Tratamento de Fibras de Sisal com Lignosulfonato para Aprimoramento das Propriedades dos Compósitos de Fibrocimento

Treatment of Sisal Fibers with Lignosulphonate to Improve the Properties of Fiber Cement Composites

Suellen Lopes Gualberto,^a Leila Aparecida de Castro Motta,^a Daniel Pasquini^{b,*}

^a Universidade Federal de Uberlândia, Faculdade de Engenharia Civil, Campus Santa Mônica, CEP 38400-902, Uberlândia-MG, Brasil.

^b Universidade Federal de Uberlândia, Instituto de Química, Campus Santa Mônica, CEP 38400-902, Uberlândia-MG, Brasil

*E-mail: daniel.pasquini@ufu.br

Recebido em: 13 de Agosto de 2020

Aceito em: 22 de Março de 2021

Publicado online: 26 de Agosto de 2021

This work studied the treatment of sisal fibers with lignosulfonate in order to improve the properties of fiber cement reinforced with sisal. The treatment consisted of impregnating the fibers with lignosulfonate, seeking to reduce the permeability of the fiber surface and its deterioration by the cementitious matrix. Thus, this work compared the performance of fiber cement reinforced with untreated sisal fibers and treated with lignosulfonate, contents of 1%, 2% and 4% by weight of lignosulfonate in the impregnation solution. The physical and morphological properties of the composites were compared. Composites with fibers treated with the 4% lignosulfonate solution showed more preserved fibers with less defibrillation and less deposition of cement hydration products on their surfaces, after natural aging for 180 days. Therefore, the proposed treatment is effective in improving the performance of fiber cement composites, constituting an alternative to the current treatments for this type of fiber.

Keywords: Fiber cement; lignosulfonate; vegetal fibers.

1. Introdução

O fibrocimento era composto inicialmente pela mistura de cimento, amianto e água, sendo o primeiro compósito fibroso com matriz cimentícia a ser fabricado em larga escala, para a produção de telhas e caixas d'água. De todo fibrocimento produzido no país, cerca de 50% das telhas e 80% das caixas d'água são produzidas com amianto Crisotila gerando cerca de 170 mil empregos, cuja produção se destina principalmente às famílias de baixa renda.¹

Além de vantagens econômicas, as fibras de amianto têm propriedades mecânicas excelentes, alto módulo de elasticidade e elevada resistência à tração, boa aderência à pasta de cimento, que contribui para o aumento da durabilidade do compósito, não oxidam, têm flexibilidade, promovem o isolamento termo-acústico e são encontradas em grande quantidade na natureza.² Porém, esta fibra mineral está relacionada com o aparecimento de doenças como a asbestose pulmonar, câncer de pulmão e mesotelioma maligno, quando associada a um período de exposição de 20 a 50 anos.³

Por isso, existem diversos estudos na busca de substituição completa ou parcial das fibras sintéticas ou de amianto pelas fibras de bananeira, coco, juta, sisal, curauá, cana-de-açúcar, etc.^{4,5,6}

A fibra de sisal é oriunda de regiões tropicais, sendo produzida em larga escala no Brasil, com grande relevância socioeconômica na região semiárida brasileira. Além disso, suas propriedades mecânicas estão entre as maiores dentre as fibras vegetais, com destaque para o elevado módulo de elasticidade e resistência à tração.⁷ Por isso, o uso de fibras de sisal como matéria-prima se mostra uma alternativa viável para substituir fibras de reforço em matrizes cimentícias.

Apesar dos benefícios citados, as fibras vegetais podem apresentar limitações relacionadas a sua inserção nas matrizes como, por exemplo, a baixa adesão, alta variabilidade de propriedades, baixa resistência térmica e um comportamento hidrofílico que propicia a entrada de material para o interior da fibra. Esta absorção de água pela matriz gera a mineralização da fibra diminuindo seus benefícios, além da degradação das interfaces o que promove a perda de durabilidade dos compósitos.⁸ Além disso, a alcalinidade da matriz, que é gerada pelos produtos de hidratação do cimento, como o hidróxido de cálcio, silicatos e aluminatos de cálcio, degradam as fibras fazendo com que o compósito perca as propriedades desejadas e, assim, diminua a sua durabilidade.⁹

Este caráter hidrofílico não somente leva água e compostos dissolvidos para o interior das fibras, como também promove a variação dimensional das fibras por ciclos de molhagem e secagem em situações de uso normal dos compósitos, ocasionando um enfraquecimento da aderência entre fibra e matriz. Tendo isto em vista, é necessário buscar formas de proteger as

fibras dos danos causados pela absorção de água da matriz.

