UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ZOOTECNIA E ENGENHARIA DE ALIMENTOS

CARLOS ALEXANDRE FIORONI

Avaliação da influência de diferentes métodos de cura na permeabilidade e no desempenho físico-mecânico de telhas de fibrocimento reforçadas com fibras poliméricas

Pirassununga
2019

CARLOS ALEXANDRE FIORONI

Avaliação da influência de diferentes métodos de cura na permeabilidade e no desempenho físico-mecânico de telhas de fibrocimento reforçadas com fibras poliméricas

Versão Corrigida

"O original encontra-se disponível na unidade"

Dissertação apresentada à Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Ciências.

Área de concentração: Desenvolvimento, caracterização e aplicação de materiais voltados à agroindústria.

Orientador: Professor Dr. Holmer Savastano Jr.

Pirassununga

2019

Ficha catalográfica elaborada pelo
Serviço de Biblioteca e Informação, FZEA/USP,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

F521a

Fioroni, Carlos Alexandre
Avaliação da influência de diferentes métodos de cura na permeabilidade e no desempenho físico-mecânico de telhas de fibrocimento reforçadas com fibras poliméricas / Carlos Alexandre Fioroni ; orientador Holmer Savastano Júnior. -- Pirassununga, 2019.
111 p.

Dissertação (Mestrado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais) -- Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo.

1. Fibrocimento. 2. Permeabilidade. 3. Carbonatação. 4. Porosidade. 5. Cimento Portland. I. Savastano Júnior, Holmer, orient. II. Título.

Permitida a cópia total ou parcial deste documento, desde que citada a fonte - o autor

CARLOS ALEXANDRE FIORONI

Avaliação da influência de diferentes métodos de cura na permeabilidade e no desempenho físico-mecânico de telhas de fibrocimento reforçadas com fibras poliméricas

Banca Examinadora:

1º Examinador e Presidente da Banca Examinadora
Professor Dr. Holmer Savastano Jr. – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA/USP) - Orientador

2º Examinador
Dr. Gustavo Rocha de Paula – Infibra S.A.

3º Examinador
Professor Dr. Murilo Daniel de Mello Innocentini – Universidade de Ribeirão Preto (UNAERP)

4º Examinador
Professor Dr. Vanderley Moacyr John – Escola Politécnica - Engenharia de Construção Civil (USP)

Pirassununga, 16 de agosto de 2019

Dedico este trabalho aos meus pais Antônio e Luzia por todo apoio e incentivo, à minha irmã Carla por incentivar-me a acreditar em meus sonhos e à minha noiva Aline pelo carinho, apoio e incentivo em todos os momentos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus e a Nossa Senhora Aparecida, pelas bençãos e proteção durante minha jornada pela vida e à minha família por todo o apoio e incentivo.

A Universidade de São Paulo e a Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos pela oportunidade e aprendizado.

Ao professor Holmer Savastano Júnior, pela orientação, confiança, amizade e oportunidade.

A empresa Infibra S.A. pelos materiais fornecidos, em especial ao Sr. Gustavo Rocha de Paula, Sr. Luiz Fernando Marchi Júnior e aos funcionários da empresa pelo apoio técnico para o desenvolvimento desta pesquisa.

A empresa Imbralit Ltda, em especial ao Sr. João Baptista Cargnin pelo apoio.

Aos professores Dr. Murilo D. M. Innocentini, Dr. Gustavo H. D. Tonoli, Dr. Rui Barbosa de Souza, Dr. Sérgio Francisco dos Santos, Dr. João A. Rossignolo, Dr. Juliano Fiorelli e Dr. Vanderley Moacyr John pelos ensinamentos e pela colaboração nesta pesquisa.

A Fundação para o Desenvolvimento Tecnológico da Engenharia - FDTE pelo apoio financeiro à pesquisa.

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES pela gestão e concessão da bolsa de estudos pelo programa INCT - CHAMADA INCT - MCTI/CNPq/CAPES/FAPs nº 16/2014. “O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001”.

Aos Institutos Nacionais de Ciência e Tecnologia - INCT e pela concessão da bolsa de estudos do mestrado processo nº 88887.159254/2017-00 pelo projeto nº 88887.136401/2017-00 - 465593/2014-3 - Tecnologias Ecoeficientes Avançadas em Produtos Cimentícios (CEMtec).

A Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP pelo auxílio financeiro à pesquisa em conjunto com os projetos PITE processo nº 2013-50897-7 e EMU processo nº 2016-02105-2.

Aos técnicos Zaqueu Freitas, Mariana Pavesi, Diego Ferrari, Josiane Borges, Rodrigo Lourenço e Leonardo Pozzobon pelo auxílio nas atividades no Laboratório de Construções Rurais e Ambiência e Departamento de Biossistemas, FZEA/USP.

Aos técnicos Geraldo Frigo - Instituto de Física de São Carlos (USP) - Grupo de pesquisas Nanomateriais e Cerâmicas Avançadas (NACA) e Liz Zanchetta, Escola Politécnica (USP) - Laboratório de Caracterização Tecnológica (LCT).

Aos amigos Thais Magalhães e Valdemir dos Santos por me apresentarem ao meu orientador e seu grupo e me incentivar a ingressar no mestrado.

Aos amigos do Laboratório de Construções Rurais e Ambiência pela ajuda, amizade, bons momentos descontraídos ou filosóficos: Christian Gauss, Gonzalo Mármol, Marzieh Kadivar, Letícia Gavioli, Guilherme Carmello, Rafael Filomeno, Loïc Rodier, Viviane Correia, Ronaldo Teixeira, Mateus Cabral, Erika Yukari, Patrícia das Neves, Guilherme Barbirato, Adriana Dominique, Caroline Pinheiro, Rachel Passos, Maria Júlia, Julian Ballesteros, Alda Capelo, Tido Stanislas, Anthony Den, Emeso Ojo, Samuel Charca.

“Este trabalho foi parcialmente apoiado pelo Laboratório de Microestrutura e Ecoeficiência de Materiais (LME) e ao INCT (processo nº 2014/50948-3, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP))”.

“Bolsista CAPES/Brasil”

“A tarefa não é tanto ver aquilo que ninguém viu, mas pensar o que ninguém ainda pensou sobre aquilo que todo mundo vê.”

Arthur Schopenhauer

Resumo

FIORONI, C. A. **Avaliação da influência de diferentes métodos de cura na permeabilidade e no desempenho físico-mecânico de telhas de fibrocimento reforçadas com fibras poliméricas.** 2019. 111 p. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2019.

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da cura em ambiente rico em CO_2 em idades iniciais (carbonatação acelerada) na permeabilidade de telhas de fibrocimento reforçadas com fibras poliméricas de polipropileno (PP) produzidas por processo Hatschek. Caracterizações físico-mecânicas e microestruturais das telhas também foram avaliadas. Os resultados foram comparados com telhas de fibrocimento reforçadas com fibras poliméricas de álcool polivinílico (PVA) e PP curadas ao ar (cura suplementar com umidade relativa saturada). A carbonatação acelerada (CA) conferiu às telhas um alto grau de carbonatação de 86%. Consequentemente, houve a diminuição da absorção de água (28%) e da porosidade aparente (22%) e o aumento da densidade aparente (13%) por conta da precipitação de $CaCO_3$ na matriz cimentícia. O fechamento dos poros na faixa de 0,06 a 1,50 µm reduziu de 2 mm/m para metade a retração por secagem das telhas. A rigidez das telhas submetidas à CA aumentou apresentando valores de limite de proporcionalidade (8,3 MPa) e módulo de elasticidade (10,7 GPa) superiores aos valores das telhas curadas ao ar nas mesmas idades. A permeabilidade ao ar foi avaliada pela técnica de escoamento em regime permanente e calculados os coeficientes de permeabilidade Darciano (k_1) e não-Darciano (k_2) por meio da equação de Forchheimer. Houve redução de 49% do coeficiente k_1 e redução de 95% do coeficiente k_2 em telhas reforçadas com fibras de PP sujeitas a CA (TPPC) quando comparadas às telhas reforçadas com fibras de PP sujeitas a cura ao ar (TPP). As telhas reforçadas com fibras de PVA (TPVA) apresentaram valores de k_1 41% menores que TPP enquanto k_2 apresentou-se estatisticamente similar. A permeabilidade à água foi avaliada conforme normas técnicas brasileira e internacionais. Imagens digitais processadas por software foram utilizadas para quantificar os resultados obtidos que demonstraram redução da porcentagem de umidade na face inferior da telha carbonatada da ordem de 22%. Tubos Karsten, técnica complementar na permeabilidade a água, revelou diminuição de 18% na absorção de água em TPPC. A CA, além de conferir propriedades físico-

mecânicas superiores às telhas submetidas à cura ao ar (TPP e TPVA), proporcionou melhor estanqueidade e diminuição dos defeitos da telha. TPPC apresentou valores próximos aos valores dos coeficientes k_1 e k_2 de TPVA, que por sua vez exibiram os menores coeficientes de permeabilidade. TPVA curadas ao ar apresentaram melhor desempenho físico-mecânico e de permeabilidade comparadas com as TPP curadas ao ar. Os resultados obtidos neste estudo demonstram tanto a redução da permeabilidade quanto o melhor desemprenho físico-mecânico proporcionado pela CA em telhas de fibrocimento reforçadas com PP, superando o desempenho das telhas reforçadas com fibras de PVA curadas ao ar.

Palavras chave: carbonatação acelerada; grau de carbonatação; porosidade; poros permeáveis; poros capilares; tubo Karsten; retração por secagem.

Abstract

FIORONI, C. A. **Evaluation of the influence of different curing methods in the permeability and physical-mechanical performance of fibre-cement corrugated sheets reinforced with polymeric fibres.** 2019. 111 p. M.Sc. Dissertation – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2019.

The aim of this study was to evaluate the effect of curing method in a rich environment with CO_2 (accelerated carbonation) on the permeability of corrugated sheets reinforced with polypropylene (PP) fibres produced by Hatschek process. Physical-mechanical and microstructural characterization of the corrugated sheets were evaluated as well. The results were also compared with air-cured corrugated sheets reinforced with polyvinyl alcohol (PVA) fibres and air-cured corrugated sheets reinforced with PP fibres (supplementary curing in saturated relative humidity). Accelerated carbonation (AC) provided a high degree of carbonation of 86% in the corrugated sheets. Consequently, a decrease in water absorption (28%) and apparent porosity (22%) and also an increase in apparent density (13%) due to the precipitation of $CaCO_3$ was observed in the corrugated sheets. As a result of the AC, the clogging of the pores in the range of 0.06 to 1.50 µm halved (from 2 mm/m) the drying shrinkage of the corrugated sheets. The stiffness of the corrugated sheets submitted to AC increased. The values of limit of proportionality (8.3 MPa) and modulus of elasticity (10.7GPa) were higher than the air-cured corrugated sheets at the same ages. The air permeability was evaluated by the steady-state flow technique and the Darcian (k_1) and non-Darcian (k_2) permeability coefficients were calculated by the Forchheimer's equation. A reduction of 49% for k_1 and a reduction of 95% for k_2 coefficient in corrugated sheets reinforced with PP fibres subjected to AC (TPPC) were observed when compared to air-cured corrugated sheets reinforced with PP (TPP). Corrugated sheets reinforced with PVA fibre (TPVA) showed 41% lower values for k_1 than TPP while for K_2 the values were statistically similar. The permeability by water was evaluated according to Brazilian and international technical standards. Digital images processed by software were used to quantify the results which demonstrated a reduction of 22% of the TPPC underside moisture. Karsten tubes, a complementary permeability technique, revealed a decrease of 18% in absorbed water for TPPC. In addition, the AC provided higher physical-mechanical properties to the TPPC when compared to air-cured TPP and TPVA. The AC also

provided better water tightness and reduction of defects. The AC provided to the TPPC similar values for k_1 and k_2 coefficients to the TPVA, which exhibited the lowest coefficients. Air cured TPVA presented a higher performance in physical-mechanical and permeability than air-cured TPP. The results achieved in this study demonstrated both the reduction of permeability and the better physical-mechanical performance by the CA in PP reinforced sheets, which surpassed those of air-cured PVA reinforced sheets.

Keywords: accelerated carbonation; degree of carbonation; porosity; permeable pores; capillary pores; Karsten tubes; drying shrinkage.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Efeito do mecanismo de reforço de fibras em matriz cimentícia. A e B: fibras sob ação de fissuração da matriz; C: destacamento da fibra na interface com a matriz; D: alongamento da fibra (absorção de energia) E: arrancamento da fibra (absorção de energia por atrito); F: rompimento da fibra 31
Figura 2 – Diagrama esquemático do processo Hatschek para fabricação de telhas de fibrocimento 33
Figura 3 - Cilindro de prensagem de uma máquina de processo Hatschek para produção de telhas de fibrocimento 34
Figura 4 – Telhas de fibrocimento conformadas no formato ondulado dispostas em pilha com separadores metálicos para início da cura inicial em túnel 35
Figura 5 – Diagrama esquemático das monocamadas em seção transversal de uma telha de 6 mm (nominal) de espessura (5 monocamadas) e identificação das regiões da telha tipo P7 36
Figura 6 – Diagrama esquemático de possíveis morfologias básicas de poros 40
Figura 7 – Dispositivo para ensaio da telha ondulada de fibrocimento de acordo com a norma NBR 15210-2 2016; L é a largura e deverá ser igual à medida de 3 passos da ondada telha. Para telhas P7 a onda = 177 mm, a caixa = ± 530 mm; O comprimento C e a altura acima da crista de 40 são expressas em mm 43
Figura 8 – Faixas de temperaturas de perdas de massa dos principais constituintes do fibrocimento. 47
Figura 9 – Etapas de cura aplicadas às telhas de fibrocimento. 1 Cura inicial em túnel na indústria; 2 Cura com carbonatação acelerada; 3 Cura suplementar ao ar 55
Figura 10 - Telhas dispostas na câmara climática Espec, para início da cura em ambiente rico em CO_2 (carbonatação acelerada) 57
Figura 11 - Telhas embaladas em filme de polietileno durante a cura suplementar ao ar 58
Figura 12 - Corpo de prova utilizado para a obtenção das imagens por microtomografia de raios X 62
Figura 13 - Execução do ensaio de permeabilidade a água realizada no Laboratório de Construções Rurais e Ambiência da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA/USP) 63

Figura 14 – Caixa de madeira sobre a telha para o ensaio de permeabilidade a água. 1 – Telha ondulada de fibrocimento; 2 - Registrador data logger; 3 – Registrador em tempo real de umidade e temperatura; 4 – Caixa de madeira. 64
Figura 15 - Evolução da temperatura e umidade relativa do ambiente durante o ensaio de permeabilidade a água.....65
Figura 16 - Etapas do processamento de imagens pelo software Image J. 1 - Corte de imagem do original (tamanho de 304 x 378 pixels); 2 - Binarização da imagem (8 bits, preto e branco); 3 - Limiarização da cor (áreas escuras representam a área umedecida); 4 -determinação da área total umedecida pela soma das áreas parciais. 65
Figura 17 - Tubos Karsten acoplados aos CPs de flancos das telhas 66
Figura 18 – Permeâmetro montado no Laboratório de Construções Rurais e Ambiência, FZEA/USP Pirassununga/SP, para ensaios de permeabilidade. 1) Regulador de pressão; 2) medidores de vazão; 3) porta-corpo de prova 67
Figura 19 – Corpos de prova em formato de disco retirados do flanco de telhas onduladas preparados para o ensaio de permeabilidade ao ar com escoamento em regime permanente 68
Figura 20 - Diagrama esquemático do permeâmetro a ar. (p_{atm}) é a pressão atmosférica no momento da realização do ensaio, (p_e) é a pressão de entrada, (p_s) é a pressão de saída e (Q_s) é a vazão de saída do fluido.....69
Figura 21 - Corte de corpo de prova para realização de ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM).....71
Figura 22 – Equipamento para medição dos corpos de prova em retração por secagem. 1 -corpo de prova; 2 - relógio comparador digital com precisão de 1 µm; 3 – Termo-higrômetro para acompanhamento da temperatura e umidade relativa durante a medição; 4 – suporte de sustentação do equipamento. 73
Figura 23 - Ensaio de flexão a 4 pontos realizado em corpo de prova retirado do flanco da telha. 74
Figura 24 – Solução para determinação do pH e Imagens com aplicação de fenolftaleína em pedaços de telhas onduladas de fibrocimento (manualmente fraturadas). A coloração púrpura revela matrizes com pH acima do ponto de viragem da fenolftaleína (entre 8,2 e 10) 76
Figura 25 - Termogravimetria TG (perda de massa) e DTG (primeira derivada da perda de massa – taxa de aquecimento 10°C/min) das telhas submetidas à carbonatação

acelerada TPPC e das telhas reforçadas com PP submetidas a cura suplementar ao ar TPP. 78
Figura 26 – Difratogramas das telhas carbonatadas TPPC e não-carbonatadas TPP 79
Figura 27 – Micrografia com detector EBSD de a) TPP, b) TPPC e c) TPVA com superfícies polidas de flancos das telhas. As setas nº 1 indicam poros e microfissuras no lúmen das fibras de celulose. As setas nº 2 indicam poros da matriz cimentícia. A seta nº 3 indica o lúmen da fibra de celulose preenchido com $CaCO_3$. A seta 4 aponta as fibras de PP e a seta 5 aponta as fibras de PVA 81
Figura 28 - Mapeamento EDS de a) TPP: a área selecionada e a seta indicam a etringita e os monossulfatos no interior do lúmen das fibras de celulose; b) TPPC a área selecionada e a seta mostram a ausência de etringita e presença de carbonatos no interior do lúmen das fibras de celulose 82
Figura 29 – Imagens 3D por microtomografia de raios X da telha reforçada com fibras de PP curadas ao ar (TPP). a) porção cilíndrica captada pelo detector do microtomógrafo; b) corte A-A, seção transversal da telha; c) e d) tons de cinza correspondem à matriz e vermelho às fibras e poros; Seta nº 1 indica fissura na matriz e seta nº 2 a interface entre monocamadas do fibrocimento. As imagens em perspectiva angular não possuem escala 84
Figura 30 - Imagens 3D por microtomografia de raios X da telha reforçada com fibras de PP submetidas à carbonatação acelerada (TPPC). a) porção cilíndrica captada pelo detector do microtomógrafo; b) corte A-A, seção transversal da telha; c) e d) tons de cinza correspondem à matriz e vermelho às fibras e poros. Seta nº 3 e área demarcada em d) indicam poros isolados na matriz. As imagens em perspectiva angular não possuem escala 85
Figura 31 - Imagens 3D por microtomografia de raios X da telha reforçada com fibras de PVA curadas ao ar (TPVA). a) porção cilíndrica captada pelo detector do microtomógrafo; b) corte A-A, seção transversal da telha; c) e d) tons de cinza correspondem à matriz e vermelho às fibras e poros. Seta nº 3 e área demarcada em d) indicam poros isolados na matriz. As imagens em perspectiva angular não possuem escala 86
Figura 32 – Ampliação das áreas demarcadas nas Figura 30 de TPPC e Figura 31 de TPVA. As setas nº 3 indicam os poros isolados. Por se tratar de imagem em perspectiva angular não foi adicionada a escala. 87

Figura 33 – Imagens das faces inferiores das telhas durante o ensaio de permeabilidade a água. a) após 30 min, b) após 1 h, c) após 6 h e d) após 24 h. CR = cristas. AU = área umedecida. 88
Figura 34 – Evolução da água absorvida pelos flancos das telhas avaliados por tubos Karsten.....91
Figura 35 – Evolução da área umedecida nas faces inferiores das telhas observadas no ensaio de permeabilidade à água 91
Figura 36 – Resultados dos coeficientes de permeabilidade k_1 e k_2 das telhas submetidas a carbonatação acelerada (TPPC), das telhas curadas ao ar reforçadas com fibra de PP (TPP) e reforçadas com fibras de PVA (TPVA). As letras maiúsculas (A, B e C) representam as comparações estatísticas entre as condições. Letras diferentes representam diferenças significantes (ANOVA - Teste de Tukey, 5%).....93
Figura 37 – Distribuição dos coeficientes de permeabilidade das telhas onduladas de fibrocimento em meio aos dados disponíveis na literatura.....93
Figura 38 – Gráficos das propriedades físicas das telhas onduladas de fibrocimento: TPP – Telha reforçada com fibras de polipropileno. TPPC – Telha carbonatada reforçada com fibra de polipropileno. TPVA – Telha reforçada com fibra de álcool polivinílico. As letras maiúsculas (A, B e C) representam as comparações estatísticas entre as condições. Letras diferentes representam diferenças significantes (ANOVA - Teste de Tukey, 5%). 94
Figura 39 – Micrografia em a) da superfície de uma telha em reforçada com fibra de polipropileno (PP), e em b) da superfície de uma telha reforçada com fibras de álcool polivinílico (PVA) 95
Figura 40 – Volume incremental de mercúrio intrudido avaliado por porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM) das telhas submetidas a carbonatação acelerada (TPPC), das telhas curadas ao ar reforçadas com fibra de PP (TPP) e reforçadas com fibras de PVA (TPVA) 97
Figura 41 - Gráfico da retração por secagem avaliado por 7 dias das telhas submetidas a carbonatação acelerada (TPPC), das telhas curadas ao ar reforçadas com fibra de PP (TPP). Os resultados de telhas reforçadas com fibras de PVA (TPVA) foram ocultados por apresentarem um perfil similar à das telhas reforçadas com fibras de PP (TPP). As sombras em cinza claro representam o desvio padrão das medições diárias. O ensaio iniciou com o CPs imersos em água.....98

Figura 42 - Curvas típicas dos ensaios mecânicos de flexão em 4 pontos de flancos das telhas submetidas a carbonatação acelerada (TPPC), das telhas curadas ao ar reforçadas com fibra de PP (TPP) e telhas curadas ao ar reforçadas com fibras de PVA (TPVA) 99

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição e simbologia dos compostos do cimento Portland.....29
Tabela 2 – Características gerais das fibras poliméricas comercias de polipropileno (PP) e álcool polivinílico (PVA).....32
Tabela 3 – Propriedades mecânicas em telhas onduladas de fibrocimento curadas ao ar avaliadas em flancos por flexão em 4 pontos com velocidade de carregamento de 5 mm/min.....53
Tabela 4 – Dados dos corpos de provas e parâmetros de ajuste em câmara climática para carbonatação acelerada.....56
Tabela 5 – Quantidades de água absorvida pelos flancos das telhas nos intervalos de tempo avaliados por tubos Karsten.....90
Tabela 6 - Valores de módulo de ruptura (MOR), limite de proporcionalidade (LOP), módulo de elasticidade (MOE) e energia específica (EE) de flancos das telhas submetidas á carbonatação acelerada (TPPC), das telhas curadas ao ar reforçadas com fibra de PP (TPP) e curdas ao ar reforçadas com fibras de PVA (TPVA). As letras maiúsculas (A, B e C) em cada coluna representam as comparações estatísticas entre as condições. Letras diferentes representam diferenças significantes (ANOVA - Teste de Tukey, 5%).....99
Tabela 7 – Súmula dos resultados obtidos. Os valores destacados em negrito e cinza mais escuro representam os melhores resultados obtidos. Os valores em cinza claro representam os resultados intermediários.....100

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AA Absorção de água

ABNT Associação Brasileira de Normas Técnicas

AC Accelerated carbonation (carbonatação acelerada)

ACV Análise de ciclo de vida

ANOVA Análise de variância

AR-glass Fibras de vidro resistente ao ataque alcalino

ASTM American Society for Testing Materials (Sociedade Americana para testes e materiais)

AU Área umedecida

BS British Standard (Norma Britânica)

BSE Backscattered electron (elétrons retroespalhados)

CA Carbonatação acelerada

Constrambi Laboratório de Construções Rurais e Ambiência

CP Corpo de prova

CR Crista

DA Densidade aparente

DRX Difração de raios X

DTG Primeira derivada da perda de massa em termogravimetria

EBSD Electron backscattered diffraction (Difração de eletrons retroespalhados)

EDS Energy dispersive X-ray spectroscopy (Espectroscopia por energia dispersiva)

EE Energia especifica

FOV Field of view (campo de visão)

FZEA Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos

GC	Grau de carbonatação
IFSC	Instituto de Física de São Carlos
LCT	Laboratório de Caracterização Tecnológica
LME	Laboratório de microestrutura e Ecoeficiência
LOP	Limite de proporcionalidade
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
Micro-CT	Microtomografia
MOE	Módulo de elasticidade
MOR	Módulo de ruptura
NBR	Norma Brasileira Registrada
PA	Porosidade aparente
PAN	Poliacrilonitrila
PIM	Porosimetria por intrusão de mercúrio
PP	Polipropileno
PVA	Álcool polivinílico
rpm	rotações por minuto
SI	Superfície inferior
TG	Termogravimetria
TPP	Telha reforçada com fibras de polipropileno com cura ao ar
TPPC	Telha reforçada com fibras de polipropileno com cura com carbonatação acelerada com posterior cura ao ar
TPVA	Telha reforçada com fibras de álcool polivinílico com cura ao ar
UNAERP	Universidade de Ribeirão Preto
UR	Umidade Relativa
USP	Universidade de São Paulo

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 23
2 OBJETIVOS 26
2.1 Objetivo Geral 26
2.2 Objetivos específicos 26
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 27
3.1 Compósito de fibrocimento 27
3.2 Constituintes do fibrocimento 28
3.2.1 Cimento e calcário 28
3.2.2 Polpa de celulose 29
3.2.3 Fibras de polipropileno (PP) e álcool polivinílico (PVA) 30
3.3 Telhas de fibrocimento produzidas por processo Hatschek 33
3.4 Carbonatação de compósitos cimentícios 36
3.5 Métodos de cura 38
3.5.1 Cura ao ar 38
3.5.2 Cura em ambiente rico em CO_2 (carbonatação acelerada) 38
3.6 Permeabilidade 40
3.6.1 Permeabilidade à água conforme normas técnicas 42
3.6.2 Permeabilidade ao ar com escoamento em regime permanente 43
3.7 Caracterização microestrutural aplicada ao fibrocimento 46
3.7.1 Determinação do pH da matriz e aplicação de fenolftaleína 46
3.7.2 Termogravimetria (TG e DTG) 46
3.7.3 Grau de carbonatação (GC) 48
3.7.4 Difração de Raios X (DRX) 48
3.7.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) 49
3.7.6 Microtomografia de raios X (micro-CT) 49

3.8 Caracterizações físico-mecânicas aplicadas ao fibrocimento 50
3.8.1 Propriedades físicas 50
3.8.2 Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM) 50
3.8.3 Retração por secagem 51
3.8.4 Propriedades mecânicas 51
4 MATERIAIS E MÉTODOS 54
4.1 Telhas onduladas de fibrocimento 54
4.2 Etapas de cura das telhas de fibrocimento 55
4.2.1 Cura inicial ao ar em túnel 55
4.2.2 Cura em ambiente rico em CO_2 (carbonatação acelerada) 56
4.2.3 Cura suplementar ao ar 57
4.3 Análise microestrutural 58
4.3.1 Determinação do pH da matriz e aplicação de fenolftaleína 58
4.3.2 Termogravimetria (TG) e grau de carbonatação (GC) 59
4.3.3 Difração de raios X (DRX) 60
4.3.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) 61
4.3.5 Microtomografia de raios X (micro-CT) 62
4.4 Análises de permeabilidade 63
4.4.1 Permeabilidade a água conforme normas técnicas 63
4.4.2 Permeabilidade ao ar com escoamento em regime permanente .66
4.5 Análises físico-mecânicas 70
4.5.1 Ensaios físicos 70
4.5.2 Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM) 71
4.5.3 Retração por secagem 72
4.5.4 Ensaios mecânicos 74
4.6 Análises estatísticas dos resultados 75
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES 76

5.1 Resultados de microestrutura.....76

5.1.1 Determinação do pH da matriz cimentícia e aplicação de fenolftaleína nas telhas de fibrocimento.....76

5.1.2 Termogravimetria (TG) e grau de carbonatação (GC) das telhas de fibrocimento 77

5.1.3 Difração de raios X (DRX) das telhas de fibrocimento 79

5.1.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) das telhas de fibrocimento 80

5.1.5 Microtomografia (micro-CT) das telhas de fibrocimento.....83

5.2 Resultados de permeabilidade.....87

5.2.1 Permeabilidade a água das telhas de fibrocimento.....87

5.2.2 Ensaios de permeabilidade ao ar com escoamento em regime permanente das telhas de fibrocimento 92

5.3 Resultados físico-mecânicos.....94

5.3.1 Ensaios físicos das telhas de fibrocimento.....94

5.3.2 Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM) das telhas de fibrocimento 96

5.3.3 Retração por secagem das telhas de fibrocimento 97

5.3.4 Ensaios mecânicos das telhas de fibrocimento.....98

5.4 Discussão adicional.....100

6 CONCLUSÕES.....101

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS 103

REFERÊNCIAS 104

1 INTRODUÇÃO

Telhas onduladas de fibrocimento são mundialmente utilizadas como elemento de cobertura em construções civis tanto comerciais como residenciais. Atualmente a telha ondulada de fibrocimento é produzida pelo processo Hatschek, um método industrial com muitas variações que podem impactar a qualidade final do produto (INNOCENTINI et al., 2019). A exemplo, variações como tipo e qualidade de matéria-prima disponível e temperatura ambiente (p. ex. inerente da estação do ano) podem exigir ajustes de processo que por sua vez impactam na produção e nas propriedades físico-mecânicas da telha. As fibras poliméricas de polipropileno (PP) ou álcool polivinílico (PVA) em conjunto com uma determinada quantidade de fibras de celulose são amplamente utilizadas como reforço na matriz composta de cimento Portland e calcário das telhas de fibrocimento (IKAI et al., 2010; TONOLI et al., 2010a). A fibra de PVA foi uma das primeiras fibras poliméricas a ser utilizada em larga escala no fibrocimento, principalmente devido à sua boa adesão na matriz cimentícia, comportamento hidrofílico e durabilidade no meio alcalino. A fibra de PP, também disponível mundialmente, teve suas propriedades melhoradas nas últimas décadas para aplicação em compósitos cimentícios. O comportamento hidrofóbico da fibra de PP foi reduzido, enquanto a dispersão na água, a tenacidade e a ligação interfacial com o cimento foram melhoradas (IKAI et al., 2010). As fibras de celulose desempenham um importante papel, conferindo à suspensão aquosa de matérias-primas condições de floculação e retenção de sólidos ideais para o processo Hatschek. As interações físico-químicas entre as matérias-primas do fibrocimento afetam as propriedades físico-mecânicas, estabilidade dimensional, porosidade e também a permeabilidade das telhas de fibrocimento.

