somente o módulo de elasticidade dos compósitos com gradação que foi afetado significativamente.

A partir dos resultados gerais, direcionamos as conclusões para os resultados de retração para avaliar o potencial da variação do tipo de ligante em conjunto a aplicação de silicato de sódio alcalino entre camadas para promover a protensão química. A partir das curvas de retração, o compósito g-C-P-III apresenta retração 70% maior e o compósito g-C-P-II F apresenta retração 40% maior que a referência (C-P-II F).

A retração elevada dos compósitos com gradação aponta o potencial para aplicação localizada de silicato de sódio alcalino líquido entre camadas de telhas e painéis convencionais produzidos através do processo Hatschek. Uma hipótese possível seria a aplicação de um filete de protensão próximo à borda para provocar a compressão da mesma e, conseqüentemente, reduzir os riscos de fissuração em fibrocimentos.

3. Controle da retração por secagem através gradação funcional

Introdução

Os resultados apresentados no Capítulo 2 comprovam o potencial da variação do ligante Portland comum em conjunto a aplicação de silicato de sódio alcalino líquido entre camadas para acelerar as reações de hidratação do ligante e promover a protensão química do fibrocimento.

O objetivo deste capítulo 3 é avaliar a aplicação de silicato de sódio alcalino ou de escória ativada com silicato de sódio para promover a protensão química e, consequentemente, a gradação funcional (MGF) nos compósitos. A seguir serão apresentados os resultados de porosidade e distribuição do tamanho de poros, caracterização química e retração por secagem.

A retração por secagem depende de três fatores principais, conforme foi discutido no item 1.1 da revisão, mas sem dúvida a retração é quem governa a fissuração nos fibrocimentos. A simples alteração da composição do ligante Portland durante o processo Hatschek de produção, de telhas e painéis, é capaz de reduzir ou aumentar a retração para promover a protensão química, foco principal desta pesquisa.

A protensão química dos compósitos depende de três fatores: composição do ligante, tipo de ativador e da quantidade de ativador aplicado por área. Neste trabalho optou-se pelo silicato de sódio alcalino devido ao potencial de promover elevadas retrações (JOHN, 1995; COLLINS e SANJAYAN, 2000; CINCOTO et al., 2003; MELO NETO, 2008). A aplicação de silicato de sódio alcalino ou escória ativada entre camadas implica numa gradação ao longo da espessura do fibrocimento, conforme foi abordado no item 1.3 da revisão. Esta gradação na matriz caracteriza a aplicação do conceito de materiais com gradação funcional (MGF) para o controle da fissuração em telhas e painéis de fibrocimento.

3.1. Materiais e métodos

Os compósitos foram avaliados através de corpos de prova que foram produzidos através do empilhamento de 3 camadas. Entre duas camadas consecutivas, produzidas em laboratório pelo método de drenagem a vácuo, foi aplicado um teor variável (em quantidade e extensão aplicada) de silicato de sódio alcalino líquido ou de misturas de escória moída ativada com silicato de sódio alcalino; formulações estas que sabidamente possuem retração mais elevada do que os fibrocimentos convencionais, e, portanto com o potencial de promoverem a protensão química desejada. O arranjo experimental é detalhado na Figura 3.1. As aplicações realizadas nos compósitos são ilustradas na Figura 3.2.

Figura 3.1 – Planejamento experimental para avaliação dos compósitos com aplicação da protensão química.

*O silicato de sódio alcalino líquido será aplicado nos ligantes CII F, CII E e CIII.

** As misturas de escória moída ativada com silicato de sódio alcalino serão aplicadas no ligante CII F.

Figura 3.2 – Os três sistemas aplicados para promover a protensão química.

Exceto o silicato de sódio alcalino e a escória de alto forno moída, as demais matérias primas utilizadas são semelhante às usadas pelas indústrias para produção de telhas onduladas através do processo Hatschek. As principais características dos materiais empregados são apresentadas a seguir.

3.1.1. Caracterização das matérias primas

As matérias primas foram caracterizadas através da massa específica, área superficial específica, granulometria a laser e a análise química por meio de fluorescência de raios X. Os cimentos Portland foram adquiridos no mercado nacional, a escória de alto forno foi doada pela siderúrgica Cimento Mizu S/A e o filer calcário e a sílica ativa foram adquiridas na fábrica da INFIBRA, parceira do projeto de pesquisa Cimento-Celulose com a Universidade de São Paulo.

As fibras orgânicas empregadas foram a celulose de eucaliptos branqueada oriunda do mercado nacional e a fibra de poli vinil-álcool (PVA) com 6 mm de comprimento, importada da China. As fibras orgânicas foram analisadas, somente, através da massa específica. O silicato de sódio alcalino utilizada é do mesmo lote utilizado por Melo Neto (2007).

A massa específica das matérias primas foi determinada por meio de picnômetro Quantachrome (modelo MVP-5 DC) alimentado com gás hélio. O gás hélio foi utilizado devido ao seu pequeno diâmetro atômico, facilitando assim a penetração nas cavidades e nos poros com dimensões de 0,1 μm . As amostras foram seca em estufa ventilada a temperatura de 50°C por 24 horas antes da realização do ensaio e os resultados apresentados na Tabela 3.1 são a média de cinco medidas realizadas.

A área superficial específica foi determinada pelo método BET que se baseia na adsorção física de moléculas de um gás inerte na superfície externa e interna dos poros abertos e interligados as partículas do material. Segundo Hoppe Filho (2008) é importante observar que há poros que não são recobertos pelas moléculas do gás nitrogênio, portanto existem poros abertos que são considerados fechados desde que a abertura do poro seja inferior ao diâmetro do átomo de nitrogênio (raio atômico igual a 65×10^{-12} m). Na Tabela 3.1 são apresentados os valores de massa específica e área superficial específica.

Tabela 3.1 – Massa específica e área superficial específica das matérias primas.

Material	Massa específica (g/cm ³)	Área superficial específica (m ² /g)
CPII F-32	2,94±0,01	1,66
CPII E-32	2,90±0,01	0,93
CPIII-40	2,89±0,01	1,09
Escória moída	2,82±0,02	1,21
Filer calcário	2,73±0,01	1,15
Sílica ativa	2,04±0,07	18,37
Fibra de celulose	1,49±0,02	-
Fibra de PVA	0,89±0,01	-

A distribuição granulométrica, discreta e acumulada, dos materiais particulados foi obtida em granulômetro a laser MALVERN MSS (modelo MASTERSIZER), utilizando-se água deionizada como meio dispersante. Dentre os cimentos Portland, o cimento CPII F-32 e o cimento CPIII-40 possuem granulometria semelhantes, mesmo sabendo que nas bibliografias o cimento de classe 40 é mais fino que o de classe 32 (Figura 3.3). O CPII E-32 apresentou fração mais grossa dentre os cimentos, perfil detectado através do diâmetro médio (D_{50}) que é 70% maior do que o CPII F (Tabela 3.2).

A sílica ativa apresentou desconformidade, já que as literaturas apontam que o diâmetro médio é da ordem de 0,1 μm . Na Figura 3.3 observamos que as partículas de sílica estão compreendidas entre 0,05 e 40 μm e o diâmetro médio (D_{50}) igual 9,27 μm , demonstrando que o material encontra-se aglomerado. Resultados já discutidos na literatura por Romano et al. (2008) e Souza et al. (2010).

Figura 3.3 - Distribuição granulométrica dos materiais particulados: a) distribuição discreta e b) distribuição acumulada.

Tabela 3.2 – Dados granulométricos percentuais dos materiais particulados.

Material	D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀	D _{máx}
CPII F-32	1,57	13,10	37,67	103,58
CPII E-32	3,38	22,93	55,92	222,28
CPIII-40	1,95	11,35	33,04	103,58
Escória moída	2,03	13,41	40,80	103,58
Filer calcário	3,31	35,26	125,55	477,01
Sílica ativa	2,70	9,27	19,22	35,56

Com base na análise química por fluorescência de raios X (Tabela 3.3), na qual os resultados são expressos em óxidos percentuais, normalizados a 100%, observa-se que o cimento CPII F apresentou quantidade de trióxido de enxofre (SO₃) de 4,0% e perda ao fogo (PF) de 6,5%, parâmetros superiores aos fixados pela norma NBR 11578 (1991). Isto aponta um indício de adição superior a 10% de carbonato no cimento CPII F (NBR 11578, 1991).

Tabela 3.3 – Análise química por fluorescência de raios X dos materiais particulados.

Material	CaO/SiO ₂	CaO	SiO ₂	SO ₃	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	PF
CPII F-32	3,19	52,60	16,50	5,59	3,21	4,72	0,28	5,52	9,24
CPII E-32	2,42	54,70	22,60	4,69	6,10	1,93	0,76	2,64	5,00
CPIII-40	2,05	52,90	25,80	3,81	7,02	1,89	0,70	3,95	2,61
Escória moída	1,08	39,70	36,90	4,44	10,20	0,26	0,44	6,25	gf
Filer calcário	-	45,70	2,28	0,16	0,45	0,33	0,13	7,02	43,70
Sílica ativa	-	0,10	96,80	0,13	0,03	0,02	0,71	0,32	1,47

3.1.2. Produção dos compósitos em laboratório

Os compósitos reforçados com fibras orgânicas foram produzidos em laboratório seguindo a metodologia de drenagem a vácuo, descrita por Savastano Jr.(2004), que busca imitar em laboratório o processo de produção da Hatschek e que tem sido utilizado com sucesso em diversos trabalhos de pesquisa (DIAS, 2005; NITA, 2006; TONOLI, 2006; DIAS et al., 2008).

Neste trabalho esta metodologia de moldagem teve que ser adaptada não somente para atender as necessidades de produção de camadas finas com espessura controlada, mas também para aprimorar o método de moldagem. Os compósitos produzidos seguiram formulação (Tabela 3.4) semelhante a utilizada pelas indústrias para produção de telhas onduladas através do processo Hatschek.

Tabela 3.4 – Formulação utilizada para produção dos compósitos em massa.

Matérias primas	Proporção em massa (%)
Cimento Portland	63,7
Filer calcário	26,5
Sílica ativa	5,0
Fibra de celulose	3,0
Fibra de PVA	1,8
Água total (g)	1380

3.1.2.1. Método de mistura

O método utiliza misturador HOBART (modelo N50). A mistura se inicia com a dispersão da fibra de celulose em água (volume referente a uma concentração água/sólidos igual à 0,70) na velocidade média durante 2 minutos. Em seguida são adicionados os materiais particulados (cimento, filer calcário e sílica ativa) em velocidade baixa por 1 minuto no recipiente com celulose mais água já dispersa, e mistura por mais 3 minutos em velocidade média.

Após a dispersão da pasta cimentícia com a fibra de celulose, é adicionado por 2 minutos o restante da água até atingir a concentração de 200 g/l da suspensão em velocidade baixa. E finaliza misturando por 2 minutos em velocidade baixa. Na Figura 3.4 são detalhadas todas as etapas do método de mistura para produção dos compósitos.

Figura 3.4 – Método de mistura para produção de compósitos em laboratório.

A suspensão produzida foi dividida em 3 partes iguais, devido a necessidade da aplicação de silicato de sódio alcalino líquido ou de cimento de escória ativada com silicato de sódio entre camadas. Cada série de produção compreende 6 placas (175 x 175 mm), sendo cada uma com 3 camadas superpostas, totalizando 18 camadas (± 3 mm de espessura). As suspensões foram armazenadas em béquer e aguardavam em média 1 hora e 30 minutos até o início da dispersão da fibra de PVA. O tempo total desde a mistura das 18 suspensões até a prensagem das 6 placas foi de 3 horas em média.

Para avaliar as reações iniciais de hidratação dos cimentos Portland foi realizado o ensaio de calorimetria isotérmica de condução. Esta técnica consiste em medir o calor gerado pelas reações químicas exotérmicas que acontecem durante a hidratação do cimento. Foi utilizado o calorímetro isotérmico TA *Instruments* (modelo TAM Air) para realização dos ensaios em pastas com relação água/ligante igual a 0,50 e temperatura de 23°C. A metodologia para preparação das amostras é semelhante a utilizada por Souza et al. (2009).

Observamos na Figura 3.5 que com 3 horas, tempo total para produção de uma série completa, o cimento CII E-32 estava iniciando a reação de formação do C-S-H e do Ca(OH)_2 , enquanto os cimentos CII F-32 e CIII-40 ainda se encontravam no final do período de indução (TAYLOR, 1997; SOUZA et al., 2009). Concluímos que as reações dos cimentos nas primeiras horas não foram afetadas devido ao tempo necessário de 3 horas para produção de uma série de compósitos.

Figura 3.5 – Calorimetria isotérmica dos cimentos Portland: a) calor total liberado ao longo de 72 horas e b) calor liberado nas primeiras 20 horas.

O grande avanço deste método foi na dispersão da fibra sintética de poli vinil álcool (PVA), conforme ilustra na Figura 3.6. A fibra de PVA (A) foi dispersa em saco plástico por meio de ar comprimido (B) com pressão de 400 mmHg até atingir a dispersão visual total do volume de fibras. Após a dispersão, as fibras foram depositadas em cada fração da suspensão produzida anteriormente (C). Logo em seguida a suspensão foi agitada em regime turbulento através de ar comprimido à pressão de 400 mmHg para homogeneização da suspensão com a fibra de PVA.

Figura 3.6 – Dispersão da fibra de PVA: a) chumaço de fibra de PVA não dispersa; b) dispersão das fibras em saco plástico ao ar e c) fibras dispersa ao ar sobre a suspensão cimentícia.

