

CIMENTO DE ESCÓRIA DE ALTO FORNO REFORÇADO COM FIBRAS CELULÓSICAS

SAVASTANO JR., Holmer (1); WARDEN, Peter G. (2); COUTTS, Robert S.P. (3)

(1) Eng. civil, Doutor em Engenharia, professor da USP - C.P. 23, 13630-000

Pirassununga SP. E-mail: holmersj@usp.br

(2) Eng. Metalúrgico, pesquisador do CSIRO - Private Bag 10, Clayton South MDC, Vic. 3169, Austrália

(3) Eng. Metalúrgico, Doutor em Química, pesquisador da Assedo - 75 Sandringham Road, Sandringham, Vic. 3191, Austrália

RESUMO

O objetivo deste estudo foi observar o desempenho físico e mecânico de cimento de escória granulada básica de alto forno com reforço de fibras residuais de eucalipto e banana, na forma de polpas celulósicas. O processo produtivo simulou o modelo Hastchek: dispersão das matérias-primas em solução aquosa, drenagem à vácuo do excesso de água e prensagem, seguida de cura úmida por 7 dias e cura ao ar, até a realização dos ensaios mecânicos aos 28 dias. A ativação da escória utilizou gipsita e cal hidratada e o teor de fibra foi igual a 8,7% da massa de aglomerante, inclusive testando combinações das polpas de eucalipto e banana numa mesma formulação. Os ensaios de flexão indicaram módulo de ruptura dos compósitos no intervalo de 14 a 22 MPa, e energia específica de fratura entre 0,51 e 0,75 kJ.m^{-2} ; a absorção de água foi da ordem de 29% em massa, e a densidade média, $1,42 \text{ g.cm}^{-3}$. Imagens de microscopia eletrônica de varredura permitiram interpretação do modo de interação entre fibras e matriz, bem como da sua correlação com o comportamento mecânico aceitável do compósito. Os resultados revelam a potencialidade dos compósitos obtidos na produção de fibrocimentos direcionados à construção de baixo custo.

ABSTRACT

Physical and mechanical performances of ground iron blast-furnace slag reinforced with cellulose pulp of residual eucalyptus and banana fibres were examined. Production process adopted Hatschek model principles: slurry vacuum de-watering followed by pressing, saturated air-curing by 7 days and air-curing in a controlled environment until completion of 28 days for mechanical testing. Gypsum and hydrated lime were used as slag activators, fibre content was 8.7% of binder mass and also formulations with banana and eucalyptus blends were analysed. Flexural strength values between 14 and 22 MPa, fracture toughness in the range of $0.51\text{--}0.75 \text{ kJ.m}^{-2}$, water absorption around 29% in mass and 1.42 g.cm^{-3} as mean density were the major composites results. Scanning electron microscopy provided fibre-matrix bonding information that could be related to the acceptable mechanical behaviour. The results presented at this stage reveal the potentiality of these alternative fibrecements for low cost construction.

1. INTRODUÇÃO

As fibras vegetais são abundantes no mundo tropical (AGOPYAN, 1991), tanto provenientes da madeira como de plantas fibrosas, e, muitas vezes, associadas a resíduos e sub-produtos de diversas cadeias agroindustriais, como, por exemplo, na produção de cordas, frutas e polpa celulósica para papel (SAVASTANO JR. et al., 1998).

A escória granulada básica de alto forno, um resíduo de milhões de toneladas ao ano, no Brasil, decorrente da produção de ferro gusa, ao ser moída e ativada térmica e/ou quimicamente, representa solução viável de aglomerante de baixo custo. Em razão de sua menor alcalinidade, ao ser ativada por combinações de gipsita e hidróxido de cálcio (OLIVEIRA et al., 1999), a escória de alto forno reveste-se de grande importância para uso conjunto com fibras vegetais, se comparada ao cimento Portland comum. Esta afirmação está mormente relacionada à decomposição de alguns constituintes da fibra (lignina e hemi-celulose, principalmente) em presença de meios alcalinos (MARIKUNTE & SOROUSHIAN, 1994) e tem implicação direta na durabilidade dos compósitos.