Assim, alguns métodos de modificações físicas e químicas têm sido estudados para promover melhor durabilidade das fibras vegetais na matriz de cimento.¹⁰

Tratamento termomecânico das fibras de sisal resultaram em aumento do módulo de elasticidade com o aumento da temperatura de tratamento, 120, 160 e 200 °C. Porém, o tratamento ocasionou redução dos valores de resistência à tração das fibras.¹¹

Outro estudo utilizou a impregnação de fibras de sisal com o objetivo de reforçar o fibrocimento e melhorar as propriedades físicas e mecânicas. Para isso compararam-se quatro processos de impregnação (impregnação com lignina organosolve, lignina organosolve com glutaraldeído, lignina Kraft e lignina Kraft com glutaraldeído). O tratamento reduziu a absorção de água pelas fibras em cerca de 50% e elas não ficaram degradadas dentro da matriz. Além disso, os compósitos apresentam acréscimo no módulo de elasticidade e tenacidade, comparando-se resultados aos 28 dias de moldagem e resultados após 180 dias de envelhecimento.¹²

O lignosulfonato é o principal subproduto da lignina, utilizado em larga escala na indústria, especialmente na construção civil, visto que suas características plastificantes aumentam a fluidez ou reduzem a quantidade de água de amassamento em misturas cimentícias. Além disso, o lignosulfonato possuiu grupos polares e não-polares, o que pode melhorar a adesão da fibra à matriz, além de impermeabilizar a superfície da fibra, impedindo que o teor básico da pasta de cimento degrade a célula vegetal.¹³

Os lignosulfonatos são solúveis em água devido a introdução de grupos sulfonatos, sendo que são estes grupos que conferem as propriedades desejadas nas misturas usadas na construção civil como o caráter plastificante, que melhora a trabalhabilidade das pastas de cimento.^{14,15}

Tendo em vista a necessidade de melhorar a compatibilidade fibra-matriz e diminuir absorção de água da fibra, o trabalho testa a modificação das fibras com a impregnação de lignosulfonato, considerando a facilidade do tratamento que ocorre em meio aquoso a temperatura ambiente, e o fato deste composto poder alterar o caráter hidrofílico das fibras. Assim, espera-se que o lignosulfonato ao se ligar fisicamente às fibras, possa melhorar a adesão fibra-matriz e diminuir a higroscopicidade das mesmas.

Dentro deste contexto, este trabalho visa estudar o desempenho de fibrocimentos reforçados com fibras de sisal impregnadas com lignosulfonato e, assim, melhorar as propriedades mecânicas e durabilidade dos compósitos.

2. Metodologia

2.1. Tratamento das fibras

Na preparação dos fibrocimentos foram utilizadas fibras de sisal (fornecidas pela empresa Sisalsul Fibras Naturais

Ltda. - São Paulo, Brasil) como reforço das matrizes cimentícias. As fibras foram tratadas por impregnação com lignosulfonato em três soluções com concentrações diferentes e comparadas às fibras não tratadas. As fibras utilizadas neste estudo foram cortadas com comprimento de 30 mm.

Para a impregnação das fibras com lignosulfonato foram utilizadas soluções aquosas com 1%, 2% e 4% em massa de lignosulfonato, em relação à massa de fibra de sisal. Assim, obtiveram-se 4 tipos diferentes de fibras que foram denominados FNAT (fibra sem tratamento), F1 (fibra com impregnação de 1% de lignosulfonato), F2 (fibra com impregnação de 2% de lignosulfonato), F4 (fibra com impregnação de 4% de lignosulfonato).

O processo de impregnação foi realizado em um béquer, preparando-se a solução de lignosulfonato em um volume de 288 mL de água e a massa respectiva de lignosulfonato, misturando-se em um agitador mecânico por 5 minutos. Em seguida 28,8 g de fibras foram adicionadas nesta solução, de modo que elas ficaram imersas por 10 minutos em temperatura ambiente. Logo após, as fibras foram removidas da solução por filtração e secas em estufa a 180 °C por um período de 3 horas.

Para as fibras não tratadas com lignosulfonato, estas foram submetidas ao mesmo processo, porém foi utilizado apenas água em substituição da solução.