Em seguida a suspensão foi depositada num recipiente especial (Figura 3.7) onde recebeu uma pressão de vácuo de 200 mmHg para retirada de uma parte da água, conformando assim uma camada (Figura 3.7). É utilizado para filtragem um papel filtro de gramatura 80 gramas. Cada placa é formada por três camadas que posteriormente foi prensada para conformar a espessura final do composto (etapa detalhada a seguir). Para cada série avaliada foram produzidas 6 placas.

Figura 3.7 – Aparato de vácuo nas placas para retirada parcial da água: a) acessório para conformação e acabamento superficial e b) molde para conformar as camadas.

Antes da prensagem das placas, o silicato de sódio alcalino líquido e as misturas de escória ativada com silicato de sódio foram aplicados nas finas camadas. O silicato de sódio líquidos alcalino apresenta em sua composição, de acordo com Melo Neto (2007), 16,7% de Na_2O e 28,4% de SiO_2 e, conseqüentemente, módulo de sílica igual a 1,7. O restante da sua composição é água. As composições das matérias primas utilizadas nas misturas de escória ativada com silicato de sódio alcalino estão apresentadas na Tabela 3.5.

A aplicação localizada foi realizada através de seringa plástica com volume de 20 ml e boquilha de saída com largura de 2 mm. As aplicações em toda a extensão do corpo de prova foi feita através de pincel de 5 centímetros de largura e as misturas de escória ativada através de espátula flexível, utilizada em cozinha, para facilitar o espalhamento. O consumo de material utilizado nas aplicações está contido na Tabela 3.6. As aplicações eram feitas em uma série completa de seis placas e, conseqüentemente, 18 camadas. Após aplicação na face da primeira camada, empilhava-se outra camada e aplicava novamente e por fim empilhava a última camada sobre a superfície aplicada.

Tabela 3.5 – Formulação utilizada nas misturas de escória moída ativada com silicato de sódio.

Matéria prima	Proporção em massa (%) na base seca	
	a/ligante=0,40 (a/sólidos=0,36)	a/ligante = 0,48 (a/sólidos=0,43)
Escória moída	89,1	89,1
Sólidos do silicato	10,9	10,9
Na ₂ O (massa total de sólidos)*	6,8	6,8
SiO ₂ (massa total de sólidos)*	4,0	4,0

*A massa total de sólidos compreende a massa de escória mais os sólidos do silicato.

Tabela 3.6 – Consumo de material aplicado nos ligantes.

Ligante	Aplicação	Material aplicado	Consumo (g/cm ²)
CPII F-32	0/80	-	-
CPII F-32	15/80	Silicato de sódio	0,23 ± 0,01
CPII F-32	80/80	Silicato de sódio	0,11
CPII E-32	0/80	-	-
CPII E-32	15/80	Silicato de sódio	0,20 ± 0,02
CPII E-32	80/80	Silicato de sódio	0,11
CPIII-40	0/80	-	-
CPIII-40	15/80	Silicato de sódio	0,22 ± 0,02
CPIII-40	80/80	Silicato de sódio	0,11
CPII F-32	0/80	-	-
CPII F-32	*(0,48) 15/80	Escória ativada	0,83 ± 0,18
CPII F-32	*(0,40) 80/80	Escória ativada	0,22
CPII F-32	*(0,48) 80/80	Escória ativada	0,22

* Relação água/ligante utilizada nas misturas de escória ativada com silicato de sódio alcalino.

3.1.2.2. Prensagem dos compósitos

A prensagem dos compósitos foi realizada em prensa universal EMIC (modelo DL 10000) com capacidade para 10 toneladas. A cada seis placas produzidas era realizada a prensagem de uma placa por vez com controle de carga a 0,01 mm/segundo até a carga máxima de 6 toneladas e ao final mantinha o deslocamento máximo durante 60 segundos. Na Figura 3.8 são apresentadas as curvas típicas obtidas durante a conformação da espessura.

Figura 3.8 – Prensagem dos compósitos em prensa universal: a) curva típica carga versus tempo e b) curva típica carga versus deslocamento.

Além das adaptações feitas na metodologia de moldagem e prensagem das placas produzidas, passou a quantificar a umidade das placas antes e depois da prensagem, conforme o método descrito no item 3.1.2.1. O controle da umidade das placas é importante para controlar a porosidade dos compósitos, já que a distribuição de poros é um dos fatores responsáveis pela retração por secagem, conforme foi descrito no item 1.1.1 da revisão bibliográfica. A massa das placas, constituídas cada uma de três finas camadas empilhadas, foi quantificada através de balança com precisão de 0,01 g antes e depois da prensagem na prensa universal.

Na Tabela 3.7 são apresentadas as umidades médias e os desvios padrão para cada série de sete placas produzidas. A umidade elevada das placas com aplicação das misturas de escória moída ativada com silicato de sódio, para ambas as relações água/ligante 0,40 e 0,48, se deve a mistura de escória ativada apresentar em sua composição de 26 a 30% de água, em massa, conforme a Tabela 3.5.

Tabela 3.7 – Umidade das placas medidas antes e depois da prensagem.

Ligantes	Aplicação	Material aplicado	Umidade (%) ANTES da prensagem	Umidade (%) DEPOIS da prensagem
CPII F-32	0/80	-	27,95 ± 1,85	15,86 ± 1,01
CPII F-32	15/80	Silicato de sódio	30,55 ± 2,23	16,52 ± 2,24
CPII F-32	80/80	Silicato de sódio	33,61 ± 1,48	18,42 ± 1,39
Média CPII F-32			30,70 ± 2,83	16,93 ± 1,33
CPII E-32	0/80	-	31,92 ± 2,22	18,82 ± 3,66
CPII E-32	15/80	Silicato de sódio	34,28 ± 1,75	21,29 ± 0,78
CPII E-32	80/80	Silicato de sódio	33,82 ± 1,90	20,58 ± 1,88
Média CPII E-32			33,34 ± 1,25	20,23 ± 1,27
CPIII-40	0/80	-	30,34 ± 1,36	16,33 ± 1,45
CPIII-40	15/80	Silicato de sódio	32,68 ± 1,34	17,35 ± 0,85
CPIII-40	80/80	Silicato de sódio	34,34 ± 1,86	20,05 ± 2,68
Média CPIII-40			32,45 ± 2,01	17,91 ± 1,92
CPII F-32	0/80	-	30,53 ± 1,08	14,93 ± 1,33
CPII F-32	*(0,48) 15/80	Escória ativada	38,02 ± 2,24	23,48 ± 1,41
CPII F-32	*(0,40) 80/80	Escória ativada	33,84 ± 1,10	22,67 ± 0,52
CPII F-32	*(0,48) 80/80	Escória ativada	41,95 ± 1,03	30,32 ± 0,79
Média CPII F-32			36,09 ± 4,97	22,85 ± 6,30

* Relação água/ligante utilizada nas misturas de escória ativada com silicato de sódio alcalino.

3.1.3. Caracterização dos compósitos produzidos

Após a produção dos compósitos reforçados com fibras orgânicas, os mesmos foram avaliados através da retração por secagem, do módulo de elasticidade dinâmico, do ensaio de flexão em 4 pontos, da distribuição de poros e quantificação dos compostos hidratados por meio de análise termogravimétrica. Para avaliação do potencial da protensão química, neste Capítulo 2, não será analisado e discutido as propriedades mecânicas obtidas através do ensaio de flexão de 4 pontos.

3.1.3.1. Cura e retração por secagem

O ensaio de retração mede a variação dimensional através de uma condição pré-fixada de secagem que neste estudo iniciou após a etapa de cura térmica e úmida. Logo após a moldagem, as placas de fibrocimento (175 x 175 mm) foram armazenadas em saco plástico juntamente com copos plásticos pequenos de água no seu interior e lacrado com fita plástica adesiva. Em seguida as placas foram armazenadas em estufa ventilada a temperatura de 60±2°C por 18 horas, para simular o processo de cura térmica que ocorre na produção de telhas onduladas por meio do processo Hatschek.

Na etapa seguinte foram extraídos 2 corpos de prova (80 x 160 mm) por placa através de serra circular NORTON (modelo TT 200 EM) com disco diamantado e refrigerada a água. Após o corte foram coladas as pastilhas metálicas cilíndricas (6,35 x 1,5 mm) de retração nos corpos de prova com cola epóxi de secagem ultrarrápida. Estes corpos de prova foram estocados em câmara úmida por mais 48 horas para garantir a saturação antes do início da secagem. Neste estudo, especificamente, a borda dos corpos de prova não foi impermeabilizada com verniz epóxi visando a pior condição de secagem.

A secagem dos compósitos iniciou aos três dias de idade em câmara seca com ambiente controlado a temperatura de 23°C e umidade relativa de 50%. Durante os 91 dias de secagem foram medidas a temperatura/umidade inicial e final durante cada série de leitura de retração, conforme mostra a Figura 3.9.

Figura 3.9 – Condições de secagem da câmara seca: a) temperatura e b) umidade relativa.

As deformações foram medidas no aparato de retração (Figura 3.10) com precisão de 0,001 mm e a perda de massa foi quantificada em balança com precisão de 0,01 g. A retração foi obtida através da equação apresentada na Figura 2.4 do item 2.1.2. As retrações foram medidas em três pontos distintos; no ponto central, um próximo à extremidade esquerda (distante 4,0 mm da borda) e outro a 21,6 mm do ponto central do corpo de prova. Estes pontos auxiliares ajudaram na avaliação do potencial da protensão química em compósitos, conforme ilustra a Figura 3.10. Foram utilizados 12 corpos de prova por série.

Ao final do período de secagem foi determinada, através da metodologia utilizada para concretos e argamassas (NBR 9778, 2005), a massa seca, saturada e imersa para obtenção da curva de secagem, absorção de água e porosidade total. A massa seca foi determinada em duas etapas: primeiramente a secagem dos corpos de prova em estufa ventilada a

$60\pm 2^{\circ}\text{C}$ por 24 horas e depois por mais 24 horas em estufa vácuo a $60\pm 2^{\circ}\text{C}$. A massa imersa e saturada foi determinada após a etapa de secagem por meio da imersão dos corpos de prova em água por 24 horas.

Figura 3.10 – Aparato para medição da retração: a) detalhamento dos três pontos de leitura dos corpos de prova, b) equipamento com o corpo de prova e c) aproximação nos três pontos de leitura. Fotos: Mário Souza Takeashi.

3.1.3.2. Distribuição do tamanho de poros

A distribuição do tamanho de poros foi avaliada em porosímetro de intrusão de mercúrio MICROMERITICS (modelo Auto Pore III). As amostras foram obtidas das placas moldadas a partir do método de moldagem descrito no item 3.1.2. Foi produzida uma placa para cada série, para avaliação microestrutural ao longo do tempo. Após a moldagem as placas passaram pela etapa de cura térmica, extração de dois corpos de prova e armazenamento em câmara úmida por 48 horas, processo semelhante ao utilizado antes da secagem dos corpos de prova (item 3.1.3.1).

As amostras para porosimetria de mercúrio foram retiradas nas idades de 3 e 91 dias. Foram retiradas três amostras por série, somente em caso de discordância dos resultados era ensaiada a terceira amostra. As amostras com 3 dias foram retiradas logo após a etapa de

cura. Em seguida os corpos de prova foram acondicionados na câmara seca a temperatura de 23°C e umidade relativa de 50% para simular a mesma condição de secagem dos corpos de prova de retração. A temperatura e a umidade foram controladas durante a secagem, conforme a Figura 3.9 apresentada no item 3.1.3.1.

As amostras de aproximadamente $1,0 \pm 0,2$ g foram extraídas com a serra STRUERS Minitom de precisão (0,01 mm) com disco diamantado e corte a seco para não modificar a microestrutura do compósito. As amostras foram retiradas da região central do corpo de prova devido às aplicações localizadas (15/80). Logo em seguida as amostras foram congeladas em freezer INDREL (modelo CPS 10-D) com temperatura abaixo de -30°C para paralisação da hidratação.

Antes do ensaio de porosimetria as amostras passaram pela etapa de secagem em liofilizador TERRONI FAUVEL (modelo LC 1500), processo descrito por Hoppe Filho (2008). As amostras após a liofilização foram armazenadas em dessecador com sílica gel dessecante. A sílica gel foi seca em estufa a 105°C para garantir que as amostras estariam em ambiente de umidade baixíssima.

Para determinação do tamanho dos poros em cada faixa de pressão foi utilizada a Equação de Washburn (Equação 3.1). Adotaram-se para os cálculos o ângulo de contato igual a 130° e tensão superficial do mercúrio igual a 485×10^{-3} N/m (SATO, 1998). A pressão máxima aplicada durante os ensaios foi igual a 485 MPa. Embora alguns autores como Diamond (2000) considerem a porosimetria de mercúrio inapropriada para medir a distribuição dos tamanhos dos poros de materiais cimentícios, entretanto outros autores empregaram esta técnica de forma eficiente na comparação da estrutura de poros (JOHN, 1995; DIAS, 2005; MELO NETO, 2008; HOPPE FILHO, 2008).

$$R = \frac{-2 \cdot \gamma_{LV} \cdot \cos\theta}{P} \quad \text{Equação 3.1}$$

Onde,

R – raio de um poro cilíndrico;

γ_{LV} – tensão superficial;

θ – ângulo de contato;

P – pressão aplicada

A seguir serão apresentadas as curvas típicas da distribuição do tamanho de poros para compósitos reforçados com fibras orgânicas obtidas pela porosimetria de mercúrio (Figura 3.11).

Figura 3.11 – Curva típica de distribuição de poros em compósitos: a) distribuição discreta de poros e b) distribuição acumulada de poros.