Na tentativa de obter melhor desempenho em compósitos cimentícios em escala laboratorial, diversos autores empregaram métodos de cura do compósito em ambiente rico com dióxido de carbono (CO_2), também chamada de carbonatação acelerada (CA). A CA promove a precipitação de carbonato de cálcio ($CaCO_3$) na matriz cimentícia pela reação do ácido carbônico (H_2CO_3), formado pelo associação do CO_2 com a água presente na matriz, e os produtos de hidratação do cimento, especialmente o hidróxido de cálcio, também chamado portlandita ($Ca(OH)_2$). Os resultados físicos mostraram aumento da densidade da matriz cimentícia e diminuição de porosidade e absorção de água. O melhor desempenho mecânico também foi

observado com o aumento do módulo de ruptura (MOR), limite de proporcionalidade (LOP) e módulo de elasticidade (MOE) (LI; FARZADNIA; SHI, 2017; PAN et al., 2017a; ZHAN et al., 2014). Outros autores estudaram especificamente o fibrocimento, que é um compósito à base de cimento Portland reforçado com fibras e observaram melhor desempenho físico-mecânico nos compósitos por conta da CA. (CORREIA; SANTOS; SAVASTANO JÚNIOR, 2015; PIZZOL et al., 2014; SANTOS et al., 2015). Devido à densificação da matriz pela CA, pesquisas mostram também redução da porosidade e de retração por secagem dos fibrocimentos moldados em laboratório (CORREIA et al., 2018; MO; PANESAR, 2012; PIZZOL, 2013; SOUZA, 2014). Em alguns trabalhos, a permeabilidade foi descrita e avaliada em fibrocimentos moldados em laboratório. Foram utilizadas técnicas de permeabilidade ao ar com escoamento em regime permanente com obtenção dos coeficientes de permeabilidade k_1 e k_2 e testes de permeabilidade à água por meio de tubos sobrepostos contendo água para verificação da estanqueidade da telha (TEIXEIRA et al., 2014; TONOLI, 2006; TONOLI et al., 2010b).

Dentre as propriedades de uma telha de fibrocimento, a permeabilidade possui grande relevância, pois o estudo da capacidade da penetração de líquidos, gases e vapores no fibrocimento pode ser de grande importância para predizer a durabilidade das telhas. As técnicas de permeabilidade podem ser utilizadas também como ferramentas de controle de qualidade para os fabricantes (INNOCENTINI et al., 2019). Apesar da grande importância, a permeabilidade em telhas de fibrocimento comerciais é pouco abordada na literatura ou mesmo por normas técnicas (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS, 2016a; ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016; BRITISH STANDARD, 2007). Em um estudo recente realizado em telhas comerciais de fibrocimento, Innocentini et al. (2019) avaliaram o perfil de permeabilidade de telhas onduladas de fibrocimento comerciais por meio de métodos de avaliação de permeabilidade com escoamento em regime permanente e queda de pressão, ambos os testes não destrutivos, que mostraram resultados similares. Segundo os autores, o estudo da permeabilidade pode ser aliado como ferramenta de controle de qualidade para os fabricantes auxiliando a identificação de fissuras e defeitos conduzindo à otimização de formulação e parâmetros de processos. Também foi constatado que a permeabilidade em telhas onduladas de fibrocimento é anisotrópica e depende da direção do fluxo do fluido. Foi observado na pesquisa que

para um fluxo no sentido descendente (da superfície superior para a inferior da telha), as cristas são mais permeáveis do que as cavas.

A proposta deste estudo é ampliar as pesquisas relacionadas as propriedades do fibrocimento utilizado para fabricação de telhas onduladas por meio da avaliação da permeabilidade e de técnicas de caracterização físico-mecânicas e microestruturais. É também abordada a avaliação da CA como um método de cura em idades iniciais para conferir melhor desempenho nas propriedades físico-mecânicas reduzir a retração por secagem e mitigar a permeabilidade das telhas de fibrocimento.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O estudo tem como objetivo avaliar a influência da cura de telhas onduladas de fibrocimento, reforçadas com fibras poliméricas de polipropileno, em ambiente rico em dióxido de carbono comparando com telhas reforçadas com fibras poliméricas de polipropileno e telhas reforçadas com fibras de álcool polivinílico curadas ao ar.

2.2 Objetivos específicos

- Realizar a cura em idade inicial (1° dia) em ambiente rico em CO_2 (carbonatação acelerada) seguida de cura ao ar (cura suplementar com umidade relativa saturada) até o 10° dia em telhas de fibrocimento reforçadas com fibras de polipropileno (PP) e a cura ao ar até o 10° dia em telhas de fibrocimento reforçadas com fibras de polipropileno (PP) e em telhas de fibrocimento reforçadas com fibras de álcool polivinílico (PVA).
- Avaliar a permeabilidade das telhas de fibrocimento por meio de duas técnicas diferentes a) ao ar com escoamento em regime permanente por meio dos coeficientes Darciano k_1 e não-Darciano k_2; b) a água conforme normas técnicas brasileira e internacionais com identificação de defeitos (fissuras);
- Avaliar as características físico-mecânicas e microestruturais das telhas de fibrocimento e correlacionar com os resultados de permeabilidade dos diferentes métodos de cura e das diferentes fibras de reforço (PP e PVA).

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Esta seção aborda o embasamento na literatura do fibrocimento como material para fabricação de telhas onduladas, dos procedimentos de cura e das metodologias de caracterizações envolvidas no estudo para atingir os objetivos estipulados. É apresentado uma breve descrição de cada item, iniciando pelos materiais envolvidos e em seguida pelos métodos de caracterização para a fundamentação da escolha de cada um para o presente estudo.

3.1 Compósito de fibrocimento

O fibrocimento é um compósito cuja matriz é à base de cimento Portland e adições minerais reforçado por fibras sintéticas ou naturais. Pode ser utilizado para a fabricação de produtos como placas planas e telhas de cobertura. Por conta do seu menor custo comparado com outras soluções, o fibrocimento é considerado um material adequado para uso em diversos setores da construção civil, especialmente os segmentos comerciais, construções rurais e os segmentos destinados à população de menor poder aquisitivo (SAVASTANO JÚNIOR; SANTOS, 2008; TONOLI et al., 2010b).

O fibrocimento, amplamente utilizado desde o início do século XX, era usualmente reforçado com fibras de amianto, de origem mineral. No entanto, a partir da década de 70, os pesquisadores e as indústrias de diversos países ao redor do mundo investiram em pesquisas na tentativa de substituir a fibra de origem mineral por outras alternativas, como por exemplo as fibras de origem vegetal e as fibras poliméricas. As fibras vegetais mais utilizadas e já consolidadas na indústria de fibrocimento são as fibras de celulose (polpa de celulose), como exemplo, as fibras obtidas a partir das madeiras de pinus (*softwood*) e do eucalipto (*hardwood*), que proporcionam fibras normalmente com comprimentos da ordem de 1,0 a 2,5 mm (COUTTS, 2005; TONOLI et al., 2010a). As fibras poliméricas, usualmente com comprimentos entre 6 e 10 mm, são utilizadas em conjunto com as polpas de celulose como reforço no fibrocimento. Durante as 3 últimas décadas alguns países foram gradualmente substituindo toda produção de fibrocimento com fibras de amianto por essas fibras alternativas. Atualmente o compósito livre do amianto é mundialmente

utilizado na fabricação de telhas onduladas para cobertura, placas planas, forros e divisórias e podem utilizar como reforço as polpas de celulose em conjunto com fibras de álcool polivinílico (PVA), fibras de poliacrilonitrila (PAN), fibras de vidro resistentes ao ataque alcalino (AR-glass) e a fibra de polipropileno (PP) (BLANCO et al., 2010; IKAI et al., 2010).

Os estudos em compósitos de fibrocimento em escala laboratorial utilizando apenas fibras vegetais como reforço em matriz cimentícia demonstram resultados interessantes para aplicação em escala industrial (BALLESTEROS et al., 2019; MOLINA et al., 2018; SANTOS et al., 2015; SAVASTANO JÚNIOR; WARDEN; COUTTS, 2003; SCHABOWICZ; GORZELAŃCZYK; SZYMKÓW, 2019; TONOLI et al., 2010a). O uso destas fibras de baixo custo em relação às alternativas já estabelecidas em uso (p. ex. fibras poliméricas) são atraentes para o uso em construções civis destinados à população de baixa renda e representam significante contribuição para o desenvolvimento de países emergentes (TONOLI et al., 2010b). O uso dessas fibras vegetais como reforço em compósitos cimentícios é motivado pela disponibilidade do recurso natural na determinada região de sua aplicação. São exemplos de fibras utilizadas nestes estudos as polpas de celulose, o cânhamo, o sisal, o bambu, a juta, o curauá entre outras (TONOLI et al., 2010a). Embora as tentativas de produção de telhas onduladas de cobertura apenas com fibras vegetais ainda não seja uma realidade, as placas cimentícias planas autoclavadas (curadas em ambiente com pressão, umidade e temperatura elevadas) utilizando somente fibras vegetais já são disponíveis comercialmente (FERNÁNDEZ-CARRASCO; CLARAMUNT; ARDANUY, 2014; TEIXEIRA, 2018).

3.2 Constituintes do fibrocimento

3.2.1 Cimento e calcário

O cimento Portland é constituído por clínquer e adições tais como gesso, escórias de alto forno, materiais carbonáticos e pozolânicos, sendo estas adições responsáveis por caracterizar os diversos tipos diferentes de cimento conforme a norma internacional ASTM C 150-81 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS, 1981). O clínquer é composto essencialmente pelos óxidos CaO (67%),

SiO_2 (22%), Al_2O_3 (5%) e Fe_2O_3 (3%). Os compostos formados no processo de produção do clínquer e que constituem o cimento Portland são: silicato tricálcico (alita), silicato dicálcico (belita), aluminato tricálcico (aluminato) e o ferroaluminato tetracálcico (ferrita) (TAYLOR, 1990). Os principais responsáveis pela formação dos produtos de hidratação do cimento são os silicatos e aluminatos (NEVILLE; BROOKS, 2010). É por meio do contato do cimento Portland com a água que acontece a reação de hidratação dos silicatos (C_3S e C_2S) e dos aluminatos (C_3A e C_4AF). Ocorre então a formação em maior predominância dos produtos de hidratação como o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), o hidróxido de cálcio (CH), a etringita (AFt), os aluminatos de cálcio hidratado (CAH) e os monossulfoaluminatos de cálcio hidratado (AFm) (FILOMENO, 2018). A composição e a simbologia dos compostos constituintes do cimento Portland são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição e simbologia dos compostos do cimento Portland.

Composto	Composição	Simbologia
Silicato tricálcico	$3CaO.SiO_2$	C_3S
Silicato dicálcico	$2CaO.SiO_2$	C_2S
Aluminato tricálcico	$3CaO.Al_2O_3$	C_3A
Ferroaluminato tetracálcico	$4CaO.Al_2O_3.Fe_2O_3$	C_4AF

Fonte: TAYLOR, H. F. W. **Cement Chemistry**. 2. ed. London: Thomas Telford Services Ltd, 1990.

A adição de calcário como fíler em substituição de parte do cimento Portland proporciona mais espaços disponíveis entre as partículas para a formação das fases hidratadas a partir do clínquer. Outra importante atuação das adições de calcário é o controle da retração e fissuração dos produtos. Além disso, o calcário é usualmente utilizado na indústria de produtos à base de fibrocimento para a redução de custos inerentes às matérias-primas (SCRIVENER; JUILLAND; MONTEIRO, 2015; URREA-CEFERINO, 2016).

3.2.2 Polpa de celulose

As fibras vegetais ou lignocelulósicas tem uma constituição básica de celulose, hemicelulose e lignina. A celulose é um polímero natural, componente essencial das

plantas e possui característica altamente hidrofílica, pois possui fortes ligações de hidrogênio. A lignina é um polímero de estrutura amorfa que une as fibras celulósicas formando a parede celular. A hemicelulose normalmente atua como um elemento de ligação entre a celulose e a lignina (PAULA, 2011).

A polpa de celulose é obtida a partir da matéria vegetal, que tenha um potencial para extração dessas fibras (p. ex. caule da árvore de pinus ou eucalipto), por processo de polpação mecânica, química ou até mesmo uma combinação destes dois processos. Ainda, a polpa pode ser refinada obtendo-se o grau de refino desejado para determinada aplicação. O refino da polpa de celulose confere à fibra maior flexibilidade e maior área de interação com a matriz do compósito por meio da fibrilação e laminação das fibras. Outro processo comumente aplicado em alguns casos em polpas de celulose é o branqueamento, que consiste na remoção da lignina residual após o processo de polpação e é feito por meio de reagentes químicos (FAVARO, 2015).

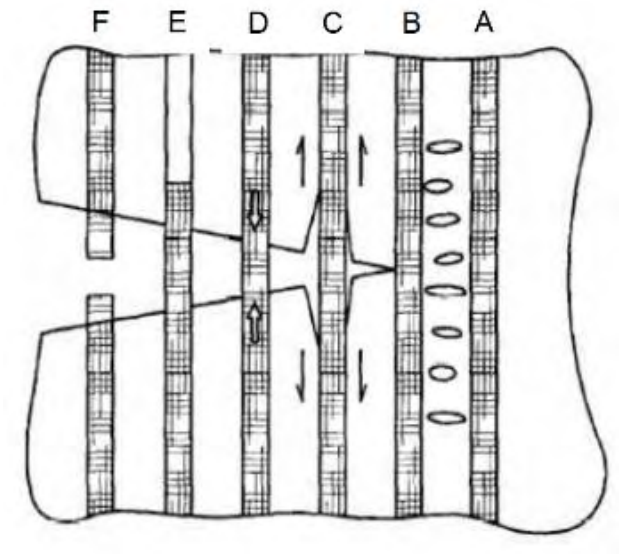
A dispersão de polpas de fibras de celulose (fibras entre 1,0 e 2,5 mm de comprimento) em uma matiz frágil, como é o caso da matriz do compósito de fibrocimento, proporciona melhor desempenho à solicitação de impactos devido a habilidade de dissipação de energia dessas fibras (SAVASTANO JÚNIOR et al., 1999). Além disso, uma porcentagem desse tipo de fibra proporciona boa retenção de sólidos e floculação necessárias para o processamento do fibrocimento pelo processo Hatschek. Usualmente, são utilizadas as de fibras de eucalipto branqueado e fibras de pinus não branqueado nas formulações do fibrocimento para fabricação de telhas onduladas (IKAI et al., 2010; TONOLI et al., 2019).

3.2.3 Fibras de polipropileno (PP) e álcool polivinílico (PVA)

Dentre as fibras de reforço utilizadas em fibrocimento, destacam-se as fibras poliméricas de polipropileno (PP) e álcool polivinílico (PVA), que possuem baixo módulo de elasticidade, melhoram a absorção de energia e a resistência mecânica destes compósitos cimentícios. Estas características evitam o colapso do compósito devido a multi-fissuração da matriz cimentícia (TOLÊDO FILHO et al., 2000). A Figura

1 mostra esquematicamente o efeito do mecanismo de reforço das fibras em uma matriz cimentícia.

Figura 1 – Efeito do mecanismo de reforço de fibras em matriz cimentícia. A e B: fibras sob ação de fissuração da matriz; C: destacamento da fibra na interface com a matriz; D: alongamento da fibra (absorção de energia) E: arrancamento da fibra (absorção de energia por atrito); F: rompimento da fibra



Fonte: Adaptado de BALLESTEROS, J. E. M. **Compósitos cimentícios reforçados com polpa celulósica tratada por hornificação para aplicação em construções rurais**. 2014. 160 f. Dissertação (Mestrado). Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimento, Universidade de São Paulo, 2014.

As fibras de PVA foram desenvolvidas principalmente para substituição no uso de amianto em indústrias de produtos à base de fibrocimento e foi uma das primeiras a serem utilizadas em larga escala industrial. Estudos mostram que a dispersão de fibras PVA no fibrocimento tem grande efetividade no processo Hatschek utilizado para fabricação de telhas (DIAS; SAVASTANO JÚNIOR; JOHN, 2010). Por conta das propriedades intrínsecas do PVA como alta resistência à tração, alta durabilidade em matriz alcalina, comportamento hidrofílico, boa dispersão na água e boa ligação com pasta de cimento, essa fibra é amplamente utilizada pelas indústrias como reforço no fibrocimento em telhas de fibrocimento (IKAI et al., 2010; SANTOS; FIORELLI; SAVASTANO JÚNIOR, 2015).

As fibras de PP são amplamente utilizadas como reforços em argamassas, concretos e no fibrocimento. Estas fibras são atrativas industrialmente por sofrerem

pouca degradação em matrizes altamente alcalinas (RODRIGUES; MONTARDO, 2002). As principais características das fibras de PP são a boa compatibilidade com o cimento, alta tenacidade, alto módulo de ruptura. Este tipo de fibra de reforço despertou o interesse da indústria para fabricação de telhas onduladas de fibrocimento após a melhoria de alguns aspectos como o comportamento hidrofóbico e a dispersão (IKAI et al., 2010).

A Tabela 2 apresenta as propriedades de fibras poliméricas de PP e de PVA comerciais utilizadas pela indústria para reforço em fibrocimento para fabricação de telhas onduladas. O título é uma unidade para caracterização de fios têxteis que relaciona um comprimento fixo do fio com sua massa. A unidade do sistema internacional para titulação de fios é o Tex. Um fio de 1000 metros de comprimento cuja massa é de 1 grama possui o título têxtil de 1 Tex. Um submúltiplo muito utilizado do Tex é o Decitex (dtex), que representa que para um fio de 10.000 m de comprimento com massa de 1 grama equivale a 1 dtex.

Tabela 2 – Características gerais das fibras poliméricas comercias de polipropileno (PP) e álcool polivinílico (PVA)

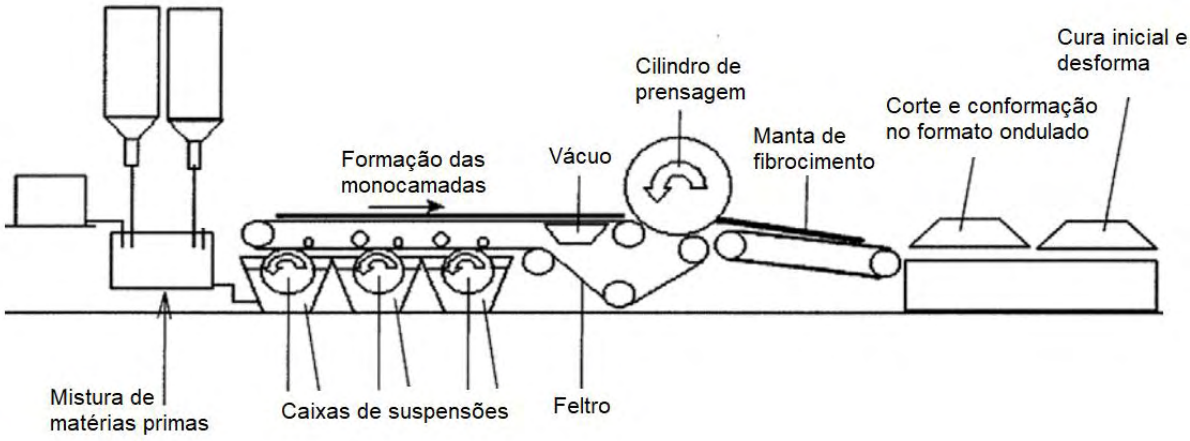
Características	**Polipropileno (PP)**	**Álcool polivinílico (PVA)**
Densidade (g/cm³)	0,9	1,3
Comprimento (mm)	10	6
Diâmetro médio (µm)	12	14
Título têxtil (dtex)	1	2
Elongação até a ruptura (%)	21	7
Módulo de elasticidade (GPa)	6	32-36
Resistência ao ataque alcalino	Excelente	Excelente
Afinidade com a matriz cimentícia	Boa	Boa

Fonte: Adaptado de IKAI, S. et al. Asbestos-free technology with new high toughness polypropylene (PP) fibers in air-cured Hatschek process. **Construction and Building Materials**, v. 24, p. 171–180, 2010.

3.3 Telhas de fibrocimento produzidas por processo Hatschek

O processo Hatschek para fabricação de produtos de fibrocimento foi idealizado pelo austríaco Ludwig Hatschek no final do século XIX e, desde então, o processo foi constantemente submetido a melhorias técnicas de produção. Em meados de 2010, o processo Hatschek era utilizado em cerca de 85% de toda a produção mundial de produtos à base de fibrocimento (IKAI et al., 2010). As máquinas utilizadas no processo Hatschek produzem o fibrocimento com um nível de homogeneidade adequado para a produção de telhas onduladas e placas planas (DIAS; SAVASTANO JÚNIOR; JOHN, 2010). Porém, variações de processo inerentes às características das matérias-primas e ajustes técnicos podem proporcionar defeitos nas telhas como delaminação, fissuras, baixa resistência ou estanqueidade insuficientes de acordo com as normas técnicas NBR 15210-2 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016), BS EN 494:2004 (BRITISH STANDARD, 2007) e ASTM C 1185-03 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS, 2016a). O diagrama esquemático do processo Hatschek é mostrado na Figura 2.

Figura 2 – Diagrama esquemático do processo Hatschek para fabricação de telhas de fibrocimento



Fonte: Adaptado de: DIAS, C. M. R.; SAVASTANO JÚNIOR, H.; JOHN, V. M. Exploring the potential of functionally graded materials concept for the development of fiber cement. Construction and Building Materials, v. 24, n. 2, p. 140–146, 2010.

O processo Hatschek consiste na formação de uma manta de fibrocimento sobre um feltro contínuo por meio da retenção dos sólidos provenientes de uma solução aquosa contendo as matérias-primas previamente combinadas. Finas camadas de sólidos retidos em torno de 1,2 mm se formam sobre o feltro e são transferidas para o cilindro de prensagem. A espessura desejada da manta de fibrocimento é adquirida pelo acúmulo dessas finas camadas no cilindro de prensagem. A Figura 3 apresenta o cilindro de uma máquina Hatschek produzindo a manta de fibrocimento para posterior conformação no formato da telha ondulada.

Figura 3 - Cilindro de prensagem de uma máquina de processo Hatschek para produção de telhas de fibrocimento

Fonte: DIAS, C. M. R. Agência USP de Notícias. Poli desenvolve novo fibrocimento com gradação funcional. Disponível em: <http://www.usp.br/agen/?p=29975>. Acesso em: 10 maio. 2019.

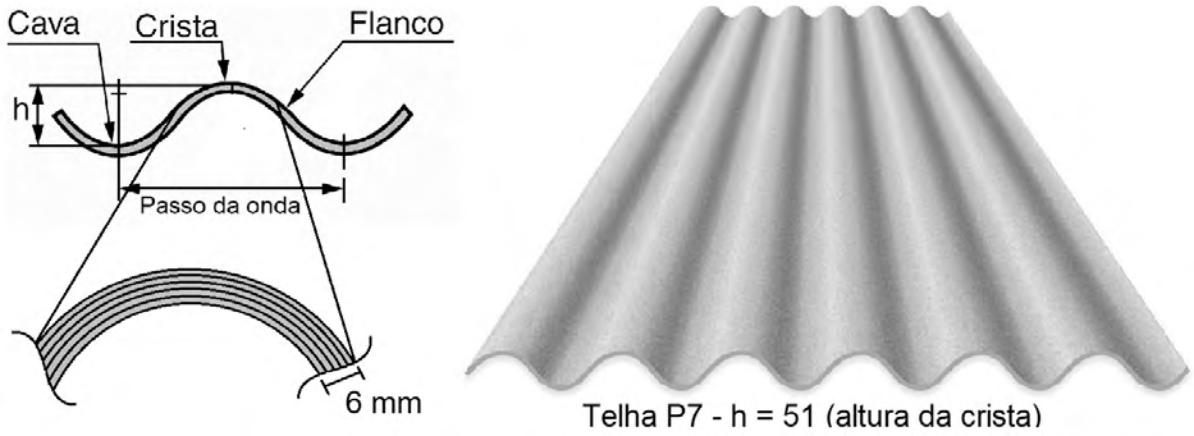
Uma vez adquirida a espessura desejada a manta de fibrocimento é prensada para compactação e eliminação do excesso de água para em seguida ser cortada nas dimensões da telha. A manta de fibrocimento é então conformada no formato ondulado por meio de um sistema de vácuo e em seguida empilhadas com separadores metálicos com o mesmo formato da onda para a cura inicial conforme

mostrado na Figura 4. As pilhas de telhas podem ser curadas inicialmente ao ar ou ao vapor para adquirirem a resistência mecânica suficiente para serem desenformadas mecanicamente. (DIAS; SAVASTANO JÚNIOR; JOHN, 2010; INNOCENTINI et al., 2019; SOUZA, 2014). Tanto durante o processo de conformação das telhas quanto durante o processo de desforma podem ocorrer o surgimento de defeitos como fissuras ou delaminações. Na conformação pode ocorrer formação de trincas nas regiões submetidas à tração das cristas e das cavas das telhas. Na etapa de desforma podem ocorrer tensões de tração e compressão nos pontos onde ocorre a sucção da telha para os movimentos de subida e descida da telhas durante desmoldagem e montagem da pilha (MOLINA et al., 2018). A Figura 5 apresenta esquematicamente a seção transversal de uma telha de fibrocimento produzida por processo Hatschek com 6 mm (nominal) de espessura formada por 5 camadas de aproximadamente 1,2 mm cada. É mostrado também na Figura 5 identificação das respectivas das regiões da telha.

Figura 4 – Telhas de fibrocimento conformadas no formato ondulado dispostas em pilha com separadores metálicos para início da cura inicial em túnel

Fonte: IKAI, S. et al. Asbestos-free technology with new high toughness polypropylene (PP) fibers in air-cured Hatschek process. **Construction and Building Materials**, v. 24, n. 2, p. 171–180, 2010.

Figura 5 – Diagrama esquemático das monocamadas em seção transversal de uma telha de 6 mm (nominal) de espessura (5 monocamadas) e identificação das regiões da telha tipo P7



Fonte: Adaptado de NBR 15210-1 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2014)

3.4 Carbonatação de compósitos cimentícios

A carbonatação é um fenômeno químico natural que ocorre em materiais cimentícios, no qual o dióxido de carbono (CO_2) difunde-se nos poros insaturados de água da matriz cimentícia (PIZZOL et al., 2014; SHI et al., 2018). Este processo químico ocorre naturalmente durante o ciclo de vida do compósito à base de cimento Portland por meio da difusão do CO_2 proveniente do ar atmosférico. É um fenômeno que pode representar a reabsorção de parte do CO_2 emitido durante a fabricação (PADE; GUIMARÃES, 2007). Basicamente a carbonatação pode ser explicada pela Equação 1. A principal reação de carbonatação ocorre entre CO_2 com o hidróxido de cálcio ($Ca(OH)_2$), um dos produtos da hidratação do cimento, também conhecido como portlandita. A dissociação do $Ca(OH)_2$ ocorre conforme a Equação 2 e forma os íons de Ca^{2+} e $2OH^-$. Íons são formados pela mistura aquosa de CO_2 difundido nos poros insaturados e a água presente na matriz cimentícia conforme a Equação 3 e 4. Estes íons por sua vez reagem com os íons provenientes do $Ca(OH)_2$, formando água (H_2O) e carbonato de cálcio ($CaCO_3$) conforme a Equação 5. O $CaCO_3$ também conhecido como calcita, que rapidamente se precipita nos poros da matriz (TONOLI et al., 2016).

$$CO_{2(g\rightarrow aq)} + Ca(OH)_{2(s\rightarrow aq)} \rightarrow CaCO_{3(aq\rightarrow s)} + H_2O \quad (1)$$

$$Ca(OH)_2 \rightarrow Ca^{2+} + 2OH^- \quad (2)$$

$$CO_2 + H_2O \rightarrow H^+ + HCO_3^- \quad (3)$$

$$HCO_3^- \rightarrow H^3 + CO_3^- \quad (4)$$

$$Ca^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow CaCO_3 \quad (5)$$

Na carbonatação outros produtos da hidratação do cimento, como por exemplo os silicatos de cálcio hidratado (C-S-H) Equação 6, fases de aluminato Equação 7 e etringita Equação 8, também reagem com o CO_2, porém em menor quantidade. (FERREIRA, 2013; PETER et al., 2008; SILVA, 2002; TONOLI, 2006; VAN GERVEN et al., 2004).

$$3CaO.2Si_2O.3H_2O + 3CO_2 \rightarrow 3CaCO_3 + 2SiO_2 + 3H_2O \quad (6)$$

$$4CaO.Al_2O.13H_2O + 4CO_2 \rightarrow 4CaCO_3 + 2Al(OH)_3 + 10H_2O \quad (7)$$

$$C_3A.3CaSO_4.32H_2O + 3CO_2 \rightarrow 3CaCO_3 + 2Al(OH)_3 + 3CaSO_4.H_2O + 23H_2O \quad (8)$$

Em concretos estruturais contendo aço como reforço, a carbonatação poderá gerar inconvenientes como a corrosão da armadura de aço, pois ocorre a diminuição do pH da matriz cimentícia pela dissociação dos produtos de hidratação do cimento, que são responsáveis pelo alto pH alcalino. A matriz altamente alcalina confere ao aço uma proteção química através de um filme de óxidos, que por sua vez é destruída quando ocorre a carbonatação da matriz cimentícia (SANJUÁN; OLMO, 2001). Por outro lado, a carbonatação pode inibir a contaminação de solos por descarte de materiais cimentícios contendo metais pesados e outros resíduos (BERTOS et al., 2004). Além disso, com a diminuição da alcalinidade das matrizes cimentícias pela carbonatação, ocorre a preservação das fibras vegetais em compósitos de fibrocimento reforçados com essas fibras (SCHMIDT; FRANCISCO; SAVASTANO JÚNIOR, 2012). Santos et al. (2015) também observaram que a diminuição da alcalinidade da matriz inibe a degradação de polpas celulósicas em meio à matriz cimentícia. Devido a densificação da matriz cimentícia e preenchimento de poros

pelos carbonatos formados pela carbonatação da matriz cimentícia são ainda observados melhores desempenhos das propriedades físico-mecânicas desses compósitos (SHI et al., 2018; SILVA, 2002). Experimentos realizados por (PAN et al., 2017b) mostraram que amostras constituídas de argamassa à base de cimento Portland carbonatadas apresentaram menor porosidade, menor absorção de água e melhor estabilidade dimensional em relação às amostras não submetidas à carbonatação.

3.5 Métodos de cura

3.5.1 Cura ao ar

A cura ao ar, já consolidada e amplamente utilizada na indústria atualmente, trata-se da cura dos produtos cimentícios em temperatura ambiente e com alta umidade relativa, garantindo a correta hidratação do cimento. Em alguns casos os produtos são embalados por filmes plásticos para o auxílio da manutenção desse ambiente úmido. Normalmente a hidratação do cimento ocorre até os 28 dias de idade do compósito a partir do início da hidratação do cimento (adição de água formando a pasta), porém algumas indústrias expedem seus produtos já no 10° dia de idade, período em que embora incompleta a hidratação do cimento, os produtos já possuem resistência mecânica suficientes para serem manipulados e instalados definitivamente.

3.5.2 Cura em ambiente rico em CO_2 (carbonatação acelerada)

A carbonatação de matrizes cimentícias é um fenômeno que ocorre naturalmente ao ar, porém as concentrações de CO_2 na atmosfera são relativamente baixas (0,03 a 0,06% (v/v)), proporcionando assim uma baixa taxa de difusão de CO_2 na matriz cimentícia (BERTOS et al., 2004). O que é proposto por diversos pesquisadores é que os compósitos cimentícios sejam expostos em câmaras contendo atmosferas com temperatura e umidade relativa controladas e ricas em CO_2. A etapa de cura de compósitos cimentício em ambientes ricos em CO_2 é designada carbonatação acelerada (CA).