O presente trabalho tem por objetivo testar o desempenho de matriz de cimento de escória de alto forno reforçada com polpas celulósicas provenientes de resíduos fibrosos de eucalipto e bananeira, segundo método de produção que simula, em escala laboratorial, o processo Hatschek, usual na indústria de placas de cimento amianto.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Preparo dos materiais

A matriz escolhida foi de cimento de escória básica granulada de alto forno (origem: CST - Brasil; Blaine: 500 m²/kg; teor vítreo: 99,5% em massa), ativada por gipsita (gesso agrícola) e hidróxido de cálcio. Composição de óxidos da escória utilizada (% em massa): SiO₂ - 32,27%, Al₂O₃ - 12,74%, Fe₂O₃ - 0,424%, MnO - 0,204%, MgO - 7,731%, CaO - 42,17%, Na₂O - 0,204%, K₂O - 0,403%, TiO₂ - 0,516%, P₂O₅ - 0,006%.

Dois diferentes tipos de matéria-prima fibrosa, provenientes do Brasil e previamente caracterizados por SAVASTANO JR. et al. (1998), foram utilizadas: a) rejeito de celulose de eucalipto (*Eucalyptus grandis*), proveniente de diversos estágios dos processos industriais de polpação química e de branqueamento; b) macrofibras do pseudocaule da bananeira (*Musa cavendishii*, cultivar nanicão), extraídas mecanicamente por processos rudimentares de esmagamento e raspagem simultâneos (adaptação da máquina "periquito", usual no desfibramento do rami) e posteriormente cortadas com aproximadamente 20 mm comprimento.

Os materiais acima descritos foram então transportados para o Forest Products Laboratory - Commonwealth Scientific and Industrial Research Organisation (CSIRO), Austrália. As macrofibras de banana foram submetidas a processo laboratorial de polpação kraft (digestão em temperaturas de até 170°C, com mistura de hidróxido de sódio e sulfeto de sódio em solução aquosa, segundo ZHU, 1993). A seguir, a polpa de banana foi refinada mecanicamente, por intermédio de refinador laboratorial Valley, para aumento da fibrilação e da capacidade de conformação das fibras, importantes

atributos na produção dos compósitos à base de cimento. A polpa de eucalipto foi apenas submetida a desintegração em água quente, com a finalidade de separação dos filamentos individuais. Seguem, na Tabela 1, caracterização das fibras utilizadas, bem como algumas propriedades gerais, disponíveis na literatura, a respeito das fibras de eucalipto (kraft branqueado) e banana.

Tabela 1 - Principais propriedades das fibras e polpas

Propriedade	Eucalipto	Banana
Tipo de polpa	kraft residual	kraft refinada
Drenabilidade (ml) ⁽¹⁾	685	16
Comprimento - l (mm) ⁽²⁾	0,66	2,03
Finos (%) ^(2,3)	7,01	9,33
Diâmetro da fibra - d (μm) ⁽⁴⁾	10,9	15,7
Relação comprimento-diâmetro	61	129
Celulose (% em massa)*	89	65
Lignina (% em massa)*	0,5	5
Módulo de Elasticidade (GPa)*	45	20-51

(1) Canadian Standard Freeness (CSF), Australian Standard AS 1301.206s-88

(2) Medidas pelo equipamento Kajaani FS-200 (analisador óptico automatizado)

(3) Fibras com menos de 0,2mm de comprimento

(4) Média de 20 determinações em microscópio eletrônico de varredura.

(*) Informações reportadas por FORDOS (1988), CHAND et al. (1988) e ZHU (1993)

2.2 Preparo dos compósitos

Compósitos à base de matriz de pasta de cimento (88% de escória, 10% de gipsita e 2% de cal hidratada) reforçada com 8,7% de fibras, em relação à massa total de aglomerante (teor próximo do ótimo, conforme Coutts, 1992), foram preparados segundo processo detalhado a seguir. Para efeito comparativo, também foi empregada matriz não reforçada (92% de escória, 6% de gipsita e 2% de cal hidratada).

As fibras eram dispersas em água, e então adicionado o aglomerante, por meio de agitador mecânico laboratorial de eixo vertical e velocidade de rotação média de 500 RPM, de modo a formar uma pasta com 20% em massa (ou 65%, no caso da matriz sem fibra) de sólidos. Após mistura por 5 min, o material era rapidamente transferido para uma câmara de moldagem com dimensões 125x125mm, sujeita à ação de vácuo (pressão manométrica negativa entre 60 e 80 kPa) em sua face inferior. Imediatamente, o vácuo era acionado para retirada do excesso de água e formação de uma superfície sólida. A placa recém moldada era manualmente adensada com auxílio de soquete metálico de superfície plana e retangular, para depois ser reaplicado o vácuo, por mais 2 min, antes da desmoldagem. Três placas por formulação eram produzidas e, na seqüência, empilhadas, devidamente intercaladas com placas e telas metálicas, para prensagem simultânea por 5 min a 3,2 MPa. As placas eram acondicionadas em um saco plástico selado, para condição de cura úmida em ambiente saturado, por 7 dias, após o que eram cortadas, com dimensão aproximada de 40x125mm, por meio de serra circular com disco diamantado e refrigeração a água. Os corpos-de-prova assim obtidos mantiveram a mesma espessura original das placas, em torno de 6mm, sendo acondicionados em ambiente controlado ($23 \pm 2^\circ\text{C}$ e $50 \pm 5\%$ de umidade relativa), até a data de realização dos ensaios mecânicos, sob condições idênticas.