3.1.3.3. Análise termogravimétrica

A avaliação da perda de massa em função do aumento gradativo da temperatura foi realizada em termobalança NETZSCH (modelo STA 409 PG). As amostras para análise termogravimétrica foram extraídas juntamente com as amostras de porosimetria por intrusão de mercúrio. As amostras foram congeladas, para paralisação da hidratação, e secas em liofilizador, seguindo metodologia descrita para as amostras de porosimetria (item 3.1.3.2). Em seguida as amostras foram destorroadas e armazenadas em dessecador com sílica gel dessecante até a realização do ensaio.

Para padronizar os resultados do ensaio, manteve a massa das amostras em $1,0 \pm 0,001$ g, com intuito de minimizar distorções dos resultados provenientes da quantidade de massa heterogênea (TAYLOR, 1997; HOPPE FILHO, 2008). O ensaio foi realizado em atmosfera de gás nitrogênio, com taxa de 60 ml/minuto, para melhor quantificação dos compostos inerentes ao compósito reforçado com fibras orgânicas. Foi adotada uma taxa de aquecimento de 10 °C/minuto varrendo de 30 °C a 1.000 °C, em cadinho de alumina grande com volume de 3,4 ml.

Figura 3.12 – Análise termogravimétrica do compósito com fibras orgânicas: a) curvas de perda de massa (TG) e perda de massa diferencial (DTG) e b) intervalos de temperatura de decomposição dos compostos inerentes.

3.2. Resultados e discussões

Antes de iniciar as discussões e análises dos resultados, quantificamos o quanto de material foi aplicado e o quanto espalhou após prensagem nas aplicações localizadas (15/80) através de análise imagem. Foi retirada uma única imagem das seções transversais dos corpos de prova, mais ou menos na metade do comprimento do corpo de prova utilizados para avaliação microestrutural. As imagens das aplicações em cada ligante estão apresentadas da Figura 3.14 a Figura 3.17.

A aplicação localizada de silicato de sódio apresentou espalhamento muito superior ao esperado. Isto se deve as suas propriedades reológicas que facilitam o rápido e fácil escoamento sobre a superfície das camadas. Nos ligantes CP II F e CP II E as aplicações de silicato de sódio se estenderam até próximo ao ponto intermediário de medida da retração, localizado a 21,6 mm do centro do corpo de prova. Somente no ligante CP III o silicato de sódio não espalhou até o ponto intermediário, conforme podemos visualizar da Figura 3.14 a Figura 3.17.

Através da medida do espalhamento foi estimado o consumo de material aplicado por área. A aplicação (15/80) de silicato de sódio alcalino apresentou consumo menor, cerca de 50%, em relação às aplicações (80/80), exceto para o ligante CP III-40. A aplicação de escória ativada com silicato de sódio apresentou consumo igual, conforme podemos observar na Figura 3.13. A avaliação da aplicação localizada (15/80) de silicato de sódio líquido ficou comprometida por conta das divergências de consumo das aplicações. Os autores deste

trabalho decidiram não incluir os resultados nas discussões, mas os mesmos serão anexados ao final deste trabalho.

Figura 3.13 – Consumo de material aplicado em cada tipo de ligante.

Largura média da aplicação: 31,17 mm.

Figura 3.14 – Seção transversal do corpo de prova com aplicação de silicato de sódio líquido no ligante CPlI F-32.

Largura média da aplicação: 36,25 mm.

Figura 3.15 – Seção transversal do corpo de prova com aplicação de silicato de sódio líquido no ligante CPlI E-32.

Largura média da aplicação: 19,08 mm.

Figura 3.16 – Seção transversal do corpo de prova com aplicação de silicato de sódio líquido no ligante CPlII-40.

Largura média da aplicação: 31,42 mm.

Figura 3.17 – Seção transversal do corpo de prova com aplicação de mistura de escória ativada com silicato de sódio no ligante CPlI F-32.

Fotos retiradas por Mário Souza Takeashi.

A seguir serão apresentados os resultados de porosidade, termogravimetria e retração por secagem dos compósitos. As propriedades dos compósitos vão ser discutidas e analisadas em relação ao compósito de referência.

3.2.1. Porosidade

A avaliação da porosidade total não apresentou diferenças significativas, mas a avaliação da distribuição de poros por intrusão de mercúrio mostrou que os compósitos são bem diferentes. A seguir serão apresentados os resultados de porosidade total e distribuição de poros para os compósitos.

3.2.1.1. Porosidade total

A aplicação de silicato de sódio ou escória ativada com silicato apresentou leve alteração na porosidade total. Porém, as aplicações provocaram aumento na dispersão dos resultados, conforme podemos observar na Tabela 3.8. Os ligantes com adição ativa de escória de alto forno (CPII E e CPIII) apresentaram porosidade 7% menor que o ligante CPII F, conforme podemos observar na Tabela 3.8.

Tabela 3.8 – Porosidade total, absorção de água e densidade aparente dos compósitos aos 91 dias.

Ligante	Aplicação	Material aplicado	Densidade aparente (g/cm ³)	Absorção de água (%)	Porosidade total (%)
CPII F-32	0/80	-	1,55 ± 0,02	26,45 ± 0,73	36,25 ± 0,70
CPII F-32	80/80	Silicato de sódio	1,55 ± 0,04	23,47 ± 1,64	36,40 ± 1,64
CPII E-32	0/80	-	1,56 ± 0,06	21,39 ± 1,09	33,37 ± 0,90
CPII E-32	80/80	Silicato de sódio	1,52 ± 0,05	23,50 ± 1,50	35,72 ± 1,24
CPIII-40	0/80	-	1,57 ± 0,02	21,54 ± 0,61	33,76 ± 0,67
CPIII-40	80/80	Silicato de sódio	1,51 ± 0,04	23,66 ± 1,34	35,68 ± 1,21
CPII F-32	0/80	-	1,57 ± 0,02	23,09 ± 0,65	36,16 ± 0,66
CPII F-32	*(0,40) 80/80	Escória ativada	1,62 ± 0,03	21,46 ± 1,26	34,83 ± 1,41
CPII F-32	*(0,48) 80/80	Escória ativada	1,61 ± 0,04	22,31 ± 1,23	35,83 ± 1,21

** Relação água/ligante utilizada nas misturas de escória ativada com silicato de sódio alcalino.*

3.2.1.2. Distribuição do tamanho de poros

A distribuição de poros foi avaliada no início e no fim da secagem (3 e 91 dias). Foram quantificados a porosidade total, o volume de macroporos e mesoporos e o volume de poros entre 0,001 e 0,01 µm, conforme resultados apresentados Tabela 3.9. A aplicação de escória ativada com silicato de sódio na relação água/ligante 0,40 não foi avaliada devido a problemas com amostragem durante os ensaios. Os compósitos foram avaliados por meio

de duas amostras e em casos de divergências foi avaliada a terceira amostra, conforme foi descrito no item 3.1.3.2. A partir destas curvas obtidas, foi determinada de maneira aleatória a curva típica para cada ligante.

A estrutura de poros foi avaliada somente ao final da secagem dos corpos de prova. A porosidade total do ligante CII F com aplicação de silicato de sódio ou de escória ativada não foi alterada significativamente. A aplicação de escória ativada provocou aumento de 10% na porosidade total em relação à referência. A aplicação de silicato de sódio no ligante CII E provocou aumento de 14% em relação à referência. E o silicato de sódio aplicado no ligante CIII não alterou a porosidade total, conforme os resultados apresentados na Tabela 3.9.

A aplicação de silicato de sódio no ligante CII F apresentou volume de mesoporos (0,003 a 0,005 μm), referente à formação do C-S-H, 26% maior que a referência. A aplicação de escória ativada com silicato de sódio provocou redução de 13% no volume de mesoporos em relação à referência. A aplicação de silicato de sódio no ligante CII E provocou redução de 9% no volume de mesoporos. Enquanto que aplicação de silicato de sódio no ligante CIII provocou redução de 15% no volume de mesoporos quando comparados à referência. Esta redução significativa do volume de mesoporos não era esperada, já que as bibliografias relatam que a ativação da escória com silicato de sódio alcalino gera aumento significativo do volume de mesoporos e, consequentemente, o refinamento dos poros (COLLINS e SANJAYAN, 2000; CINCOTO et al., 2003; CHEN e BROUWERS, 2007; MELO NETO, 2007).

Taylor (1997) e Mehta & Monteiro (2008) afirmam que a distância entre as lamelas do C-S-H pode chegar até 30 ηm . As bibliografias relatam que o C-S-H é o principal produto hidratado do ligante ativado com silicato de sódio alcalino, conforme foi discutido no item 1.2 da revisão. O volume de poros entre 0,001 e 0,01 μm foram quantificados com objetivo de correlacionar com os compostos hidratados e com a retração por secagem.

O silicato de sódio aplicado no ligante CII F aumentou 1,7 vezes o volume de poros entre 0,001 e 0,01 μm quando comparados à referência aos 91 dias, conforme podemos observar na Tabela 3.9. Já aplicação de escória ativada com silicato no ligante CII F provocou leve aumento de 6% em relação à referência. A aplicação de silicato de sódio no ligante CII E

provocou aumento de 43% em relação à referência aos 91 dias. E o silicato de sódio aplicado no ligante CPIII provocou aumento de 7% em relação à referência aos 91 dias, conforme podemos observar na Tabela 3.9.

A faixa de poros entre 0,2 e 10 μm é associado por Dias (2005) ao lúmen da celulose e alguns produtos hidratados do ligante Portland. De um modo geral, a aplicação de silicato de sódio provocou preenchimento do lúmen da celulose pelos produtos hidratados do ligante ativado com silicato de sódio, conforme podemos observar na Figura 3.18. Resultados semelhantes aos obtidos nos estudos realizados no capítulo 2 (Figura 2.5).

De acordo com Dias (2005), os poros acima de 10 μm apontam a ocorrência de defeitos de moldagem e que a matriz está pouco hidratada. Vale ressaltar que as amostras foram retiradas dos corpos de prova armazenados na câmara seca e por este motivo na existe água livre suficiente para a perfeita hidratação dos ligantes. A aplicação de silicato de sódio nos ligantes CII E e CPIII provocou leve aumento na faixa de poros maiores que 10 μm devido as microfissuras geradas na interface das camadas, conforme podemos observar na Figura 3.18. O ligante CII F apresentou leve aumento nos defeitos gerados, tanto para aplicação de silicato de sódio quanto para a aplicação de escória ativada com silicato, conforme podemos observar na Figura 3.18.

Tabela 3.9 – Valores percentuais obtidos pela distribuição de poros aos 3 e 91 dias.

Ligante	Material aplicado	Poros entre 0,001 à 0,01 μm (%)	Mesoporos (%)	Macroporos (%)	Porosidade total (%)
3 dias					
CPII F-32	-	14,321	49,806	50,194	41,438
CPII F-32	Silicato de sódio	28,138	61,255	38,745	42,440
CPII F-32	Escória ativada	20,598	54,425	45,575	44,550
CPII E-32	-	21,791	54,932	45,068	41,955
CPII E-32	Silicato de sódio	23,634	50,517	49,483	45,794
CPIII-40	-	26,300	61,477	38,523	39,590
CPIII-40	Silicato de sódio	30,154	60,782	39,218	40,297
91 dias					
CPII F-32	-	11,775	52,180	47,820	37,982
CPII F-32	Silicato de sódio	30,880	65,560	34,440	36,695
CPII F-32	Escória ativada	12,519	45,380	54,620	40,695
CPII E-32	-	10,426	45,957	54,043	36,825
CPII E-32	Silicato de sódio	14,862	41,967	58,033	44,464
CPIII-40	-	21,827	62,781	37,219	35,281
CPIII-40	Silicato de sódio	23,342	53,360	46,640	37,557

Figura 3.18 – Distribuição discreta e acumulada de poros dos compósitos: a) distribuição discreta para o ligante CII F, b) distribuição acumulada para o ligante CII F, c) distribuição discreta para o ligante CII E, d) distribuição acumulada para o ligante CII E, e) distribuição discreta para o ligante CIII e f) distribuição acumulada para o ligante CIII.

3.2.2. Análise termogravimétrica

A quantificação dos compostos hidratados foi realizada para as idades 3 e 91 dias, assim como para distribuição de poros dos compósitos. A seguir serão apresentadas as curvas típicas de perda de massa (TG) e a derivada da perda de massa (DTG) somente para idade de 91 dias. A análise e discussão dos resultados foram direcionadas a quatro faixas principais de temperatura. A faixa dos compostos hidratados (C-S-H), da fibra de celulose, do hidróxido de cálcio e do carbonato de magnésio (dolomito), conforme os resultados apresentados na Tabela 3.10.

De acordo com as bibliografias revisadas existe um consenso que o avanço da idade provoca o aumento do silicato de cálcio hidratado (TAYLOR, 1997; MEHTA e MONTEIRO, 2008), conforme podemos observar na Tabela 3.10. A aplicação de escória ativada com silicato de sódio no ligante CII F não alterou significativamente a fase do C-S-H, entretanto a aplicação de silicato de sódio provocou aumento de 34% em relação à referência aos 91 dias. A aplicação de silicato de sódio nos ligantes CII E e CIII provocou leve redução do C-S-H, mais significativa para o ligante CIII quando comparados a referência aos 91 dias.

A decomposição da fibra de celulose foi afetada com aplicação de silicato de sódio e de escória ativada com silicato. De fato, ocorreu a sobreposição do pico da fibra celulose sobre o pico da fibra de PVA que se decompõe na faixa de temperatura anterior de 225 a 295°C, conforme podemos observar na Figura 3.19. Acredita-se que o lúmen da fibra de celulose foi colmatado pelos produtos hidratados do ligante ativado com silicato de sódio, conforme também foi detectado pela distribuição de poros (Figura 3.18).