Experimentos realizados por Li, Farzadnia e Shi (2017) mostraram a comparação de resultados entre amostras de concreto à base de cimento Portland carbonatadas e não-carbonatadas e constataram a precipitação do $CaCO_3$ nos poros da matriz cimentícia. Foi observada a diminuição da porosidade capilar e constatada a melhoria a resistência à compressão do concreto. Pan et al. (2017) mostraram que o tratamento superficial de concretos envolvendo CA proporciona sensível melhoria de propriedades mecânicas de resistência à compressão, diminuição da permeabilidade do compósito e diminuição da absorção de água. Além disso a utilização do CO_2 para a carbonatação acelerada vem atraindo a atenção de pesquisadores ao redor do mundo para a redução da pegada de carbono. O CO_2 que é um gás de efeito estufa e que contribui de forma importante para o aquecimento global (WANG et al., 2017).

Os autores Almeida et al. (2013) avaliaram as propriedades mecânicas de fibrocimento reforçado com polpa de eucalipto submetidos CA. Placas planas de fibrocimento de 200 mm x 200 mm x 5 mm foram produzidas em laboratório por método de sucção e prensagem e submetidos à CA. Consequentemente, foram observadas a diminuição da alcalinidade da matriz cimentícia, densificação da matriz e menor porosidade aparente devido a precipitação de $CaCO_3$ no poros do compósito. O $CaCO_3$ possui densidade maior do que o $Ca(OH)_2$. Testes de envelhecimento acelerado mostraram que a carbonatação acelerada contribuiu também para a diminuição da degradação das fibras vegetais utilizadas como reforços na matriz cimentícia (ALMEIDA et al., 2013).

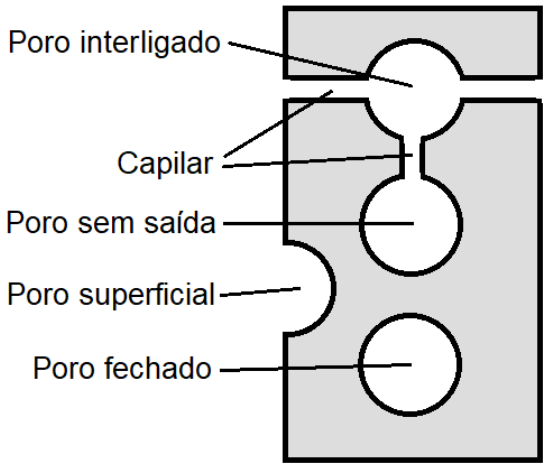
Alguns estudos procuram determinar os parâmetros ideais para a carbonatação acelerada nas primeiras idades de compósitos de fibrocimento. Urrea-Ceferino et al. (2017) utilizaram concentrações próximas a 100% de CO_2, umidade relativa (UR) de 90% e temperatura de 60°C em câmara de carbonatação. Nestas condições, os compósitos foram expostos pelos tempos de 1 e 2 h e comparados entre si e entre amostras de referência sem serem submetidos a CA. Algumas propriedades obtiveram resultados estatisticamente semelhantes para os tempos de 1 e 2 h de CA. O estudo levou a conclusão que 1 hora de exposição foi suficiente para atingir os resultados esperados da pesquisa. Também foi observado que a CA diminui o pH da matriz e mitiga a degradação das fibras vegetais utilizadas como reforço e promove a melhora das propriedades físico-mecânicas. Filomeno (2018) utilizou a temperatura

de 60°C e estudou diferentes faixas de UR (60, 70, 80 e 90 %), e constatou em sua pesquisa que a CA com 60% UR proporcionou os melhores desempenhos físico-mecânicos e maior grau de carbonatação dos compósitos de fibrocimento reforçados com polpa de eucalipto.

3.6 Permeabilidade

Permeabilidade pode ser definida como a medida macroscópica da facilidade com que um fluido forçado por um gradiente de pressão flui através dos espaços vazios interconectados de um meio poroso. Desta maneira, permeabilidade não se trata apenas de uma propriedade intrínseca do fluido e tampouco do meio poroso. A permeabilidade é uma propriedade que reflete a interação do fluido (ar, água, gases, vapores etc.) com o meio poroso (INNOCENTINI; SEPULVEDA; ORTEGA, 2005). A interação entre o fluido e os espaços vazios interconectados do meio poroso (poros capilares) proporciona transformações energéticas no sistema e são associados à queda de pressão exercida pelo fluido. A Figura 6 apresenta um diagrama esquemático de possíveis morfologias básicas de poros. Nem todos os poros são permeáveis, como exemplo dos poros fechados. Um material pode apresentar alta porosidade e baixa permeabilidade ou vice-versa dependendo da estrutura de poros existente.

Figura 6 – Diagrama esquemático de possíveis morfologias básicas de poros



Fonte: Própria autoria

A avaliação da permeabilidade em concretos, argamassas e compósitos de fibrocimento é amplamente abordada na literatura por meio de diferentes técnicas (INNOCENTINI et al., 2012; PAN et al., 2017a, 2017b; PHUNG et al., 2015; RANJITH; VIETE, 2011; TEIXEIRA et al., 2014). No entanto, em telhas de fibrocimento é raramente encontrada alguma abordagem a respeito de permeabilidade. Em um dos poucos estudos, Innocentini et al. (2019) avaliaram o perfil de permeabilidade de telhas de fibrocimentos comerciais do tipo P7 por meio de métodos permeabilidade ao ar com escoamento em regime permanente e por método de queda de pressão, ambos testes não destrutivos. Os autores concluíram que as técnicas apresentam resultados correlatos entre si. A técnica de permeabilidade por queda de pressão é realizada de maneira mais rápida em comparação com a de escoamento em regime permanente. Também foi observado que a permeabilidade em telhas onduladas é anisotrópica e depende da direção do fluxo do fluido. Assim, para o fluxo descendente, ou seja, na direção da superfície superior para a inferior da telha, as cristas (parte mais altas das ondas) são mais permeáveis do que as cavas (parte mais baixas das ondas). Os resultados da análise das telhas com o coeficiente k_1 variaram entre 2 ordens de magnitude ($4{,}65 \times 10^{-17}$ m^2 a $2{,}94 \times 10^{-15}$ $m^{2)}$ e quase 6 ordens de magnitude para k_2 ($7{,}02 \times 10^{-16}$ m a $1{,}07 \times 10^{-10}$ m) e encontram-se no mesmo nível de permeabilidade de concretos, argamassas, tijolos e concretos refratários.

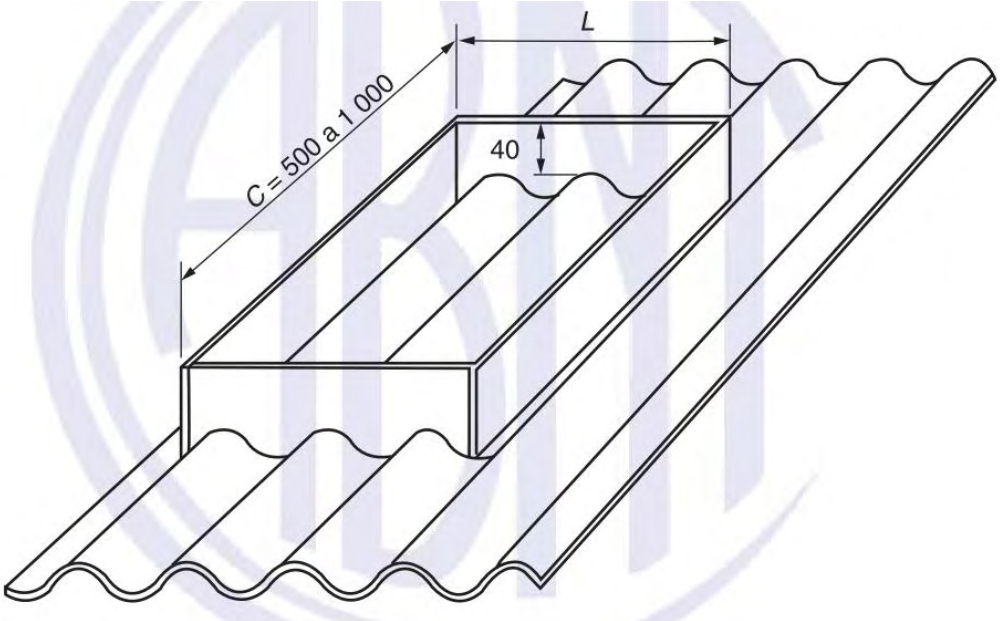
A permeabilidade em telhas de fibrocimento é uma propriedade fundamental e tem uma relação direta com a sua qualidade. A telha que não apresenta estanqueidade poderá apresentar manchas de umidade sob o telhado, goteiras ou vazamentos, causando transtornos tanto para o consumidor como para a indústria fabricante das telhas. A permeabilidade pode ser associada à penetração de agentes degradantes no meio poroso, por isso o estudo de permeabilidade tem grande importância para o desenvolvimento de produtos mais duráveis (SOUZA et al., 2017; TONOLI et al., 2010b). Segundo os autores, a avaliação da permeabilidade é uma estratégia para prever a durabilidade dos produtos, bem como uma importante ferramenta de controle de qualidade para os fabricantes de telhas de fibrocimento.

3.6.1 Permeabilidade à água conforme normas técnicas

Em seus experimentos, Tonoli (2006) avaliou a permeabilidade de telhas de fibrocimento através de um método que consiste em tubos plásticos sobre as telhas contendo uma coluna d'água, e a observação de aparecimento de manchas ou gotejamento na face inferior. Manchas seriam aceitáveis, porém o gotejamento implicaria numa permeabilidade acima do aceitável conforme prevê a norma brasileira NBR 15210-2 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016) Esta mesma técnica é muito utilizada na indústria para o controle interno de qualidade das telhas. Para avaliar também a quantidade de água absorvida durante o ensaio é utilizado o tubo Karsten, que consiste em um tubo de vidro graduado para avaliação quantidade de água permeada na telha (HENDRICKX, 2013).

Uma outra forma de avaliação da qualidade das telhas muito utilizada pela indústria segue a recomendação da norma brasileira NBR 15210-2 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016) e as normas internacionais ASTM C 1185 – 03 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS, 2016a) e BS EN 494:2004 (BRITISH STANDARD, 2007) e são descritas como teste físico de permeabilidade. O ensaio consiste em caixas para acumular uma determinada quantidade de água sobre as telhas e após um determinado período o aparecimento de manchas na face inferior das telhas é verificado. Da mesma forma dos tubos sobrepostos (Karsten), esta é uma análise visual de comparação de manchas formadas após um período de teste. A Figura 7 mostra esquematicamente o aparato utilizado para o teste de permeabilidade conforme solicitam as normas.

Figura 7 – Dispositivo para ensaio da telha ondulada de fibrocimento de acordo com a norma NBR 15210-2 2016; L é a largura e deverá ser igual à medida de 3 passos da ondada telha. Para telhas P7 a onda = 177 mm, a caixa = ± 530 mm; O comprimento C e a altura acima da crista de 40 são expressas em mm



Fonte: ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 15210-2: Telha ondulada de fibrocimento sem amianto e seus acessórios parte 2 - Ensaios. Rio de Janeiro, 2016.

3.6.2 Permeabilidade ao ar com escoamento em regime permanente

Uma das primeiras propostas para equacionar a modificação energética do fluido através de um meio poroso foi elaborada no século XVII por Darcy. A Equação 9 conhecida como lei de Darcy foi proposta para baixas velocidades de escoamento de fluidos incompressíveis. É uma equação simples de ser aplicada e separa influências do fluido (μ), escoamento (v_s) e meio poroso (k_1). Pela lei de Darcy somente os efeitos da queda de pressão pelo atrito do fluido são considerados e a constante (k_1), representa propriedades da estrutura do meio poroso. Esta constante também é conhecida como coeficiente de permeabilidade Darciano ou viscosa (INNOCENTINI; PANDOLFELLI, 1999).

$$\frac{\Delta p}{L} = \frac{\mu}{k_1} v_s \tag{9}$$

em que: $\Delta p/L$ = Integral de *dp/dx,* que por sua vez é o gradiente de pressão (*dp*) através da espessura de um meio poroso (*dx*); μ = a viscosidade do fluido; v_s = a velocidade de escoamento do fluido; k_1 = a coeficiente de permeabilidade Darciano.

No início do século XIX, Reynolds e Forchheimer perceberam uma relação parabólica entre a queda de pressão e a velocidade do fluido em sistemas permeáveis. Esta relação não era possível ser detectada através da lei de Darcy, pois revelava uma relação linear. Essa relação foi associada à variação da energia cinética do fluido com sua a densidade (ρ), durante o escoamento pelo meio poroso. Então, foi introduzido um segundo coeficiente na equação, (k_2), que também representa propriedades da estrutura do meio poroso e é chamado de coeficiente de permeabilidade não-Darciano ou inercial. A Equação 10, também conhecida como equação de Forchheimer, permite obter resultados que expressam tanto os efeitos viscosos por meio de (k_1), quanto os efeitos inerciais e cinéticos por meio de (k_2) de um fluido permeando por um meio poroso (INNOCENTINI et al., 2009; INNOCENTINI; PANDOLFELLI, 1999, 2001; PARDO et al., 2001).

$$\frac{\Delta p}{L} = \frac{\mu}{k_1} v_s + \frac{\rho}{k_2} v_s^2 \qquad (10)$$

em que: $\Delta p/L$ = Integral de *dp/dx,* que por sua vez é o gradiente de pressão (*dp*) através da espessura de um meio poroso (*dx*); μ = viscosidade do fluido; v_s = velocidade de escoamento do fluido; k_1 = coeficiente de permeabilidade Darciano; ρ = densidade do fluido; k_2 = a coeficiente de permeabilidade não-Darciano.

Nos efeitos viscosos, o fluido perde energia tanto pelo atrito entre as próprias moléculas como pelo atrito com as paredes dos poros do meio poroso (k_1). Enquanto nos efeitos inerciais ou cinéticos a perda de energia é causada pela turbulência do fluido ao permear pela tortuosidade da estrutura de poros no interior de um meio poroso (k_2). Quanto mais tortuoso a estrutura de poros do meio, mais potencializado são os efeitos viscosos e inerciais que promovem a queda de pressão do fluido (INNOCENTINI; PANDOLFELLI, 1999).

De acordo com Innocentini, Pardo e Pandolfelli (2000a), a definição de coeficientes de permeabilidade para um determinado material pode ser dificultado em função das próprias características do material a ser estudado. Alguns materiais não podem ser submetidos à umidade por exemplo. A solução foi utilizar um fluido gasoso, o ar. Baseados em uma técnica apresentada anteriormente denominada queda de pressão a vácuo, para avaliação de permeabilidade em materiais de alta densidade (p. ex. concretos refratários), Innocentini, Pardo e Pandolfelli (2000a) idealizaram uma modificação desta técnica. Nesta nova técnica a inércia e a compressibilidade dos gases foram consideradas. Para tanto, foi necessário a adaptação do equipamento, chamado permeâmetro e mais um ajuste na equação a ser utilizada para o tratamento dos dados. A Equação 10 até então utilizada seria eficaz para avaliação de permeabilidade apenas utilizando-se fluidos incompressíveis. Para representar a curva de permeação com um fluido compressível, os dados obtidos no permeâmetro pela nova técnica foram tratados matematicamente através da Equação 11 chamada equação de Forchheimer para fluidos compressíveis, uma vez que a fluido utilizado nesta nova técnica foi o ar, que por sua vez é um fluido compressível. Para validar a técnica foi feito a comparação de resultados da nova técnica com a anterior em amostras de concretos refratários (RIBEIRO; INNOCENTINI; PANDOLFELLI, 2001).

$$\frac{p_e^2 - p_s^2}{2pL} = \frac{\mu}{k_1} v_s + \frac{\rho}{k_2} v_s^2 \qquad (11)$$

em que: p_e = pressão do fluido antes de escoar pela amostra; p_s = pressão do fluido após escoamento pela amostra; p = pressão absoluta na qual ρ, μ e v_s são medidos ou calculados, sendo neste caso $p = p_s$; L = espessura da amostra; μ = viscosidade do fluido; v_s = velocidade de escoamento do fluido; k_1 = coeficiente de permeabilidade Darciano; ρ = densidade do fluido; k_2 = coeficiente de permeabilidade não-Darciano.

Innocentini et al. (1999) compararam os tratamentos de dados de permeabilidade pela lei de Darcy e pela equação de Forchheimer em amostras de concreto refratário. A investigação concluiu que a equação de Forchheimer apresentou resultados mais representativos nas várias velocidades de fluido utilizadas nas medições em relação à lei de Darcy.

Através da utilização da técnica proposta por Innocentini, Pardo e Pandolfelli (2000a), experimentos com telhas fabricadas em escala piloto laboratorial com fibrocimento expostas ao envelhecimento natural tiveram suas permeabilidades avaliadas e comparadas com telhas expostas ao envelhecimento em laboratório. Os resultados em Tonoli et al. (2010a) mostraram menor permeabilidade para as telhas onduladas que foram expostas ao envelhecimento natural (k_1 = 5,2 x 10^{-16} m²) em relação às que foram envelhecidas em laboratório (k_1 = 1,29^{-15} m²), e concluíram que isto se deve às modificações micro estruturais dos compósito que ocorreram ao longo do envelhecimento.

3.7 Caracterização microestrutural aplicada ao fibrocimento

3.7.1 Determinação do pH da matriz e aplicação de fenolftaleína

A determinação do pH da matriz de fibrocimento pode ser avaliada em suspensões de 10 % (m/m) em água deionizada durante agitação por meio de um medidor de pH digital (MÁRMOL, 2017; ZHANG; CHEESEMAN; VANDEPERRE, 2011). A aplicação de solução de 2% (m/m) de fenolftaleína em álcool etílico em matrizes cimentícias também é utilizada para análise do pH da matriz. O ponto de viragem da fenolftaleína ocorre entre o pH 8,2 a 10 quando esta apresenta uma coloração púrpura. Filomeno (2018) e Teixeira et al. (2014) aplicaram solução de fenolftaleína em fibrocimentos submetidos à CA e observaram diferenças de pH entre matrizes carbonatadas e não-carbonatadas. A carbonatação acelerada proporcionou a diminuição do pH da matriz pela diminuição da presença do $Ca(OH)_2$ o qual é um das fases responsáveis alta alcalinidade da matriz cimentícia. Na literatura não há estudos que mostram ocorrência de carbonatação em materiais cimentícios que tenham ocorrido por completo (100%), impossibilitando a correlação do pH da matriz com o grau de carbonatação.

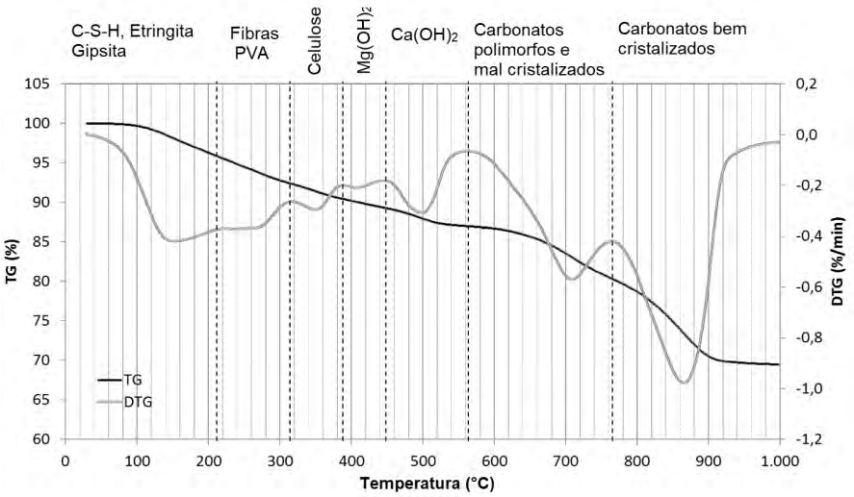
3.7.2 Termogravimetria (TG e DTG)

Analise de termogravimetria (TG) é uma técnica que permite identificar fases constituintes do fibrocimento pela perda de massa intrínseca de cada fase em

determinadas temperaturas. A derivada da curva de perda de massa (DTG) mostra com clareza os pontos onde a taxa de perda de massa em razão da temperatura ocorre com maior intensidade. A TG e a DTG são amplamente relatadas na literatura como técnica de avaliação de fases constituintes ou formadas em estudos com fibrocimento (BALLESTEROS et al., 2019; PIZZOL et al., 2014; SANTOS et al., 2015; URREA-CEFERINO et al., 2017).

Em uma análise das curvas de perda de massa e de sua derivada, aplicada ao fibrocimento, é possível identificar principalmente as fases hidratadas C-S-H, etringita e gipsita, cujas perdas de massa ocorrem até 200°C, a fração de celulose utilizada na formulação, cuja perda de massa ocorre na faixa de temperatura de 310 a 390°C, o $Ca(OH)_2$ cuja perda de massa ocorre nas faixas de temperatura de 450 a 550°C, os carbonatos polimorfos ou mal cristalizados (geralmente provenientes da carbonatação) que ocorrem na faixa de temperaturas de 550 a 780°C e dos carbonatos de cálcio bem cristalizados, provenientes do fíler do cimento e de adições de calcário na formulação, cuja perda de massa ocorre na faixa de 780 a 1000°C. A Figura 8 apresenta uma curva típica de uma análise termogravimétrica de um fibrocimento reforçado com fibras de PVA. A faixa de temperaturas entre 210 e 310° mostra a perda de massa das fibras de PVA. Também é possível identificar na faixa de temperaturas de 390 a 450°C perdas de massa referentes a hidróxido de magnésio ($Mg(OH)_2$) presentes nas amostras (SOUZA, 2014).

Figura 8 – Faixas de temperaturas de perdas de massa dos principais constituintes do fibrocimento.



Fonte: Adaptado de SOUZA, R. B. Estudo da retração em fibrocimento reforçado com fibra polimérica. São Paulo: Universidade de São Paulo, 6 jan. 2014.

3.7.3 Grau de carbonatação (GC)

O grau de carbonatação (GC) é um indicador que pode ser calculado por meio dos resultados obtidos em análises termogravimétricas. Estudos vem sendo realizados para quantificar os teores de CO_2 absorvido por uma matriz cimentícia, possibilitando estimar o grau de carbonatação (GC) que ocorre durante o processo de carbonatação. (MATSUSHITA; AONO; SHIBATA, 2000; TONOLI et al., 2019).

A quantidade de CO_2 absorvida pode ser determinada por análise termogravimétrica (TG) pela perda de massa em que ocorre na faixa de temperaturas de 550 a 1000°C, na qual ocorre a decomposição térmica dos carbonatos (KIM et al., 2013). É importante quantificar os carbonatos já existentes na matriz cimentícia provenientes do fíler do cimento e de adições de calcário para serem descontadas no cálculo da quantidade teórica dos carbonatos formados pela carbonatação. A quantidade calculada de CO_2 absorvida (%), multiplicada pela de massa residual (%) após a temperatura de 1000°C, pode ser expressa com base em não-voláteis. Os cálculos assumem que todo CaO, MgO, Na_2O e K_2O formado na matriz cimentícia reagem com o CO_2, formando carbonatos, com exceção do CaO combinado como $CaCO_3$ e sulfatos (HUNTZINGER et al., 2009; TONOLI et al., 2019). Alguns autores utilizaram esse indicador em fibrocimentos submetidos à carbonatação acelerada e obtiveram GC's em torno de 40% para exposições do fibrocimento em ambientes ricos em CO_2 (concentração em ambiente saturado de CO_2), à pressão atmosférica por período de 6 h (FILOMENO, 2018; TONOLI et al., 2019).

3.7.4 Difração de Raios X (DRX)

A difração de raios X (DRX) é uma técnica empregada para identificação das fases cristalinas de um material bem como sua composição mineralógica. Através de picos de intensidade dos feixes de raios X difratados pelos átomos ou íons é possível identificar as fases presentes no material (CALLISTER JÚNIOR, 2011). Pesquisadores utilizam utilizaram DRX para identificação de fases cristalinas em compósitos cimentícios e apresentam o difratograma para identificação das fases (MO; PANESAR, 2012; TONOLI et al., 2010a). De acordo com os resultados apresentados pelos autores, as fases cristalinas mais comuns presentes nas matrizes

cimentícias revelam o $Ca(OH)_2$ e o $CaCO_3$ em suas diferentes estruturas cristalinas (calcita, aragonita e vaterita). Durante a carbonatação fases de $Ca(OH)_2$ são consumidas devido às reações com o CO_2 dando origem as fases de $CaCO_3$, fazendo da técnica um meio eficiente de identificação da carbonatação e das fases formadas complementando os resultados obtidos pelas técnicas de termogravimetria e do indicador de grau de carbonatação.

3.7.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) possibilitam a visualização em escala micro e nanométrica da estrutura dos materiais. Adicionalmente, é possível identificar fases por meio de análises de espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDS) possibilitando a identificação de elementos presentes no material. A análise de imagens por meio de elétrons retroespalhados (BSE) permite a análise da estrutura e orientação cristalina da superfície da amostra. Tonoli et al. (2009) e Pizzol et al. (2014) estudaram a microestrutura de fibrocimentos carbonatados e observaram por meio de EDS e BSE as formações de carbonatos que podem ocorrer no lúmen (cavidade no interior) das fibras de celulose e no fechamento dos poros da matriz cimentícia.

3.7.6 Microtomografia de raios X (micro-CT)

A microtomografia de raios X é realizada por um microscópio de raios X 3D (microtomógrafo) e consiste na obtenção de um sequencial de várias imagens em camadas de um determinado volume do material em análise. As imagens obtidas por meio da varredura do material em várias camadas podem ser processadas por meio de software de análises de imagem montando uma figura em 3 dimensões (3D) em que é possível realizar a separação de fases por meio da diferença de densidade, número atômico dos elementos e energia dos raios X emitidos. Adicionalmente é possível quantificar e mensurar as estruturas e fases identificados pela técnica. Uma das limitações da microtomografia de raios X é impossibilidade de análise em escala nanométrica, ou seja, as estruturas como poros menores do que a escala micrométrica não detectadas. (PALOMBO, 2017).

3.8 Caracterizações físico-mecânicas aplicadas ao fibrocimento

3.8.1 Propriedades físicas

A avaliação das propriedades físicas permite a caracterização do fibrocimento e possibilita o entendimento da influência das variáveis estudadas. As normas técnicas NBR 15210-2 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016) e ASTM C 948 - 81 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS, 2016b) preconizam procedimentos para a avaliação da densidade aparente (DA), absorção de água (AA), porosidade aparente (PA) em corpos de prova (CP) retirados de telhas de fibrocimento para avaliação das propriedades físicas.

3.8.2 Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM)

A porosidade dos materiais é uma propriedade física que pode ser avaliada por meio de ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM). A técnica consiste em intrudir mercúrio gradativamente até atingir altas pressões (~415 MPa). Como o mercúrio não “molha” a maioria das superfícies e não penetra espontaneamente em poros por ação capilar, é necessário aplicar pressão para forçar a penetração nos poros do material em análise. A pressão equilibrada é inversamente proporcional ao tamanho dos poros. Pequenas pressões caracterizam poros em grandes tamanhos (escala milimétrica ou mais), enquanto pressões maiores são requeridas para forçar o mercúrio em poros pequenos podendo chegar à escala nanométrica. Santos et al. (2015) e Correia et al. (2018) fizeram uso desta técnica para avaliação da porosidade em compósitos de fibrocimento produzidos em laboratório e observaram a redução de porosidade capilar (faixa de 0,05 µm à 100 µm) devido à carbonatação acelerada. Como resultado do envelhecimento acelerado aplicado aos fibrocimentos estudados foram observados microfissuras compreendendo a faixa de poros entre 10 e 100 µm. As faixas de diâmetros de poros abaixo de 0,05 µm compreendem os poros relacionados ao gel de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) enquanto as faixas de diâmetros de poros acima de 100 µm compreendem os macroporos (SOUZA, 2014).

3.8.3 Retração por secagem

A retração por secagem pode ser definida como a redução volumétrica do compósito cimentício por conta da perda de água por evaporação pela exposição à um ambiente com umidade relativa menor do que a umidade da estrutura dos poros. Pela perda de água ocorre a variação da pressão capilar durante essa secagem proporcionando a diminuição volumétrica do compósito cimentício. Outros fatores como variação da tensão superficial de partículas coloidais, variação da pressão de desligamento e perda de água interlaminar do C-S-H do cimento fundamentam os principais mecanismos da retração por secagem conforme relatado em Souza (2014). As modificações na estrutura de poros do fibrocimento, como exemplo a precipitação de carbonatos nos poros da matriz cimentícia pela carbonatação acelerada (CA) influenciam na retração do compósito.

Este fenômeno foi amplamente estudado por Souza (2014), que utilizou técnicas de medição controlada para avaliação de retração por secagem para fibrocimentos submetidos à CA. Foi observado que pela primeira secagem do fibrocimento em um ambiente de 50% UR, o que pode ocorrer nas primeiras 1,5 h dos ensaios, equivale à perda de 10% de água em relação ao volume total de fibrocimento. Essa primeira secagem equivale à cerca de 28% do total de poros presentes no material e não reflete em retração por se tratar de poros maiores (mais de 2.33 µm de diâmetro) e são correspondentes à defeitos, fissuras classificadas como macroporos. A partir da primeira secagem, ocorre a secagem gradual dos poros menores (abaixo de 2,33 µm de diâmetro) que reflete em grande retração devido grande tensão capilar exercida por esses poros que são característicos de matrizes cimentícias. Foram observadas retrações da ordem de até 2,5 mm/m em fibrocimentos estudados contendo formulação similar à utilizada comercialmente.

3.8.4 Propriedades mecânicas

A avaliação de propriedades mecânicas é de grande relevância no estudo dos materiais possibilitando o dimensionamento do desempenho em concordância com a utilização do material em questão. Por meio dos ensaios mecânicos é possível obter as seguintes propriedades: o módulo de ruptura (MOR), que corresponde à máxima

tensão obtida na flexão; o limite de proporcionalidade (LOP), que é a maior tensão obtida na flexão no regime elástico, observado pelo trecho linear no gráfico tensão-deformação. O LOP no fibrocimento é uma propriedade inerente da matriz cimentícia e coincide com o surgimento da primeira fissura durante o ensaio de flexão; o módulo de elasticidade (MOE), que é calculado pelo coeficiente angular do trecho linear no gráfico tensão-deformação, representa a capacidade de deformação do material, ou seja, a tensão necessária para aproximar ou afastar os átomos constituintes da matéria; a energia específica (EE) que é a energia absorvida pelo compósito, pode ser calculada pela integral da curva tensão deformação (CALLISTER JÚNIOR, 2011).

Para o fibrocimento em formato de placa plana é recomendado o ensaio mecânico de flexão em 4 pontos recomendados pela Reunion Internationale des Laboratooires d’essais et des Recheches sur les Materiaux et les Constructions (RILEM, 1984). Ballesteros et al. (2019) avaliaram os compósitos de fibrocimentos produzidos em laboratório por meio de ensaios mecânicos de flexão em 4 pontos e constataram as melhorias no desempenho conferido aos compósitos pela carbonatação acelerada.

As telhas onduladas de fibrocimento possuem uma região plana entre as ondas (crista e cava). Nesta região, denominada flanco, é possível obter corpos de prova em dimensões apropriadas para os ensaios mecânicos propostos. Tonoli et al. (2019) utilizaram CPs retirados de flancos de telhas onduladas comerciais nas dimensões de 160 mm x 30 mm x 5 mm para avaliação de suas propriedades mecânicas. Os valores médios das propriedades mecânicas constatadas em telhas curadas ao ar em comparação às telhas curadas ao ar submetidas à carbonatação acelerada encontram se na Tabela 3.