2.2. Ensaio de absorção das fibras

Os ensaios de absorção das fibras de sisal foram realizados conforme a ASTM E104-02 (2012),¹⁶ em ambiente com 75% de umidade, com o intuito de comparar a absorção das fibras tratadas e não tratadas. As medidas de massa das fibras foram realizadas em balança analítica com resolução de 0,00001 g, após 1, 2, 24, 48, 72 e 120 horas, também foram medidas a temperatura e umidade com o termo-higrômetro. Por meio da Equação 1 determinou-se o valor da absorção.

$$Af = \left(\frac{m_{f,t} - m_{f,0}}{m_{f,0}} \right) \times 100 \quad (1)$$

sendo: Af = absorção das fibras, em %; $m_{f,t}$ = massa das fibras medida no instante t, em gramas; $m_{f,0}$ = massa inicial das fibras, em gramas.

2.3. Moldagem dos corpos-de-prova

A preparação dos compósitos foi feita simulando o processo Hatschek.¹⁷ O método constitui na sucção do excesso de água de amassamento, simultaneamente ao adensamento das camadas da calda de cimento e da fibra de sisal.

Foram moldados 16 compósitos com dimensões de 20 cm x 20 cm x 0,4 cm, sendo 4 moldados com fibras sem impregnação de lignosulfonato (CP-FNAT), 4 moldados com fibras impregnadas com 1% de lignosulfonato

(CP-F1), 4 moldados com fibras impregnadas com 2% de lignosulfonato (CP-F2) e 4 de moldados com fibras impregnadas com 4% de lignosulfonato (CP-F4).

Para execução de cada amostra, foram adicionados 2% de polpa celulósica Kraft branqueada de eucalipto em relação ao volume da mistura, valor mínimo para reter o material cimentício durante a sucção da água, além de 3% de fibras vegetais de sisal em volume. Para a produção de cada compósito cimentício foram utilizados 320g de cimento CP-IV.

Inicialmente as fibras de celulose Kraft foram dispersadas juntamente com água em um liquidificador da marca Skymssen com copo Monobloco sem solda em aço inox por 5 minutos e depois foi peneirada para retirada do excesso de água. Em seguida, o processo de moldagem, foi realizado pelas seguintes etapas:

- Em um misturador mecânico, marca Pavitest, modelo C3010 e rpm de 4/s, foram adicionados as fibras de celulose Kraft, cimento e água, e misturou-se por 5 minutos;
- No dispositivo de moldagem fez-se a sucção em duas etapas, primeiro dispersou metade das fibras de sisal dos compósitos e acrescentou-se metade da mistura de cimento, a sucção foi acionada para que o excesso de água fosse retirado, enquanto isso a mistura foi compactada com soquete de aço. Então, desligou-se a sucção e colocou a outra metade das fibras de sisal, espalhando-as, e o restante da mistura de cimento, novamente foi acionada a sucção, adensando se com o soquete;
- Concluída a moldagem, os compósitos foram retirados do dispositivo com o auxílio de placas metálicas de 20 cm x 20 cm e levados para a prensagem com tensão de 3,2 MPa. A prensagem foi aplicada para reduzir os vazios das placas e retirada do excesso de água. Os corpos de provas ficaram na prensa por 24 horas.

A cura dos corpos de provas se deu em câmara úmida com umidade relativa de 75% e temperatura de 21 °C

durante 28 dias. Após esse período, as placas moldadas foram cortadas em corpos de prova menores, com dimensões 4 cm x 20 cm x 0,4 cm. As amostras foram ensaiadas aos 28 dias e outras foram ensaiadas após envelhecimento natural por 90 e 180 dias, na estação de meteorologia da Universidade Federal de Uberlândia (Figura 1). Os corpos de prova foram dispostos em um suporte com declividade de 30%, voltados para o norte, exposto às intempéries durante o envelhecimento natural.

2.4. Análises por microscopia das fibras e dos compósitos

Amostras de fibras tratadas bem como as fibras não tratadas foram avaliadas visando verificar se houve impregnação de lignosulfonato. Assim como as fibras, os compósitos também foram analisados por MEV visando avaliar a microestrutura, interface matriz-fibra e a ocorrência de mineralização das fibras aos 28, 90 e aos 180 dias. As análises por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das fibras e dos compósitos foram realizadas utilizando o microscópio modelo Vega3, da marca TESCAN, no Laboratório de Multiusuários do Instituto de Química da UFU (IQUFU).

As análises de raios X por dispersão de energia (EDS) dos compósitos foram realizadas por meio de um instrumento Oxford modelo 51-ADD0048, nas mesmas amostras dos compósitos aos 28, 90 e aos 180 dias, preparadas para a análise de MEV descrita anteriormente.