A aplicação de silicato de sódio e de escória ativada com silicato de sódio reduziu significativamente o hidróxido de cálcio produzido pelas reações de hidratação do ligante Portland aos 91 dias (TAYLOR, 1997; MEHTA e MONTEIRO, 2008), conforme podemos observar na Figura 3.19. Isto se deve a reações de hidratação do ligante ativado com silicato de sódio consumir o hidróxido de cálcio produzido durante a hidratação do ligante Portland comum (JOHN, 1995; MELO NETO, 2007). Acredita-se que o hidróxido de cálcio consumido comprove a hipótese levantada pelos autores de que o silicato de sódio aplicado entre camadas se difundiu ao longo da espessura do compósito. Lembrando que as amostras foram retiradas da seção transversal do corpo de prova (80 x 160 mm), localizada a ± 40 mm da borda, conforme foi descrito no item 3.1.3.3.

A aplicação de silicato de sódio nos ligantes Portland provocou alteração na termodinâmica dos carbonatos, significativamente para o carbonato de magnésio (dolomito), conforme podemos observar nos resultados apresentados na Figura 3.19. A aplicação do silicato de sódio ligante CII E provocou aumento de 22% em relação à referência aos 91 dias. A aplicação de silicato de sódio no ligante CIII gerou aumento de 39% em relação à referência. Entretanto, no ligante CII F a aplicação de silicato de sódio e de escória ativada provocou leve redução em relação à referência.

Tabela 3.10 – Perdas de massa na base não voláteis para os ligantes avaliados aos 3 e 91 dias.

Ligante	Material aplicado	C-S-H (%) 30 – 225°C	Fibra de celulose (%) 295 – 370°C	Ca(OH) ₂ (%) 420 – 520°C	MgCO ₃ (%) 520 – 770°C
3 dias					
CPII F-32	-	6,50	3,75	1,54	12,28
CPII F-32	Silicato de sódio	8,28	1,38	-	10,57
CPII F-32	Escória ativada	6,15	1,90	1,16	9,50
CPII E-32	-	8,55	3,52	1,59	9,67
CPII E-32	Silicato de sódio	7,18	3,30	-	9,82
CPIII-40	-	9,06	3,32	1,09	8,66
CPIII-40	Silicato de sódio	9,03	2,12	-	9,18
91 dias					
CPII F-32	-	6,56	2,92	1,81	14,06
CPII F-32	Silicato de sódio	8,77	1,37	-	11,47
CPII F-32	Escória ativada	6,51	1,79	-	11,75
CPII E-32	-	7,66	2,93	1,21	15,66
CPII E-32	Silicato de sódio	7,51	*	-	19,18
CPIII-40	-	10,12	3,77	1,28	9,54
CPIII-40	Silicato de sódio	8,78	*	-	13,26

* Ocorreu a sobreposição do pico da fibra de PVA sobre o pico da fibra de celulose.

Figura 3.19 – Curvas derivadas de perda de massa (DTG) e curvas de perda de massa (TG): a) DTG do ligante CPII F, b) TG do ligante CPII F, c) DTG do ligante CPII E, d) TG do ligante CPII E, e) DTG do ligante CPIII, f) TG do ligante CPIII.

A partir dos resultados de porosidade e de termogravimetria foi possível analisar a influência dos compostos hidratados (C-S-H) na porosidade total e no volume de poros entre 0,001 e 0,01 μm , conforme resultados apresentados na Figura 3.20. A porosidade total do compósito está diretamente relacionada a umidade da placa obtida após a conformação da espessura dos compósitos (Tabela 3.7) e quanto maior for esta umidade, maior será a quantidade de produtos hidratados. Mehta e Monteiro (2008) afirmam que a distância entre as lamelas do C-S-H pode chegar até 30 nm.

Figura 3.20 – Influência do C-S-H na porosidade total e no volume de poros entre 0,001 e 0,01 μm para os compósitos avaliados.

3.2.3. Retração por secagem

Antes de avaliar a influência da protensão química na retração por secagem, vamos enfatizar a diferença na retração por secagem dos ligantes Portland disponíveis no mercado nacional, conforme os resultados apresentados na Figura 3.21. Os ligantes CII E-32 e CIII-40 apresentam retração por secagem, aos 91 dias, 63% maior e 54% maior, respectivamente, em relação ao CII F-32. As adições ativas provocam alteração no mecanismo das reações de hidratação e na microestrutura do compósito e, conseqüentemente, nas propriedades mecânicas, conforme foi discutido no capítulo 2.

Neste estudo o ligante CII E apontou retração semelhante ao CIII. Apesar de iniciarem a secagem com uma leve diferença de umidade, em torno de 7%, acredita-se que o cimento CII E apresente uma adição de escória superior ao determinado pela NBR 11578 (1991) que é de 6 a 34% de adição de escória granulada de alto forno.

O aparecimento de fissuras de borda pode ser relacionado a utilização do ligante CII E na produção de telhas e painéis, principalmente no estado de São Paulo. Ressalta-se que os produtos passam pelo mesmo processo de cura de quando era utilizado o CII F. Quando avaliamos a retração por secagem para uma mesma umidade de 10%, observamos que a retração por secagem do ligante CIII é 2,2 vezes maior e do CII E é uma vez maior que a do ligante CII F, conforme podemos observar na Figura 3.21.

A partir das retrações por secagem diferenciais dos ligantes Portland, poderíamos simular compósitos com gradação, por exemplo, aplicar uma pasta de cimento CIII ou CII E

localizada para promover a protensão localizada no ligante CII F ou substituir uma camada do ligante CII F por uma de CIII ou CII E para gerar a protensão química no fibrocimento.

Figura 3.21 – Avaliação da retração por secagem dos ligantes Portland do mercado nacional: a) retração por secagem ao longo do tempo e b) velocidade de secagem em função da retração.

Em seguida, será avaliada através da retração por secagem a influência da aplicação de silicato de sódio alcalino líquido ou de escória ativada com silicato de sódio alcalino nos ligantes Portland.

3.2.3.1. Silicato de sódio aplicado no ligante CII F

A aplicação de silicato de sódio alcalino líquido nos ligantes apresenta excelente potencial para provocar a protensão química. A aplicação de silicato de sódio no ligante CII F provocou aumento de 1,5 vezes na retração por secagem aos 91 dias. Até aos 7 dias a retração por secagem foi semelhante à referência, ou seja, a protensão não foi observada. Porém, a umidade do compósito com aplicação de silicato é 1,8 vezes maior que a referência.

O ligante ativado com silicato de sódio apresenta porosidade singular na faixa de poros menores que $0,01 \mu\text{m}$ (Tabela 3.9), provocando assim uma pressão maior nos poros para saída de água e, conseqüentemente, maior retração. Este comportamento está mais bem explicado no item 1.2.3 da revisão. Aos 91 dias a umidade do compósito com aplicação de silicato é 58% maior que a referência. Vale ressaltar que o silicato de sódio líquido aplicado entre camadas contém na sua composição 54,9% de água.

Figura 3.22 – Secagem do **ligante CII F**: a) retração ao longo do tempo e b) curvas de secagem dos compósitos.

A influência da aplicação de silicato de sódio foi medida, também, nos três pontos de leitura de retração pré-fixados, conforme foi descrito na Figura 3.10 deste capítulo. Observamos que para ambos os compósitos, com ou sem silicato, a diferença entre o ponto central e o próximo a borda (4 mm) foi mais significativa do que para o ponto intermediário (18,4 mm).

A aplicação do silicato de sódio provocou redução significativa na diferença entre o ponto central e o ponto intermediário e também no ponto próximo a borda aos 91 dias, conforme os resultados apresentados na Figura 3.23. Vale ressaltar que neste período da secagem dos corpos de prova, foi detectado que a umidade relativa da câmara seca estava próxima de 50%, sendo que a umidade relativa média de secagem deste compósito foi de 45%, conforme os dados coletados na Figura 3.9. Este fator pode ter contribuído para minimizar a diferença entre o centro e a borda.

Figura 3.23 – Secagem do **ligante CPII F**: a) retração nos 3 pontos do compósito de referência, b) diferença entre os pontos de leitura no compósito de referência, c) retração nos 3 pontos do compósito com aplicação de silicato de sódio e d) diferença entre os pontos de leitura no compósito com aplicação de silicato de sódio.

As deformadas dos corpos de prova foram traçadas a partir das leituras nos três pontos de retração. As deformadas apresentam cinco pontos, devido ao ponto intermediário (18,4 mm) e o ponto próximo a borda (4 mm) terem sido espelhados. As idades 1, 4, 14, 28 e 91 dias foram determinadas para avaliação dos compósitos, conforme podemos observar na Figura 3.24.

Observamos que a aplicação de silicato de sódio líquido provocou protensão em toda a largura do corpo de prova, mesmo sabendo que a borda retrai mais que o centro (Figura 3.23). Aos 4 dias, observamos que a retração é semelhante para ambos os compósitos, resultado igual ao obtido nas curvas de secagem apresentadas na Figura 3.22. A aplicação de silicato de sódio provocou aumento de 3,3 mm/m na retração em relação à referência aos 91 dias. A protensão química já pode ser detectada aos 14 dias, quando a aplicação de silicato de sódio provoca aumento de 60% na retração por secagem.

Figura 3.24 – Deformada dos corpos de prova do **ligante CII F**: a) compósito de referência e b) compósito com aplicação do silicato de sódio.

3.2.3.2. Silicato de sódio aplicado no ligante CII E

A aplicação de silicato de sódio no ligante CII E apresenta também bom potencial para promover a protensão química. O silicato de sódio aplicado provocou aumento de 64% na retração em relação à referência, aos 91 dias. Até aos 14 dias o silicato de sódio aplicado entre camadas funcionou muito mais como barreira para a perda de água, do que como ativador para provocar aumento da retração, conforme resultados apresentados na Figura 3.25. Cabe ressaltar que o compósito com aplicação do silicato de sódio iniciou a secagem com umidade 27% maior que a referência.

Observamos que aos mesmos 14 dias, o compósito com aplicação do silicato perdeu 3 vezes menos água do que a referência. Fenômeno semelhante ao encontrado para o ligante CII F, e que está mais bem explicado no item 1.2.3 da revisão. Aos 91 dias, os compósitos apresentam umidade igual.

Figura 3.25 – Secagem do **ligante CII E**: a) retração ao longo do tempo e b) curvas de secagem dos compósitos.

A influência da aplicação de silicato de sódio foi medida também nos três pontos de leitura. Observamos no compósito de referência que até os 22 dias, o ponto intermediário (18,4

mm) apresentou retração levemente superior ao ponto próximo à borda (4 mm). Comportamento também observado no compósito com aplicação de silicato, só que aos 3 dias, conforme podemos observar na Figura 3.26. Nas primeiras idades é perfeitamente aceitável esta oscilação na retração devido ao compósito está mais suscetível a qualquer variação mínima de umidade, já que neste período é aonde o compósito perde boa parte da sua água, conforme foi discutido no item 1.1.2 do capítulo de revisão.

Aos 91 dias, a diferença na retração por secagem entre o ponto intermediário e o ponto central não foi significativa para a referência. Porém, a aplicação de silicato de sódio provocou aumento da retração no ponto intermediário, a partir do 22º dia de secagem. Este comportamento também foi observado para o ponto próximo a borda. Após os 22 dias a variação de umidade no compósito de referência foi mínima, mas no compósito com aplicação de silicato de sódio apresentou diferença de umidade de 74% entre o 22º dia e 91º dia.

Figura 3.26 - Secagem do **ligante CII E**: a) retração nos 3 pontos do compósito de referência, b) diferença entre os pontos de leitura no compósito de referência, c) retração nos 3 pontos do compósito com aplicação de silicato de sódio e d) diferença entre os pontos de leitura no compósito com aplicação de silicato de sódio.

Da mesma forma que traçamos as deformadas para o CII F, foi traçado para os corpos de prova com o ligante CII E. Aos 4 dias, a retração do compósito com aplicação de silicato de

sódio é 63% menor que a referência. Isto se explica devido ao silicato funcionar nas primeiras idades com barreira para secagem do compósito, conforme podemos observar na Figura 3.25.

A aplicação de silicato de sódio provocou aumento de 2,2 mm/m na retração em relação à referência aos 91 dias. A partir do 28º dia já era possível perceber a protensão química do compósito, devido à retração ser 31% maior que a referência. Vale ressaltar que a retração por secagem do ligante CII E é 63% maior que a do CII F, conforme os resultados apresentados na Figura 3.21. Esta diferença na retração dos ligantes empregados está diretamente relacionada ao potencial da protensão química.

Figura 3.27 – Deformada dos corpos de prova do **ligante CII E**: a) compósito de referência e b) compósito com aplicação do silicato de sódio.

3.2.3.3. Silicato de sódio aplicado no ligante CIII

A aplicação de silicato de sódio no ligante CIII apresenta também bom potencial para promover a protensão química. Aos 91 dias, a aplicação do silicato de sódio gerou aumento de 58% na retração em relação à referência. Assim como no ligante CII E, o silicato de sódio funcionou como barreira para secagem até os 16 dias, isto implicou em retração inferior a referência, conforme podemos observar na Figura 3.28. O compósito com aplicação de silicato de sódio iniciou a secagem com umidade 19% maior que a referência.