Tabela 3 – Propriedades mecânicas em telhas onduladas de fibrocimento curadas ao ar avaliadas em flancos por flexão em 4 pontos com velocidade de carregamento de 5 mm/min.

Propriedade mecânica	**Telhas curadas ao ar**	**Telhas curadas ao ar + carbonatação acelerada**
MOR (MPa)	8,5	10,0
LOP (MPa)	4,0	6,5
MOE (GPa)	8,0	10,1
EE (kJ/m²)	9,5	9,4

Fonte: TONOLI, G. H. D. et al. Influence of the initial moisture content on the carbonation degree and performance of fiber-cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 215, n. Special Issue, p. 22–29, 2019.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Nesta seção são apresentadas as características das telhas de fibrocimento utilizadas para o estudo, os diferentes métodos de cura empregados e os detalhes das técnicas de caracterização escolhidas para avaliar as propriedades das telhas microestruturais, permeabilidade e físico-mecânicas das telhas.

4.1 Telhas onduladas de fibrocimento

Telhas onduladas de fibrocimento comerciais produzidas por processo Hatschek fornecidas da indústria Infibra S.A., Leme/SP, Brasil foram utilizadas para o presente estudo. As telhas do tipo P7 de acordo com a norma brasileira ABNT NBR 15210-1 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2014) ou classe C de acordo com a norma internacional BS EN 494:2004 (BRITISH STANDARD, 2007) foram fabricadas com o passo de corrugação de 177 mm, altura da onda 51 mm, dimensões 2440 mm de comprimento, 1100 mm de largura e 5 monocamadas totalizando uma espessura nominal de 6 mm. Após a formação da manta de fibrocimento com posterior conformação no formato ondulado, as telhas foram curadas inicialmente ao ar, conferindo a telha rigidez suficiente para o processo mecanizado de desforma. A coleta das telhas foi realizada de forma aleatória após a desforma. Uma quantidade de 20 telhas reforçadas com fibras poliméricas de polipropileno (PP), designadas (TPP), e 10 telhas reforçadas com fibras poliméricas de álcool polivinílico (PVA), designadas (TPVA), foram separadas e embaladas com filme de polietileno para manter as condições de teor de água (19,7 ± 1,6 %) na telha até a chegada ao Laboratório de Construções Rurais e Ambiência (Constrambi) FZEA/USP.

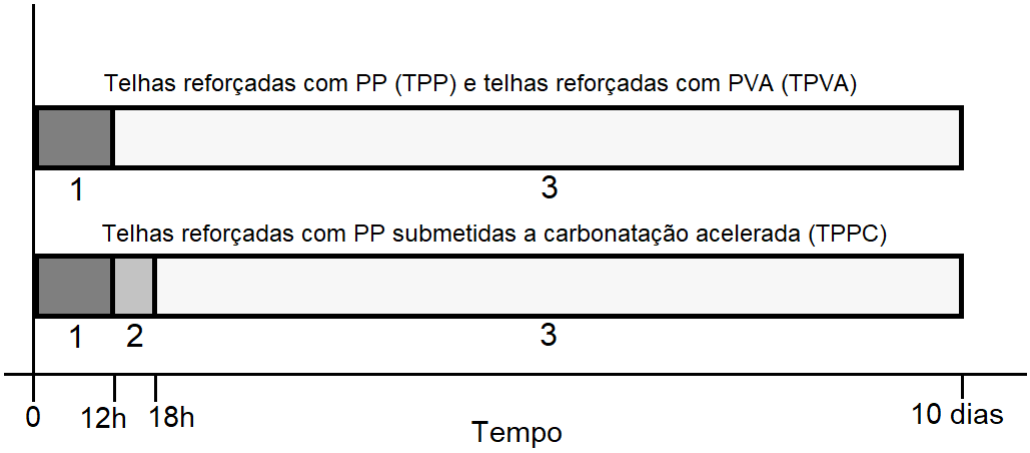
O tamanho das telhas foi reduzido por meio de corte com serra diamantada, utilizando água como fluido de corte, em dimensões de 900 mm de largura e 900 mm de comprimento. Foram separadas 10 telhas TPP e 10 telhas TPVA e submetidas à cura suplementar ao ar até o 10º dia de idade da telha para a realização dos ensaios de caracterização. As demais 10 telhas reforçadas com fibras poliméricas de PP, designadas agora TPPC, foram separadas para cura em ambiente rico em CO_2 no 1º dia de idade (carbonatação acelerada) com posterior cura suplementar ao ar até o 10º

dia de idade. As matérias-primas utilizadas para a fabricação das telhas foram o cimento, calcário, fibras de celulose e as fibras poliméricas (PP ou PVA). Essas matérias-primas são amplamente utilizadas pelas indústrias que fabricam produtos com o fibrocimento.

4.2 Etapas de cura das telhas de fibrocimento

A Figura 9 apresenta as etapas de cura das telhas de fibrocimento. 1) A cura inicial ao ar ocorreu no túnel de cura na indústria por aproximadamente 12 h para todas as telhas. 2) A cura em ambiente rico com CO_2 (carbonatação acelerada) aplicada para as telhas reforçadas com fibras de PP (TPPC) ocorreu por 6 h. 3) A cura suplementar ao ar foi aplicada em todas as telhas até atingirem o 10º dia de idade.

Figura 9 – Etapas de cura aplicadas às telhas de fibrocimento. 1 Cura inicial em túnel na indústria; 2 Cura com carbonatação acelerada; 3 Cura suplementar ao ar



Fonte: Própria autoria

4.2.1 Cura inicial ao ar em túnel

Após a conformação da manta de fibrocimento no formato ondulado gerando a telha de fibrocimento, a cura inicial ao ar em túnel na indústria foi aplicada por aproximadamente 12 h, em temperatura média de 65°C e umidade relativa (UR) próxima a 100%. A pilha de telhas foi envolta em filme de polietileno para conservação do teor de água das telhas durante esta etapa.

4.2.2 Cura em ambiente rico em CO_2 (carbonatação acelerada)

A cura em ambiente rico em CO_2, denominada carbonatação acelerada (CA), foi aplicada em telhas reforçadas com fibras poliméricas de PP, denominadas TPPC. A CA foi realizada no 1º dia de idade das telhas em uma câmara climática com controle de temperatura e umidade da marca Espec, modelo EPL – 4H (USA), com volume interno de 1 m³. O sistema de injeção de CO_2 (100% de pureza, distribuído por Air Liquide Brasil Ltda.) na câmara foi feito por meio de um dispositivo que permitiu a inserção constante do gás para o interior da câmara. Embora não seja possível medir essa concentração de CO_2 com os instrumentos da câmara (limitados à 20%), inferiu-se que todo o ar atmosférico foi expulso do interior da câmara pelo CO_2 constantemente injetado conferindo uma atmosfera com ~100% de CO_2 a 101,325 kPa (valor teórico) de pressão. A pressão atmosférica no laboratório Constrambi (Pirassununga/SP) permanece em torno de 96 kPa. Os parâmetros da CA encontram-se na Tabela 4 e foram escolhidos de acordo com os resultados obtidos em Filomeno (2018). A Figura 10 mostra disposição das telhas dentro da câmara climática para o início da CA. Inicialmente, as telhas foram mantidas por 30 min em condições de 60°C e 60% UR sem injeção de CO_2 para estabilização da umidade proveniente do corte. Corpos de provas homólogos foram acondicionados no interior da câmara para avaliação da umidade inicial das telhas submetidas à CA.

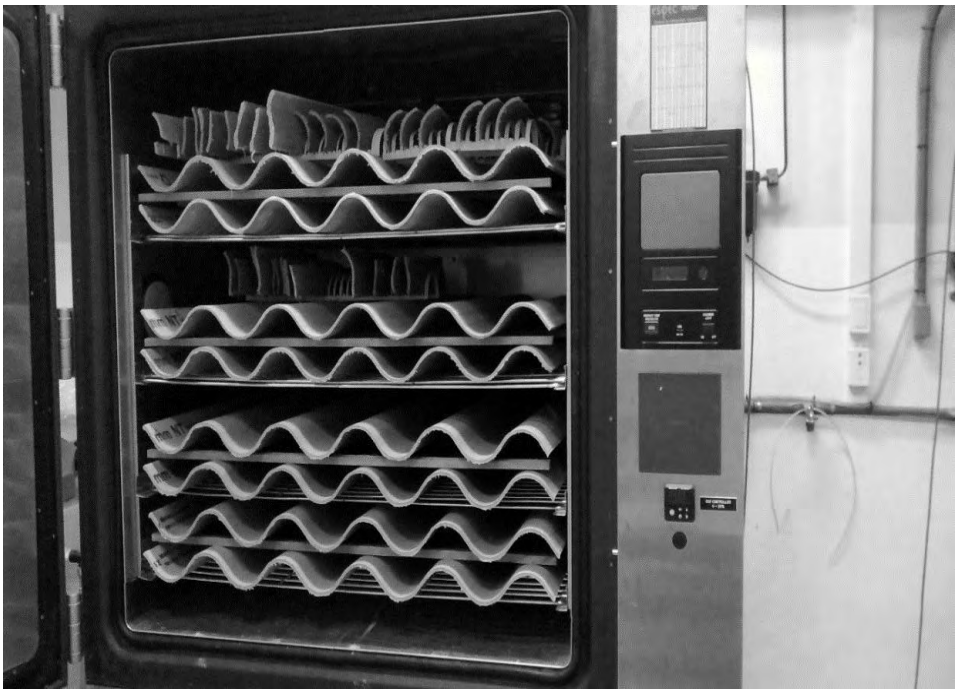
Tabela 4 – Dados dos corpos de provas e parâmetros de ajuste em câmara climática para carbonatação acelerada.

Parâmetro	Valor
Tempo	6 h
Temperatura	60°C
Umidade relativa	60%
Concentração de CO_2	~ 100 %
Pressão (atmosférica)[1]	~ 96 kPa

[1]A pressão atmosférica no Laboratório de Construções Rurais em Ambiência (FZEA/USP) Pirassununga/SP mantém se em média a 96 kPa.

Fonte: Própria autoria

Figura 10 - Telhas dispostas na câmara climática Espec, para início da cura em ambiente rico em CO_2 (carbonatação acelerada)



Fonte: Própria autoria

O teor de água das telhas, avaliado por 12 corpos de provas de aproximadamente 70 mm x 70 mm, antes do início da CA foi de 19,7 ± 1,6 %, enquanto o teor de água após 6 h de CA foi de 6,0 ± 0,2 %. Após a CA as telhas foram submetidas a cura suplementar ao ar até o 10º dia de idade.

4.2.3 Cura suplementar ao ar

As telhas selecionadas para cura suplementar ao ar (TPP e TPVA) foram previamente imersas em água com pH em torno de 7 por aproximadamente 5 min. As telhas TPPC após submetidas à CA também foram imersas em água (pH 7 por 5 min) previamente à cura suplementar ao ar. O teor de água adquirido pelas telhas garante a hidratação do cimento de forma homogênea durante o processo de cura suplementar. Em seguida as telhas foram embaladas em filme de polietileno para preservar as condições de umidade e mantidas em temperatura ambiente (~ 25°C) até o 10º dia de idade. O teor de água avaliado no 10º dia das telhas em TPP foi de 24,9 % (m/m), em TPVA foi de 21,5 % (m/m) e em TPPC foi de 15,4 % (m/m). A Figura

11 mostra as telhas embaladas em filme de polietileno durante a cura suplementar ao ar no Laboratório Constrambi.

Figura 11 - Telhas embaladas em filme de polietileno durante a cura suplementar ao ar

Fonte: Própria autoria

4.3 Análise microestrutural

4.3.1 Determinação do pH da matriz e aplicação de fenolftaleína

O pH das matrizes foi determinado por meio de medidor de pH digital marca Digimed modelo DM-23 (Brasil). Amostras das telhas foram trituradas em moinho almofariz/pistilo marca Marconi, modelo MA 590 (Brasil), por 10 min. Foi preparada uma solução de 10% (m/m) da matriz triturada em água deionizada e medido o pH sob leve agitação da solução.

A solução de fenolftaleína é um indicador visual de fácil aplicação para verificação da carbonatação em compósitos cimentícios. A aplicação de solução de 2% (m/m) de fenolftaleína em álcool etílico P.A. foi feita por meio de um borrifador em pequenos retalhos fraturados das telhas. Os retalhos foram fraturados manualmente para evitar que a seção transversal fraturada fosse contaminada e ocorrer influências

no teste. A solução de fenolftaleína em álcool etílico apresenta coloração púrpura quando em contato com meios alcalinos. Seu ponto de viragem é em torno do pH 8,2 e 10. A matriz cimentícia apresenta um pH em torno de 13, pela presença do $Ca(OH)_2$, porém ao acontecer a carbonatação, o $Ca(OH)_2$ reage com o H_2CO_3 formando $CaCO_3$, consequentemente o pH da matriz diminui. Os valores de pH medidos apresentam-se na ordem de 9. Devido à ausência na literatura de estudos que tenham obtido graus de carbonatação de 100% de acordo com o indicador utilizado neste estudo, não é possível inferir pelo pH da matriz valores quantitativos de carbonatação.

4.3.2 Termogravimetria (TG) e grau de carbonatação (GC)

Fragmentos de amostras dos flancos das telhas aos 10 dias de idade foram imersas em álcool isopropílico P.A. por 24 h e em seguida secas em estufa com ventilação de ar a 60°C por 24 h para interrupção da hidratação do cimento. Os fragmentos foram triturados em moinho almofariz/pistilo marca Marconi, modelo MA 590 (Brasil), por 20 min e em seguida peneirados (abertura da peneira 600 µm) para evitar aglomerações. Todo material foi passado pela peneira, garantindo que nenhuma fase fosse perdida durante este processo. O pó obtido de cada amostra foi conservado em cápsulas Eppendorf Tubes®, envolto em saco plástico à vácuo com 5 g de sílica gel para inibir a umidade do ambiente externo. Esta embalagem por sua vez foi envolta em saco plástico selado com 5 g de cal sodada granulada (absorvente de CO_2) da marca Dinâmica Química Contemporânea Ltda, para evitar que o CO_2 do ambiente carbonatasse naturalmente as amostras.

Os ensaios de termogravimetria (TG) foram realizados no Laboratório de Microestrutura e Ecoeficiência de Materiais (LME) do Departamento de Engenharia de Construção Civil da Escola Politécnica - USP em uma balança termogravimétrica marca Netzsch modelo STA 409 PG Luxx (Alemanha), com fluxo de N_2 a 50 mL/min e taxa de aquecimento de 10°C/min até 1000°C.

A quantidade de CO_2 absorvida foi determinada pela perda de massa entre 550°C e 1000°C, que é a faixa de temperatura de decomposição térmica dos carbonatos. Os valores obtidos nesta faixa de temperaturas foram em seguida multiplicados pela massa residual após 1000°C. Os valores resultantes são

determinados em base não volátil e expressos em porcentagem (TONOLI et al., 2019). Os carbonatos já presentes no fibrocimento, provenientes do cimento e do calcário, foram deduzidos e o GC foi determinado por meio da Equação 12 (MATSUSHITA; AONO; SHIBATA, 2000).

$$GC = \frac{(C - C_o)}{(C_{max} - C_o)} \times 100 \tag{12}$$

em que C_{max} é o CO_2 necessário para reagir com os óxidos disponíveis no cimento, formando o $CaCO_3$. C é a quantidade de CO_2 presente nas telhas carbonatadas (TPPC) e C_0 é a quantidade de CO_2 nas telhas não carbonatadas (TPP) A determinação do C_{max} é feito por meio da Equação 13 (HUNTZINGER et al., 2009).

$$C_{max} = 0.785 \times (CaO - 0.56 \times Ca(CO_3) - 0.7 \times SO_3) + 1.091 \times MgO + 0.71 \times Na_2O + 0.468 \times K_2O \tag{13}$$

A Equação 13 assume que todo o Na_2O, CaO, K_2O e MgO formados ou presentes na matriz cimentícia reagem com o CO_2, formando carbonatos (HUNTZINGER et al., 2009), com exceção da quantidade de CaO combinada como $CaCO_3$ já presentes e dos sulfatos (TONOLI et al., 2019).

4.3.3 Difração de raios X (DRX)

A metodologia de preparação das amostras das telhas para DRX foi similar ao apresentado para TG (item 4.3.2). Os ensaios de DRX foram realizados no Laboratório Multiusuário do Departamento de Engenharia de Biossistemas (ZEB) da FZEA – USP em um difratômetro da marca Rigaku modelo Miniflex 600 (Japão), com radiação CuKα gerado por voltagem de 40 kV, 30 mA, velocidade de 2°/min em passo de 0,02° e na faixa angular 2θ de 5 a 75°.

4.3.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Amostras dos flancos das telhas foram cortadas em cubos de 6 mm de aresta. O corte foi feito por meio de máquina de corte da marca Struers, modelo Miniton (USA), com disco diamantado a 200 rpm, força de 1 N e utilizando como fluido de corte álcool isopropílico. Em seguida as amostras foram limpas por meio de ultrassom e mantidas em álcool isopropílico por cerca de 24 h com posterior secagem em estufa a 60°C por 24 h para interrupção da hidratação do cimento. Uma vez secas as amostras foram embutidas em resina epóxi com aplicação de vácuo por 5 min a - 0,5 bar para retirada de bolhas de ar. As amostras foram entregues no Laboratório de Caracterização Tecnológica (LCT) da Escola Politécnica (USP) onde foram lixadas por 5 min em 3 diferentes lixas de carbeto de silício (granas 220, 500 e 1200 nesta ordem) lubrificadas com querosene desodorizado em politriz da marca Struers, modelo TegraPol-11 (Dinamarca), e em seguida polidas em tecido de polimento com suspensões de diamante com as granulometrias 6 µm (10 min), 3 µm (20 min) e 1 µm (30 min) diluídas em querosene desodorizado e com realização limpeza em ultrassom em banho com álcool isopropílico por 10 min entre o polimento em uma suspensão e outra. (SAVASTANO JÚNIOR; WARDEN; COUTTS, 2005). Ao final do polimento as amostras embutidas foram recobertas com carbono utilizando o metalizador da marca Bal-Tec modelo SCD-050 (USA).

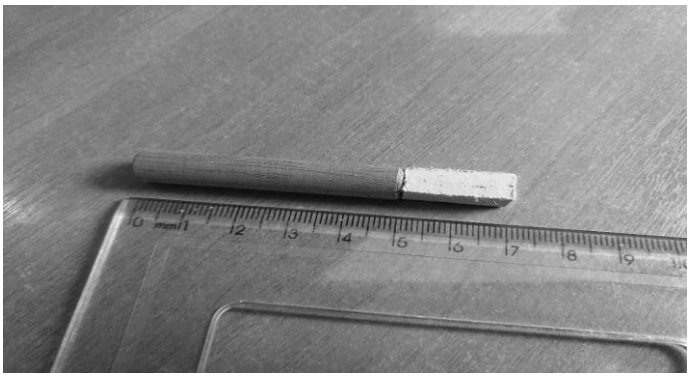
Micrografias foram obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em um microscópio eletrônico da marca FEI, modelo Quanta 660 FEG (USA), utilizando detector de difração de elétrons retroespalhados (EBSD). O detector de EDS utilizado foi de tecnologia SDD, da marca Bruker, modelo Xflash Quantax 400 (USA) e software analisador Esprit fornecido pela empresa Bruker. Todas as micrografias e análises foram feitas no LCT.

4.3.5 Microtomografia de raios X (micro-CT)

A microtomografia de raios X (micro-CT) foi aplicada para análise microestrutural da região dos flancos das telhas para análises semi-quantitativas de identificação da distribuição de poros e defeitos presentes nos corpos de prova retirados de flancos das telhas.

Os CPs para micro-CT foram preparados conforme a mesma metodologia de corte e interrupção da hidratação para os ensaios de MEV (item 4.3.4), porém nas dimensões de 20 mm x 6 mm x 6 mm. Uma haste de madeira foi colada com cola epóxi em sua extremidade para possibilitar o acoplamento do CP no mandril do microscópio de raios X 3D (microtomógrafo). A embalagem para transporte foi similar a metodologia de termogravimetria (item 4.3.2) com sílica gel e cal sodada. As amostras foram enviadas ao LCT onde foram feitas as análises. A Figura 12 mostra o corpo de provas preparado para a obtenção das imagens.

Figura 12 - Corpo de prova utilizado para a obtenção das imagens por microtomografia de raios X



Fonte: Própria autoria

As imagens foram obtidas em um microscópio de raios X 3D marca Zeiss modelo Xradia Versa 510-XRM (Alemanha). Os parâmetros de campo de visão (FOV) foram ajustados para 50 µm com tamanho de pixel de 5 µm. Foram obtidas 1000 imagens da seção do CP para compor a imagem final em 3 dimensões (3D) por meio do software de análises Avizo 9® (Thermo Fisher Scientific). O software distingue as fases nas imagens pela diferença de tonalidade de cinza que por sua vez é diferenciada na imagem formada pela incidência dos raios X nos elementos de diferentes densidades encontrados na amostra.

4.4 Análises de permeabilidade

4.4.1 Permeabilidade a água conforme normas técnicas

O ensaio de permeabilidade a água foi realizado segundo as normas brasileira NBR 15210-2 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016) e internacionais ASTM C 1185 - 03 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS, 2016a) e BS EN 494:2004 (BRITISH STANDARD, 2007) e consistem em acumular sobre a telha uma determinada quantidade de água 2 cm acima da crista da telha. A observação da superfície inferior é feita durante 24 h para avaliação do aparecimento de manchas de água e gotejamento. É importante ressaltar que, em termos de controle de qualidade das indústrias de fibrocimento, as normas estabelecem que manchas de água são aceitáveis e desde que não haja gotejamento a telha está aprovada no ensaio. A Figura 13 mostra a execução do ensaio realizado no Laboratório de Construções Rurais e Ambiência da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA-USP).

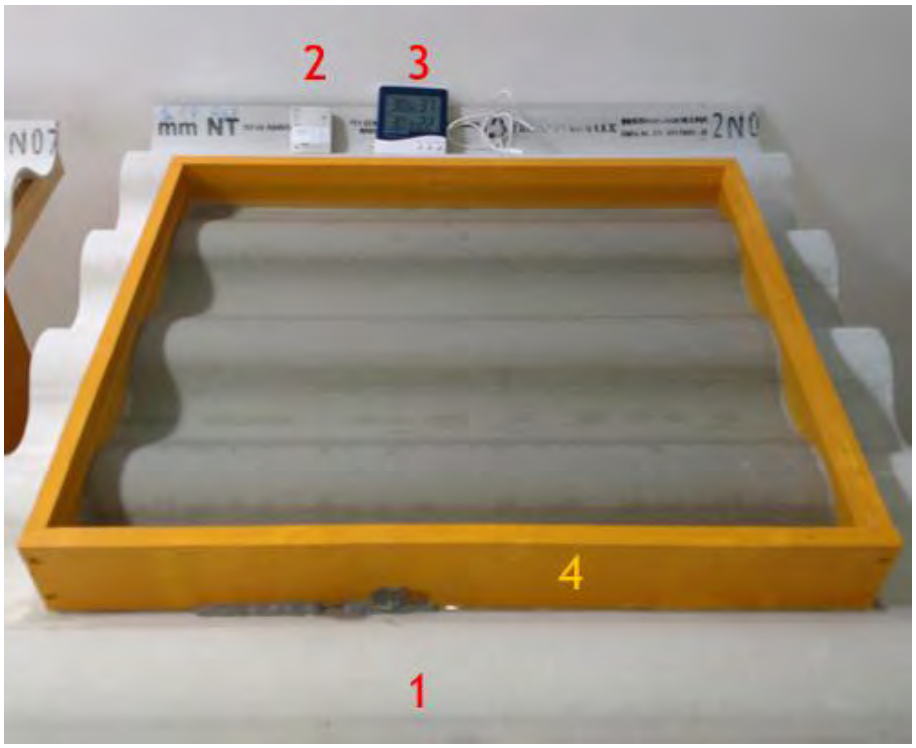
Figura 13 - Execução do ensaio de permeabilidade a água realizada no Laboratório de Construções Rurais e Ambiência da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA/USP)

Fonte: Própria autoria

As telhas submetidas ao ensaio foram primeiramente dispostas em câmara climática da marca Espec, modelo EPL – 4H (USA), com temperatura de 25°C e 50% UR, para a estabilização da umidade presente na telha. Antes do início do ensaio, a umidade das telhas foi aferida por meio da retirada de CPs provenientes dos cantos das telhas e apresentaram um teor de água em torno de 6%.

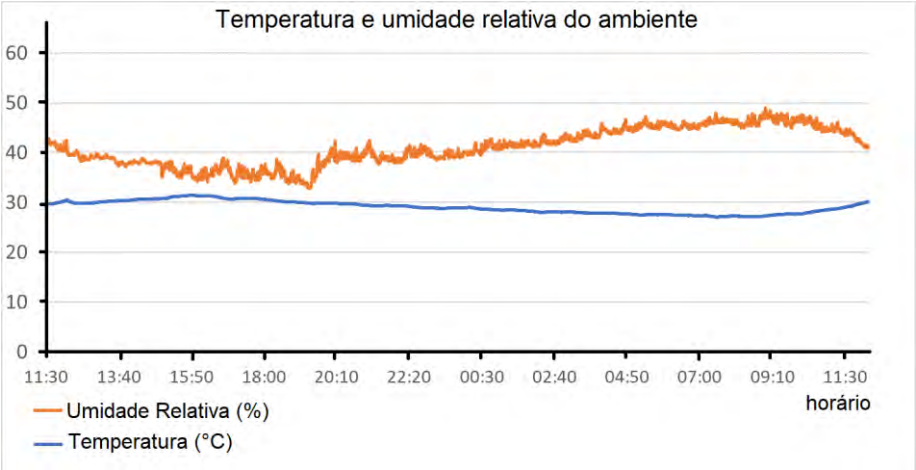
As caixas medindo internamente 530 mm de largura por 660 mm de comprimento e 40 mm de altura (acima da crista da telha) foram construídas com madeira de espessura de 20 mm e impermeabilizadas com esmalte sintético da marca Rural. As caixas foram fixadas nas telhas utilizando cola de silicone acético da marca Tekbond. A Figura 14 mostra a disposição da caixa sobre a telha e um registrador *data logger* da marca Hobo que foi mantido junto às telhas durante o ensaio para o registro da temperatura e da UR do ambiente. O gráfico com a temperatura e a UR registrados durante o ensaio é mostrado na Figura 15. Para a análise das superfícies inferiores das telhas foram registradas imagens digitais em intervalos de 1 em 1 h durante as primeiras 8 h de ensaio e ao completar 24 h de ensaio.

Figura 14 – Caixa de madeira sobre a telha para o ensaio de permeabilidade a água. 1 – Telha ondulada de fibrocimento; 2 - Registrador data logger; 3 – Registrador em tempo real de umidade e temperatura; 4 – Caixa de madeira.



Fonte: Própria autoria

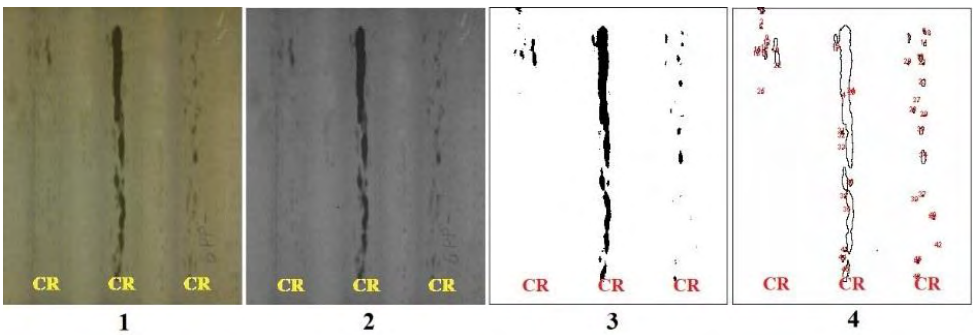
Figura 15 - Evolução da temperatura e umidade relativa do ambiente durante o ensaio de permeabilidade a água



Fonte: Própria autoria

Para a análise das imagens das superfícies inferiores das telhas foi utilizado o software ImageJ. Com o auxílio do software, foi possível quantificar a porcentagem da área úmida (AU) nos determinados momentos dados o registro das imagens. Primeiramente, as imagens foram ajustadas para a área conhecida correspondente às caixas (530 mm x 660 mm). A binarização em 8 bits (preto e branco) foi aplicada as imagens e em seguida, por meio da separação ao limiar dos diferentes tons de cinza, foram separadas as regiões da telha com AU e de área seca. Em seguida, o cálculo da AU foi obtido pela proporção da dimensão real e pelos pixels. Os resultados foram expressos pela razão da área total por AU, expressa em porcentagem. A Figura 16 descreve os passos do processo de quantificação.

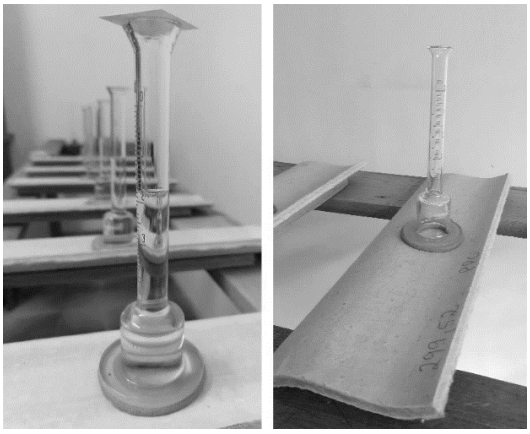
Figura 16 - Etapas do processamento de imagens pelo software Image J. 1 - Corte de imagem do original (tamanho de 304 x 378 pixels); 2 - Binarização da imagem (8 bits, preto e branco); 3 - Limiarização da cor (áreas escuras representam a área umedecida); 4 - determinação da área total umedecida pela soma das áreas parciais.



Fonte: Própria autoria

O ensaio de permeabilidade por tubos Karsten, conforme mostrado na Figura 17, foi realizado em paralelo, para quantificar a água absorvida em flancos das telhas. Os tubos foram acoplados por meio de massa de vedação cinza sobre CPs em tamanho reduzido (300 mm x 150) de flancos das telhas. Os CPs foram dispostos em câmara climática da marca Espec, modelo EPL – 4H (USA), com temperatura de 25°C e 50% UR, para a estabilização da umidade antes do início do teste. Um pedaço de cartão foi utilizado sobre topo dos tubos para minimizar a evaporação de água durante o ensaio. A avaliação da quantidade de água absorvida foi feita por meio da escala graduada do tubo Karsten em intervalos de tempo iguais ao do ensaio de permeabilidade proposto pelas normas. Reposições de água foram feitas durante o ensaio, mas consideradas nos cálculos de absorção total no final do período de 24 h.