2.5. Ensaios mecânicos dos compósitos

Os corpos de prova foram submetidos aos ensaios de flexão em 4 pontos. Utilizou-se a máquina universal de ensaios da marca Instron, modelo 5892 e célula de carga 5 kN. A distância entre os apoios inferiores foi de 150 mm, a velocidade de aplicação da carga foi de 2,0 mm/min e a flecha adotada foi o deslocamento do cutelo de carga da máquina, durante o ensaio. O parâmetro para finalização do

Figura 1. Disposição dos corpos de provas para envelhecimento

ensaio foi o limite de flecha de 5 mm. Do ensaio de flexão foram determinados os Módulos de Ruptura (MOR) e o Módulo de Elasticidade (E).

A tenacidade de cada corpo-de-prova foi obtida pela energia específica de fratura em kJ/m², que foi determinada pela integração da área sob a curva carga x flecha até o ponto limite do ensaio (flecha de 5 mm), dividida pela área da seção transversal das amostras, conforme a Equação 2. Os resultados foram obtidos pelo programa computacional da máquina Instron 5982, sendo necessários como dados de entrada a largura e espessura média das amostras, estas, obtidas com um paquímetro digital Mitutoyo com precisão de 0,01 mm.

$$\xi = \frac{A_{p-\delta}}{b.e} \quad (2)$$

em que: ξ = tenacidade ou energia específica (kJ/m²); $A_{p-\delta}$ = área total sob a curva carga versus flecha (N.mm); b = largura do corpo-de-prova (mm); e = espessura do corpo-de-prova (mm).

2.6. Ensaio de absorção de água e porosidade dos compósitos

A absorção e a porosidade dos compósitos foram determinadas conforme a norma ASTM C948-81 (2009),¹⁶ e calculados pelas Equações 3 e 4, respectivamente. Para determinação da absorção dos compósitos, os corpos de prova foram imersos em água por 24 horas em temperatura ambiente. Em seguida, em uma balança hidrostática, foi realizada a determinação da massa imersa (m_i), então retirou-se os CPs da água, removeu-se a umidade superficial e determinou-se a massa saturada superfície seca (m_{ss}). Os corpos de prova foram então secos em estufa com temperatura entre 100 °C e 110 °C durante período mínimo de 48 horas, até estabilidade de massa, removidos da estufa e resfriados em um dessecador até temperatura ambiente. Assim determinou-se a massa seca (m_s). Com os dados de massa imersa, massa saturada superfície seca e massa seca, obteve-se também a massa específica aparente das amostras pela Equação 5.

$$Abcp = \frac{m_{ss} - m_s}{m_s} \times 100\% \quad (3)$$

$$\eta = \frac{m_{ss} - m_s}{m_s - m_i} \times 100\% \quad (4)$$

$$\rho = \frac{m_s}{m_{ss} - m_i} \quad (5)$$

sendo: Abcp = absorção dos compósitos (%); η = porosidade dos compósitos (%); ρ = massa específica aparente dos compósitos (kg/dm³).

2.7. Análise estatística ANOVA

Os resultados obtidos foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e teste Tukey, com nível de confiança de 95% ($p < 0,05$), a fim de verificar as diferenças significativas entre os valores médios encontrados das propriedades dos compósitos. Foram utilizados os *softwares* Excel e Past.

3. Resultados e Discussão

3.1. Análise microestrutural das fibras de sisal por MEV

Pode-se observar de acordo com a Figura 2 que a FNAT apresenta uma superfície mais homogênea, já as Figuras 2B, 2C e 2D apresentam uma superfície mais irregular, o que sugere que ocorre uma deposição de material em suas superfícies. As deposições na superfície das fibras são mais evidentes nas fibras tratadas com maior concentração de lignosulfonato.

3.2. Ensaio de absorção de umidade das fibras

A Figura 3 apresenta os dados obtidos no ensaio de absorção de umidade das fibras. As fibras tratadas F2 e F4 tratadas com solução de maior teor de lignosulfonato, apresentaram aumento na absorção final, se comparadas com a fibra sem tratamento, indicando que o caráter hidrofílico das fibras foi potencializado. Esperava-se um comportamento contrário, que o tratamento deixasse as fibras mais apolares pelo fato da molécula de lignosulfonato ser composta por estruturas aromáticas e alifáticas apolares¹³. Porém, devido ao lignosulfonato estar na forma de um sal, este pode ser o motivo do aumento da absorção, pois sais tendem a ser mais higroscópicos.