A partir do 16º dia, observamos que no compósito com aplicação de silicato de sódio inicia a protensão, porém este compósito apresenta umidade 65% maior que à referência, conforme podemos observar na Figura 3.28. Este mesmo fenômeno foi encontrado nos ligantes anteriores, e está mais bem explicado no item 1.2.3 da revisão. Ao final da secagem os compósitos apresentam a mesma umidade.

Figura 3.28 – Secagem do **ligante CPIII**: a) retração ao longo do tempo e b) curvas de secagem dos compósitos.

A influência da aplicação de silicato de sódio foi medida da mesma forma que foi realizada para os ligantes anteriores e os resultados estão apresentados na Figura 3.29. Observamos que até os 6 dias houve uma certa instabilidade nos três pontos de leitura da retração. A retração do ponto intermediário (18,4 mm) foi igual ou levemente superior ao ponto próximo a borda (4 mm) para ambos os compósitos. Este comportamento também foi observado no ligante CPII E, e se deve ao fato que nas primeiras idades o compósito esteja mais vulnerável a qualquer variação mínima de umidade. Maiores explicações podem ser encontradas no item 1.1.2 do capítulo de revisão.

A aplicação de silicato de sódio, a partir do 23º dia, minimizou a diferença de retração entre o centro e a borda. Este fato também foi observado no ligante CPII E, e se deve ao fato da umidade deste compósito diminuir 50% do 23º dia até o final da secagem. Esta variação de umidade não foi detectada na referência, já que a partir do 23º dia se encontra em equilíbrio, conforme podemos observar na Figura 3.28.

Figura 3.29 - Secagem do **ligante CP III**: a) retração nos 3 pontos do compósito de referência, b) diferença entre os pontos de leitura no compósito de referência, c) retração nos 3 pontos do compósito com aplicação de silicato de sódio e d) diferença entre os pontos de leitura no compósito com aplicação de silicato de sódio.

Da mesma forma que traçamos a deformada para os ligantes anteriores foi realizado para os corpos de prova com o ligante CP III e estão apresentados na Figura 3.30. A aplicação de silicato de sódio reduziu a retração da primeira secagem em 80%, comprovando que o silicato de sódio até os 16 dias funciona como barreira para perda de água e não como ativador para promover a protensão química, conforme resultados apresentados na Figura 3.28.

O efeito da protensão já pode ser percebido aos 28 dias, quando obtivemos uma retração duas vezes maior que a referência. Aos 91 dias, a aplicação de silicato de sódio provocou aumento de 2 mm/m na retração em relação a referência. O poder de protensão para aplicação de silicato no ligante CP III foi semelhante ao ligante CP II E, mas inferior ao ligante CP II F. Vale lembrar que o ligante CP II E apresenta retração por secagem semelhante ao CP III, conforme os resultados apresentados na Figura 3.21. Esta retração por secagem 63% maior que a do ligante CP II F, afetou diretamente o potencial da protensão química.

Figura 3.30 – Deformada dos corpos de prova de **ligante CPIII**: a) compósito de referência e b) compósito com aplicação do silicato de sódio.

3.2.3.4. Misturas de escória ativada aplicada no ligante CPII F

As misturas de escória ativada com silicato de sódio foram aplicadas no ligante CPII F e apresentam potencial aceitável para promover a protensão. Foi utilizada a relação/água ligante 0,40 e 0,48, conforme Tabela 3.5 apresentada no item 3.1.2.1. Aos 91 dias a relação água/ligante 0,40 apresentou retração levemente superior a 0,48. A aplicação da mistura de escória ativada com silicato provocou aumento de 60% na retração em relação à referência aos 91 dias, conforme resultados apresentados na Figura 3.31. Os compósitos iniciaram a secagem com umidade semelhante.

Até os 13 dias, as misturas de escória ativada funcionaram muito mais como barreira para secagem do que como material de elevada retração para promover a protensão, conforme podemos observar na Figura 3.31. Até os 5 dias o compósito com aplicação de escória ativada com relação água/ligante 0,40 apresenta umidade menor que a relação água/ligante 0,48. Este comportamento se deve ao compósito nas primeiras idades está mais sucinto a qualquer oscilação de umidade, visto que o compósito só entra em equilíbrio com o meio ambiente próximo dos 20 dias (Figura 3.31).

No 13º dia, o compósito com aplicação de escória ativada com silicato apresentou umidade 1,7 vezes maior que a referência. Este fenômeno também foi identificado na aplicação de silicato de sódio líquido e se deve ao fato do ligante ativado com silicato de sódio apresentar porosidade singular e predominante na faixa de poros menores que 0,01 μm . Maiores explicações estão contidas no item 1.2.3 da revisão. Ao final da secagem, a aplicação de escória ativada com relação água/ligante 0,40 apresentou umidade 54% maior e a relação água/ligante 0,48 apresentou umidade 29% maior que a referência. A relação água/ligante

0,40 contém menor quantidade de água na mistura e, conseqüentemente, apresenta maior velocidade para refinamento dos poros. Maiores explicações estão contidas no item 1.2.3 da revisão.

Figura 3.31 – Secagem do ligante **CII F** com aplicação de misturas de escória ativada: a) retração ao longo do tempo e b) curvas de secagem dos compósitos.

A influência da aplicação das misturas de escória ativada com silicato de sódio foi medida da mesma forma que foi realizada para os ligantes com aplicação de silicato de sódio líquido e os resultados estão apresentados na Figura 3.32. Aos 91 dias a retração no ponto próximo a borda (4 mm) foi superior ao ponto intermediário (18,4 mm) e ao ponto central. A relação água/ligante 0,48 apresentou diferença mais significativa entre a borda e o centro.

Até os 10 dias o compósito de referência apresentou retração maior no ponto intermediário do que na borda, conforme os resultados apresentados na Figura 3.32. Esta oscilação nas primeiras idades foi identificada para os ligantes com aplicação de silicato de sódio, e se deve ao fato do compósito nas primeiras idades está propício a qualquer variação de umidade. A partir do 10º dia até o final da secagem este compósito apresentou uma variação de umidade de 19%, conforme podemos observar na Figura 3.31.

A aplicação da escória ativada com relação água/ligante 0,40 não apresentou diferença significativa entre os pontos de retração ao longo dos 91 dias, conforme podemos observar na Figura 3.32. A aplicação com relação água/ligante 0,48 apresentou diferença significativa entre a borda e o centro do corpo de prova. A partir do 24º dia esta diferença foi diminuindo até os 91 dias. Este comportamento também foi identificado para os ligantes com aplicação de silicato de sódio.

Mistura de escória ativada com relação água ligante igual a 0,40.

Mistura de escória ativada com relação água ligante igual a 0,48.

Figura 3.32 - Secagem do **ligante CII F** com aplicação das misturas de escória ativada: a) retração nos 3 pontos do compósito de referência, b) diferença entre os pontos de leitura no compósito de referência, c) retração nos 3 pontos do compósito com escória ativada com relação água/ligante 0,40, d) diferença entre os pontos de leitura no compósito com escória ativada com relação água/sólidos 0,40, e) retração nos 3 pontos do compósito com escória ativada com relação água/ligante 0,48 e f) diferença entre os pontos de leitura no compósito com escória ativada com relação água/sólidos 0,48.

Através das leituras nos três pontos de retração podemos traçar as deformadas para o ligante CII F com aplicação das misturas de escória ativada, conforme podemos observar na Figura 3.33. Notamos que a aplicação de escória ativada com relação água/ligante 0,48 provocou retração levemente superior para o ponto próximo a borda.

A aplicação das misturas de escória ativada com silicato só conseguiu provocar protensão a partir dos 14 dias, já que nas primeiras idades ela funcionou como barreira para perda de água (Figura 3.31). Aos 28 dias a aplicação de escória ativada com relação água/ligante 0,48 provocou aumento de 32% na retração e a relação água/ligante 0,40 provocou aumento de 52% em relação a referência. Entre as misturas de escória ativada, a relação água/ligante 0,40 gerou retração 16% maior que a relação água/ligante 0,48 aos 91 dias. A relação água/ligante 0,40 proporcionou retração 1,7 mm/m maior e a relação água/ligante 0,48 provocou aumento de 1,4 mm/m em relação a referência aos 91 dias, conforme podemos observar na Figura 3.33.

Figura 3.33 – Deformada dos corpos de prova do **ligante CPII F** com aplicação das misturas de escória ativada: a) compósito de referência e b) compósito com aplicação de escória ativada com relação água/ligante 0,40 e c) compósito com aplicação de escória ativada com relação água/ligante 0,48.

A partir dos resultados de retração por secagem para as aplicações de silicato de sódio líquido e escória ativada com silicato nos ligantes Portland podemos avaliar o potencial da aplicação destes materiais para promover a protensão química em fibrocimentos através da Figura 3.34.

$$Ret_{dif} = Ret_{prot} - Ret_{ref}$$

Ret_{dif} – Retração diferencial

Ret_{prot} – Retração com aplicação

Ret_{ref} – Retração sem aplicação

Figura 3.34 – Potencial das aplicações em cada ligante para promover a protensão química nos compósitos.

Alguns autores correlacionam a elevada retração por secagem dos ligantes ativados com silicato de sódio alcalino ao aumento significativo do volume de mesoporos (MELO NETO, 2007). Observamos que a retração por secagem dos fibrocimentos não apresenta boa correlação com o volume de mesoporos. Neste estudo a retração por secagem foi relacionada ao volume de poros entre 0,001 e 0,01 μm ao final da secagem, conforme podemos observar na Figura 3.35. Young (1988) acredita que a pressão capilar é significativa somente em poros menores que 35 ηm .

Figura 3.35 – Retração por secagem versus o volume de poros entre 0,001 e 0,01 μm para os compósitos avaliados.

3.3. Conclusões do capítulo

Os fibrocimentos com gradação funcional (MGF), com aplicação de silicato de sódio alcalino ou de escória ativada com silicato, apresentaram aumento significativo no volume de poros entre 0,001 e 0,01 μm , na quantidade de compostos hidratados medida pela análise termogravimétrica e na retração por secagem quando comparados aos fibrocimentos convencionais.

A gradação funcional é fruto da protensão química gerada pela aplicação de silicato de sódio entre as camadas do fibrocimento. E quanto maior a retração diferencial provocada pela aplicação de silicato de sódio, maior será o potencial de promover a protensão química nos fibrocimentos.

A partir dos resultados apresentados neste capítulo, observamos que a elevada retração obtida pela aplicação de silicato de sódio é devido ao maior volume de poros menores que $0,01\ \mu\text{m}$, a maior quantidade de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e a retração por secagem do ligante Portland empregado na aplicação do silicato de sódio. A aplicação de silicato de sódio no ligante CII F apresentou retração $3,3\ \text{mm/m}$ maior que a referência, mostrando o grande potencial da protensão química.

Acredita-se que é possível aplicar o silicato de sódio alcalino em todos ligantes realizando uma investigação prévia do consumo de silicato de sódio necessário para promover a protensão química naquele determinado ligante Portland. Assim como a dosagem de silicato de sódio introduzida na mistura de escória ativada para promover a protensão química do fibrocimento, já que esta aplicação não depende diretamente da composição do ligante Portland.

Acreditamos que é perfeitamente possível a aplicação de silicato de sódio através de um bico em alta velocidade ao longo do processo Hatschek de produção de telhas e painéis. Já que a aplicação de escória ativada com silicato de sódio apresenta algumas barreiras. Uma delas é a rápida consolidação da escória ativada após o contato da escória moída com o silicato de sódio.

A elevada retração por secagem provocada pela aplicação do silicato de sódio no ligante Portland nos mostra o grande potencial da protensão química para o controle da fissuração de borda em fibrocimentos convencionais. Acreditamos que a aplicação localizada de um filete de silicato de sódio próximo a borda é suficiente para gerar a compressão da borda das telhas e painéis de fibrocimento.

4. Avaliação do desempenho mecânico dos compósitos com gradação funcional

Introdução

Os resultados apresentados no capítulo 3 apontam o grande potencial da aplicação de silicato de sódio alcalino líquido e de escória ativada com silicato de sódio entre camadas para promover a protensão química e, conseqüentemente, a gradação nos fibrocimentos produzidos com os ligantes Portland comum.

O objetivo deste capítulo 4 é avaliar o desempenho mecânico dos compósitos com aplicação do silicato de sódio ou escória ativada para promover a protensão química. Neste capítulo foram avaliados o módulo de elasticidade dinâmico e as propriedades mecânicas obtidas através do ensaio de flexão de quatro pontos.

A protensão química está diretamente relacionada à retração diferencial provocada pela aplicação de silicato de sódio alcalino ou de escória ativada com silicato de sódio entre camadas do fibrocimento, conforme foi discutido anteriormente nos capítulos 2 e 3. Dependendo da magnitude desta retração pode ocasionar microfissuras na interface das camadas e, conseqüentemente, o colapso desta interface. Testes exploratório realizados no capítulo 2 apontaram que a aplicação de escória ativada com silicato de sódio alcalino com elevada dosagem de silicato de sódio provoca o rompimento da ligação entre as camadas.

Estudos realizados no capítulo 2 apontaram a redução do módulo de elasticidade obtido no ensaio de flexão de 4 pontos. Neste capítulo foi avaliado o módulo de elasticidade, através de uma técnica não destrutiva, com intuito de observar as alterações provocadas pela protensão ao longo do tempo. E o quanto as microfissuras geradas na interface das camadas comprometem o desempenho mecânico dos fibrocimentos.

4.1. Materiais e métodos

O desempenho mecânico dos compósitos com gradação funcional, com aplicação de silicato de sódio ou escória ativada com silicato de sódio, foi avaliado através do módulo de

elasticidade dinâmico e do ensaio de flexão de quatro pontos. As propriedades mecânicas foram avaliadas por meio dos mesmos corpos de prova utilizados na retração por secagem.