Figura 17 - Tubos Karsten acoplados aos CPs de flancos das telhas

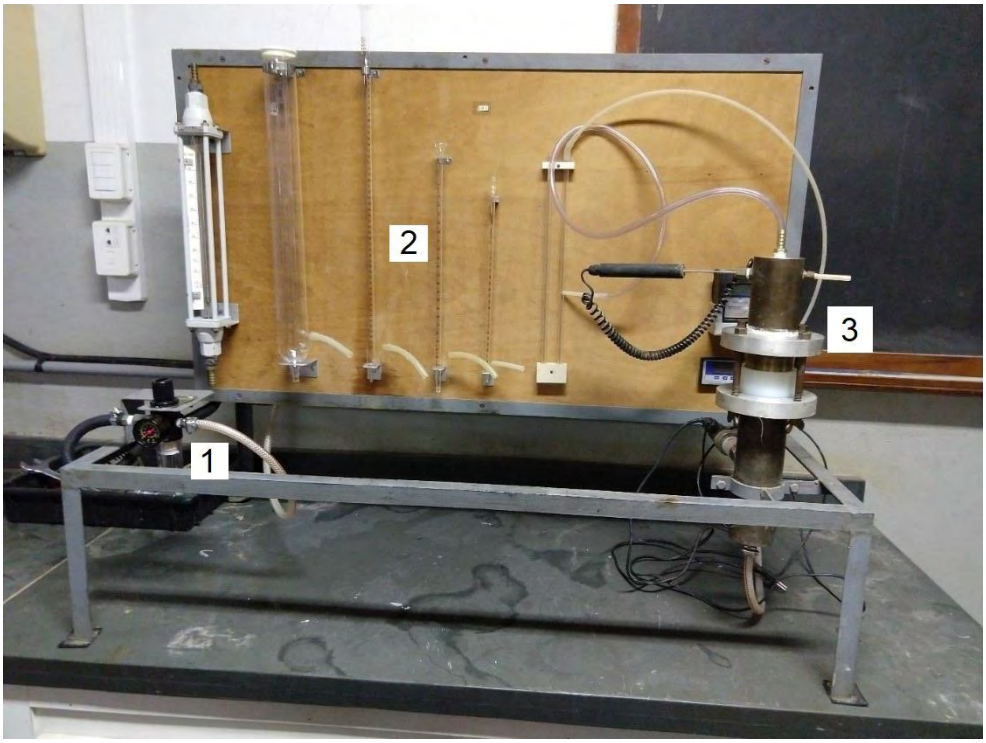


Fonte: Própria autoria

4.4.2 Permeabilidade ao ar com escoamento em regime permanente

Os ensaios preliminares de permeabilidade ao ar em flancos de telhas foram feitos no Laboratório de Química da UNAERP, Ribeirão Preto/SP em um equipamento desenvolvido para medições de permeabilidade em meios porosos denominado permeâmetro. Estes ensaios preliminares foram determinantes para os ajustes necessários das pressões a serem utilizadas no equipamento com o fibrocimento e para um avanço na curva de aprendizagem da técnica, para que esta pudesse ser reproduzida no permeâmetro mostrado na Figura 18, localizado no Laboratório de Construções Rurais e Ambiência na FZEA – USP.

Figura 18 – Permeâmetro montado no Laboratório de Construções Rurais e Ambiência, FZEA/USP Pirassununga/SP, para ensaios de permeabilidade. 1) Regulador de pressão; 2) medidores de vazão; 3) porta-corpo de prova

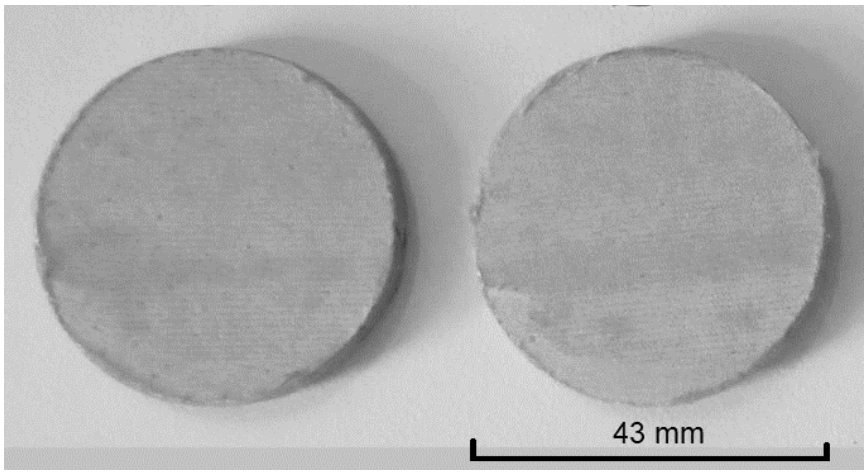


Fonte: Própria autoria

A metodologia de obtenção dos CPs de flancos de telhas tanto para a realização dos ensaios preliminares de permeabilidade quanto para os demais foi similar. Estes CPs foram cortados dos flancos das telhas aos 10 dias com serra copo diamantada no diâmetro de 45 mm, em 500 rpm, utilizando como fluido de corte a água. A Figura 19 mostra dois CPs preparados para o ensaio de permeabilidade ao ar com escoamento em regime permanente. As amostras foram previamente secas em estufa com ventilação de ar a 60°C por 30 mim para perda do excesso de água absorvido durante o corte. Em seguida as amostras foram imersas em álcool isopropílico por 24 horas para interrupção da hidratação do cimento e dispostas em estufa com ventilação a ar a 60°C para secagem por 24 h. Foi aplicado na borda dos CPs uma camada de cola de silicone para evitar que durante o ensaio ocorresse vazamento lateral de ar entre as monocamadas do fibrocimento. Dessa forma garantiu-se que o fluido (ar) permeou pela amostra apenas na direção perpendicular à sua espessura. A embalagem para evitar hidratação do cimento e a carbonatação

natural foi similar à das capsulas para ensaios de TG (item 4.3.2) para que as amostras ficassem conservadas até o momento dos ensaios.

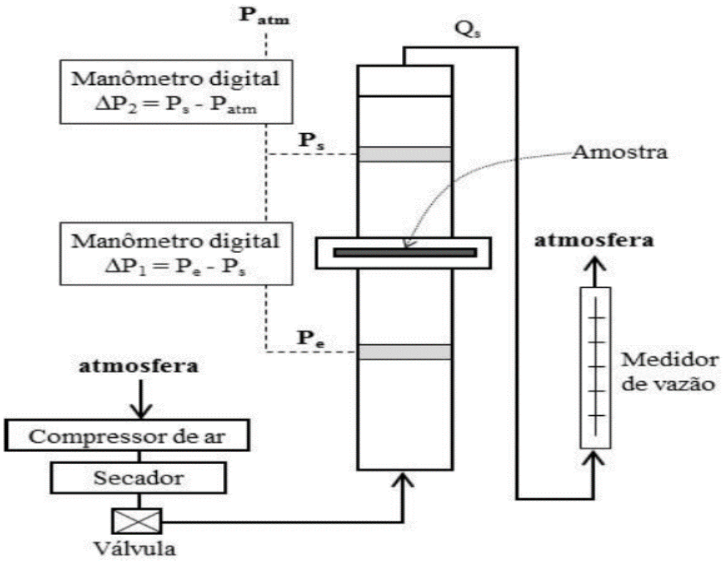
Figura 19 – Corpos de prova em formato de disco retirados do flanco de telhas onduladas preparados para o ensaio de permeabilidade ao ar com escoamento em regime permanente



Fonte: Própria autoria

O permeâmetro a ar, representado esquematicamente na Figura 20 (INNOCENTINI et al., 2001), constitui-se um porta-amostra entre duas câmaras nas quais é avaliada as condições de pressão do fluido (ar). Uma das câmaras é a de entrada e recebe o ar proveniente de um compressor previamente seco por meio de um secador contendo sílica gel. Um regulador de pressão possibilita o ajuste da pressão de entrada desejada. Desta maneira o fluido é forçado a permear pelo CP que fica preso entre anéis de borracha macia no porta-CP. O fluido então na câmara de saída tem sua pressão avaliada e por meio de uma mangueira de borracha é conduzido até o instrumento de medição de vazão. Neste permeâmetro um conjunto de tubos de vidro graduados fazem a função de instrumento de medida da vazão, também chamados bolhômetros. Uma bolha de sabão é produzida em sua base e o tempo para a bolha percorrer através do tubo graduado é medido, obtendo se assim a vazão do fluido. Em casos para maiores vazões pode ser também utilizado o rotâmetro, porém para o fibrocimento o mais adequado foram os bolhômetros de graduados de 10 e 5 ml.

Figura 20 - Diagrama esquemático do permeâmetro a ar. (p_{atm}) é a pressão atmosférica no momento da realização do ensaio, (p_e) é a pressão de entrada, (p_s) é a pressão de saída e (Q_s) é a vazão de saída do fluido



Fonte: INNOCENTINI, M. D. M. et al. Permeabilidade de concretos refratários multifuncionais. Cerâmica, v. 47, n. 301, p. 34–39, mar. 2001.

Os dados provenientes do permeâmetro são calculados por meio da equação de Forchheimer (Equação 11) para fluidos compressíveis e assim obtidos os coeficientes de permeabilidade Darciano (k_1) e não-Darciano (k_2) (CARDOSO et al., 2003).

$$\frac{p_e^2 - p_s^2}{2pL} = \frac{\mu}{k_1} v_s + \frac{\rho}{k_2} v_s^2 \qquad (11)$$

em que p_e e p_s são as pressões absolutas de ar nas câmaras de entrada e saída respectivamente, L é a espessura do CP, ρ e μ são respectivamente a densidade e a viscosidade do ar calculada para a temperatura T_o (~ 30 ° C) e $p_o = P_{atm}$ (96,5 kPa). v_s é a velocidade do ar superficial, calculada por $v_s = Q_o/A$, onde Q_o é a taxa de fluxo de ar volumétrica medida na câmara de saída e A é a área do CP submetida ao fluxo de ar (A = 483,05 mm²). Os coeficientes de permeabilidade k_1 e k_2 estabelecem uma dependência linear entre a queda de pressão e a velocidade do fluido. Estes coeficientes incorporam apenas características estruturais do meio poroso. Portanto,

k_1 e k_2 são considerados constantes, independentemente do fluido ou condições (INNOCENTINI et al., 2009; INNOCENTINI; SEPULVEDA; ORTEGA, 2005). É importante observar que k_1 é expresso em dimensões de área (m²) enquanto k_2 é expresso em dimensões de comprimento (m) para manter a Equação (7) dimensionalmente coerente (INNOCENTINI et al., 2013, 2019).

4.5 Análises físico-mecânicas

4.5.1 Ensaios físicos

Os ensaios físicos, com base no princípio de Arquimedes, foram realizados para determinar a densidade aparente (DA), a absorção de água (AA) e a porosidade aparente (PA), conforme a norma ASTM C 948 - 81 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS, 2016b).

Primeiramente, 12 corpos de prova (CPs) retirados de cada uma das condições (TPP, TPPC e TPVA) em dimensões aproximadas de 70 mm x 70 mm foram imersos em água por 24 h. A massa imersa (m_i) foi então determinada ainda em imersão em água em balança da marca Ohaus, modelo Adventurer (China), com precisão de 0,01 g. Em seguida, os CPs foram secos superficialmente com pano limpo para retirada da água superficial, obtendo-se assim a massa saturada em água (m_{sa}). Os CPs foram então mantidos em estufa com circulação de ar, marca Nova Ética, modelo 400/5ND, (Brasil), a uma temperatura de 105°C por 24 h. Finalmente, as massas secas (m_s) dos CPs foram determinadas. As Equações 14, 15 e 16 foram utilizadas para os cálculos da DA, AA e PA respectivamente.

$$DA = \left(\frac{m_s}{m_{sa} - m_i}\right) \times \rho \tag{14}$$

$$AA = \left(\frac{m_{sa} - m_s}{m_s}\right) \times 100 \tag{15}$$

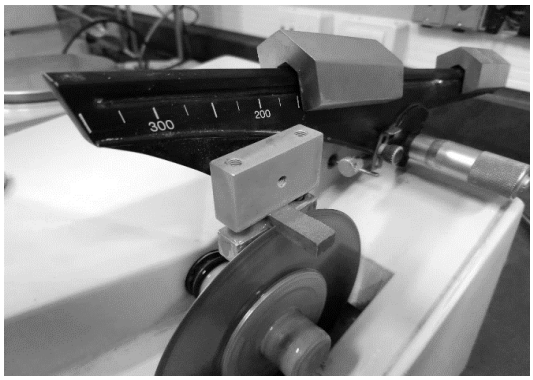
$$PA = \left(\frac{m_{sa} - m_s}{m_{sa} - m_i}\right) \times 100 \tag{16}$$

em que: m_{sa}: massa saturada em água (g); m_s: massa seca (g); m_i: massa imersa em água (g); ρ = densidade da água (g/cm^3).

4.5.2 Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM)

A análise de porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM) foi realizada no Instituto de Física de São Carlos (IFSC-USP). Os CPs foram retirados dos flancos das telhas nas dimensões de 20 mm x 10 mm x 6 mm, com cerca de 2 g cada. O corte foi feito por meio de máquina de corte da marca Struers, modelo Miniton (USA), com disco diamantado a 200 rpm, força de 1 N e utilizando como fluido de corte álcool isopropílico. A Figura 21 apresenta um CP em fase de corte. Em seguida as amostras foram limpas por meio de ultrassom e mantidas em álcool isopropílico por cerca de 24 h com posterior secagem em estufa a 60°C por 24 h para interrupção da hidratação do cimento.

Figura 21 - Corte de corpo de prova para realização de ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM).



Fonte: Própria autoria

A PIM foi realizada em um equipamento da marca Micromeritics, modelo Poresizer 9310 (USA), com pressões absolutas de operação de até 203.4 MPa. Considerou-se a tensão superficial do mercúrio de 0,495 g/cm², a densidade de 13,5335 g/cm³ e o ângulo contato de 130°. O tempo de equilíbrio tanto em baixas como em altas pressões foi de 10 s.

A técnica consiste em aplicar o mercúrio a altas pressões em uma pequena câmara contendo o CP. O mercúrio à altas pressões é forçado a penetrar nos poros do corpo de prova. Através da análise dos resultados que o equipamento oferece é

possível inferir informações sobre o percentual de porosidade do material em volume e conhecer a distribuição dos tamanhos de poros. Com a PIM é possível caracterizar poros em escala macro, micro e nanométrica (PALOMBO, 2017).

4.5.3 Retração por secagem

Os ensaios de retração por secagem foram realizados em CPs nas dimensões de 160 mm x 30 mm x 6 mm retirados dos flancos (região plana entre a crista e a cava) das telhas aos 10 dias de idade. Discos de aço inox com encaixe côncavo foram colados com cola epóxi nas extremidades dos CPs para garantir o mínimo de variação no ponto de contato com os pinos do relógio comparador e do suporte. Um relógio comparador digital da marca Mitutoyo, (Japão), com precisão de 1 µm foi utilizado para as medições. A Figura 22 mostra os detalhes do CP e do equipamento de medição da retração por secagem. É importante ressaltar que mesmo durante a colagem do discos metálicos os CPs foram mantidos em água para não sofrerem a primeira secagem. Para o início do ensaio, os CPs permaneceram imersos em água durante 24 h antes e uma primeira medida de referência foi aferida.

Figura 22 – Equipamento para medição dos corpos de prova em retração por secagem. 1 - corpo de prova; 2 - relógio comparador digital com precisão de 1 µm; 3 – Termo-higrômetro para acompanhamento da temperatura e umidade relativa durante a medição; 4 – suporte de sustentação do equipamento.

Fonte: Própria autoria

A primeira medição foi feita com os CPs saturados em água, sendo esta medida a referência para o cálculo da retração durante a secagem por meio da equação 17. Em seguida os CPs foram dispostos na câmara climática da marca Espec, modelo EPL – 4H (USA), com os parâmetros ajustados em 23°C e 50% UR e diariamente foram feitas medições para verificação da variação no comprimento devido à retração por secagem do fibrocimento durante 7 dias.

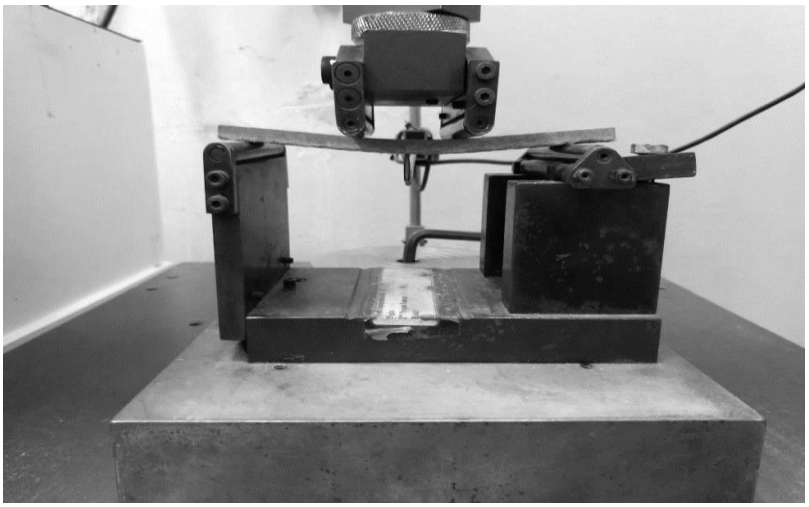
$$R_{sec} = \frac{C_i - C_m}{C_i} \qquad (17)$$

em que: R_{sec} é a retração por secagem em mm/m; C_i é o comprimento inicial (referência) em mm, medido no dia 0 em com CP em estado de saturação em água; C_m é a medição diária em mm, feita durante a permanência do CPs em câmara climática. O valor de C_i foi de 0,16 m e corresponde ao comprimento do CP medido em m.

4.5.4 Ensaios mecânicos

Os ensaios de flexão foram realizados em CPs nas dimensões de 160 mm x 30 mm x 6 mm retirados dos flancos (região plana entre a crista e a cava) das telhas aos 10 dias de idade. Foi utilizada uma máquina universal para ensaios mecânicos da marca Emic, modelo DL 30000 (Brasil), equipada com célula de carga de 1 kN, deflectômetro para medição da deformação e acessórios para ensaio de flexão com apoio em 4 pontos. Conforme preconiza o procedimento experimental do Comité Técnico RILEM 49TFR (RILEM, 1984), a distância utilizada entre apoios inferiores foi de135 mm, a distância utilizada entre apoios superiores de 45 mm e a velocidade de carregamento de 5 mm/min. As amostras permaneceram imersas em água por 24 h antes dos ensaios para atingir a condição de saturação em água. A Figura 23 mostra um CP durante a realização do ensaio.

Figura 23 - Ensaio de flexão a 4 pontos realizado em corpo de prova retirado do flanco da telha.



Fonte: própria autoria

Por meio dos resultados experimentais, foram calculados o módulo de ruptura (MOR) pela Equação 18, que é obtido no ponto da maior tensão na curva tensão-deformação; o módulo de elasticidade (MOE) pela Equação 19, calculado pela tangente reta linear no regime elástico; o limite de proporcionalidade (LOP) pela Equação 20, que é obtido pela maior tensão na porção linear da curva tensão-deformação; e a energia específica (EE) pela Equação 21, que é calculada por meio da energia absorvida dividida pela área da seção transversal do CP.

$$MOR = \frac{\left[3 \times P_{max} \times \left(L_{inf} - L_{sup}\right)\right]}{2 \times w \times h^2} \quad (18)$$

$$MOE = \left[\frac{\left(276 \times L_{inf}^3\right)}{(1296 \times w \times h^3)}\right] \times \left(\frac{P}{\delta}\right) \quad (19)$$

$$LOP = \frac{\left[3 \times P_{lop} \times \left(L_{inf} - L_{sup}\right)\right]}{2 \times w \times h^2} \quad (20)$$

$$EE = \left[\frac{1}{(h \times w)}\right] \times \int P(\delta) d\delta \quad (21)$$

em que, P_{max} é a carga máxima obtida, L_{inf} é a distância entre os apoios inferiores, L_{sup} é a distância entre os apoios superiores, w e h são a largura e a profundidade da amostra respectivamente. P é a carga e δ é a deformação. P_{lop} é a maior carga verificada na porção linear da curva carga-deformação.

4.6 Análises estatísticas dos resultados

As análises estatísticas dos dados foram realizadas com o auxílio do software Minitab®, versão 18. Foi aplicado aos dados a análise de variância (ANOVA) ao nível de 5% de probabilidade. O teste de Tukey foi aplicado para identificar as diferenças estatísticas entre os diferentes tratamentos.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

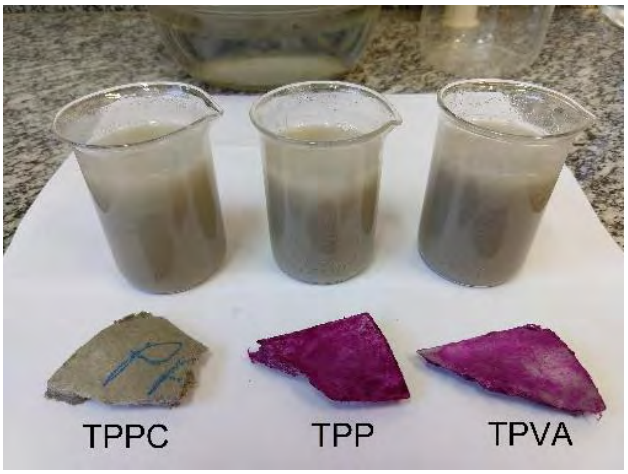
Esta seção aborda os resultados obtidos mediante os ensaios e testes realizados conforme a metodologia apresentada. As discussões embasadas no conhecimento adquirido pela revisão bibliográfica somadas aos resultados obtidos métodos utilizados fundamentam as conclusões obtidas no estudo.

5.1 Resultados de microestrutura

5.1.1 Determinação do pH da matriz cimentícia e aplicação de fenolftaleína nas telhas de fibrocimento

O pH das matrizes em TPP e TPVA apresentou o valor de 13, enquanto TPPC apresentou pH de 9,5. A redução da alcalinidade pela carbonatação acelerada (CA) ocorre pelo consumo dos produtos de hidratação do cimento, silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e $Ca(OH)_2$ (C-H), que são altamente alcalinos. As imagens mostradas na Figura 24 mostram as soluções com a suspensão de fibrocimento moído em água deionizada para avaliação do pH e também se referem à aplicação de fenolftaleína e mostram que a carbonatação ocorreu em toda espessura da telha TPPC. Pela aplicação de fenolftaleína, observa-se que toda a matriz de TPP e TPVA apresentava pH acima do ponto de viragem da fenolftaleína (pH entre 8,2 e 10).

Figura 24 – Solução para determinação do pH e Imagens com aplicação de fenolftaleína em pedaços de telhas onduladas de fibrocimento (manualmente fraturadas). A coloração púrpura revela matrizes com pH acima do ponto de viragem da fenolftaleína (entre 8,2 e 10)



Fonte: Própria autoria

5.1.2 Termogravimetria (TG) e grau de carbonatação (GC) das telhas de fibrocimento

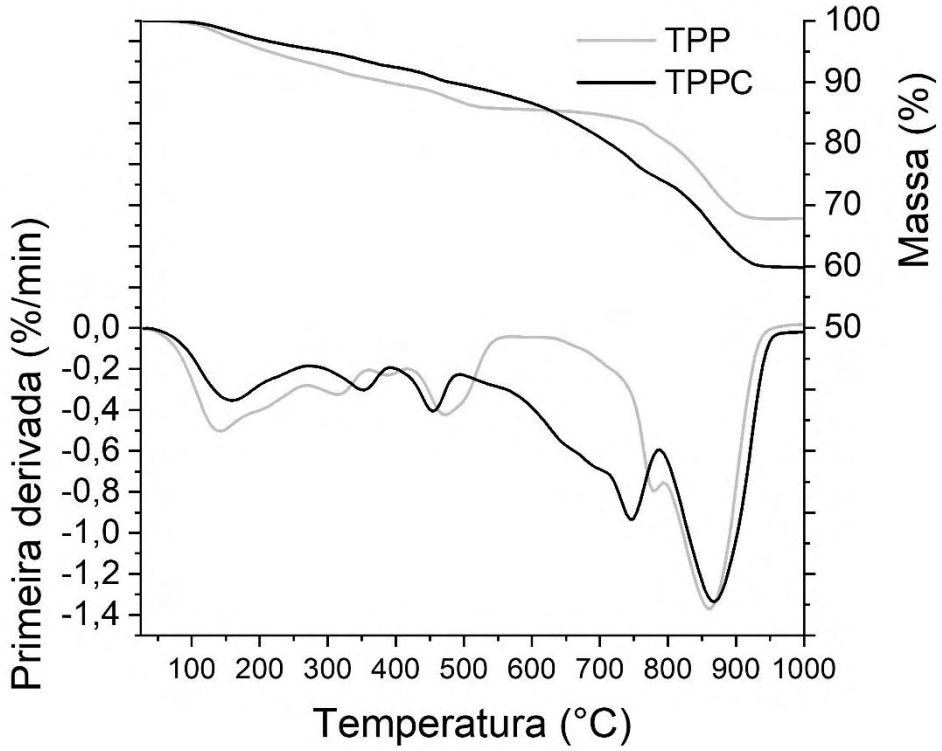
A Figura 25 apresenta a curva de perda de massa (TG) e sua derivada (DTG) para as TPP e TPPC. Eventos endotérmicos são identificados na faixa de temperatura entre 50 e 250°C que correspondem às fases hidratadas do cimento (C-S-H, etringita, monosulfoaluminato, monocarboaluminato) (MORANDEAU; THIÉRY; DANGLA, 2014). Devido a descalcificação do C-S-H, esta fase é progressivamente convertida em $CaCO_3$ e sílica hidratada (S-H) (BERTOS et al., 2004; FRÍAS; GOÑI, 2013; TONOLI et al., 2019). A perda de massa observada em temperaturas de 325 a 370°C é devido as fibras de celulose presentes na composição da telha. Os picos nas curvas DTG correlacionados com a celulose encontram se deslocados entre TPP e TPPC. Possivelmente a celulose no fibrocimento não-carbonatado decompõe-se em temperaturas mais baixas devido à presença de etringita e monosulfatos em seu lúmen. Consequentemente, devido a carbonatação, $CaCO_3$ precipita-se no lúmen da fibra o que pode contribuir para a maior temperatura de degradação da fibra de celulose. Os picos nas curvas de DTG presentes na temperatura de 450°C são relacionados à fibra polimérica de PP. A decomposição da fibra de PP em atmosfera de N_2 ocorre nesta temperatura (PETERSON; VYAZOVKIN; WIGHT, 2001). O pico endotérmico na faixa de temperatura entre 470 e 500°C é correspondente a decomposição do $Ca(OH)_2$. Como observado na Figura 25, este pico é mais intenso em TPP. O $Ca(OH)_2$ é consumido durante a CA devido à reação com o H_2CO_3 formando então $CaCO_3$. No entanto, resquícios de $Ca(OH)_2$ podem remanescer devido à inacessibilidade durante a descalcificação do C-S-H (TONOLI et al., 2019).

A perda de massa observada na Figura 25 na faixa de temperatura de 550 a 850°C corresponde a decomposição térmica dos carbonatos (TONOLI et al., 2019). O aumento de perda de massa nas temperaturas entre 550 a 750°C em TPPC, está relacionado aos diferentes carbonatos polimorfos e pouco cristalizados (THIERY et al., 2007). Os picos de decomposição em temperaturas em torno de 750°C podem ser explicados pela presença da fase de vaterita do $CaCO_3$ (KIM et al., 2013; TONOLI et al., 2019). O pico de perda de massa em torno de 790°C observado na curva DTG em TPP está relacionado à dolomita (QINFANG; HONGWEI; YING, 2010) que provem do calcário utilizado com fíler na formulação do fibrocimento. Em relação à fase calcita do $CaCo_3$, que se decompõe na faixa de 680 a 760°C, percebe-se maior quantidade

de perda de massa para TPPC em comparação com TPP. A fase aragonita do $CaCo_3$ se decompõe nas mesmas temperaturas da calcita (LI; CAO; YIN, 2019), porém pode ocorrer em menor quantidade em relação a calcita. A fase aragonita requer temperaturas mais altas do que a vaterita e a calcita para sua precipitação durante a carbonatação (POPESCU et al., 2014; TONOLI et al., 2016). Os carbonatos mais cristalizados se decompõem em temperaturas entre 750 a 950°C (KIM et al., 2013; TONOLI et al., 2019). Picos similares são observados para amostras TPP e TPPC, devido ao $CaCO_3$ proveniente do fíler de calcário utilizado como matéria-prima para fabricação das telhas de fibrocimento.

O grau de carbonatação (GC) obtido por meio do cálculo com as Equações 12 e 13 foi de 86% para o TPPC, enquanto o CO_2 absorvido em base não volátil foi em torno de 12%. Em consequência da CA o pH da matriz reduziu de 13 para 9,5.

Figura 25 - Termogravimetria TG (perda de massa) e DTG (primeira derivada da perda de massa – taxa de aquecimento 10°C/min) das telhas submetidas à carbonatação acelerada TPPC e das telhas reforçadas com PP submetidas a cura suplementar ao ar TPP.

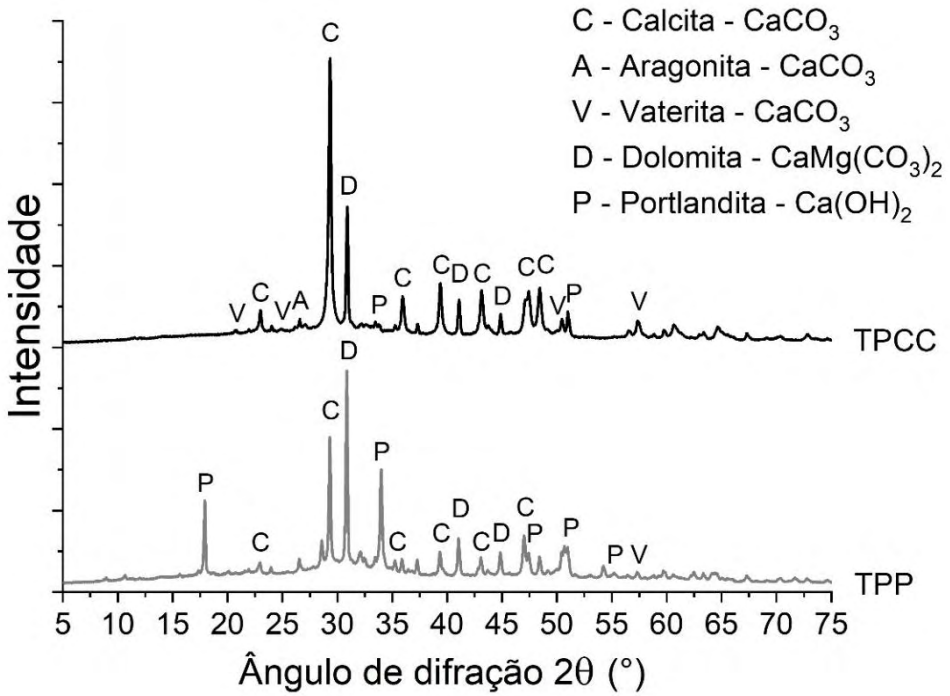


Fonte: Própria autoria

5.1.3 Difração de raios X (DRX) das telhas de fibrocimento

Os resultados de difração de raios X (DRX) estão apresentados no difratograma na Figura 26. Observou-se uma redução de $Ca(OH)_2$ em TPPC, correspondente aos picos em torno de 2θ = 18 ° e 34°, corroborando com os resultados observados nas análises de TG (GARCÍA-GONZÁLEZ et al., 2006; KIM et al., 2013; TONOLI et al., 2016). As reações entre $Ca(OH)_2$ e H_2CO_3 formam diferentes fases de $CaCO_3$, como carbonato de cálcio amorfo, vaterita, aragonita e calcita. As fases de $CaCo_3$ estão indicadas no difratograma. (BLACK et al., 2007; HAYAKAWA et al., 2008; HUNNICUTT; STRUBLE; MONDAL, 2017; URREA-CEFERINO et al., 2017). TPPC apresenta picos de maior intensidade em 2θ = 29,5°, relacionados à calcita (HUNNICUTT; STRUBLE; MONDAL, 2017; SANTOS et al., 2015). Outros picos no difratograma relacionados à calcita apresentam maior intensidade em TPPC, confirmando a formação de carbonatação do nas telhas submetidas a cura em ambiente rico em CO_2. O pico em 2θ = 31° é relacionado à dolomita (TONOLI et al., 2010b), que provem do calcário utilizado na formulação corroborando com os resultados de TG. Resquícios de $Ca(OH)_2$ também são encontrados em TPPC em pequenas quantidades, corroborando com os eventos endotérmicos nos resultados de TG nas curvas em TPPC torno de 470°C (Figura 25).