Porém, a Fibra F1 apresentou uma diminuição considerável na absorção de umidade (33%) comparado à fibra sem tratamento FNAT, o que indica que o tratamento, para esta concentração de lignosulfonato, surtiu o efeito desejado de impedir que a fibra absorva água do compósito. Isto pode melhorar tanto a hidratação da matriz quanto preservar a fibra dos ataques de álcalis, além de reduzir a variação dimensional e melhorar aderência entre fibra-matriz.

Mesmo assim, a Fibra F1 apresenta uma redução na absorção inferior quando comparadas a resultados de outros trabalhos¹², como por exemplo, obteve-se com os tratamentos de impregnação de lignina reduções superiores a 43%, comparadas às fibras de sisal sem tratamento.

3.3. Análise microestrutural dos compósitos por MEV

A Figura 4 mostra os resultados de MEV dos compósitos reforçados com fibras de sisal sem e com tratamento de lignosulfonato, aos 28 dias.

A partir da Figura 4, pode-se observar que as fibras não sofreram ruptura ao serem solicitadas, isto pode ser

Figura 2. MEV das fibras: A) FNAT, B) F1, C) F2, D) F4. Imagens com ampliação de 2.000X

Figura 3. Absorção de umidade pelas fibras

verificado pela existência de fibras longas na face da ruptura dos compósitos. Isto também indica que estão ancoradas à matriz de forma eficaz, podendo promover assim, um reforço satisfatório, diminuir a deformação e a propagação de fissuras. Além disso, observou-se também que a matriz ao redor da fibra estava bastante densa e uniforme.

A função da fibra é principalmente conferir tenacidade ao compósito, isso ocorre quando a fibra absorve energia no momento em que é arrancada da matriz¹⁸. E como pode ser observado na Figura 4 as fibras foram arrancadas da matriz ao invés de romper, comprovando que o reforço com as fibras de sisal foi eficaz, pois resistem ao esforço ao qual foram submetidas.

A Figura 4A apresenta mais fibras finas (desfibrilação) que as fibras tratadas, o que pode indicar que a presença de lignosulfonato ajuda na preservação da integridade da fibra, mostrando que ela degrada menos do que em sua forma natural. Também pode-se notar que o CP-F1 (Figura 4B) foi o que apresentou menor desfibrilação, isto pode significar um ganho de tenacidade, visto que microfibras não geram

Figura 4. MEV de fibrocimento aos 28 dias: A) CP-FNAT, B) CP-F1, C) CP-F2, D) CP-F4. Ampliação de 400x

aumento de absorção de energia, mas sim redução de fissuras.¹⁹

Na Figura 5, observou-se uma deposição de material nas superfícies das fibras que não foi observada aos 28 dias. Os ciclos de molhagem e secagem dos compósitos expostos às intempéries podem ter ocasionado o carreamento de produtos da matriz, dissolvidos na água do poro, para as fibras. Pode ocorrer ainda que devido a diferença de umidade entre o ambiente natural ao qual o fibrocimento foi exposto e o de cura úmida até 28 dias, a água percole do interior das fibras para sua superfície e hidrate compostos do cimento ainda anidros presentes na superfície da fibra. Observa-se também que a fibra do CP-F1 (Figura 5B) apresenta maior desfibrilação e a superfície das fibras cobertas por produtos de hidratação aderidos.

Pode-se observar na Figura 6, que para os compósitos aos 180 dias, as fibras sofreram ruptura, e não apresentam comprimento longo arrancado da matriz, como nas demais idades. Isto pode ocorrer pela degradação das fibras, reduzindo suas propriedades mecânicas, ou pela maior aderência das fibras à matriz, causada pelo avanço da hidratação da matriz e densificação da interface fibra/matriz. As fibras do compósito CP-F4 não sofreram ruptura e estão mais aderidas à matriz do que nos demais compósitos, indicando que o tratamento F4 pode estar contribuindo para a preservação das fibras e melhor interface com a matriz. Além disso, o compósito sem

tratamento apresenta maior deposição de materiais de hidratação na superfície da fibra.

3.4. Análises de raios X por dispersão de energia (EDS) nas superfícies das fibras dos compósitos

Na Tabela 1 estão apresentados os resultados do EDS nas superfícies das fibras dos compósitos reforçados com fibras de sisal sem e com tratamento de lignosulfonato aos 28, 90 e 180 dias.

Como pode ser observado nos dados da Tabela 1, a concentração de cálcio na superfície das fibras do CP-F1 é maior que nas demais amostras, sendo a fibra sem tratamento a que contém a menor quantidade de cálcio. Assim, o cálcio está mais retido na superfície das fibras tratadas. Isso pode ser observado também na irregularidade da superfície das fibras que é maior no CP-F1, esta também, possui a maior concentração de sílica e alumínio.