4.1.1. Módulo de elasticidade dinâmico

A utilização do ultrassom, como técnica não destrutiva, para avaliação do módulo de elasticidade dinâmico foi essencial para avaliação da influência da protensão química ao longo do tempo nas propriedades mecânicas. Alguns autores empregaram esta técnica para determinar o módulo de elasticidade de compósitos reforçados com fibras de celulose e sintéticas como poli vinil álcool e polipropileno (TEIXEIRA E MOSLEMI, 2001; DIAS, 2005).

Para avaliação do módulo dinâmico foi utilizado o equipamento de ultrassom PUNDIT com transdutores de 20 mm de diâmetro e frequência de 200 kHz (Figura 4.1). A medida do tempo (μ s) que a onda percorre a extensão longitudinal do corpo de prova foi realizada logo em seguida as três leituras de retração realizadas durante a secagem. As medidas foram feitas sobre a pastilha metálica de retração colada na posição central do corpo de prova, conforme foi detalhado na Figura 4.1.

Para diminuir os ruídos do ensaio foi utilizado gel de hidroxixelulose e construído um aparato de madeira, aonde o corpo de prova ficava localizado na posição correta para realização da leitura, conforme ilustra a Figura 4.1. A Equação 4.1 foi utilizada para o cálculo do módulo de elasticidade dinâmico dos compósitos. O coeficiente de Poisson dinâmico adotado foi de 0,2, igual ao utilizado para materiais cimentícios.

Figura 4.1 – Aparelho para medida do módulo de elasticidade dinâmico: a) equipamento de ultrassom com os transdutores e a barra de referência utilizada para calibração e b) medida realizada no ponto central do corpo de prova sobre o pino metálico de retração. Fotos: Mário Souza Takeashi.

$$E_{(GPa)} = \frac{V^2 \rho (1 + \eta)(1 - 2\eta)}{(1 - \eta)} \quad \text{Equação 4.1}$$

Onde,

V – Velocidade do pulso ultrassônico (mm/ μ s);

ρ – densidade aparente (g/cm³);

η – coeficiente de Poisson dinâmico.

A medida do módulo de elasticidade dinâmico foi feita durante a secagem dos corpos de prova na câmara seca. A variação de umidade do compósito está diretamente relacionada ao valor do módulo, já que em umidades elevadas (próximo da saturação) a velocidade de propagação do pulso ultrassônico é reduzida consideravelmente. Estudos realizados por HERNANDÉS et al. (2004) em pastas de cimento Portland mostram que a saturação reduz a velocidade da onda ultrassônica em aproximadamente 3% e, conseqüentemente, aumenta o módulo dinâmico.

A densidade dos fibrocimentos avaliados aumentou em média 18% com a saturação, o que levou a valores de módulo de elasticidade dinâmico maiores que os obtidos na flexão,

conforme resultados que serão apresentados na Figura 4.10. Na Figura 4.2 está apresentada a variação do módulo de elasticidade dinâmico em função da umidade dos compósitos. A diferença no módulo dinâmico de ligantes de mesma composição se deve ao ligante CPlI F (losango hachurado na cor azul) apresentar umidade 6% maior que o CPlI F (bolinha hachurada na cor preta).

Figura 4.2 – Variação do módulo de elasticidade dinâmico em função da umidade dos compósitos.

4.1.2. Flexão de quatro pontos

Ao final do ensaio de retração, os corpos de prova (80 x 160 mm) foram reduzidos devido ao aparato de flexão da prensa universal INSTRON não comportar a largura de 80 mm. A redução das dimensões dos corpos de prova para 40 x 160 mm foi feita em serra circular NORTON (modelo TT 200 EM) com disco diamantado e refrigerado a água, semelhante à utilizada para obtenção dos corpos de prova das placas produzidas, conforme metodologia descrita no item 3.1.3.1.

Antes do ensaio de flexão de 4 pontos, os corpos de prova foram saturados em água durante 24 horas. A resistência mecânica foi obtida através da prensa universal INSTRON 5569 com célula de carga de 1 kN e sensor de deslocamento Solartron com curso de 5,0 mm, posicionado na região central do vão (Figura 4.3). A velocidade de carregamento foi controlada em 5,0 mm/min. Através das equações apresentadas na Figura 4.3 foram determinados o módulo de ruptura (MOR), o módulo de elasticidade (E), limite de proporcionalidade (LOP) e a tenacidade dos compósitos. Foram utilizados 12 corpos de prova por série.

$$MOR_{(MPa)} = \frac{P_{m\acute{a}x} \cdot L}{b \cdot e^2} \quad \text{Equa\c{c}\~ao 4.2}$$

$$E_{(GPa)} = \frac{23 \cdot L^3}{1296 \cdot I} (P/\delta) \quad \text{Equa\c{c}\~ao 4.3}$$

$$EE_{(kJ/m^2)} = \frac{A_{P-\delta}}{b \cdot e} \quad \text{Equa\c{c}\~ao 4.4}$$

Figura 4.3 – Ensaio de flex\~ao de 4 pontos na prensa universal e as equa\c{c}\~oes para o c\~alculo das propriedades mec\~anicas.

Onde,

$P_{m\acute{a}x}$ – carga m\~axima durante o ensaio (N);

L – v\~ao de ensaio (mm);

b – largura do corpo de prova (mm);

e – espessura do corpo de prova (mm);

P/γ – coeficiente angular da curva de tend\~encia (linear) que se ajusta no trecho el\~astico da curva carga *versus* deslocamento (N/mm);

I – momento de in\~ercia da se\c{c}\~ao transversal dado por $(b \cdot e^3)/12$ (mm⁴);

$A_{p-\delta}$ – \~area total sob a curva carga *versus* deslocamento (N.mm).

4.2. Resultados e discuss\~oes

Os materiais aplicados entre camadas provocaram altera\c{c}\~oes na espessura final dos comp\~ositos. A espessura foi quantificada atrav\~es de tr\~es medidas ao longo da largura do corpo de prova (40 mm). As medidas foram feitas nos corpos de prova saturados antes do ensaio de flex\~ao. As espessuras m\~edias s\~ao apresentadas na Tabela 4.1.

As aplica\c{c}\~oes de esc\~oria ativada com silicato de s\~odio alteraram de maneira significativa a espessura final do comp\~osito. A aplica\c{c}\~ao de silicato de s\~odio no ligante CII F provocou aumento de 6,3%; esta mesma aplica\c{c}\~ao no ligante CII E provocou aumento de 9,2%; e

assim como no ligante CPIII provocou aumento de 10,4% em relação à referência. Isto se deve a dois fatores: a variação de umidade nas placas antes da prensagem (Tabela 3.7) e a massa específica dos ligantes serem diferentes (Tabela 3.1).

As aplicações de escória ativada provocaram aumento de 27,6% na espessura em relação à referência. A variação da relação água/ligante não provocou alteração. Esta influência na espessura também foi observada por Dias (2011) em suas aplicações de misturas cimentícias com altos teores de fibras sintéticas.

Tabela 4.1 – Espessura média dos ligantes com e sem aplicação.

Ligante	Aplicação	Material aplicado	Espessura (mm)
CPII F-32	0/80	-	7,29 ± 0,15
CPII F-32	80/80	Silicato de sódio	7,75 ± 0,23
CPII E-32	0/80	-	7,29 ± 0,57
CPII E-32	80/80	Silicato de sódio	7,96 ± 0,60
CPIII-40	0/80	-	7,34 ± 0,15
CPIII-40	80/80	Silicato de sódio	8,10 ± 0,40
CPII F-32	0/80	-	7,18 ± 0,14
CPII F-32	*(0,40) 80/80	Escória ativada	9,16 ± 0,14
CPII F-32	*(0,48) 80/80	Escória ativada	9,16 ± 0,18

** Relação água/ligante utilizada nas misturas de escória ativada com silicato de sódio alcalino.*

4.2.1. Módulo de elasticidade dinâmico

O módulo de elasticidade dinâmico foi avaliado durante a secagem dos compósitos, conforme foi descrito no item 4.1.1. Os compósitos foram avaliados ao longo dos 91 dias de secagem, conforme podemos observar na Figura 4.4. Não identificamos nenhuma alteração significativa com o avanço da idade, devido à secagem dos compósitos iniciarem com três dias de idade. Nesta idade o compósito apresenta rigidez suficiente para suportar pequenas deformações.

Observamos que aplicação do silicato de sódio no ligante CPII F provocou aumento de 30% no módulo de elasticidade em relação à referência no início da secagem. Este aumento não é devido à diferença de umidade, conforme podemos observar na Figura 3.22 os compósitos iniciaram a secagem com a mesma umidade. Isto se deve ao silicato de sódio acelerar as reações de hidratação e, conseqüentemente, a resistência do compósito. Comportamento discutido com maior profundidade no item 1.2.1 da revisão.

A aplicação de silicato de sódio no ligante CII F é o sistema que apresenta maior potencial para a protensão, conforme podemos observar na Figura 3.24. O módulo de elasticidade dinâmico do ligante CII F com aplicação de silicato de sódio aumentou 13% quando comparado a referência aos 91 dias.

A aplicação do silicato de sódio no ligante CII E e no CIII provocou redução de 35% em média em relação às respectivas referências aos 91 dias. Tanto o ligante CII E quanto o CIII com aplicação de silicato de sódio iniciaram a secagem com a umidade em média 25% maior que a referência, conforme podemos observar nas Figura 3.25 e Figura 3.28. Isto justifica nas primeiras idades ambos os ligantes apresentarem módulo de elasticidade semelhante à referência. Mas, ao final da secagem tanto o ligante CII E quanto o CIII com aplicação de silicato de sódio apresentaram umidade igual à referência, conforme podemos observar nas Figura 3.25 e Figura 3.28.

A aplicação de escória ativada com silicato de sódio provocou aumento considerável no módulo de elasticidade dinâmico, conforme podemos observar na Figura 4.8. A aplicação de escória ativada com relação água/ligante 0,40 provocou aumento de 1 GPa em relação a relação água/ligante 0,48 no início da secagem. A aplicação de escória ativada provocou aumento de 20% no módulo de elasticidade dinâmico em relação à referência. A umidade de ambos os compósitos no início da secagem é igual.

Aos 91 dias a relação água/ligante 0,40 apresentou módulo de elasticidade dinâmico 10% maior que a referência. Este aumento pode ser justificado pela umidade do compósito ao final da secagem ser 54% maior que a referência, conforme podemos observar na Figura 3.31. A escória ativada com relação água/ligante 0,48 apresentou módulo de elasticidade igual à referência, mesmo apresentando umidade 29% maior que a referência (Figura 3.31).

Aplicação de silicato de sódio no ligante CII F.

Aplicação de silicato de sódio no ligante CII E.

Aplicação de silicato de sódio no ligante CIII.

Aplicação de escória ativada no ligante CII F.

Figura 4.4 – Avaliação do módulo de elasticidade dinâmico para todos os ligantes: a) ligante CII F com aplicação de silicato de sódio, b) ligante CII E com aplicação de silicato de sódio, c) ligante CIII com aplicação de silicato de sódio e d) ligante CII F com aplicação de escória ativada.

4.2.2. Flexão de quatro pontos

As propriedades mecânicas dos compósitos estão apresentadas na Tabela 4.2 através do valor médio e desvio padrão. Os valores do módulo de ruptura (MOR), do módulo de elasticidade (E), do limite de proporcionalidade (LOP) e da tenacidade são inferiores aos encontrados na bibliografia. Esta diferença significativa se deve ao método de moldagem e prensagem dos compósitos ser diferente do utilizado por Silva (2002), Dias (2005), Nita (2006) e Dias (2011), que aplicava uma carga de doze toneladas para prensagem. Neste estudo foi aplicado somente seis toneladas e algumas modificações foram implementadas, conforme foi descrito no item 3.1.2. Esta redução de 50% na carga de prensagem dos compósitos implica em alterações significativas na umidade final, na porosidade e na resistência do fibrocimento.

Tabela 4.2 – Propriedades mecânicas dos ligantes com e sem aplicação.

Ligante	Aplicação	Material aplicado	MOR (MPa)	LOP (MPa)	E (GPa)	Tenacidade (kJ/m ²)
CPII F-32	0/80	-	6,72 ± 1,18	2,72 ± 0,59	6,71 ± 1,27	0,92 ± 0,44
CPII F-32	80/80	Silicato de sódio	7,35 ± 1,93	5,31 ± 1,74	4,90 ± 1,30	0,59 ± 0,26
CPII E-32	0/80	-	7,30 ± 0,84	3,80 ± 0,49	5,57 ± 1,00	1,17 ± 0,56
CPII E-32	80/80	Silicato de sódio	7,11 ± 1,64	4,42 ± 0,91	4,04 ± 1,31	0,79 ± 0,44
CPIII-40	0/80	-	8,07 ± 0,57	4,12 ± 0,96	4,61 ± 0,50	1,44 ± 0,43
CPIII-40	80/80	Silicato de sódio	7,69 ± 1,38	4,08 ± 1,26	4,05 ± 1,42	0,90 ± 0,37
CPII F-32	0/80	-	7,81 ± 0,96	4,18 ± 0,60	5,23 ± 1,23	0,96 ± 0,38
CPII F-32	*(0,40) 80/80	Escória ativada	8,58 ± 0,59	6,11 ± 0,89	8,56 ± 1,98	0,91 ± 0,23
CPII F-32	*(0,48) 80/80	Escória ativada	7,98 ± 1,14	4,85 ± 0,85	6,05 ± 1,56	0,64 ± 0,35

* Relação água/ligante utilizada nas misturas de escória ativada com silicato de sódio alcalino.