2.3 Métodos de ensaio

As propriedades mecânicas foram medidas por ensaio de flexão com três cutelos (vão inferior de 100mm), aos 28 dias de idade, com determinação do módulo de elasticidade, resistência à tração na flexão e energia específica. A energia de fratura foi determinada pela integração da curva tensão x deformação, até o ponto de redução de 50% da carga máxima, sendo a energia específica o resultado da divisão dessa energia pela área da seção transversal do corpo-de-prova na região de fratura. Todos os testes foram realizados em máquina universal de ensaios Instron modelo 1185, com velocidade de carga de $0,5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ e nove corpos-de-prova por formulação. A seguir, foram determinadas propriedades físicas segundo a ASTM C 948-81, tomando-se seis corpos-de-prova oriundos dos ensaios de flexão. Para estudo da diferenciação estatística entre médias, realizou-se análise de variância de todos os resultados obtidos, com nível de significância igual a 5%.

Ensaios de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizados utilizando-se equipamento Philips XL30, com imagem de elétrons retroespelhados (tensão aceleradora igual a 15,0 kV), para análise de superfícies polidas preparadas com base em recomendações de SAVASTANO & AGOPYAN (1999). Para aumento da condutividade da amostra, durante o ensaio, foi aplicada, à vácuo, camada de alguns micrometros de carbono sobre sua superfície.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Propriedades mecânicas

Os compósitos reforçados com polpas celulósicas, apresentaram resistência à tração na flexão (f_t) entre 74% e 169% superiores ao padrão sem fibra (Tabela 2). Os melhores resultados, com nível de significância inferior a 5%, corresponderam aos compósitos com fibras de banana ($f_t = 21,8 \text{ MPa}$), o que se justifica pela maior capacidade de ancoragem desta fibra ($l/d = 169$) à matriz frágil. Além disso, como se observa pela baixa drenabilidade (Tabela 1), a operação de refinamento determinou intensa fibrilação interna e externa (Coutts, 1992) da fibra de banana, o que contribuiu, respectivamente, para sua flexibilidade e melhor conformação no interior do compósito, com o consequente aumento da superfície de contato fibra-matriz, apesar da geração de fragmentos (vide teor de finos na Tabela 1).

Os resultados de resistência observados no presente estudo foram bastante superiores aos de estudos anteriores ($f_t \sim 4 \text{ MPa}$) apresentados por SAVASTANO JR et al. (1994), com matriz de cimento Portand reforçado com macrofibras vegetais e produção do compósito por simples mistura. O mesmo se observa para pasta de cimento reforçada com papel desagregado, com resultados de resistência à tração na flexão, apresentados por AGOPYAN (1991), de, no máximo, 7 MPa, pelo menos 30% inferiores aos da matriz de controle.

Tabela 2 - Propriedades físicas e mecânicas dos compósitos, aos 28 dias de idade.

Tipo de fibra	Módulo de elasticidade (GPa)	Resistência à tração na flexão (MPa)	Energia específica (kJ.m ⁻²)	Absorção de água (%) em massa	Massa específica (g.cm ⁻³)
Padrão	11,60 (1,65) A	8,1 (2,2) A	0,034 (0,013) A	17,6 (0,9) A	1,84 (0,03) A
Eucalipto	6,64 (0,61) B	18,0 (1,4) B	0,745 (0,105) B	28,0 (1,4) B, C	1,44 (0,04) B
Banana	6,72 (0,59) B	21,8 (1,2) C	0,509 (0,060) C	27,2 (0,6) B	1,46 (0,02) B
40% Eucalipto/ 60% Banana	4,34 (0,50) C	15,0 (1,1) D	0,734 (0,166) B	29,3 (1,1) C, D	1,40 (0,03) C
60% Eucalipto/ 40% Banana	4,15 (0,27) C	14,1 (0,6) D	0,674 (0,068) B, C	30,4 (0,7) D	1,38 (0,02) C