Figura 26 – Difratogramas das telhas carbonatadas TPPC e não-carbonatadas TPP

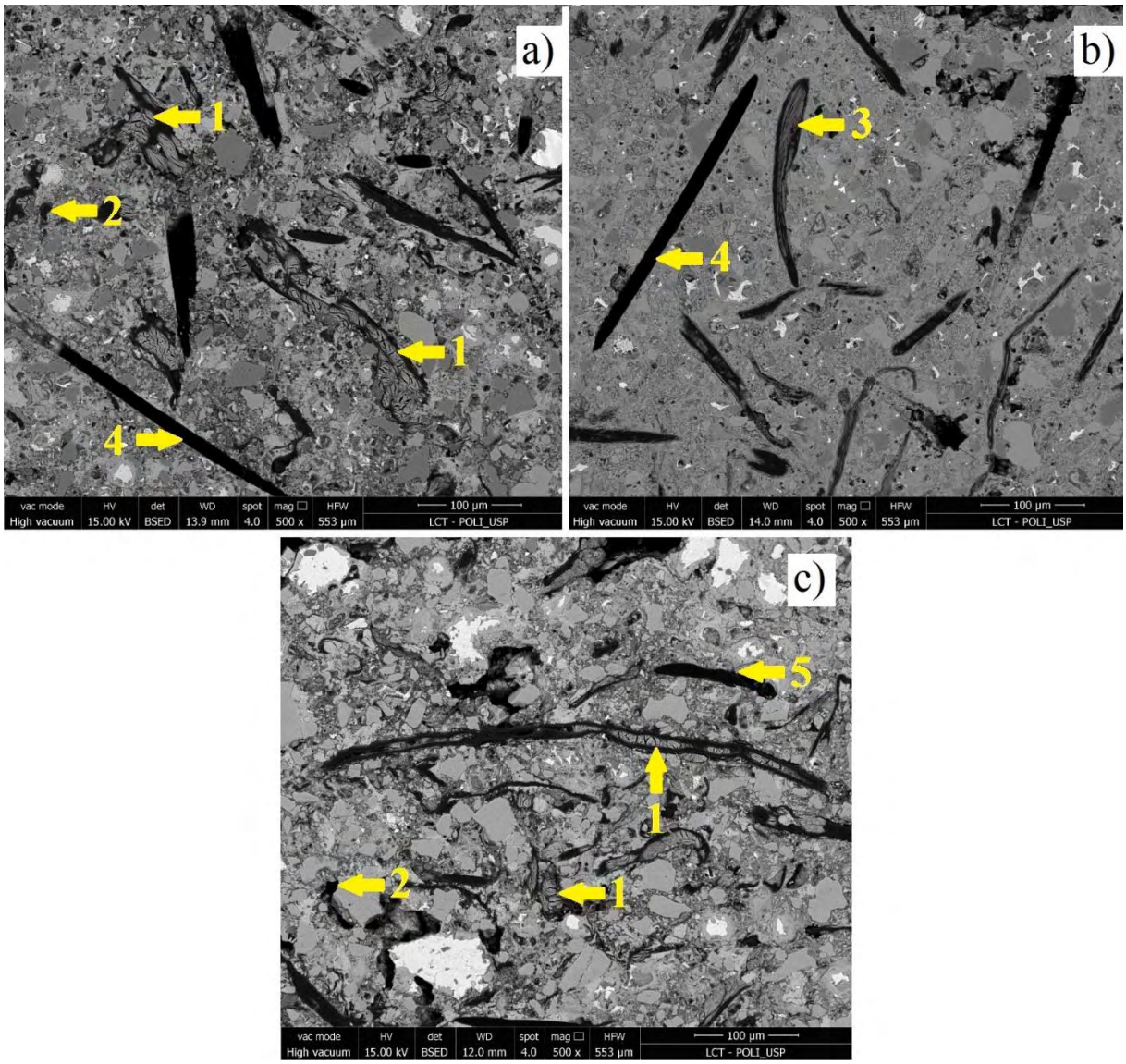


Fonte: Própria autoria

5.1.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) das telhas de fibrocimento

A Figura 27 mostra as micrografias de TPP a), TPPC b) e TPVA c) das superfícies polidas de flancos das telhas. As áreas escuras, devido ao baixo número atômico dos elementos, referem-se tanto as fibras como aos poros vazios (TONOLI et al., 2016). As setas nº 1 na Figura 27 em a) (TPP) e c) (TPVA) apontam para poros e microfissuras presentes no lúmen das fibras de celulose (PIZZOL et al., 2014). As setas nº 2 indicam poros na matriz tanto para TPP como para TPVA. A presença dos poros e fissuras desempenham um papel importante na permeabilidade devido à formação de capilares permeáveis interligados distribuídos pela matriz. Devido à CA, os poros e microfissuras foram preenchidos com $CaCO_3$, bloqueando os capilares permeáveis. A seta nº 3 na Figura 27 mostra a ausência das fissuras ou poros no interior do lúmen das fibras de celulose. Por conta da CA, os produtos de hidratação do cimento ali existentes foram carbonatados e consequente ocorreu a precipitação de $CaCO_3$ no lúmen da fibra de celulose. É importante notar que as amostras de TPPC apresentam uma superfície cinza claro, diferente da imagem observada em TPP e TPVA. As regiões em cinza claro são relacionadas a formações de $CaCO_3$ (devido aos números atômicos mais elevados dos elementos) nos poros da matriz cimentícia (TONOLI et al., 2016). As setas 4 e 5 da Figura 27 estão relacionadas às fibras poliméricas de PP e de PVA, respectivamente.

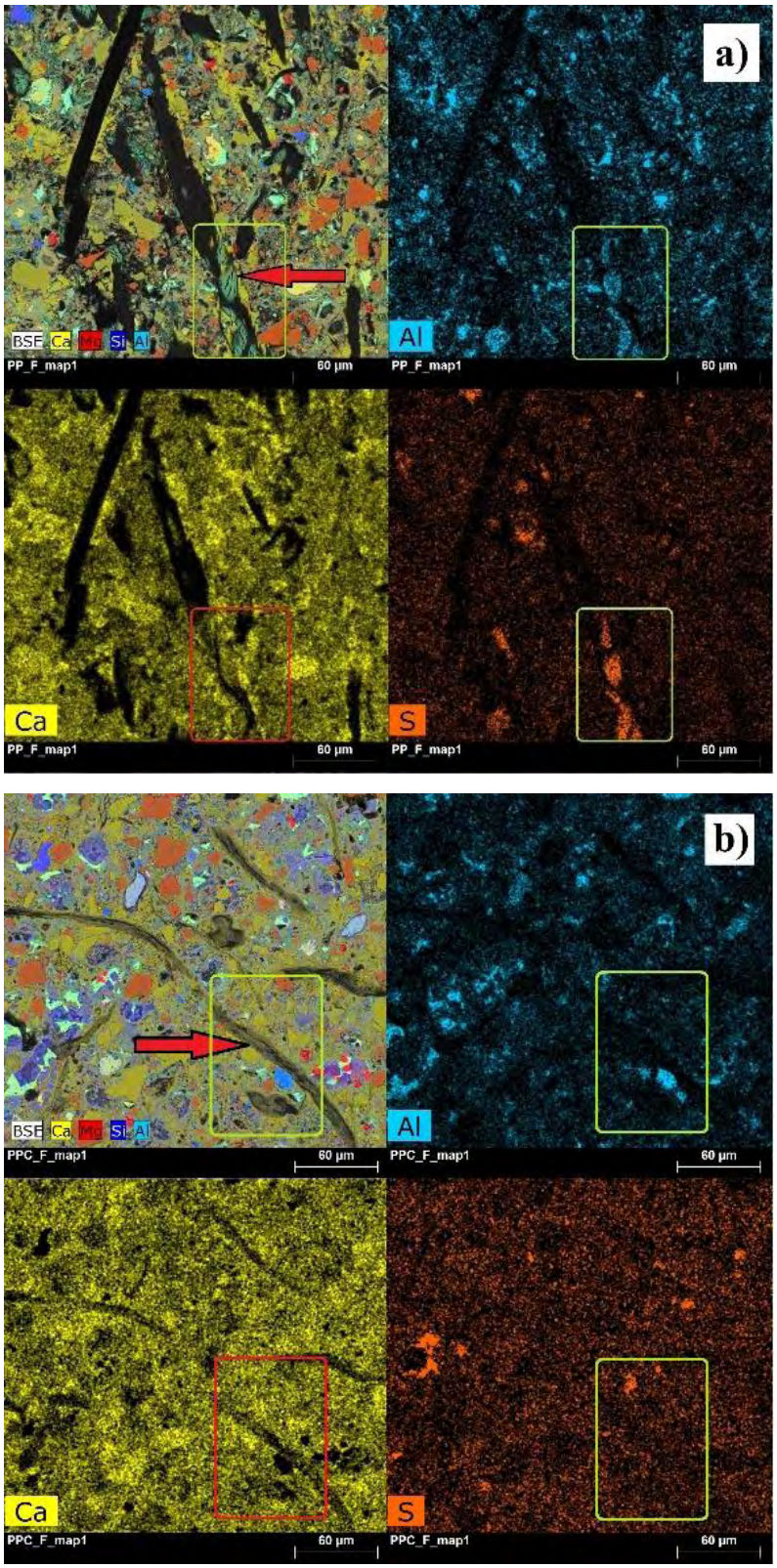
Figura 27 – Micrografia com detector EBSD de a) TPP, b) TPPC e c) TPVA com superfícies polidas de flancos das telhas. As setas nº 1 indicam poros e microfissuras no lúmen das fibras de celulose. As setas nº 2 indicam poros da matriz cimentícia. A seta nº 3 indica o lúmen da fibra de celulose preenchido com $CaCO_3$. A seta 4 aponta as fibras de PP e a seta 5 aponta as fibras de PVA



Fonte: Imagem por Liz de Mello Zanchetta adaptada pelo autor

Os resultados de EDS são mostrados na Figura 28 a) em TPP a seta vermelha aponta o lúmen da fibra de celulose. A área demarcada facilita a identificação dos elementos presentes que são correspondentes ao enxofre (S), alumínio (Al) e cálcio (Ca), que por sua vez correspondem à etringita ($Ca_6Al_2(SO_4)_3(OH)_{12}$) e ao monossulfato ($Ca_4Al_2O_6(SO_4)$), (TONOLI et al., 2009).

Figura 28 - Mapeamento EDS de a) TPP: a área selecionada e a seta indicam a etringita e os monossulfatos no interior do lúmen das fibras de celulose; b) TPPC a área selecionada e a seta mostram a ausência de etringita e presença de carbonatos no interior do lúmen das fibras de celulose



Fonte: Imagem por Liz de Mello Zanchetta adaptada pelo autor

Em decorrência da hidratação do cimento os produtos de hidratação ocupam os espaços no lúmen das fibras de celulose. A Figura 28 b) mostra em TPPC a presença do cálcio, porém menores quantidades de alumínio e enxofre, no lúmen das fibras de celulose. Este fenômeno indica a presença de carbonatos formados no lúmen da fibra de celulose devido à CA dos produtos de hidratação do cimento ali existentes.

5.1.5 Microtomografia (micro-CT) das telhas de fibrocimento

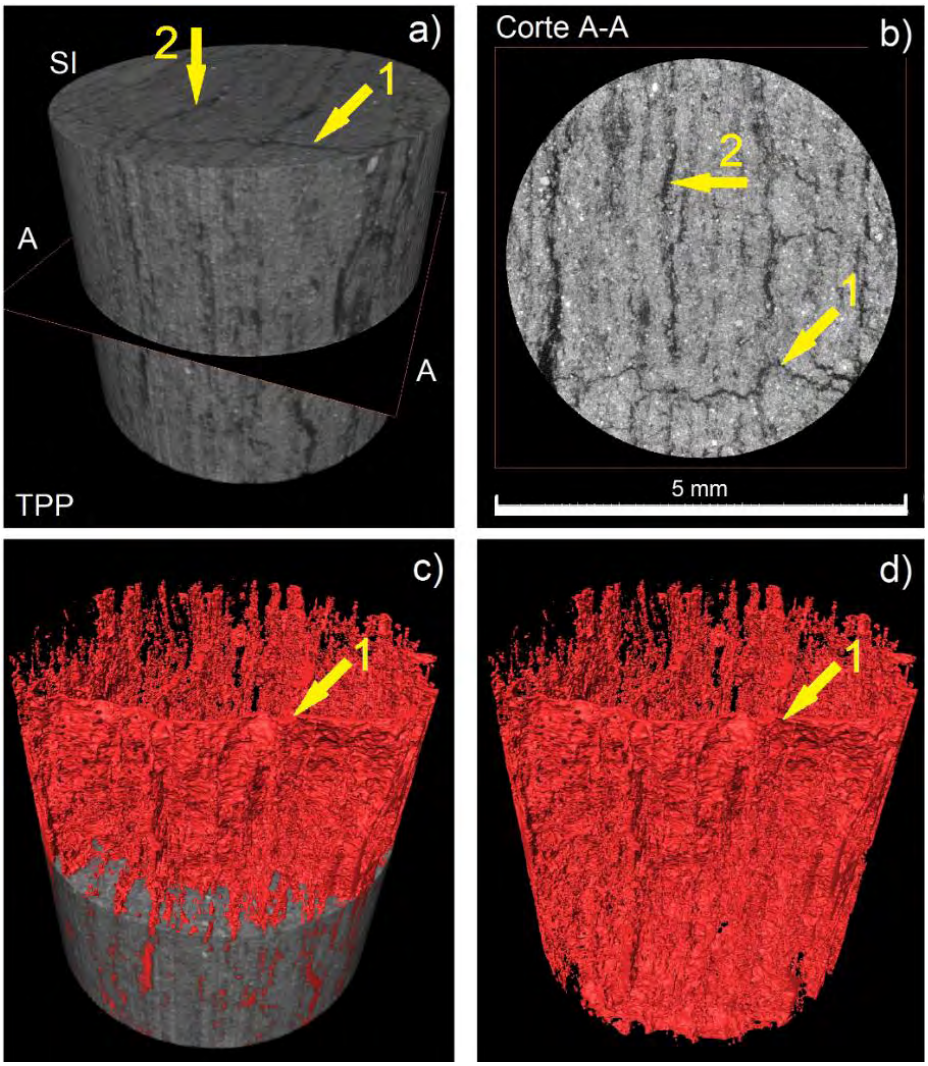
As imagens obtidas por microtomografia (micro-CT), dos flancos das telhas são mostradas pela Figura 29 para TPP, Figura 30 para TPPC e Figura 31 para TPVA. Em a) são representadas, em perspectiva angular, a porção cilíndrica de 4,75 cm de diâmetro e 4,5 cm de altura captada pelo detector do microscópio 3D (microtomógrafo). A sigla SI identifica nas figuras a posição da superfície inferior da telha. A orientação vista na imagem como altura corresponde à direção longitudinal da telha e o corte cilíndrico A-A visto em b) corresponde à seção transversal da telha. As estruturas em tons de cinza em todas as imagens correspondem à matriz cimentícia enquanto em c) e d) as estruturas em vermelho correspondem tanto aos poros quanto às fibras. Em analogia à micrografia com detector BSE, devido à baixa densidade das fibras os tons de cinza nas imagens captadas assemelham aos tons de cinza dos poros vazios. Este fenômeno dificulta a separação destas estruturas distintas pelo software de análise de imagens.

Assumindo que a porcentagem de fibras nas três condições das telhas é similar, é possível comparar as porcentagens de poros/fibras entre os tratamentos e obter uma análise semi-quantitativa do volume de poros com tamanhos acima de 5 µm, que é correspondente à resolução do detector do microtomógrafo. Por meio da análise por software, as porcentagens de fibras e poros (volume destacado em vermelho nas figuras) em razão da matriz em TPP foi de 15% (v/v), em TPPC de 6% (v/v) e em TPVA de 5% (v/v).

Na Figura 29 em TPP foi identificada uma fissura mostrada por meio das setas nº 1. A seta nº 2 identifica a interface entre as monocamadas do fibrocimento que é uma região mais propensa a porosidade e concentração de fibras alinhadas à direção

longitudinal da telha. A imagem infere que porosidade em TPP é formada principalmente por poros capilares interligados. Pela Figura 30 e Figura 31 é possível observar estruturas isoladas indicadas pelas setas nº 3, que podem ser relacionadas a poros fechados. As ampliações destas figuras são apresentadas na Figura 32. Por se tratarem de imagens em perspectiva angular, a escala não foi adicionada, possibilitando apenas uma análise qualitativa da microestrutura dos poros. Os volumes em vermelho em TPPC tem uma distribuição mais espaçada em comparação a TPP.

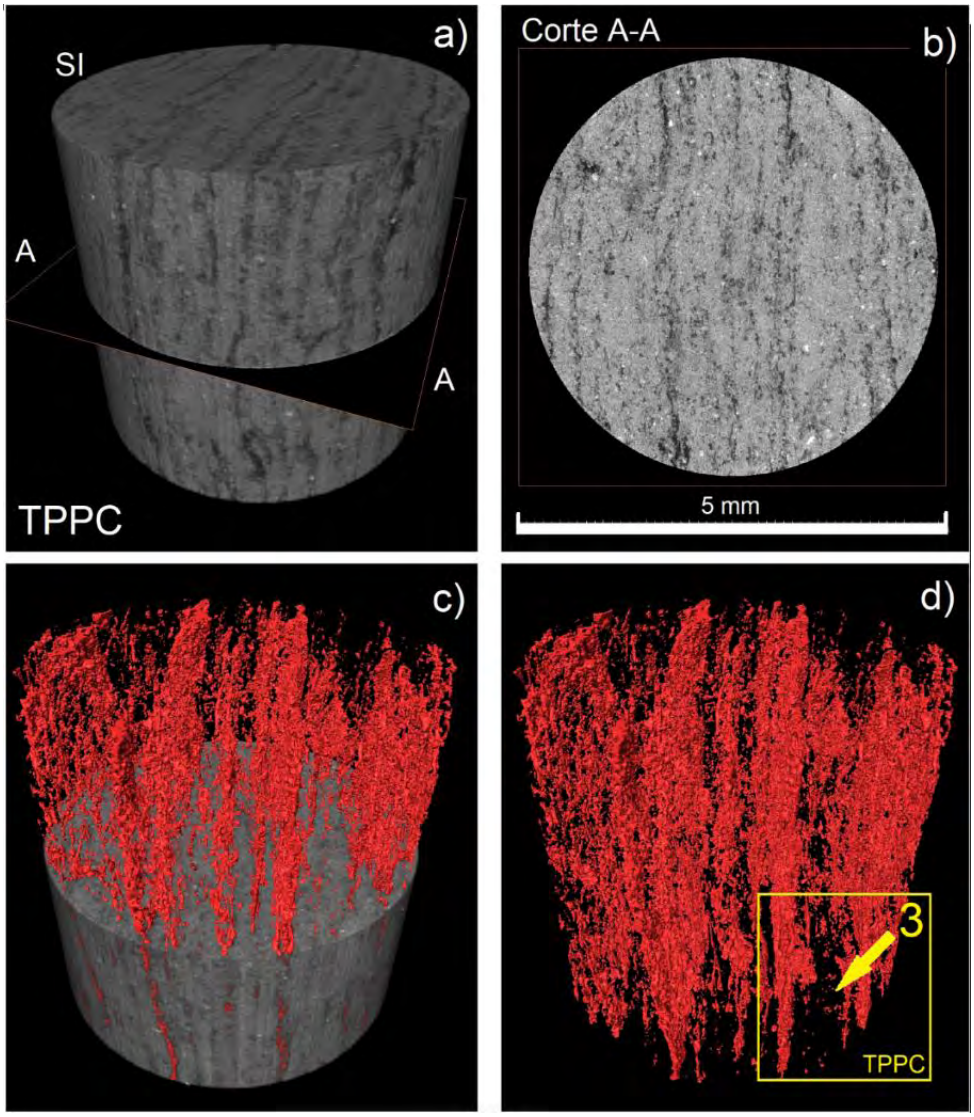
Figura 29 – Imagens 3D por microtomografia de raios X da telha reforçada com fibras de PP curadas ao ar (TPP). a) porção cilíndrica captada pelo detector do microtomógrafo; b) corte A-A, seção transversal da telha; c) e d) tons de cinza correspondem à matriz e vermelho às fibras e poros; Seta nº 1 indica fissura na matriz e seta nº 2 a interface entre monocamadas do fibrocimento. As imagens em perspectiva angular não possuem escala



Fonte: Imagem por Daniel Uliana adaptada pelo autor

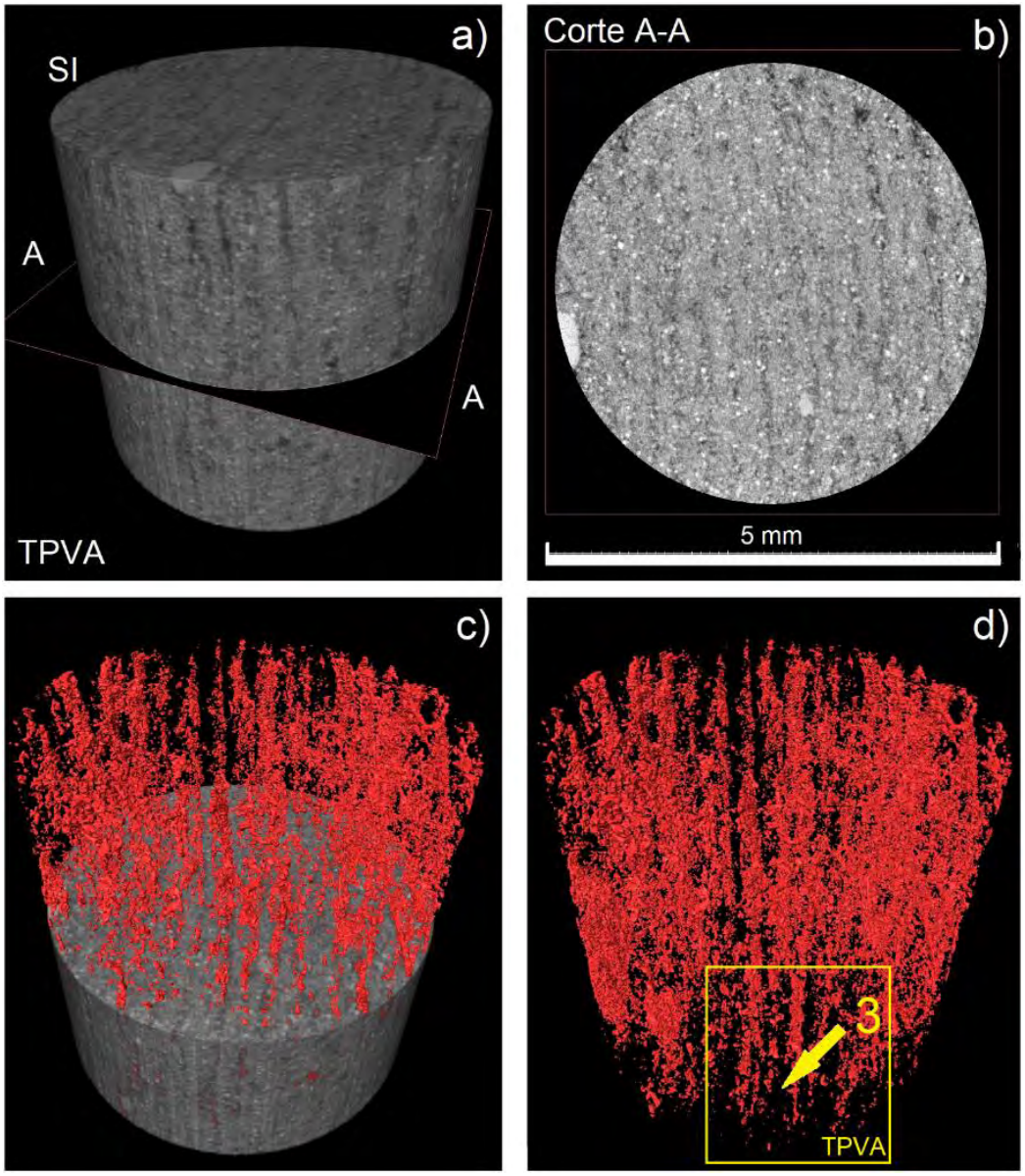
Pelo efeito da CA em TPPC e consequente formação de $CaCO_3$, ocorre a modificação microestrutural do fibrocimento, reduzindo a porosidade capilar mitigando a permeabilidade e densificando a matriz cimentícia. TPVA apresenta microestrutura similar à TPPC, porém essa característica em TPVA é inerente da telha devido às características do compósito de fibrocimento reforçado com PVA e aos seus processos de fabricação, tais como pressão aplicada à manta de fibrocimento e matérias-primas utilizadas.

Figura 30 - Imagens 3D por microtomografia de raios X da telha reforçada com fibras de PP submetidas à carbonatação acelerada (TPPC). a) porção cilíndrica captada pelo detector do microtomógrafo; b) corte A-A, seção transversal da telha; c) e d) tons de cinza correspondem à matriz e vermelho às fibras e poros. Seta nº 3 e área demarcada em d) indicam poros isolados na matriz. As imagens em perspectiva angular não possuem escala



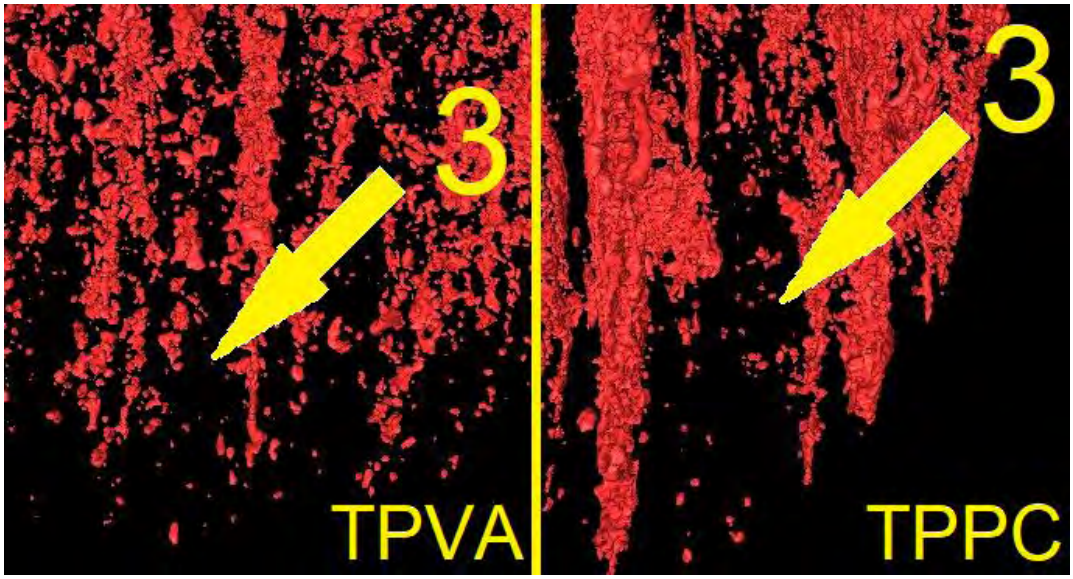
Fonte: Imagem por Daniel Uliana adaptada pelo autor

Figura 31 - Imagens 3D por microtomografia de raios X da telha reforçada com fibras de PVA curadas ao ar (TPVA). a) porção cilíndrica captada pelo detector do microtomógrafo; b) corte A-A, seção transversal da telha; c) e d) tons de cinza correspondem à matriz e vermelho às fibras e poros. Seta nº 3 e área demarcada em d) indicam poros isolados na matriz. As imagens em perspectiva angular não possuem escala



Fonte: Imagem por Daniel Uliana adaptada pelo autor

Figura 32 – Ampliação das áreas demarcadas nas Figura 30 de TPPC e Figura 31 de TPVA. As setas nº 3 indicam os poros isolados. Por se tratar de imagem em perspectiva angular não foi adicionada a escala.



Fonte: Imagem por Daniel Uliana adaptada pelo autor

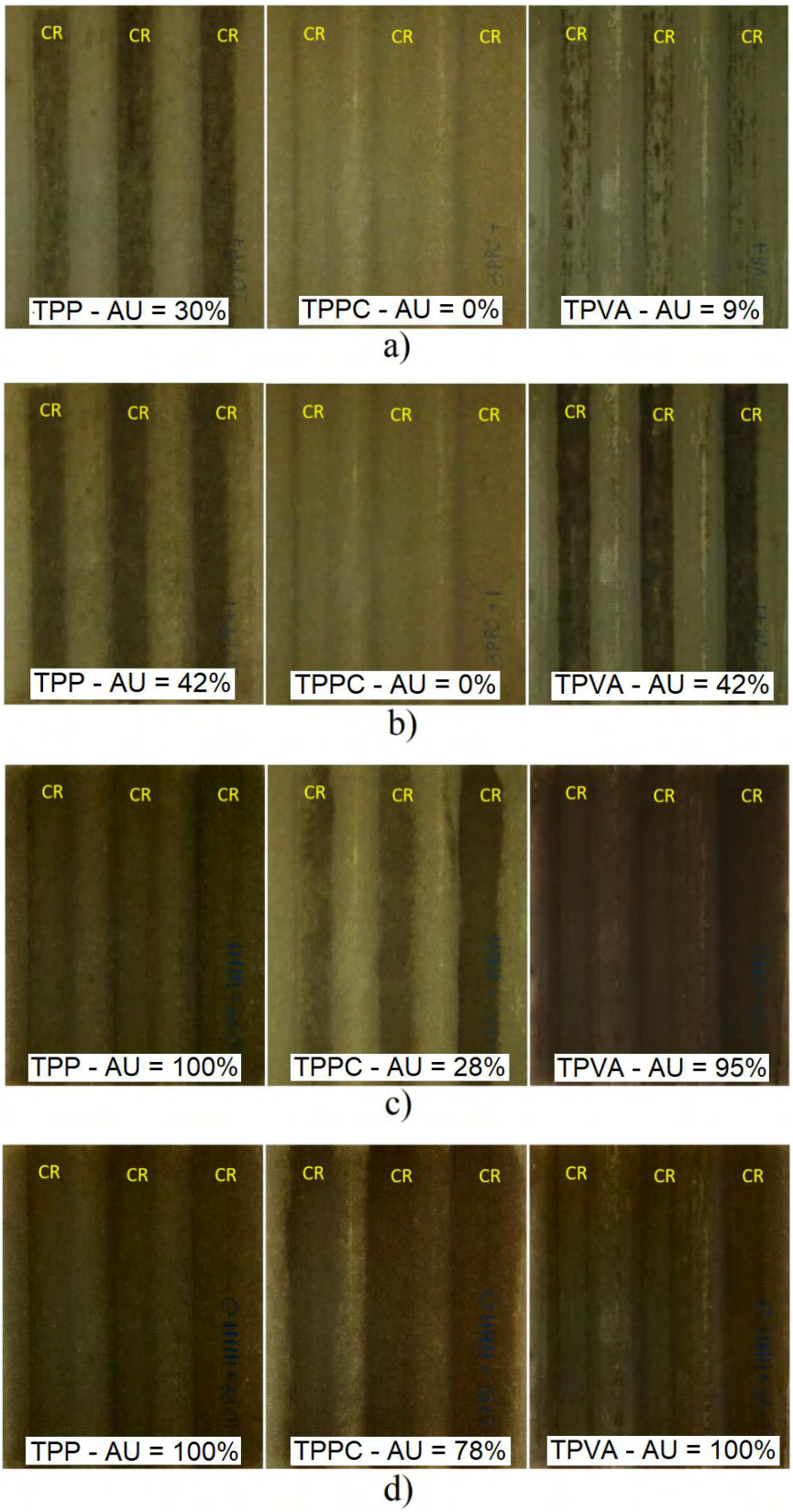
A estrutura de poros observada na Figura 32 tanto para TPPC quanto para TPVA mostram que a estrutura de poros predominante em alguns pontos é do tipo fechado. Em comparação com as imagens de micro-CT em TPP, TPPC apresenta uma microestrutura modificada devido à formação de $CaCO_3$ nos poros interligados e capilares permeáveis.