Na Tabela 1 pode-se observar que a fibra está mais preservada no CP-F4, assim sendo pode-se inferir que o lignosulfonato esteja preservando a fibra. Observando nos dados da Tabela 1, pode-se verificar também que a amostra CP-F4 tem a menor quantidade de cálcio na superfície e uma maior quantidade de silício.

Na Tabela 1 pode-se observar que a fibra está mais preservada no CP-F4 e no CP-F2, assim sendo, pode-se inferir que o lignosulfonato esteja preservando a fibra.

Figura 5. MEV dos fibrocimentos aos 90 dias: A) CP-FNAT, B) CP-F1, C) CP-F2, D) CP-F4. Ampliação de 400x

Figura 6. MEV dos compósitos aos 180 dias: A) CP-FNAT, B) CP-F1, C) CP-F2, D) CP-F4. Ampliação de 400x

Tabela 1. Composição obtida por EDS dos elementos presentes na superfície das fibras dos compósitos

	28 dias			90 dias			180 dias		
	Al (%)	Si (%)	Ca (%)	Al (%)	Si (%)	Ca (%)	Al (%)	Si (%)	Ca (%)
CP-FNAT	3,00	4,62	92,38	2,45	4,41	93,15	1,73	4,55	93,72
CP-F1	1,41	3,47	95,12	3,36	9,87	86,77	1,59	3,65	94,75
CP-F2	2,11	4,23	93,66	3,28	6,71	90,01	2,52	6,72	90,76
CP-F4	1,83	5,03	93,14	4,52	11,75	83,74	2,69	7,41	89,90

Em contrapartida os valores da fibra F1 são os que mais apresentam cálcio e a menor quantidade de silício.

Como apontado em outros estudos^{17,20}, a superfície e até mesmo os poros das fibras vegetais sem tratamento ficam impregnados principalmente de hidróxido de cálcio, por este composto ser solúvel e, portanto, é carregado e absorvido juntamente com a água do poro pelas fibras vegetais. Pela Tabela 1, observa-se que o tratamento reduziu a impregnação de cálcio na superfície das fibras nos compósitos envelhecidos. Nas fibras sem tratamento isso não acontece.

Com o envelhecimento, observa-se também a tendência de aumento da presença do elemento Si na superfície das fibras tratadas, o que não ocorre nas fibras sem tratamento. Pode-se inferir que o tratamento reduziu a impregnação de hidróxido de cálcio nas fibras e ainda aumentou a presença dos silicatos na interface com as fibras. Portanto, o tratamento pode contribuir para a durabilidade dos compósitos reduzindo a mineralização das fibras e, portanto, preservando-as.

3.5. Ensaios mecânicos de flexão dos compósitos

No ensaio de flexão obtiveram-se os resultados de módulo de elasticidade, módulo de ruptura e tenacidade para cada compósito e idade analisada.

A Figura 7 apresenta a média do módulo de elasticidade nas três idades para cada grupo analisado. Observa-se que há uma tendência de queda do módulo de elasticidade com o passar do tempo, exceto no CP-F4 que apresentou um acréscimo de 44% aos 180 dias comparados aos resultados iniciais, isto indica que, para esse compósito, houve uma

diminuição dos poros ao longo do tempo. Outro estudo obteve acréscimo de 38% com tratamento termomecânico do sisal¹¹, e outro¹² não obteve acréscimos significativos. Assim, este incremento no módulo de elasticidade obtido pelo tratamento com lignosulfonato pode ser resultado não só de uma preservação da fibra como também de uma melhora do compósito.

O módulo não apresenta incremento expressivo após os 28 dias,²¹ portanto, para o CP-F4 este aumento pode estar relacionado à densificação da matriz pelo melhoramento da interface fibra-matriz, e por apresentar fibras mais preservadas, como visto nas imagens de MEV e EDS. Para os demais compósitos ocorre a redução do módulo de elasticidade com o envelhecimento, provavelmente devido às fissuras na matriz e a perda de aderência fibra matriz observada no MEV.

Observa-se também que aos 28 dias houve um ganho nos valores de módulo de elasticidade de 28% no CP-F1 e de 20% no CP-F2, quando comparados ao CP-NAT. No entanto, nas demais idades estes compósitos têm um comportamento próximo quanto ao módulo de elasticidade quando considerado a variação dos ensaios. Ou seja, em proporções menores o lignosulfonato não foi efetivo para melhorar a durabilidade dos compósitos.