4.2.2.1. Silicato de sódio aplicado no ligante CPII F

A aplicação de silicato de sódio no ligante CPII F não alterou de maneira significativa as propriedades mecânicas, e em alguns casos provocou aumento de resistência, conforme podemos observar na Figura 4.5.

O módulo de ruptura (MOR) não foi alterado, mas o limite de proporcionalidade da matriz (LOP) aumentou 95,2% em relação à referência, conforme os resultados apresentados na Figura 4.5. Isto se deve a ativação do ligante com silicato de sódio alcalino acelerar as reações de hidratação, conforme foi discutido no item 1.2.1 da revisão. Este aumento do LOP, ainda proporciona aumento da tensão limite para o surgimento da primeira fissura; propriedade importante para o desempenho e a vida útil do fibrocimento (DIAS, 2011).

A aplicação de silicato de sódio também provocou redução de 27% no módulo de rigidez (E) e a tenacidade também foi afetada de maneira significativa. Os resultados de módulo de elasticidade dinâmico não apontaram esta redução, mas acredita-se que as microfissuras geradas na interface provocaram esta redução do módulo de elasticidade na flexão. Melo Neto (2002) obteve redução do módulo de elasticidade nas argamassas de cimento de escória ativada com silicato de sódio. Vale ressaltar que a aplicação de silicato de sódio aumentou a dispersão dos resultados, conforme podemos observar na Figura 4.5.

Figura 4.5 – Curvas típicas do ligante CII F com aplicação de silicato de sódio aos 100 dias de idade: a) curvas típicas do compósito de referência, b) curvas típicas do compósito com aplicação de silicato de sódio e c) curvas típicas que representam o comportamento dos compósitos.

4.2.2.2. Silicato de sódio aplicado no ligante CII E

A aplicação de silicato de sódio no ligante CII E apresentou desempenho mecânico levemente inferior à referência, conforme podemos observar na Figura 4.6. O módulo de ruptura (MOR) e o limite de proporcionalidade da matriz (LOP) não sofreram alteração. O LOP nos aponta que mesmo a protensão demorar em torno de 14 dias para iniciar (Figura 3.25), o compósito apresenta tensão limite para surgimento da primeira fissura igual à referência.

O módulo de rigidez (E) e a tenacidade apresentaram leve redução em relação à referência. Esta redução também foi observada para o ligante CII F, e se deve as microfissuras geradas na interface das camadas.

Figura 4.6 – Curvas típicas do **ligante CPII E** com aplicação de silicato de sódio aos 100 dias de idade: a) curvas típicas do compósito de referência, b) curvas típicas do compósito com aplicação de silicato de sódio e c) curvas típicas que representam o comportamento dos compósitos.

4.2.2.3. Silicato de sódio aplicado no ligante CPIII

A aplicação de silicato de sódio no ligante CPIII não afetou as propriedades mecânicas quando comparadas a referência, conforme podemos observar na Figura 4.6. Observamos uma leve redução no módulo de rigidez (E) devido à microfissuras geradas na interface das camadas, conforme foi discutido anteriormente. A aplicação de silicato de sódio no ligante CPIII retardou em de 16 dias o início da protensão química (Figura 3.28), mas este retardo não influenciou no desempenho mecânico do compósito aos 91 dias.

Figura 4.7 – Curvas típicas do **ligante CIII** com aplicação de silicato de sódio aos 100 dias de idade: a) curvas típicas do compósito de referência, b) curvas típicas do compósito com aplicação de silicato de sódio e c) curvas típicas que representam o comportamento dos compósitos.

4.2.2.4. Misturas de escória ativada aplicada no ligante CII F

A aplicação da escória ativada com silicato de sódio apresentou desempenho superior à referência, conforme podemos observar na Figura 4.8. O módulo de ruptura (MOR) foi levemente superior para ambas às relações água/ligante. A aplicação de escória ativada com relação água/ligante 0,40 provocou aumento de 46% no limite de proporcionalidade (LOP) em relação à referência. A relação água/ligante 0,48 se manteve o LOP igual a referência. O aumento do LOP se deve a ativação da escória com silicato de sódio proporcionar a aceleração das reações de hidratação (MELO NETO, 2008).

Além disso, a aplicação de escória ativada aumenta a tensão limite para o surgimento da primeira fissura no compósito. Tanto a relação água/ligante 0,40 quanto a 0,48 provocou aumento significativo no módulo de rigidez (E), mas vale ressaltar que o desvio padrão entre as amostras foi superior à referência.

Relação água/ligante igual a 0,40.

Relação água/ligante igual a 0,48.

Figura 4.8 – Curvas típicas do **ligante CII F** com aplicação de escória ativada aos 100 dias de idade: a) curvas típicas do compósito de referência, b) curvas típicas do compósito com aplicação de escória ativada com relação água/ligante 0,40, c) curvas típicas do compósito com aplicação de escória ativada com relação água/ligante 0,48 e d) curvas típicas que representam o comportamento dos compósitos.

A partir das propriedades mecânicas podemos fazer algumas correlações. Quando relacionamos o módulo de ruptura (MOR) com o limite de proporcionalidade da matriz (LOP), observamos o quanto as fibras de PVA trabalharam até atingir a tensão máxima do compósito (BENTUR e MINDESS, 1990). A protensão química nos fibrocimentos não alterou de maneira significativa o papel da fibra sintética no compósito (Figura 4.9).

Figura 4.9 – Correlação entre o módulo de ruptura e limite de proporcionalidade da matriz para os compósitos avaliados.

O módulo de elasticidade dinâmico apresentou boa correlação com o módulo de elasticidade na flexão, conforme podemos observar na Figura 4.10. Os valores de módulo dinâmico foram significativamente maiores devido à saturação dos corpos de prova. Esta influência foi melhor discutida no item 4.2.1, conforme podemos observar na Figura 4.2.

De maneira geral, a protensão química nos compósitos não provocou alteração significativa no módulo de elasticidade. Somente as aplicações de escória ativada com silicato de sódio que provocaram aumento significativo no módulo de elasticidade devido às reações de hidratação da escória ativada com silicato ser mais rápida e, consequentemente, provocar maior refinamento de poros, conforme foi discutido no 1.2.2 da revisão.

Figura 4.10 – Correlação entre o módulo de elasticidade dinâmico e o módulo de elasticidade na flexão dos compósitos avaliados.

A absorção de água é uma medida indireta da porosidade do compósito, neste trabalho optamos pela apresentação da absorção de água devido a melhor ajuste com os resultados. Quanto menor a absorção de água maior será o módulo de elasticidade do compósito, conforme podemos observar na Figura 4.11.

Figura 4.11 – Módulo de elasticidade dinâmico em função da absorção de água dos compósitos.

O limite de proporcionalidade da matriz foi relacionado ao volume de poros entre 0,001 e 0,01 μm devido às bibliografias relacionarem a resistência do material ao maior refinamento dos poros, conforme podemos observar nos resultados apresentados na Figura 4.12.

Figura 4.12 – Correlação entre o limite de proporcionalidade da matriz e o volume de poros entre 0,001 e 0,01 μm dos compósitos avaliados.

4.3. Conclusões do capítulo

A protensão química não afetou de maneira significativa o desempenho mecânico dos compósitos, pelo contrário, algumas propriedades mecânicas foram majoradas devido à aplicação de silicato de sódio ou de escória ativada com silicato de sódio entre camadas do fibrocimento.

A espessura do compósito foi alterada devido a aplicações tanto de silicato de sódio quanto de escória ativada com silicato de sódio. O silicato de sódio aumentou de 6 a 10% a espessura final do compósito, de acordo com o tipo de ligante. Já a escória ativada provocou aumento de 27% na espessura. Acredita-se que as características reológicas do silicato de sódio contribuíram para redução da influência na espessura.

A protensão química gerada pela aplicação de silicato de sódio alcalino provocou aumento significativo do limite de proporcionalidade da matriz (LOP), especificamente para o ligante CII F que foi 95% maior que a referência. A aplicação de escória ativada com relação água/ligante 0,40 provocou aumento de 46% em relação à referência. O acréscimo do LOP provoca aumento na tensão limite para o surgimento da primeira fissura; propriedade relevante para o desempenho e a vida útil dos fibrocimentos.

A aplicação de escória ativada com silicato de sódio provocou aumento de 20% no módulo de elasticidade em relação à referência. A escória ativada com relação água/ligante 0,40 foi

levemente superior a relação água/ligante 0,48. Porém, a aplicação de silicato de sódio líquido nos ligantes provocou leve redução do módulo de elasticidade.

O grande potencial da protensão química foi observado nos resultados discutidos no capítulo 3. De um modo geral, os resultados apresentados neste capítulo mostram que a protensão química não afeta o desempenho mecânico dos fibrocimentos. E confirma a hipótese que é possível controlar a fissuração dos fibrocimentos com a aplicação localizada de um filete de silicato de sódio próximo a borda de telhas e painéis produzidos através do processo Hatschek.

5. Conclusões gerais e sugestões para trabalhos futuros

A aplicação de silicato de sódio alcalino ou de escória ativada entre as camadas do fibrocimento é perfeitamente viável para promover a protensão química nos ligantes Portland comum, conforme foi discutido de maneira exploratório no capítulo 2 e de maneira mais consistente no capítulo 3.

O potencial da protensão química está diretamente relacionado a retração por secagem diferencial provocada pela aplicação de silicato de sódio ou simplesmente pela alteração da composição do ligante utilizado na produção dos compósitos. E a magnitude da retração por secagem depende da quantidade de silicato de sódio aplicada por área, do volume de poros menores que $0,01\ \mu\text{m}$ e da quantidade dos compostos hidratados (C-S-H) formados devido a aplicação de silicato de sódio no ligante, conforme foi discutido no capítulo 3.

A protensão química ficou mais evidente no ligante CII F, devido a aplicação de silicato de sódio aos 7 dias proporcionar a protensão química no fibrocimento. Enquanto que para os ligantes CII E e CIII ela só foi detectadas a partir dos 14 dias de secagem. Este intervalo de tempo foi semelhante ao necessário para as misturas de escória provocar a protensão no fibrocimento com ligante CII F, conforme foi discutido no capítulo 3.

A protensão química não afetou de maneira significativa o desempenho mecânico dos compósitos, pelo contrário em alguns casos as propriedades mecânicas foram majoradas devido à aplicação de silicato de sódio ou de escória ativada com silicato de sódio entre camadas do fibrocimento, conforme foi discutido no capítulo 4.

A espessura dos fibrocimentos foi afetada pelas aplicações de silicato de sódio e de escória ativada. Este problema pode ser solucionado com uma aplicação de carga localizada maior para corrigir esta imperfeição. No caso do processo Hatschek de produção de telhas, pode ser aumentada a pressão no rolo de prensagem das mantas frescas produzidas, conforme foi discutido no capítulo 4.

A protensão química gerada pela aplicação de silicato de sódio alcalino provocou aumento significativo do limite de proporcionalidade da matriz (LOP), especificamente para o ligante

CPII F que foi 95% maior que a referência. A aplicação de escória ativada também provocou aumento de 46% em relação à referência. Isto indica aumento da tensão para o surgimento da primeira fissura. Propriedade mecânica relevante para o desempenho dos fibrocimentos. O módulo de elasticidade foi levemente afetado pela aplicação de silicato de sódio, em compensação a aplicação de escória ativada aumentou em 20% quando comparados a referência, conforme foi discutido no capítulo 4.

A aplicação de silicato de sódio alcalino em todos os ligantes é perfeitamente possível se realizado um estudo prévio da quantidade necessária de silicato de sódio por área para promover a protensão química naquele ligante Portland. Assim como a dosagem de silicato de sódio introduzida na mistura de escória ativada, já que esta aplicação não depende diretamente da composição do ligante Portland, conforme foi discutido no capítulo 3.

Um estudo para avaliar o potencial da aplicação localizada de pastas de cimento Portland com e sem ativador para promover a protensão. Observamos no capítulo 3 que os ligantes CPII E e CPIII, disponíveis no mercado nacional, apresentam retração por secagem 60% maior que o CPII F, conforme foi discutido no capítulo 3.

Acredita-se que são mínimas as adaptações necessárias para implantação de acessórios que viabilizem a aplicação de silicato de sódio líquido ao longo do processo Hatschek de produção de telhas e painéis. Pois a aplicação de escória ativada com silicato de sódio encontra algumas barreiras devido a rápida consolidação da escória ativada após o contato da escória moída com o silicato de sódio. Vale ressaltar que estamos tratando de um processo que produz 10 toneladas de fibrocimento por hora, durante 24 horas por dia e 365 dias por ano.

A gradação funcional provocada pela protensão química nos fibrocimentos, observado no capítulo 3 nos proporciona um cenário promissor para o controle da fissuração em telhas e painéis. Já que a ideia defendida pelos autores deste trabalho é aplicação de um filete de silicato de sódio próximo a borda para provocar a protensão e, conseqüentemente, a compressão da borda das telhas e painéis de fibrocimento.

Referências

_____. **NBR 5735**: Cimento Portland composto. Rio de Janeiro, 1991.

_____. **NBR 9778**: Argamassa e concreto endurecidos: Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro, 2005.

ADAMSON, A. W.; GAST, A. P. **Physical Chemistry of Surfaces**. Wiley: Interscience Publication, 6ª Ed., New York, 1997.

AKERS, S. A. S. Cracking in fibre cement products. **10th International Inorganic-Bonded Fiber Composites Conference**. São Paulo, 2006.

AKERS, S. A. S.; GARRETT, G. G. Observations and predictions of fracture in Asbestos Cement Composites. **Journal of Materials Science**, Vol. 18, p. 2209-2214, 1983.