5.2 Resultados de permeabilidade

5.2.1 Permeabilidade a água das telhas de fibrocimento

A Figura 33 mostra as imagens da superfície inferior das telhas durante o ensaio de permeabilidade à água proposto pelas normas técnicas (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS, 2016a; ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016; BRITISH STANDARD, 2007). As cristas (partes superiores das ondas) das telhas estão identificadas com a sigla CR nas imagens. As imagens foram obtidas após 30 min (Figura 33a), 1h (Figura 33b), 6h (Figura 33c) e 24h (Figura 33d). A área umedecida (AU), expressa em porcentagem, permite uma análise quantitativa entre as diferentes condições.

Figura 33 – Imagens das faces inferiores das telhas durante o ensaio de permeabilidade a água. a) após 30 min, b) após 1 h, c) após 6 h e d) após 24 h. CR = cristas. AU = área umedecida.



Fonte: Própria autoria

TPP apresentou umidade (áreas mais escuras) em sua superfície inferior nos primeiros 30 minutos de exposição. Neste mesmo instante, TPVA apresentou alguns pontos de umidade, enquanto TPPC permaneceu totalmente seca. Este fenômeno indica que a CA desempenhou um importante papel na atenuação da permeabilidade à água nas telhas. Adicionalmente, o ensaio mostrou-se eficiente para identificação de defeitos, como fissuras. De acordo com a Figura 33, traços alinhados ou pontos de umidade em TPVA revelam a possível existência dessas fissuras. O efeito de aparecimento de traços lineares de umidade também ocorreu em TPP, embora de forma mais rápida, durante os primeiros minutos do teste. Fissuras em TPP também foram observadas nos ensaios de micro-CT conforme mostrado na Figura 29.

As medições de absorção de água feitas por tubos Karsten revelaram as quantidades de água absorvida nos intervalos de tempo 30 min, 1 h 6 h e 24 h para TPP, TPPC e TPVA mostrados na Tabela 5. Os resultados revelam 18% menor absorção de água em TPPC quando comparados com TPP em 24 h de ensaio, corroborando com o resultado obtido através dos ensaios de permeabilidade das normas técnicas de 22% menor área úmida em 24 h de ensaio. No entanto, TPVA apresentou uma absorção de água menor até mesmo que TPPC. Foram 17% menos absorção em relação a TPPC e 32% menos absorção em relação a TPP Esses resultados são contrários aos observados pelo ensaio de permeabilidade das normas técnicas, que revelaram maior umidade (28%) na face inferior em TPVA comparado com TPPC em 24 h de ensaio. O fibrocimento, um material com certa heterogeneidade, pode apresentar regiões com diferentes níveis de permeabilidade. É observado nos ensaios de permeabilidade segundo as normas que as cristas, ao umedecerem primeiro, mostram-se mais permeáveis que os flancos e cavas. Este resultado corrobora com os resultados alcançados em Innocentini et al. (2019), que mostram por diferentes técnicas de permeabilidade ao ar resultados similares aos aqui obtidos.

Devido ao fato dos ensaios com tubos Karsten terem sido feitos nos flancos das telhas, prevalecem outros fatores que interferem na permeabilidade desta região na telha. Uma delas pode ser explicada pela diferença de hidrofilicidade das fibras utilizadas como reforço (PP e PVA). Outro fator importante que está diretamente relacionado com a permeabilidade é porosidade da região dos flancos, cuja interpretação dos resultados está apresentada no item 5.3.2. O item 5.2.2 apresenta

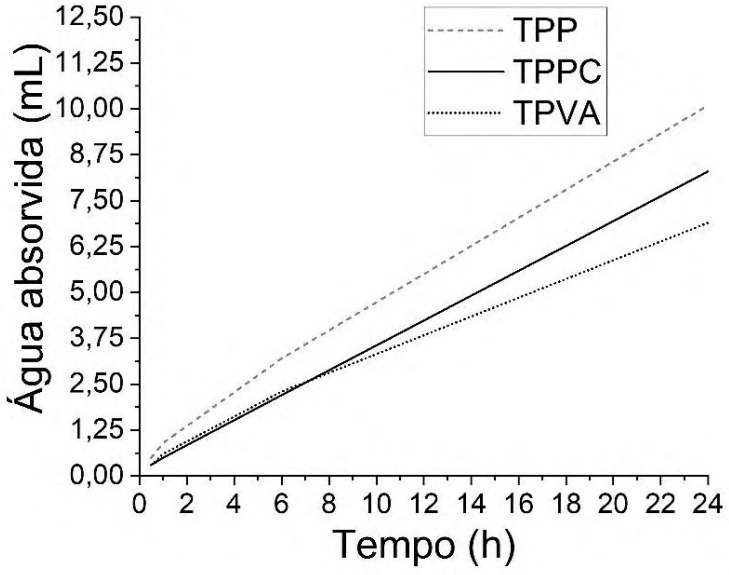
a interpretação dos resultados de permeabilidade ao ar que também foi feito na região dos flancos das telhas e mostram resultados correlatos com os de tubos Karsten. A Figura 34 mostra a evolução da absorção de água observada nos flancos pelo ensaio de tubos Karsten, enquanto a Figura 35 mostra a evolução da área umedecida resultante do ensaio de permeabilidade à água. Nos resultados do tubo Karsten há uma tendência de continuidade de absorção de água pela telha devido a evaporação da água absorvida e também pelo escoamento da água pelas interfaces das monocamadas da telha. Já nos resultados dos ensaios de permeabilidade das normas técnicas, a área umedecida uma vez atingindo 100%, como resultado, esta não avançará mais. No entanto, TPP e TPVA atingiram 100% da área umedecida bem antes das TPPC. Embora, mesmo que a telha atinja 100% de sua área umedecida, a água continua a permear pela telha e mantém sempre a superfície umedecida. É importante ressaltar também que, nenhuma das telhas avaliadas neste estudo apresentou gotejamento, logo, estão de acordo com os requisitos normativos vigentes em relação à permeabilidade.

Tabela 5 – Quantidades de água absorvida pelos flancos das telhas nos intervalos de tempo avaliados por tubos Karsten

	Água absorvida (mL) nos intervalos de tempo			
	30 min	**1 h**	**6 h**	**24 h**
TPP	0,5	0,9	3,2	10,1
TPPC	0,3	0,5	2,2	8,3
TPVA	0,3	0,6	2,3	6,9

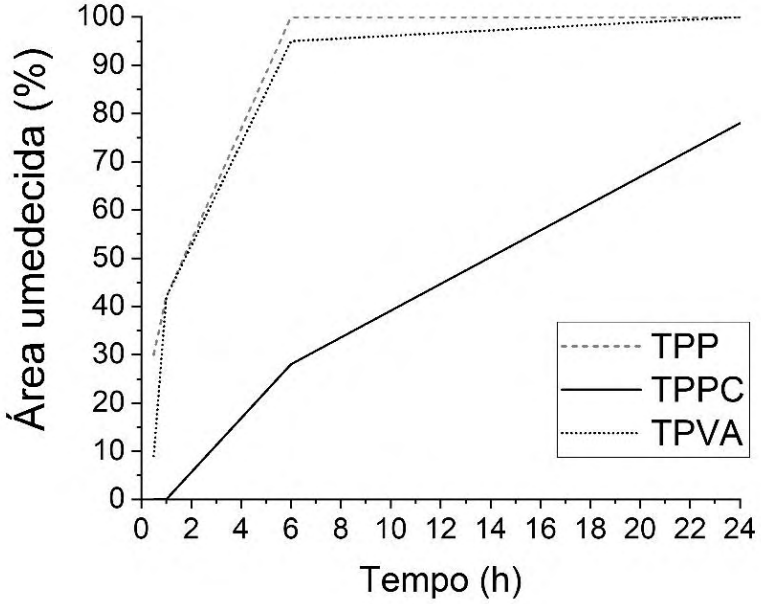
Fonte: própria autoria

Figura 34 – Evolução da água absorvida pelos flancos das telhas avaliados por tubos Karsten



Fonte: Própria autoria

Figura 35 – Evolução da área umedecida nas faces inferiores das telhas observadas no ensaio de permeabilidade à água



Fonte: Própria autoria

5.2.2 Ensaios de permeabilidade ao ar com escoamento em regime permanente das telhas de fibrocimento

Os resultados dos ensaios de permeabilidade ao ar nos flancos das telhas com escoamento em regime permanente são mostrados na Figura 36. Observa-se que tanto k_1 em a) como k_2 em b) tiveram perfis similares de permeabilidade. O valor de k_1 é 41% menor em TPPC quando comparado com o TPP. A densificação da matriz cimentícia pela precipitação de $CaCO_3$ nos poros permeáveis como resultado da CA impede parcialmente a permeação do ar através do CP da telha. A TPVA apresentou menor permeabilidade em comparação com as demais. O valor de k_1 em TPVA foi 70% menor em relação a TPP e 40 % menor comparado com TPPC O resultado corrobora com o resultado obtido nos ensaios por tubo Karsten também realizado em flancos. O intervalo de desvio padrão mostrado nos gráficos da Figura 36 mostra que em TPPC, para ambos os coeficientes (k_1 e k_2), a heterogeneidade do compósito é mitigada em termos de valores de permeabilidade.

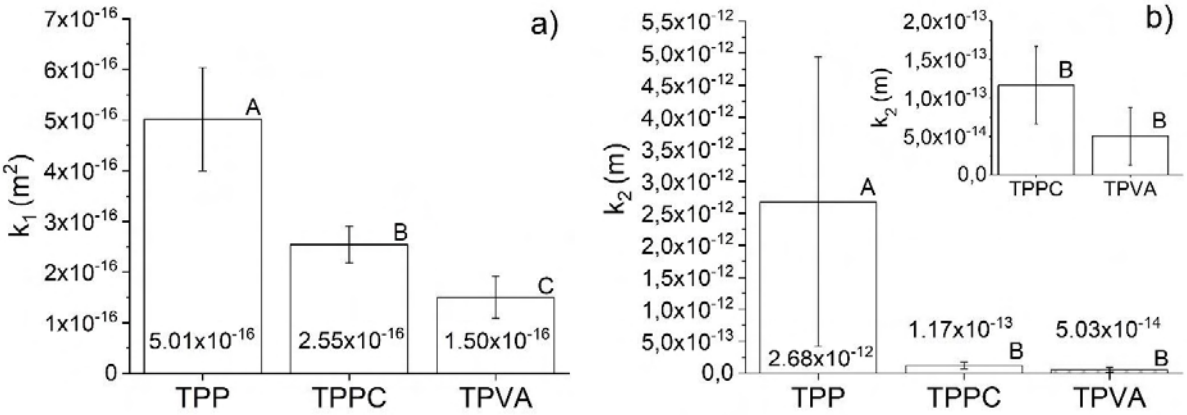
O efeito da CA proporcionou valores de dispersão dos resultados de TPPC próximos ao perfil de dispersão exibido pelos resultados de TPVA, que por sua vez, em termos de valores de permeabilidade, apresentou os menores valores na maioria das técnicas utilizadas neste estudo. No gráfico apresentado na Figura 37 é possível observar a dispersão dos coeficientes de permeabilidade obtidos neste estudo em meio aos dados disponíveis na literatura. Assim como os autores Innocentini et al. (2019) observaram, as telhas de fibrocimento exibem o mesmo perfil de permeabilidade dos concretos.

O coeficiente de permeabilidade k_2 representa a interação da cadeia de poros e da queda de pressão do fluido com a tortuosidade dos poros capilares da matriz. O comportamento semelhante observado na Figura 37, da relação k_1/k_2, pode ser explicado pelo perfil de poros permeáveis e capilares morfologicamente semelhantes entre as condições ensaiadas. Embora a CA contribua com a diminuição desses poros e capilares, a morfologia poros e capilares permeáveis remanescentes conservam-se similares aos anteriormente existentes. Este perfil também pode ser visto nas figuras apresentadas nos resultados de micro-CT no item 5.1.5.

Em relação aos resultados de porosidade, é possível observar uma correlação dos resultados dos coeficientes k_1 e k_2 com as curvas mostradas na porosimetria por

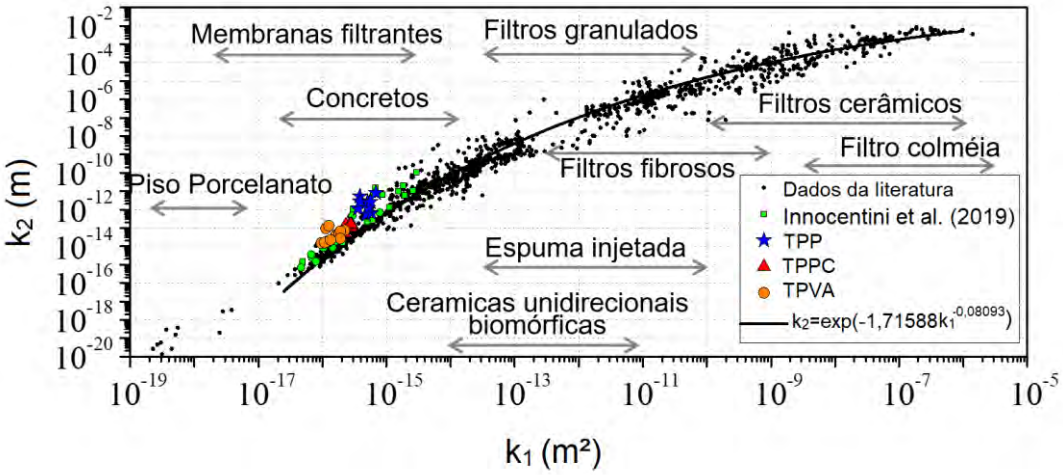
intrusão de mercúrio na faixa de tamanhos de poros acima de 100 µm (macroporos), conforme apresentado na Figura 40 do item 5.3.2. No gráfico, é possível observar que quanto maior a porosidade nesta faixa, maior é a permeabilidade correspondente de cada amostra. Mesmo a CA atuando na mitigação de tamanhos de poros na faixa de 0,06 - 1,50 µm, os macroporos influenciaram significativamente na permeabilidade, conforme mostram os resultados dos coeficientes de permeabilidade.

Figura 36 – Resultados dos coeficientes de permeabilidade k_1 e k_2 das telhas submetidas a carbonatação acelerada (TPPC), das telhas curadas ao ar reforçadas com fibra de PP (TPP) e reforçadas com fibras de PVA (TPVA). As letras maiúsculas (A, B e C) representam as comparações estatísticas entre as condições. Letras diferentes representam diferenças significantes (ANOVA - Teste de Tukey, 5%).



Fonte: Própria autoria

Figura 37 – Distribuição dos coeficientes de permeabilidade das telhas onduladas de fibrocimento em meio aos dados disponíveis na literatura



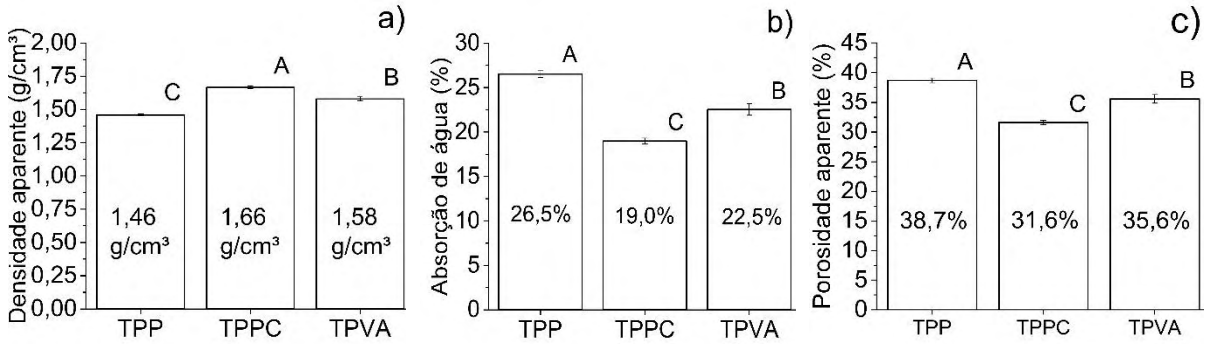
Fonte: Adaptado de INNOCENTINI, M. D. M. et al. Air permeability assessment of corrugated fiber-cement roofing sheets. Cement and Concrete Composites, v. 97, n. January, p. 259–267, 2019.

5.3 Resultados físico-mecânicos

5.3.1 Ensaios físicos das telhas de fibrocimento

A Figura 38 apresenta os gráficos das propriedades físicas a) densidade aparente (DA), b) absorção de água (AA) e c) porosidade aparente (PA). É possível observar por meio dos valores obtidos que a CA promove a diminuição da PA (22%) e da AA (28%) em TPPC em comparação com TPP, enquanto há um acréscimo em DA (13%) em TPPC. Este efeito ocorre pela formação e precipitação do $CaCO_3$ nos poros da matriz cimentícia do $CaCO_3$ durante a CA. O $CaCO_3$ por sua vez é mais denso que o hidróxido de cálcio ($Ca(OH)_2$). TPVA apresenta valores intermediários, ou seja, apresenta PA e AA inferiores as TPP e superiores a TPPC, enquanto a DA em TPVA é superior a TPP e inferior a TPPC.

Figura 38 – Gráficos das propriedades físicas das telhas onduladas de fibrocimento: TPP – Telha reforçada com fibras de polipropileno. TPPC – Telha carbonatada reforçada com fibra de polipropileno. TPVA – Telha reforçada com fibra de álcool polivinílico. As letras maiúsculas (A, B e C) representam as comparações estatísticas entre as condições. Letras diferentes representam diferenças significantes (ANOVA - Teste de Tukey, 5%).

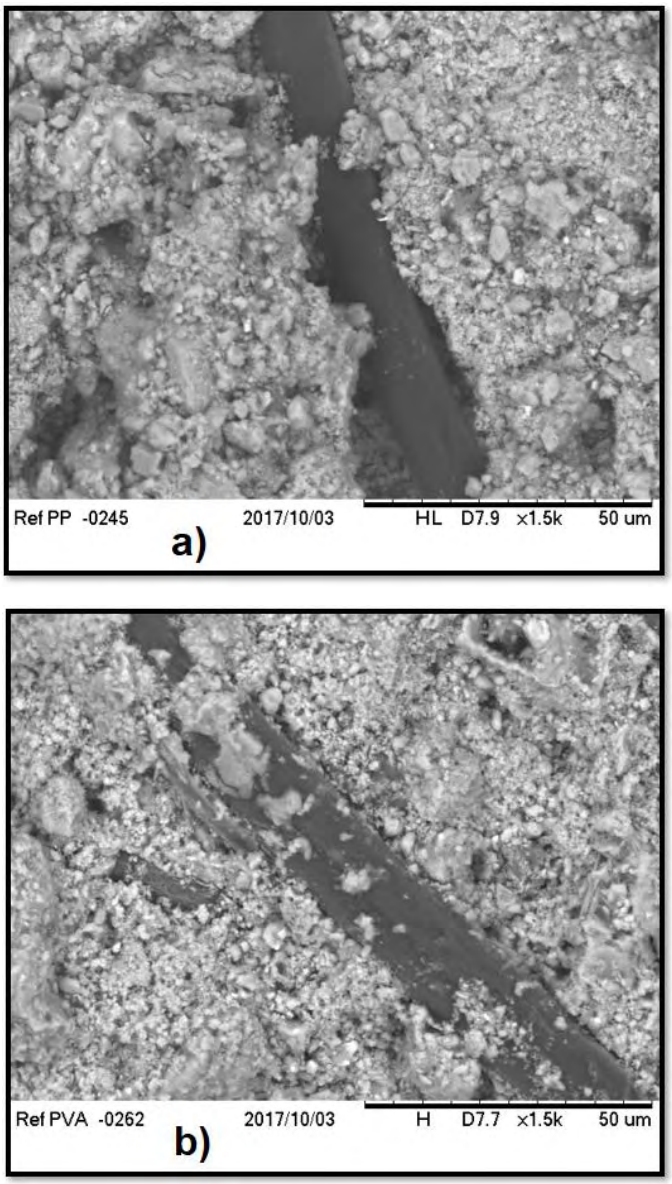


Fonte: Própria autoria

Este efeito é explicado pelas características do fibrocimento reforçado com fibras de PVA que podem ser originadas desde o processo de fabricação devido à pressão do cilindro durante a prensagem da manta de fibrocimento ou até mesmo um melhor empacotamento das matérias-primas. O PVA é uma fibra com característica hidrofílica, o que favorece o empacotamento, proporcionando menor porosidade na interface da fibra com a matriz se comparadas com a fibra de PP, que por sua vez tem característica hidrofóbica.

A interface entre as fibras poliméricas PP e PVA e a matriz podem ser vistas na Figura 27 em a) e c) respectivamente nas imagens MEV de superfície polida (item 5.1.4). A Figura 39 mostra em a) uma fibra polimérica de PP em meio a matriz cimentícia, enquanto em b) uma fibra polimérica de PVA. É possível notar claramente que, a fibra de PP possui menor interação com a matriz, pois está livre de impregnações em sua superfície e há formação de vazios na interface da fibra com a matriz. O mesmo não acontece com a fibra de PVA, que se mostra com boa interação com a matriz, livre de porosidade na interface com a matriz cimentícia.

Figura 39 – Micrografia em a) da superfície de uma telha em reforçada com fibra de polipropileno (PP), e em b) da superfície de uma telha reforçada com fibras de álcool polivinílico (PVA)



Fonte: Imagem por Rodrigo Lourenço adaptado pelo autor

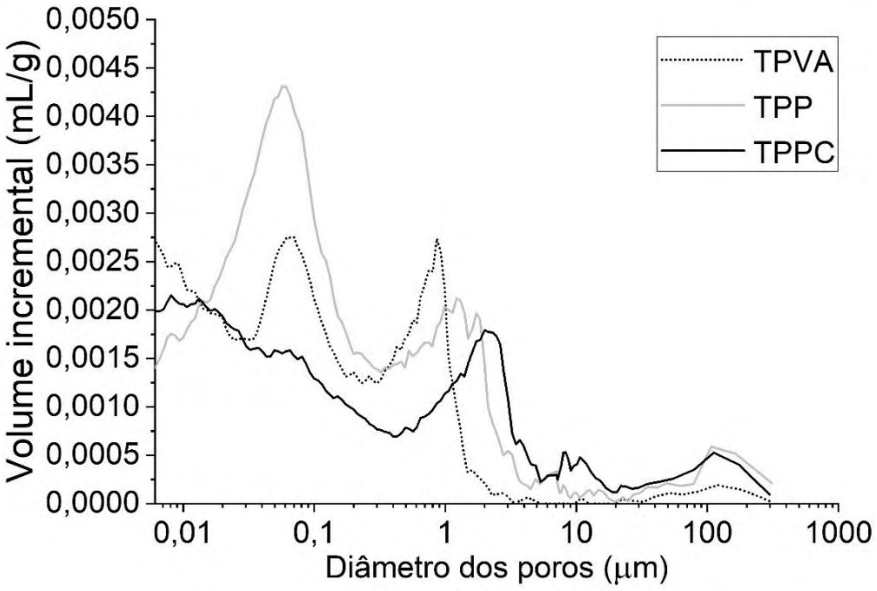
5.3.2 Porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM) das telhas de fibrocimento

O volume incremental de mercúrio intrudido dos CPs são mostrados na Figura 40. Os poros relacionados ao gel de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) entre 0,006 e 0,013 µm, característicos dessas fases do cimento, apresentam-se em maior quantidade na TPPC quando comparados com TPP (CORREIA et al., 2018; JENNINGS et al., 2008; ZHOU; YE; VAN BREUGEL, 2010). As modificações microestruturais devido a carbonatação do C-S-H podem ter originado maior quantidade de poros nesta faixa. A TPVA apresenta a menor quantidade de poros entre 0,006 e 0,013 µm. Assim como mencionado no item 5.3.1, parâmetros de produção, o melhor empacotamento das matérias-primas e as características hidrofílicas da fibra de PVA favorecem algumas características das TPVA, como exemplo a menor porosidade nas interfaces de fibra com a matriz.

A TPPC apresenta uma importante diminuição da porosidade na faixa de 0,013 a 1,5 µm em comparação com TPP e TPVA observados pela menor quantidade de mercúrio intrudido nesta faixa de poros. Os picos nas curvas observados em 0,06 µm em TPP são também observados em menor intensidade na curva TPVA, porém ausentes na TPPC. Este resultado se deve às reações dos produtos de hidratação do cimento com o CO_2 e consequente precipitação do $CaCO_3$ nesta distribuição de tamanhos de poros da matriz cimentícia. A porosidade presente nesta faixa é característica de poros capilares permeáveis e podem estar presentes na interface entre as fibras poliméricas e a matriz cimentícia e em micro-fissuras que podem ocorrer na matriz. A TPVA exibe uma menor porosidade na faixa de 0,013 a 1,5 µm, em relação à TPP, o que pode ser explicado por uma melhor interação entre a fibra de PVA a matriz cimentícia, o que contribui para menor formação de poros.

A distribuição de tamanhos de poros acima de 10 µm foi minimamente afetada pela CA. Essa faixa de poros corresponde a macro-poros capilares e fissuras (CORREIA et al., 2018). Nesta faixa, a TPVA apresenta a menor porosidade (~ 0,00025 ml/g) em comparação com TPP e TPPC (~ 0,0005 ml/g). Conforme os resultados físicos apresentados no item 5.3.1, a TPVA apresenta maior densidade em relação a TPP, bem como menor índice de defeitos e fissuras como observado nos resultados de permeabilidade a água (item 5.2.1).

Figura 40 – Volume incremental de mercúrio intrudido avaliado por porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM) das telhas submetidas a carbonatação acelerada (TPPC), das telhas curadas ao ar reforçadas com fibra de PP (TPP) e reforçadas com fibras de PVA (TPVA)



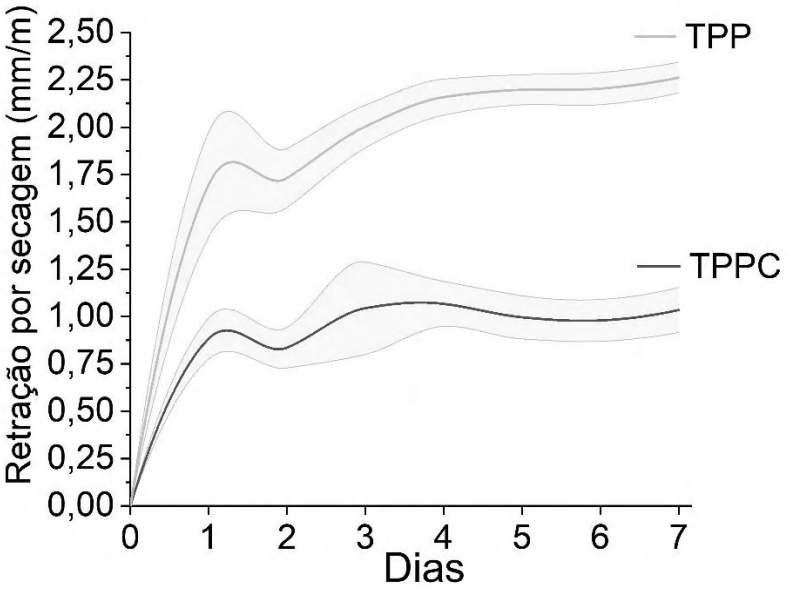
Fonte: Própria autoria

5.3.3 Retração por secagem das telhas de fibrocimento

Os resultados de retração por secagem para TPP e TPPC são mostrados no gráfico da Figura 41. A TPVA teve um comportamento semelhante ao do PPS e por esta razão foi oculto do gráfico. Segundo Souza (2014), os poros abaixo de 2,33 µm estão sujeitos a grande tensão capilar, o que causa um forte efeito de retração por secagem no fibrocimento.

A curva de volume incremental na Figura 40 mostra menor quantidade de mercúrio intrudido nas amostras de TPPC em comparação com as demais, especialmente na faixa de 0,06 a 1,50 µm. Em consequência desse fenômeno, a retração por secagem dos flancos da TPPC foi da ordem de 1 mm/m, ou seja, praticamente a metade do valor de TPP.

Figura 41 - Gráfico da retração por secagem avaliado por 7 dias das telhas submetidas a carbonatação acelerada (TPPC), das telhas curadas ao ar reforçadas com fibra de PP (TPP). Os resultados de telhas reforçadas com fibras de PVA (TPVA) foram ocultados por apresentarem um perfil similar à das telhas reforçadas com fibras de PP (TPP). As sombras em cinza claro representam o desvio padrão das medições diárias. O ensaio iniciou com o CPs imersos em água



Fonte: Própria autoria

5.3.4 Ensaios mecânicos das telhas de fibrocimento

A Tabela 6 apresenta os resultados das propriedades mecânicas avaliadas por flexão em 4 pontos em flancos das telhas de fibrocimento. Os valores de LOP duplicaram devido ao efeito de densificação da matriz e preenchimento dos poros pelo $CaCO_3$ devido a CA. Em comparação com TPVA, TPPC também apresentou valores de LOP aproximadamente 2 vezes maiores. Como consequência positiva da carbonatação acelerada a TPPC suporta uma maior carga antes de acontecer a primeira fissura. Embora o MOR representa o limite máximo de tensão e normalmente apresenta valores bem superiores aos do LOP nas três condições estudadas, após a primeira fissuração (que ocorre atingindo o LOP) a telha pode apresentar vazamentos nessas regiões fissuradas deixando de desempenhar adequadamente a sua função.