Obs. 1: Valores entre parêntesis representam o desvio-padrão

Obs. 2: Letras iguais, na mesma coluna, acompanham grupos de valores homogêneos, com 5% de significância, pelo método comparativo de Tukey

A justificativa para a citada melhoria de desempenho mecânico recai conjuntamente no uso de polpa celulósica e no método de produção utilizado. A dispersão das fibras em grande quantidade de água (relação aproximada em massa igual a 1:60) possibilita que todos os filamentos se soltem uns dos outros, tornando sua distribuição homogênea e otimizando a interface fibra-matriz. A retirada à vácuo da água ajuda a reduzir drasticamente a relação água-cimento do compósito. A prensagem contribui no mesmo sentido, inclusive induzindo as fibras a liberarem boa parte da água absorvida durante a mistura. Quando a pressão é aliviada, observa-se efeito combinado de 'mola' e de 'esponja', com as fibras voltando ao seu volume original e, consequentemente, reabsorvendo parte da água transferida à matriz. Esse mecanismo deve também contribuir para a melhoria do contato entre as fases. O uso da polpa celulósica contribui ainda de dois modos efetivos, se comparadas às macrofibras: fibras menores possibilitam emprego de maior teor de fibras e também de maior número de filamentos dispersos na matriz, com muito maior capacidade de interceptação e combate às microfissuras da matriz frágil. Além disso, fibras celulósicas obtidas por métodos químicos de polpação apresentam baixos teores de lignina (Tabela 1), o que favorece sua resistência frente a meios alcalinos.

A energia específica absorvida pelos compósitos também alcançou valores satisfatórios, mormente no estágio de pós-fissuração, entre 15 e 22 vezes superiores ao do material sem fibra. Neste caso, os melhores resultados dos compósitos reforçados com fibras de eucalipto devem ser associados ao predomínio do arrancamento da fibra ($l/d = 61$), antes de sua eventual ruptura.

A combinação de fibras de banana e eucalipto num mesmo compósito conseguiu apenas manter a ductilidade elevada conferida pela fibra de eucalipto, porém com perdas significativas (de até 65%) da resistência à tração na flexão, em comparação ao compósito reforçado com fibra de banana. Interpretações desses resultados seguem no item 3.2.

O módulo de elasticidade dos compósitos fibrosos estudados variou entre 4,2 e 6,6 GPa, bem abaixo do módulo da matriz de controle (11,6 GPa), tanto pela influência das fibras

de baixo módulo de elasticidade (Tabela 1), como pelo aumento da porosidade do compósito, associado à redução da massa específica. Nesse caso, percebe-se correlação direta entre grupos homogêneos de médias do módulo de elasticidade e da massa específica (Tabela 2).

Para todas as propriedades mecânicas observadas, o desvio-padrão foi maior para a matriz sem fibras, cuja heterogeneidade de comportamento pode ser associada à microfissuração gerada pela retração por secagem do material à base de cimento. Esse aspecto destaca benefício adicional pelo uso de fibras celulósicas, no que se refere à dissipação de tensões decorrentes do processo de cura.

3.2 Propriedades físicas

Todas as propriedades estudadas mostraram forte influência da presença de fibras, com aumento da absorção de água e diminuição da massa específica (Tabela 2). Isto ficou fortemente evidenciado para as formulações com emprego conjunto de fibras de eucalipto e de banana. Nesse caso, as menores massas específicas dos compósitos parecem associadas aos mais baixos valores da resistência à tração na flexão e do módulo de elasticidade, por comparação entre grupos homogêneos do método de Tukey.

O fato de se utilizar, na mesma mistura, fibras com diferenças significativas em suas características físicas (drenabilidade, comprimento e relação de aspecto - vide Tabela 1), pode ter levado à estratificação na distribuição das fibras no interior da matriz, bem como ao aprisionamento de ar, com perda na compacidade do compósito.

3.3 Análise microestrutural

As imagens por elétrons retroespelhados associam tons mais claros de cinza a elementos de maior número atômico e vice-versa. Assim, os grãos de escória anidra aparecem em cinza claro e as fibras, bem escuras. As imagens de superfícies polidas, para os compósitos reforçados com fibras de eucalipto (Figura 1) e de banana (Figura 2), permitem confirmar a orientação preferencial das fibras no plano de moldagem das placas.

Os grãos anidros de escória, por seu turno, mostram arestas vivas e pouco corroídas pelo mecanismo de hidratação, demonstrando que o uso de catalisadores mais efetivos poderia contribuir para maiores resistências do compósito.