AKERS, S. A. S.; PARTL, M. Hygral and Thermal Expansion/Shrinkage Properties of Asbestos – Free Fibre Cement. **Cement and Concrete Composites**, Vol. 12, n 1, 1990.

AMADA, S.; ICHIKAWA, Y.; MUNEKATA, T.; NAGASE, Y.; SHIMIZU, H. Fiber texture and mechanical structure of bamboo. **Composites part B**, Vol. 28B, p. 13 – 20, 1997.

BASTOS, P. K. X. **Retração e desenvolvimento de propriedades mecânicas de argamassas mistas de revestimento**. Tese de Doutorado apresentada a Universidade de São Paulo. São Paulo, 2001.

BENTUR, A.; MINDESS, S. **Fibre reinforced cementitious composites**. London and New York. Elsevier Applied Science, 1990.

BENTUR, A. Effect of curing temperature on the pore structure of tricalcium silicate pastes. **Journal of Colloid and Interface Science**, Vol. 74 (2), p. 549-560, 1979.

BEVER, M. B.; DUWEZ, P. E. Gradients in composite materials. **Materials science and engineering**, Vol. 10 (1), p. 1-4, 1972.

BOLANDER, J. Editorial. **Cement & concrete composites**, Vol. 29, p. iii-iv, 2007.

BROUGH, A. R.; ATKINSON, A. Sodium silicate-based, alkali-activated slag mortars: Part I - Strength, hydration and microstructure. **Cement and Concrete Research**, Vol. 32, n.6, p.865-879, 2002.

CHEN, W., BROUWERS, H. J. H. The hydration of slag, part 1: reaction models for alkali-activated slag. **Journal Materials Science**, Vol. 42, p. 428-443, 2007.

CHEN, Y.; STRUBLE, L. J.; PAULINO, G. H. Using Rheology to Achieve Co-extrusion of Cement-Based Materials with Graded Cellular Structures. **International Journal of Applied Ceramic Technology**, Vol. 5 (5), p. 513-521, 2008.

CINCOTTO, M. A.; MELO, A. A.; REPETTE, W. L. Effect of different activators type and dosages and relation with autogenous shrinkage of activated blast furnace slag cement. In: **11th International Congress on the Chemistry of Cement (ICCC)**, p.1878-1888, Durban, Africa do sul, 2003.

COLLINS, F. G.; SANJAYAN, J. G. Effect of pore size distribution on drying shrinkage of alkali-activated slag concrete. **Cement and Concrete Research**, Vol. 30, n.9, p.1401-1406, 2000.

DIAMOND, S. Mercury porosimetry: An inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials. **Cement and Concrete Research**, Vol. 30, p. 1517-1525, 2000.

DIAS, C. M. R.; SAVASTANO JR, H.; JOHN, V. M. The FGM concept in the development of fiber cement components. In: **Multiscale and functionally graded materials**. Oahu, 2006. **Multiscale and functionally graded materials – AIP Conference Proceedings**. New York, American Institute of Physics, Vol. 973, p. 525-531, 2008.

DIAS, C.M.R. **Efeitos do envelhecimento na microestrutura e no comportamento mecânico dos fibrocimentos**. Dissertação de mestrado apresentada a Universidade de São Paulo. São Paulo, 2005.

DIAS, C.M.R. **Fibrocimentos com gradação funcional**. Tese de Doutorado apresentada a Universidade de São Paulo. São Paulo, 2011.

GAO, Yingli; MA, Baoguo; WANG, Xinxang; WEN, Xiaodong; MU, Song. Development and properties study on functionally graded concrete segment used in shield tunneling. **Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering**, Vol. 11, China, 2007.

GIORDANO, B. L.; SOUZA, R. B.; JOHN, V. M. Influência do ligante na retração por secagem em fibrocimento. **Ambiente Construído**, Vol. 9, p. 7-16, Porto Alegre, 2009.

HERNÁNDEZ, M. G.; ANAYA, J. J.; ULLAT, L. G.; IBAÑES, A. Effect of the fluid inclusions of cement paste on the ultrasonic velocity. In: **Ultrasonics**, Vol. 42, p. 865-869, 2004.

HOPPE FILHO, J. **Sistemas cimento, cinza volante e cal hidratada: Mecanismo de hidratação, microestrutura e carbonatação de concreto**. Tese de doutorado apresentada a Universidade de São Paulo. São Paulo, 2008.

International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC). **Compendium of chemical terminology**. Second edition, compiled by Alan D. McNaught and Andrew Wilkinson. 1997. Disponível na internet: www.iupac.org/publications/compendium/.

JOHN, V.M. **Cimento de escória ativada com silicatos de sódio**. Tese de Doutorado apresentada a Universidade de São Paulo. São Paulo, 1995.

KIEBACK, B., NEUBRAND, A., RIEDEL, H. Processing techniques for functionally graded materials. **Materials Science and Engineering**, Vol. A362, p. 81-105, 2003.

KOIZUMI, M. FGM activities in Japan. In: **Composites Part B**, Vol. 28B. Elsevier Science Limited, 1997.

MA, Baoguo; ZOU, Dinghua; XU, Li. Manufacturing technique and performance of functionally graded concrete segment in shield tunnel. **Frontiers of Architecture and Civil Engineering**, Vol. 3 (1), p. 101-104, China, 2009.

MAALEJ, M.; AHMED, S. F. U.; PARAMASIVAM, P. Corrosion durability and structural response of Functionally-graded concrete beams. In: **JCI International Workshop on Ductile Fiber Reinforced Cementitious Composites (DFRCC) — Application and Evaluation**, p. 161-170, Japan, 2002.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais**. Editora IBRACON. 1ª edição traduzida para o português. São Paulo, 2008.

MELO NETO, A. A. **Estudo da retração em argamassa com cimento de escória ativada**. Dissertação de Mestrado apresentada a Universidade de São Paulo. São Paulo, 2002.

MELO NETO, A. A. **Influência de aditivos redutores e compensadores de retração em argamassas e pastas com cimento de escória ativada**. Tese de Doutorado apresentada a Universidade de São Paulo. São Paulo, 2007.

MELO NETO, A. A., CINCOTTO, M. A., REPETTE, W. Drying and autogenous shrinkage of pastes and mortars with activated slag cement. **Cement and Concrete Research**, Vol. 38, p. 565-574, 2008.

MINDESS, S.; YOUNG, J. F. **Concrete**. New Jersey, Prentice-Hall, 1981.

MIYAMOTO, Y.; KAYSSER, W. A.; RABIN, B. H.; KAWASAKI, A.; FORD, R. G. **Functionally Graded Materials: Design, Processing and Applications**. Kluwer Academic Publishers, Boston, Dordrecht, London, 1999.

MORA-RUACHO, J.; GETTU, R.; AGUADO, A. Influence of shrinkage-reducing admixtures on the reduction of plastic shrinkage cracking in concrete. **Cement and Concrete Research**, Vol. 39, p. 141-146, 2009.

NITA, C. **Utilização de pozolanas em compósitos de cimento reforçados com fibras de celulose e PVA**. Dissertação de mestrado apresentada a Universidade de São Paulo. São Paulo, 2006.

NOGOTA, F. Intelligent modeling mechanisms and design concepts of FGMs in natural composites. **Materials Science Forum**, Vol. 308-311, p. 331-337, 1999.

RICHARDSON, I. G.; CABRERA, J. G. The nature of C-S-H in model slag-cements. **Cement and Concrete Composites**, Vol.22, n.4, p.259-266, 2000.

ROMANO, R. C. O.; SCHREURS, H.; JOHN, V. M.; PILEGGI, R. G. Influência da técnica de dispersão nas propriedades de sílica ativa. **Cerâmica**, Vol. 54, p. 456-461, São Paulo, 2008.

ROY, D.; KRIVENKO, P. V.; SHI, C. **Alkali-Activated Cements and Concretes**. Editora Taylor & Francis. 1ª edição. Estados Unidos, 2006.

SATO, N.M.N. **Análise da porosidade e de propriedades de transporte de massa em concreto**. Tese de Doutorado apresentada a Universidade de São Paulo. São Paulo, 1998.

SAVASTANO Jr, H. Desenvolvimento de tecnologia para fabricação de telhas de fibrocimento sem amianto. **Projeto FAPESP PITE 01/03833-6**. São Paulo, 2001-2004.

SCRIVENER, K. L.; WIEKER, W. Advances in hydration at low, ambient and elevated temperatures. In: **9th International Congress on the Chemistry of Cement (ICCC)**, Vol. 1, p. 449-482, New Delhi, India, 1992.

SHAW, D. J. **Introdução a Química de Coloides e Superfícies**. Editora Edgard Blucher/Edusp, 1ª edição, São Paulo, 1975.

SHEN, B.; HUBLER, M.; PAULINO, G. H. STRUBLE, L. J. Manufacturing and mechanical testing of a new functionally graded fiber reinforced cement composite. In: **Multiscale and functionally graded materials**. Oahu, 2006. **Multiscale and functionally graded materials – AIP Conference Proceedings**. New York, American Institute of Physics, Vol. 973, p. 519-524, 2008.

SILVA, A. C. **Estudo da durabilidade de compósitos reforçados com fibras de celulose**. Dissertação de Mestrado apresentada a Universidade de São Paulo. São Paulo, 2002.

SOUZA, R. B. **Suscetibilidade de pastas de cimento ao ataque por sulfatos: Método de ensaio acelerado**. Dissertação de Mestrado apresentada a Universidade de São Paulo. São Paulo, 2006.

SOUZA, R. B.; JOHN, V. M. The influence of silica fume on the drying shrinkage of fiber cement reinforced with PVA fibers. In: **12th International Inorganic-Bonded Fiber Composites Conference**. Aalborg, Dinamarca, 2010.

SOUZA, R. B.; LIMA, F. S. S.; JOHN, V. M. Influência da cal e do filito na cinética de hidratação do cimento. In: **VIII Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas**. Curitiba, 2009.

TAYLOR, H.F.W. **Cement Chemistry**. Editora Thomas Telford. 2ª edição. Londres, 1997.

TEIXEIRA, D. E.; MOLSLEMI, A. Assessing modulus of elasticity of wood-fiber cement (WFC) sheets using nondestructive evaluation (NDE). In: **Bioresource Technology**, Vol. 79, p. 193-198, 2001.

TONOLI, G. H. D. **Aspectos produtivos e análise do desempenho do fibrocimento sem amianto no desenvolvimento de tecnologia para telhas onduladas**. Dissertação de mestrado apresentada a Universidade de São Paulo. Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos. Pirassununga, 2006.

WITTMANN, F. H. 1982. Creep and shrinkage mechanisms. In: **Z.P. Bazant, F.H. Wittmann (Eds.), Creep and Shrinkage in Concrete Structures**, Wiley, Chichester, p. 129-161, 1982.

YOUNG, J. F. Physical mechanisms and their mathematical descriptions. **Mathematical modelling of creep and shrinkage of concrete**. p. 63-98, Chichester: Wiley, 1988.

Anexo

Os resultados das aplicações localizadas (15/80) de silicato de sódio alcalino e de cimento de escória ativada com silicato de sódio pra promover a protensão química serão apresentados a seguir. As propriedades avaliadas são iguais as propriedades analisadas e discutidas para aplicação 80/80 dos capítulos 3 e 4. Em anexo serão apresentados os resultados de retração por secagem e desempenho mecânico. Vale ressaltar que as aplicações localizadas não foram inseridas na discussão devido às divergências no consumo de material aplicado nos ligantes, conforme foi discutido na Figura 3.13.

Aplicação localizada de silicato de sódio no ligante CII F.

Aplicação localizada de silicato de sódio no ligante CII E.

Aplicação localizada de silicato de sódio no ligante CIII.

Aplicação localizada de escória ativada com silicato de sódio no ligante CII F.

Figura 1 – Retração por secagem nos 3 pontos de leitura e a diferença entre os pontos de leitura dos compósitos com aplicação localizada.

Aplicação localizada de silicato de sódio no ligante CPII F

Aplicação localizada de silicato de sódio no ligante CPII E

Aplicação localizada de silicato de sódio no ligante CPIII

Aplicação localizada de escória ativada com silicato de sódio no ligante CPII F

Figura 2 – Deformada dos corpos de prova e as curvas de secagem dos compósitos com aplicação localizada.

Tabela 3 – Propriedades mecânicas dos compósitos com aplicação localizada.

Ligante	Aplicação	Material aplicado	MOR (MPa)	LOP (MPa)	E (GPa)	Tenacidade (kJ/m ²)
CPII F-32	15/80	Silicato de sódio	9,42 ± 0,63	4,58 ± 0,61	5,76 ± 1,35	1,11 ± 0,35
CPII E-32	15/80	Silicato de sódio	7,87 ± 0,79	4,25 ± 0,50	5,12 ± 1,20	1,17 ± 0,57
CPIII-40	15/80	Silicato de sódio	8,93 ± 0,73	3,89 ± 0,82	4,88 ± 1,07	1,43 ± 0,44
CPII F-32	*(0,48) 15/80	Escória ativada	8,56 ± 0,53	4,50 ± 0,71	6,45 ± 0,94	0,64 ± 0,18

* Relação água/ligante utilizada nas misturas de escória ativada com silicato de sódio alcalino.

Silicato de sódio aplicado no ligante CPII F.**Silicato de sódio aplicado no ligante CPII E.** **Silicato de sódio aplicado no ligante CPIII.****Escória ativada aplicada no ligante CPII F.**

Figura 3 – Curvas típicas de tensão versus deslocamento para os compósitos com aplicação localizada.