As curvas típicas de tensão-deformação dos ensaios mecânicos são mostradas na Figura 42. TPPC demonstra um melhor desempenho de rigidez que pode ser

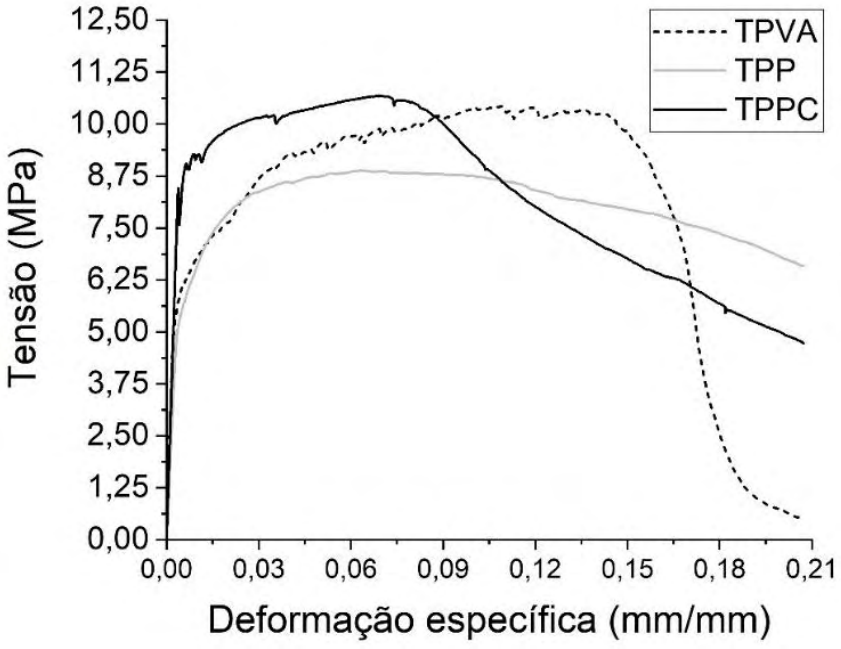
conferido pelo alto LOP (8,03 MPa) e os maiores valores de MOE (10,7 GPa), uma vez observado pouca deformação específica no regime elástico (0,004 mm/mm). A região elástica observada no gráfico tensão-deformação, no fibrocimento também pode ser considerada como a região anterior à primeira fratura. Mesmo com o aumento dos valores de MOR em TPPC a EE permaneceu com valores estatisticamente similares às demais condições.

Tabela 6 - Valores de módulo de ruptura (MOR), limite de proporcionalidade (LOP), módulo de elasticidade (MOE) e energia específica (EE) de flancos das telhas submetidas á carbonatação acelerada (TPPC), das telhas curadas ao ar reforçadas com fibra de PP (TPP) e curdas ao ar reforçadas com fibras de PVA (TPVA). As letras maiúsculas (A, B e C) em cada coluna representam as comparações estatísticas entre as condições. Letras diferentes representam diferenças significantes (ANOVA - Teste de Tukey, 5%)

	MOR (MPa)	**LOP (MPa)**	**MOE (GPa)**	**EE (kJ/m²)**
TPP	8,2 ± 0,5 ^{C}	3,9 ± 0,4 ^{B}	6,2 ± 0,4 ^{C}	10,1 ± 0,6 ^{A}
TPPC	10,7 ± 0,6 ^{A}	8,3 ± 0,8 ^{A}	10,7 ± 0,8 ^{A}	10,9 ± 1,0 ^{A}
TPVA	9,9 ± 0,6 ^{B}	4,4 ± 0,6 ^{B}	8,4 ± 1,3 ^{B}	11,0 ± 1,0 ^{A}

Fonte: própria autoria

Figura 42 - Curvas típicas dos ensaios mecânicos de flexão em 4 pontos de flancos das telhas submetidas a carbonatação acelerada (TPPC), das telhas curadas ao ar reforçadas com fibra de PP (TPP) e telhas curadas ao ar reforçadas com fibras de PVA (TPVA)



Fonte: Própria autoria

5.4 Discussão adicional

Na Tabela 7 é apresentada uma súmula dos resultados obtidos a partir do presente estudo. Os melhores resultados obtidos encontram-se destacados em cinza escuro. Pela observação desses resultados, pode-se concluir que as telhas reforçadas com fibras de polipropileno submetidas à carbonatação acelerada (TPPC) tiveram um desempenho superior às demais condições, embora alguns resultados tenham sido superiores para as telhas reforçadas com fibras de PVA (TPVA). De todos os resultados elencados, os mais relevantes para a indústria podem ser considerados os que refletem os melhores desempenhos de permeabilidade, retração e de resistência mecânica. Os produtos com essas características podem ter maior valor agregado, justificando os investimentos com o processo de cura em ambiente enriquecido com CO_2 ou de outra forma podem sofrer ajustes na formação de seu custo de produção, por exemplo pelo ajuste das proporções de suas matérias primas. A carbonatação acelerada pode também justificar investimentos para o aproveitamento de fontes alternativas de CO_2, e redução da pegada de carbono, sequestrando esse importante gás de efeito estufa e incorporando-o aos produtos à base de fibrocimento.

Tabela 7 – Súmula dos resultados obtidos. Os valores destacados em negrito e cinza mais escuro representam os melhores resultados obtidos. Os valores em cinza claro representam os resultados intermediários

Resultado	TPP	TPPC	TPVA
Área umedecida (%)	100	**78**	100
Tubos Karsten (mL)	10,1	8,3	**6,9**
K_1 (m²)	$5{,}01 \times 10^{-16}$	$2{,}55 \times 10^{-16}$	$\mathbf{1{,}50 \times 10^{-16}}$
K_2 (m)	$2{,}68 \times 10^{-12}$	$1{,}17 \times 10^{-13}$	$\mathbf{5{,}03 \times 10^{-14}}$
Porosimetria (PIM) (%)	30,36	**22,70**	25,91
Porosidade aparente (%)	38,7	**31,6**	35,6
Densidade aparente (g/cm³)	1,46	**1,66**	1,58
Absorção de água (%)	26,5	**19,0**	22,5
Retração por secagem (mm/m)	2,25	**1,0**	2,25
Módulo de ruptura (MPa)	8,2	**10,7**	9,9
Limite de proporcionalidade (MPa)	3,9	**8,3**	4,4
Módulo de elasticidade (GPa)	6,2	**10,7**	8,4
Energia específica (kJ/m²)	10,1	10,9	11,0

Fonte: Própria autoria

6 CONCLUSÕES

A cura em idades iniciais de telhas onduladas de fibrocimento reforçadas com fibras de polipropileno (PP) por 6 h em atmosfera rica com dióxido de carbono (carbonatação acelerada), resultou em um grau de carbonatação (GC) de 86%. Os resultados foram confirmados pelas análises de termogravimetria (TG e DTG) e difração de raios X (DRX). Os teores de hidróxido de cálcio ($Ca(OH)_2$) presentes na telha curada com carbonatação acelerada em seu 1° dia de idade (TPPC) foram menores em comparação com as telhas curadas ao ar (TPP). A formação de carbonato de cálcio ($CaCO_3$) foi predominantemente em fases polimorfas ou pouco cristalizadas. O pH da matriz foi reduzido pela carbonatação acelerada (CA) de 13 para 9,5 por conta da carbonatação dos produtos de hidratação do cimento.

Os resultados obtidos pela técnica de permeabilidade à água adaptados das normas técnicas mostraram que as telhas submetidas a CA apresentaram 22% menos áreas inferiores umedecidas após 24 h de ensaio em comparação com as TPP e às telhas reforçadas com fibras de PVA (TPVA). A CA confere à telha maior eficiência em estanqueidade à água e diminuição dos defeitos presentes em regiões da telha sujeitas a fissuras. As telhas apresentam um perfil heterogêneo de permeabilidade em função da posição na telha. As cristas são mais permeáveis a água do que as cavas e os flancos, pois estas regiões (cristas) umedecem primeiro durante o ensaio de permeabilidade à água. O ensaio de permeabilidade à água aliado às adaptações propostas neste estudo mostrou ser um método eficiente para detecção de defeitos, fissuras e vazamentos nas telhas e pode ser utilizado como auxilio para controle de qualidade dos produtos pelos fabricantes.

Os resultados da permeabilidade ao ar com escoamento em regime permanente em TPPC comparados com TPP mostraram a diminuição de cerca de 49% de acordo com o coeficiente k_1, devido à matriz menos porosa e permeável. Considerando o coeficiente k_2, o decréscimo observado foi de cerca de 95%, indicando a ocorrência significante da obturação poros permeáveis. Dos tratamentos estudados as TPVA obtiverem os menores coeficientes de permeabilidade k_1 e k_2, corroborando com os resultados de absorção de água avaliados por tubo Karsten. TPVA apresentam um desempenho de permeabilidade superior às TPP e a CA como

método de cura em telhas reforçadas com PP conferem um desempenho equiparado as TPVA.

A CA proporcionou melhor desempenho físico-mecânico às telhas pelo aumento da densidade aparente (DA) (13%) e diminuição da absorção de água (AA) (28%) e porosidade aparente (PA) (22%). O limite de proporcionalidade (LOP) e o módulo de elasticidade (MOE) duplicaram, o que resulta no enrijecimento das telhas de fibrocimento. A diminuição dos poros da matriz cimentícia na faixa de 0,060 µm a 1,50 µm proporcionou a redução da retração por secagem das telhas pela metade em comparação com TPP e TPVA atingindo valores de cerca de 1 mm/m.

A técnica de análise microestrutural por microtomografia de raios X (micro-CT) aplicada ao fibrocimento revela defeitos como fissuras e porosidade entre as monocamadas e exibe a morfologia da microestrutura dos poros e da matriz. Devido às limitações de resolução e impossibilidade de distinguir materiais de baixa densidade (p. ex. as fibras poliméricas) dos espaços vazios a microtomografia proporciona uma análise semi-quantitativa e deve ser aliada a outras técnicas como por exemplo a porosimetria por intrusão de mercúrio para obtenção de resultados mais concisos.

De forma geral, as técnicas empregadas proporcionaram resultados satisfatórios conforme o objetivo estabelecido nesta pesquisa. A cura em ambiente rico em CO_2, também referida como carbonatação acelerada, em telhas de fibrocimento comerciais reforçadas com fibras de polipropileno PP confere um melhor desempenho físico-mecânico, de permeabilidade e de retração por secagem, sendo uma estratégia de cura atrativa para os fabricantes de telhas e outros produtos à base de fibrocimento. A captura de CO_2 nos produtos à base de fibrocimento pode inclusive representar uma forma de redução da pegada de carbono, pelo sequestro deste gás de efeito estufa.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

O presente estudo possibilitou o conhecimento do perfil de permeabilidade das telhas onduladas de fibrocimento comerciais e como a interação das fibras poliméricas (PP e PVA) e a carbonatação acelerada podem impactar positivamente esta propriedade. No entanto, vários outros fatores podem influenciar na permeabilidade da telha ondulada de fibrocimento. Presume-se que fatores como os teores de fibras de reforço e as proporções entre si e o efeito do envelhecimento (natural e acelerado) da telha ondulada de fibrocimento podem impactar significativamente na permeabilidade e demais propriedades. Como observado nos ensaios de permeabilidade a água, os defeitos e fissuras presentes nas cristas das telhas representam uma parcela significante na permeabilidade da telha como um todo.

Os trabalhos sugeridos a partir destes estudos são:

- Estudo do envelhecimento acelerado (em laboratório) e natural (em campo de envelhecimento) na permeabilidade de telhas onduladas de fibrocimento.
- Estudos de permeabilidade aplicados em telhas de fibrocimento carbonatadas em diferentes concentrações de CO_2 e condições de temperatura e pressão.
- Estudo do efeito de cura em ambiente enriquecido com CO_2 nas primeiras idades (carbonatação acelerada) das telhas onduladas de fibrocimento nas cristas e nas cavas, e como a carbonatação acelerada interfere nos defeitos e fissuras das telhas nessas regiões.
- Estudo do gradiente de carbonatação das telhas onduladas de fibrocimento como estratégia para redução dos custos envolvidos no processo e aplicação em escala industrial para obtenção de produtos de alto valor agregado, incluindo analise de ciclo de vida (ACV) para justificar os investimentos com o processo de cura.
- Avanço no uso das técnicas de microtomografia aliada à porosimetria por intrusão de mercúrio para o estudo da microestrutura de materiais porosos e permeáveis.

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, A. E. F. S. et al. Improved durability of vegetable fiber reinforced cement composite subject to accelerated carbonation at early age. **Cement and Concrete Composites**, v. 42, p. 49–58, 2013.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM C 150 - 81 Standard Specification for Portland CementAnnual Book of ASTM Standards.** West Conshohocken, PA, USA, 1981.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM C 1185 - 08 Standard Test Method for Sampling and Testing Non-Asbestos Fiber-Cement Flat Sheet, Roofing and Siding Shingles, and Clapboards.Annual Book of ASTM Standards.** West Conshohocken, PA, USA, 2016a.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM C 948 - 81 Standard Test Method for Dry and Wet Bulk Density , Water Absorption, and Apparent Porosity of Thin Sections of Glass-Fiber Reinforced Concrete.** West Conshohocken, PA, USA, 2016b.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 15210-1: Telha ondulada de fibrocimento sem amianto e seus acessórios parte 1 - Classificação e requisitos.** Rio de Janeiro, 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 15210-2: Telha ondulada de fibrocimento sem amianto e seus acessórios parte 2 - Ensaios.** Rio de Janeiro, 2016.

BALLESTEROS, J. E. M. **Compósitos cimentícios reforçados com polpa celulósica tratada por hornificação para aplicação em construções rurais**. 2014. 160 p. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2014.

BALLESTEROS, J. E. M. et al. Synergic effect of fiber and matrix treatments for vegetable fiber reinforced cement of improved performance. **Construction and Building Materials**, v. 205, p. 52–60, 2019.

BERTOS, M. F. et al. A review of accelerated carbonation technology in the treatment of cement-based materials and sequestration of CO2. **Journal of Hazardous Materials**, v. 112, p. 193–205, 2004.

BLACK, L. et al. Structural features of C-S-H(I) and its carbonation in air-A Raman spectroscopic study. Part II: Carbonated phases. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 90, n. 3, p. 908–917, 2007.

BLANCO, A. et al. Optimal use of flocculants on the manufacture of fibre cement materials by the Hatschek process. **Construction and Building Materials**, v. 24, p. 158–164, 2010.

BRITISH STANDARD. **BS EN 494:2004 Fibre-cement profiled sheets and fittings for roofing – Products specification and test methods.**, 2007.

CALLISTER JÚNIOR, W. D. **Fundamentos da ciência e engenharia de materiais**. 2. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2011.

CARDOSO, F. A. et al. Drying behavior of hydratable alumina-bonded refractory castables. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 24, p. 797–802, 2003.

CORREIA, V. C. et al. Nanofibrillated cellulose and cellulosic pulp for reinforcement of the extruded cement based materials. **Construction and Building Materials**, v. 160, p. 376–384, 2018.

CORREIA, V. C.; SANTOS, S. F.; SAVASTANO JÚNIOR, H. Effect of the accelerated carbonation in fibercement composites reinforced with eucalyptus pulp and nanofibrillated cellulose. **Materials and Matallurgical Engineering**, v. 9, n. 1, p. 7–10, 2015.

COUTTS, R. S. P. A review of Australian research into natural fibre cement composites. **Cement and Concrete Composites**, v. 27, n. 5, p. 518–526, 2005.

DIAS, C. M. R. **Poli desenvolve novo fibrocimento com gradação funcional**. Disponível em <http://www.usp.br/agen/?p=29975>. Acesso em: 10 mai. 2019.

DIAS, C. M. R.; SAVASTANO JÚNIOR, H.; JOHN, V. M. Exploring the potential of functionally graded materials concept for the development of fiber cement. **Construction and Building Materials**, v. 24, p. 140–146, 2010.

FAVARO, J. S. C. **Estudos da polpação kraft, branqueamento e refino de Eucalyptus grandis x Eucalyptus urophylla**. 2015. 176 p. Tese (Doutorado) - Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

FERNÁNDEZ-CARRASCO, L.; CLARAMUNT, J.; ARDANUY, M. Autoclaved cellulose fibre reinforced cement: Effects of silica fume. **Construction and Building Materials**, v. 66, p. 138–145, 2014.

FERREIRA, M. B. **Estudo da carbonatação natural de concretos com diferentes adições minerais após 10 anos de exposição**. [s.l.] Universidade Federal de Goiás, 2013.

FILOMENO, R. H. **Avaliação da influência da umidade relativa da atmosfera de cura na carbonatação de materiais de fibrocimento**. 2018. 100 p. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2018.

FRÍAS, M.; GOÑI, S. Accelerated carbonation effect on behaviour of ternary Portland cements. **Composites Part B: Engineering**, v. 48, p. 122–128, 2013.

GARCÍA-GONZÁLEZ, C. A. et al. Modification of composition and microstructure of Portland cement pastes as a result of natural and supercritical carbonation procedures. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 45, n. 14, p. 4985–4992, 2006.

HAYAKAWA, S. et al. Characterization of calcium carbonate polymorphs with Ca K edge X-ray absorption fine structure spectroscopy. **Analytical Sciences**, v. 24, p. 835–837, 2008.

HENDRICKX, R. Using the Karsten tube to estimate water transport parameters of porous building materials: The possibilities of analytical and numerical solutions. **Materials and Structures/Materiaux et Constructions**, v. 46, n. 8, p. 1309–1320, 2013.

HUNNICUTT, W.; STRUBLE, L.; MONDAL, P. Effect of synthesis procedure on carbonation of calcium-silicate-hydrate. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 100, p. 3736–3745, 2017.

HUNTZINGER, D. N. et al. Carbon dioxide sequestration in cement kiln dust through mineral carbonation. **Environmental science & technology**, v. 43, p. 1986–1992, 2009.

IKAI, S. et al. Asbestos-free technology with new high toughness polypropylene (PP) fibers in air-cured Hatschek process. **Construction and Building Materials**, v. 24, p. 171–180, 2010.

INNOCENTINI, M. D. M. et al. How accurate is Darcy's law for refractories. **American Ceramic Society Bulletin**, p. 64–68, 1999.

INNOCENTINI, M. D. M. et al. Permeabilidade de concretos refratários multifuncionais. **Cerâmica**, v. 47, n. 301, p. 34–39, mar. 2001.

INNOCENTINI, M. D. M. et al. Permeability optimization and performance evaluation of hot aerosol filters made using foam incorporated alumina suspension. **Journal of Hazardous Materials**, v. 162, p. 212–221, 2009.

INNOCENTINI, M. D. M. et al. Filtration of gases at high pressures: Permeation behavior of fiber-based media used for natural gas cleaning. **Chemical Engineering Science**, v. 74, p. 38–48, 2012.

INNOCENTINI, M. D. M. et al. Microstructural, physical, and fluid dynamic assessment of spinel-based and phosphate-bonded investments for dental applications. **International Journal of Applied Ceramic Technology**, p. 1–13, 2013.

INNOCENTINI, M. D. M. et al. Air permeability assessment of corrugated fiber-cement roofing sheets. **Cement and Concrete Composites**, v. 97, p. 259–267, 2019.

INNOCENTINI, M. D. M.; PANDOLFELLI, V. C. Considerações sobre a estimativa da permeabilidade em concretos refratários através das equações de Darcy e de Forchheimer. **Cerâmica**, v. 45, n. 292/293, p. 61–67, jun. 1999.

INNOCENTINI, M. D. M.; PANDOLFELLI, V. C. Permeable porosity of refractory castables evaluated by the water-expulsion porosimetry technique. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 84, n. 1, p. 236–238, 2001.

INNOCENTINI, M. D. M.; PARDO, A. R. F.; PANDOLFELLI, V. C. Modified Pressure-Decay Technique for Evaluating the Permeability of Highly Dense Refractories. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 83, n. 1, p. 220–222, 2000.

INNOCENTINI, M. D. M.; SEPULVEDA, P.; ORTEGA, F. S. Permeability. In: SCHEFFLER, M.; COLOMBO, P. (Eds.). . **Cellular Ceramics: Structure, Manufacturing, properties and Applications**. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2005. p. 313–341.

JENNINGS, H. M. et al. Characterization and modeling of pores and surfaces in cement paste: Correlations to processing and properties. **Journal of Advanced Concrete Technology**, v. 6, n. 1, p. 5–29, 2008.

KIM, M. S. et al. Use of CaO as an activator for producing a price-competitive non-cement structural binder using ground granulated blast furnace slag. **Cement and Concrete Research**, v. 54, p. 208–214, 2013.

LI, L.; CAO, M.; YIN, H. Comparative roles between aragonite and calcite calcium carbonate whiskers in the hydration and strength of cement paste. **Cement and Concrete Composites**, v. 104, p. 1–11, 2019.

LI, N.; FARZADNIA, N.; SHI, C. Microstructural changes in alkali-activated slag mortars induced by accelerated carbonation. **Cement and Concrete Research**, v. 100, p. 214–226, 2017.

MÁRMOL, G. **Low-alkalinity matrix composites based on magnesium oxide cement reinforced with cellulose fibres**. 2017. 160 p. Tese (Doutorado) - Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2017.

MATSUSHITA, F.; AONO, Y.; SHIBATA, S. Carbonation degree of autoclaved aerated concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 30, p. 1741–1745, 2000.

MO, L.; PANESAR, D. K. Effects of accelerated carbonation on the microstructure of Portland cement pastes containing reactive MgO. **Cement and Concrete Research**, v. 42, p. 769–777, 2012.

MOLINA, J. C. et al. Behavior of corrugated fibre cement sheets subjected to suction loads. **Ingeniare. Revista chilena de ingeniería**, v. 26, n. 1, p. 106–113, 2018.

MORANDEAU, A.; THIÉRY, M.; DANGLA, P. Investigation of the carbonation mechanism of CH and C-S-H in terms of kinetics, microstructure changes and moisture properties. **Cement and Concrete Research**, v. 56, p. 153–170, 2014.

NEVILLE, A. M.; BROOKS, J. J. **Tecnologia do concreto**. 2. ed. Porto Alegre: Perason Education Limited, 2010.

PADE, C.; GUIMARÃES, M. The CO2 uptake of concrete in a 100 year perspective. **Cement and Concrete Research**, v. 37, p. 1348–1356, 2007.

PALOMBO, L. **A microtomografia de raios X e a porosimetria por intrusão de mercúrio na determinação de porosidade e densidade de rochas reservatório**. 2014. 160 p. Dissertação (Mestrado) -, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2017.

PAN, X. et al. A review on surface treatment for concrete – Part 2: Performance. **Construction and Building Materials**, v. 133, p. 81–90, 2017a.

PAN, X. et al. Effects of CO2 surface treatment on strength and permeability of one-day-aged cement mortar. **Construction and Building Materials**, v. 154, p. 1087–1095, 2017b.

PARDO, A. R. F. et al. Permeabilidade de concretos refratários avançados. **Cerâmica**, v. 47, n. 302, p. 82–87, 2001.

PAULA, P. G. **Formulação e caracterização de compósitos com fibras vegetais e matriz termoplástica**. 2011. 87 p. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, 2011

PETER, M. A. et al. Competition of several carbonation reactions in concrete: A parametric study. **Cement and Concrete Research**, v. 38, p. 1385–1393, 2008.

PETERSON, J. D.; VYAZOVKIN, S.; WIGHT, C. A. Kinetics of the thermal and thermo-oxidative degradation of polystyrene, polyethylene and poly(propylene). **Macromolecular Chemistry and Physics**, v. 202, n. 6, p. 775–784, 2001.

PHUNG, Q. T. et al. Effect of limestone fillers on microstructure and permeability due to carbonation of cement pastes under controlled CO2 pressure conditions. **Construction and Building Materials**, v. 82, p. 376–390, 2015.

PIZZOL, V. D. **Carbonatação acelerada nova tecnologia de cura para fibrocimento sem amianto**. 2013. 60 p. Dissertação (Mestrado) - Universiade Federal de Lavras (UFLA), Lavras, 2013.

PIZZOL, V. D. et al. Effect of accelerated carbonation on the microstructure and physical properties of hybrid fiber-cement composites. **Minerals Engineering**, v. 59, p. 101–106, 2014.

POPESCU, M. A. et al. Thermal decomposition of calcium carbonate polymorphs precipitated in the presence of ammonia and alkylamines. **Advanced Powder Technology**, v. 25, p. 500–507, 2014.

QINFANG, F.; HONGWEI, Z.; YING, G. Thermal Decomposition of Dolomite. **Advanded Material Reserach**, v. 177, p. 617–619, 2010.

RANJITH, P. G.; VIETE, D. R. Applicability of the “cubic law” for non-Darcian fracture flow. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 78, p. 321–327, 2011.

RIBEIRO, C.; INNOCENTINI, M. D. M.; PANDOLFELLI, V. C. Dynamic permeability behavior during drying of refractory castables based on calcium-free alumina binders. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 84, n. 1, p. 248–250, 2001.

RILEM. Reunion Internationale des Laboratooires d’essais et des Recheches sur les Materiaux et les Constructions. RILEM Technical Committee 49TFR: Testing methods for fibre reinforced cement-based composites. **Materiaux et Constructions**, v. 17, n. 102, p. 441–456, 1984.

RODRIGUES, P. P. F.; MONTARDO, J. P. **A influência da adição de fibras de polipropileno nas propriedades dos concretos para pisos e pavimentos**. In: 44° Congresso Brasileiro do Concreto Instituto Brasileiro de Concreto. **Anais**...2002

SANJUÁN, M. A.; OLMO, C. Carbonation resistance of one industrial mortar used as a concrete coating. **Building and Environment**, v. 36, p. 949–953, 2001.

SANTOS, S. F. et al. Supercritical carbonation treatment on extruded fibre-cement reinforced with vegetable fibres. **Cement and Concrete Composites**, v. 56, p. 84–94, 2015.

SANTOS, S. F.; FIORELLI, J.; SAVASTANO JÚNIOR, H. Non-conventional cement-based composites reinforced with vegetable. **Materiales de Construción**, v. 65, n. 317, p. 1–19, 2015.

SAVASTANO JÚNIOR, H. et al. Plant fibre reinforced cement components for roofing. **Construction and Building Materials**, v. 13, p. 433–438, 1999.

SAVASTANO JÚNIOR, H.; SANTOS, S. F. Uso de resíduos de fibra vegetal em construção. **Com Ciência: Revista eletrônica de jornalismo científico**, 2008.

SAVASTANO JÚNIOR, H.; WARDEN, P. G.; COUTTS, R. S. P. Potential of alternative fibre cements as building materials for developing areas. **Cement and Concrete Composites**, v. 25, p. 585–592, 2003.

SAVASTANO JÚNIOR, H.; WARDEN, P. G.; COUTTS, R. S. P. Microstructure and mechanical properties of waste fibre-cement composites. **Cement and Concrete Composites**, v. 27, p. 583–592, 2005.

SCHABOWICZ, K.; GORZELAŃCZYK, T.; SZYMKÓW, M. Identification of the degree of fibre-cement boards degradation under the influence of high temperature. **Automation in Construction**, v. 101, p. 190–198, 2019.

SCHMIDT, R.; FRANCISCO, S.; SAVASTANO JÚNIOR, H. **O efeito da carbonatação acelerada com CO2 no estado supercrítico no início da cura de fibrocimentos extrudados**. In: 20º Simpósio Internacional de Iniciação Científica. **Anais**...2012

SCRIVENER, K. L.; JUILLAND, P.; MONTEIRO, P. J. M. Advances in understanding hydration of Portland cement. **Cement and Concrete Research**, v. 78, p. 38–56, 2015.

SHI, C. et al. Performance of mortar prepared with recycled concrete aggregate enhanced by CO2 and pozzolan slurry. **Cement and Concrete Composites**, v. 86, p. 130–138, 2018.

SILVA, A. C. **Estudo da durabilidade de compósitos reforçados com fibras de celulose**. 2002. 115 p. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2002.

SOUZA, R. B. **Estudo da retração em fibrocimento reforçado com fibra polimérica.** 2014. 244 p. Tese (Doutorado) Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2014.

SOUZA, R. B. et al. Influência das variáveis atmosféricas na degradação dos materiais da construção civil. **Revista Eletrônica da Engenharia Civil**, v. 13, n. 1, p. 1–19, 2017.

TAYLOR, H. F. W. **Cement Chemistry**. 2. ed. London: Thomas Telford Services Ltd, 1990.

TEIXEIRA, D. E. Asbestos-free autoclaved wood fiber-cement sheets from recycled old corrugated containers and kraft pulp of Douglas fir: Properties and scanning electron microscopy. **Maderas: Ciencia y Tecnologia**, v. 20, n. 4, p. 747–756, 2018.

TEIXEIRA, R. S. et al. Different ageing conditions on cementitious roofing tiles reinforced with alternative vegetable and synthetic fibres. **Material and Structures**, v. 47, p. 433–446, 2014.

THIERY, M. et al. Investigation of the carbonation front shape on cementitious materials: Effects of the chemical kinetics. **Cement and Concrete Research**, v. 37, p. 1047–1058, 2007.

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

TONOLI, G. H. D. **Aspectos produtivos e análise do desempenho do fibrocimento sem amianto no desenvolvimento de tecnologia para telhas onduladas**. 2006. 129 p. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Zootecnica e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2006.

TONOLI, G. H. D. et al. Cellulose modified fibres in cement based composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 40, p. 2046–2053, 2009.

TONOLI, G. H. D. et al. Effects of natural weathering on microstructure and mineral composition of cementitious roofing tiles reinforced with fique fibre. **Cement and Concrete Composites**, v. 33, p. 225–232, 2010a.

TONOLI, G. H. D. et al. Effect of accelerated carbonation on cementitious roofing tiles reinforced with lignocellulosic fibre. **Construction and Building Materials**, v. 24, p. 193–201, 2010b.

TONOLI, G. H. D. et al. Rationalizing the impact of aging on fiber–matrix interface and stability of cement-based composites submitted to carbonation at early ages. **Journal of Materials Science**, v. 51, p. 7929–7943, 2016.

TONOLI, G. H. D. et al. Influence of the initial moisture content on the carbonation degree and performance of fiber-cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 215, n. Special Issue, p. 22–29, 2019.

URREA-CEFERINO, G. E. **Carbonatação acelerada: um estudo dos parâmetros, efeito da adição mineral, tipo de polpa celulósica e durabiliade do fibrocimento**. 2016. 147 p. Tese (Doutorado), Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2016.

URREA-CEFERINO, G. E. et al. Definition of optimal parameters for supercritical carbonation treatment of vegetable fiber-cement composites at a very early age. **Construction and Building Materials**, v. 152, p. 424–433, 2017.

VAN GERVEN, T. et al. Influence of carbonation and carbonation methods on leaching of metals from mortars. **Cement and Concrete Research**, v. 34, n. 1, p. 149–156, 2004.

WANG, T. et al. Accelerated mineral carbonation curing of cement paste for CO2sequestration and enhanced properties of blended calcium silicate. **Chemical Engineering Journal**, v. 323, p. 320–329, 2017.

ZHAN, B. et al. Experimental study on CO2 curing for enhancement of recycled aggregate properties. **Construction and Building Materials**, v. 67, p. 3–7, 2014.

ZHANG, T.; CHEESEMAN, C. R.; VANDEPERRE, L. J. Development of low pH cement systems forming magnesium silicate hydrate (M-S-H). **Cement and Concrete Research**, v. 41, p. 439–442, 2011.

ZHOU, J.; YE, G.; VAN BREUGEL, K. Characterization of pore structure in cement-based materials using pressurization-depressurization cycling mercury intrusion porosimetry (PDC-MIP). **Cement and Concrete Research**, v. 40, p. 1120–1128, 2010.