Na Figura 8 podem-se observar os resultados do módulo de ruptura nas três idades. Observa-se que aos 28 dias o CP-F1 tem maior resistência que os demais, as micrografias destes compósitos mostraram fibras mais íntegras aos 28 dias, já aos 90 dias os resultados são iguais estatisticamente. Aos 180 dias o compósito reforçado com fibra natural e o CP-F2 se mostraram mais resistentes. Os resultados obtidos por Motta, John e Agopyan¹¹ foram semelhantes

Figura 7. Módulo de Elasticidade dos compósitos estudados (GPa)

Figura 8. Módulo de ruptura dos compósitos estudados (MPa)

aos obtidos neste trabalho, com incrementos nos módulos de elasticidade e queda na tensão de ruptura.

No que diz respeito à tenacidade, os resultados obtidos estão apresentados na Figura 9.

Observa-se que aos 28 dias o CP-F1 teve uma tenacidade muito elevada quando comparados aos demais, apresentando um valor médio duas vezes maior que a média do CP-FNAT, mantendo o melhor desempenho aos 28 dias, como nas demais propriedades já analisadas. Porém, este ganho teve uma queda abrupta (85%) nas idades posteriores, apresentando os menores resultados de todos os grupos, devido a presença de maior quantidade de produtos de hidratação impregnados às fibras, o que pode ter gerado redução das propriedades mecânicas ao longo do tempo.

Já o CP-F4 teve um aumento em todas as idades quando comparado ao CP-FNAT, mesmo com a queda natural devido ao envelhecimento. Nota-se que o CP-F2 aos 90 dias apresentou um ganho de 37% quando comparados aos resultados de 28 dias desta mesma amostra, como o ganho de tenacidade com o tempo não se manteve, pode ter sido devido a alguma variação na preparação das fibras ou corpos

de prova. Este resultado melhor que o do CP-F1 se deve ao fato de estar menos desfibrilado e ter menor acúmulo de material hidratado na superfície da fibra.

A amostra CP-F4 teve a tenacidade aos 180 dias maior que os demais, o que corrobora com os dados de que ao longo do tempo a solução de 4% de lignosulfonato auxilia na preservação da fibra, propiciando uma interação fibra-matriz mais coesa, com menos poros e fibras mais preservadas e sofrem menor desfibrilação.

Fizeram-se testes de análise de variância para verificar se os resultados dos ensaios mecânicos de flexão dos corpos de prova são estatisticamente diferentes entre si. Foram feitos os testes para o módulo de ruptura, módulo de elasticidade e tenacidade das amostras.

Nos testes para os módulos de ruptura e módulo de elasticidade, aceitou-se a hipótese da igualdade entre os compósitos para cada idade, com confiabilidade de 95%. Já para a tenacidade os valores são estatisticamente distintos entre os compósitos nas respectivas idades de 28, 90 e 180 dias.

Figura 9. Tenacidade dos compósitos estudados (kJ/mm²)

Figura 10. Absorção dos compósitos estudados

Figura 11. Porosidade dos compósitos estudados

Figura 12: Massa específica dos compósitos estudados

3.6. Ensaio físicos de absorção e porosidade dos compósitos

Os compósitos utilizados nos ensaios mecânicos foram ensaiados para obter os resultados de absorção (Figura 10), porosidade (Figura 11) e massa específica (Figura 12).

A absorção dos compósitos aos 28 dias aumentou à medida que a concentração de lignosulfonato aumentou como mostra a Figura 10, já aos 90 e 180 dias a absorção das amostras mantêm-se praticamente constantes, não havendo diferença significativa entre as amostras com o tratamento e naturais.

O mesmo ocorre com a porosidade, conforme a Figura 11. A porosidade apresenta pequeno acréscimo com o envelhecimento natural, o que acontece devido a lixiviação ou microfissuração dos compósitos, devido aos ciclos naturais de molhagem e secagem. Já as massas específicas (Figura 12), ficaram bem próximas em todas as idades, sendo maior nas primeiras idades cerca de 7%, o que é explicado

pela mesma razão do discreto aumento da porosidade após o envelhecimento natural.

4. Conclusão

O tratamento das fibras com lignosulfonato reduziu a absorção de água do poro da matriz pelas fibras, preservando-as à medida que aumenta o teor de lignosulfonato, isto foi evidenciado pelo fato de as fibras tratadas apresentarem menor desfibrilação e menor deposição de sais solúveis em suas superfícies, após envelhecimento natural.

Após 180 dias de envelhecimento natural, os compósitos com as fibras tratadas com o maior teor de lignosulfonato (CP-F4) apresentam maior tenacidade dentre os compósitos, apesar da redução pelo envelhecimento e densificação da interface melhorando a ancoragem das fibras.

As fibras do CP-F4 apresentam-se mais preservadas e com melhor interação com a matriz, apresentando o maior

módulo de elasticidade após 180 dias de envelhecimento natural, com acréscimo de 44% comparado ao compósito com as fibras sem tratamento CP-FNAT. Assim sendo, o tratamento com teor de 4% de lignosulfonato se mostra eficaz para melhorar a durabilidade do fibrocimento com fibras de sisal.

Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES, FAPEMIG, FINEP e ao CNPq pelo auxílio financeiro.

Referências Bibliográficas

1. Instituto Brasileiro De Crisotila- IBC. Disponível em: <http://www.ibcbrasil.org.br/>. Acesso em: 12 outubro 2019.
2. Rossi, F. G.; Martins, J.; Denari, M.; Hassaine, H.; Gregório, T.; Reis, C. E. N.; *Resumo do XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química*, Florianópolis, Brasil, 2014. [CrossRef]
3. Linton, A.; Vardy, J.; Clarke, S.; Zandwijk, N.; The ticking time-bomb of asbestos: its insidious role in the development of malignant mesothelioma. *Critical Review in Oncology/ Hematology* **2012**, 2, 200. [CrossRef]
4. Gonçalves, F. A. C. Amaral, E.L.S; Lopes Junior, J. L; Lopes, B.L.S; Ribeiro Junior, L. S; Brabo, D. R; Amarante, C. B.; Fibras Vegetais: Aspectos Gerais, Aproveitamento, Inovação Tecnológica e uso em Compósitos. *Espacios*, Caracas **2018**, 36, 12. [CrossRef]
5. Esmeraldo, A. M.; *Dissertação de Mestrado*, Universidade Federal do Ceará, 2006. [Link]
6. Carneiro, J. L. S.; *Tese de Doutorado*, Universidade Estadual de Feira de Santana, Feira de Santana, 2017. [Link]
7. Iozzi, M. A.; *Dissertação de Mestrado*, Universidade de São Paulo, 2013. [Link]
8. Céline, A.; Fréour, S.; Jacquemin, F.; Casari, P.; The hygroscopy behavior of plant fibers: a review. *Frontiers in chemistry* **2013**, 1, 43. [CrossRef]
9. Ardanuy, M.; Claramunt, J.; Toledo Filho, R. D.; Cellulosic fiber reinforced cement-based composites: A review of recent research. *Construction and Building Materials* **2015**, 79, 115. [CrossRef]
10. Silva, D.W.; *Dissertação de Mestrado*, Universidade Federal de Lavras, 2015. [Link]
11. Motta, L. A. C.; John, V., M.; Agopyan, V.; Thermo-mechanical treatment to improve properties of sisal fibres composites. *Materials Science Forum* **2010**, 636-637, 253. [CrossRef]
12. Mundim, P. B. *Dissertação de Mestrado*, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2019. [Link]
13. Acha, B. A.; Marcovich, N. E.; Reboredo, M. M.; Lignin in jute fabric-polypropylene composites. *Journal of Applied Polymer Science* 2009, 113, 1480. [CrossRef]
14. Tejado, M.; Moreno, J.L.; Hernandez, M.T.; Garcia, C.; Application of two beet vinasse forms in soil restoration: effects on soil properties in an arid environment in southern Spain. *Agriculture Ecosystems Environment* **2007**, 119, 289. [CrossRef]
15. Oliveira, F.; *Dissertação de Mestrado*, Universidade Federal de São Carlos, 2010. [CrossRef]
16. ASTM – American Society for Testing Materials. E104-02: Standard practice for maintaining constant relative humidity by means of aqueous solutions. Philadelphia, 2012.
17. Savastano, H. J.; *Trabalho de Conclusão de Curso*, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2000. [CrossRef]
18. Bentur, A.; Mindess, S.; *Fiber reinforced cementitious composites*. United Kington, Elsevier: Londres, 2007. [CrossRef]
19. Salvador, R. P.; Figueiredo, A. D.; Análise comparativa de comportamento mecânico de concreto reforçado com macrofibra polimérica e com fibra de aço. *Revista Material* **2013**, 18, 1273. [CrossRef]
20. Dias, C. M. R.; *Dissertação de Mestrado*, Universidade de São Paulo, 2005. [Link]
21. Neville, A. M.; *Propriedades do concreto*, 5a ed, Pini: São Paulo, 2015.