A constatação de maior interesse, no entanto, recai sobre a zona de transição fibra-matriz, com fissurações e destacamentos quase inexistentes entre as fases, o que confirma os aspectos favoráveis já discutidos anteriormente, quanto ao processo produtivo, bem como no que se refere às fibras celulósicas ora empregadas. Diversas análises pontuais por espectroscopia de raios X por energia dispersiva, próximo à interface fibra-matriz, não constataram a presença massiva e isolada do elemento cálcio, geralmente associada a cristais de hidróxido de cálcio (portlandita).

Em estudo análogo da microestrutura de matriz de cimento Portland reforçada com macrofibras vegetais, SAVASTANO JR. & AGOPYAN (1999) reportaram zonas de transição fibra-matriz da ordem de 100 micrometros de espessura, identificadas pela maior porosidade, descolamentos e fissuras, além da presença de macrocristais de portlandita, com perdas significativas de resistência por parte do compósito.

4. CONCLUSÕES

Matriz de pasta de escória de alto forno reforçada com polpa de celulose apresentou boa adequação ao processo produtivo por dispersão em solução aquosa, drenagem à vácuo e prensagem. Compósitos com fibras de banana forneceram resultados de resistência à tração na flexão da ordem de 22 MPa e compósitos com fibras de eucalipto, energia específica de $0,75 \text{ kJ.m}^{-2}$. A zona de transição fibra-matriz revelou significativa alteração, em comparação a estudos anteriores em que se utilizaram macrofibras vegetais e processos de simples mistura.

Os resultados ora obtidos possibilitam vislumbrar o uso dos compósitos em estudo, para produção de componentes delgados (painéis de vedação vertical e telhas onduladas para cobertura, p.ex.), desde que pesquisas suplementares tenham continuidade, para obtenção de materiais construtivos de baixo custo e alternativos ao cimento amianto.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGOPYAN, V. **Materiais reforçados com fibras para a construção civil nos países em desenvolvimento**: uso de fibras vegetais. São Paulo, 1991. 204p. Tese (Livre-Docência) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.
- CHAND, N.; TIWARY, R.K.; ROHATGI, P.K. Resource structure properties of natural cellulosic fibres – an annotated bibliography. **Journal of Materials Science**, v.23, 1988, p.381-7.
- COUTTS, R.S.P. "From forest to factory to fabrication". In: **International Symposium on Fibre Reinforced Cement and Concrete**, 4., Sheffield, 1992. E & FN Spon, London, 1992. p.31-47. (Rilem Proceedings, 17)
- FORDOS, Z. Natural or modified cellulose fibres as reinforcement in cement composites. In **Natural Fibre Reinforced Cement and Concrete**, ed. R. N. Swamy, Blackie, Glasgow, 1988, p.173-207.
- MARIKUNTE, S.; SOROUSHIAN, P. Statistical evaluation of long-term durability characteristics of cellulose fiber reinforced cement composites. **ACI Materials Journal**, v.91, n.6, Nov.-Dec. 1994, p.607-16.
- OLIVEIRA, C.T.A.; JOHN, V.M.; AGOPYAN, V. Pore water composition of activated granulated blast furnace slag cements pastes. In: **International Conference on Alkaline Cements and Concretes**, 2., Kyiv, May 1999. Kyiv State Technical University of Construction and Architecture, Kyiv, 1999. 9p.
- SAVASTANO JR., H.; AGOPYAN, V. Transition zone studies of vegetable fibre-cement paste composites. **Cement & Concrete Composites**, v.21, n.1, 1999, p.49-57.
- SAVASTANO JR, H.; DANTAS, F.A.S.; AGOPYAN, V. **Materiais reforçados com fibras: correlação entre a zona de transição fibra-matriz e as propriedades mecânicas**. São Paulo: IPT/Pini, 1994. 56p. (Publicação IPT 2158 - Boletim 67)
- SAVASTANO JR., H.; NOLASCO, A.M.; LUZ, P.H.C. Identificação e caracterização de resíduos agroindustriais, para uso na construção civil. In: **Encontro Nacional de Tecnologia do Ambiente Construído**, 7., Florianópolis, abr. 1998. Antac/UFSC, Florianópolis, 1998. v.1, p.885-92.
- ZHU, W.H. **Utilisation of banana fibre in composite materials**. Victoria University of Technology, Melbourne (1993). (Master thesis)

6. AGRADECIMENTOS

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, pela bolsa de pesquisa no exterior (Processo 1998/00292-0), concedida ao primeiro autor.

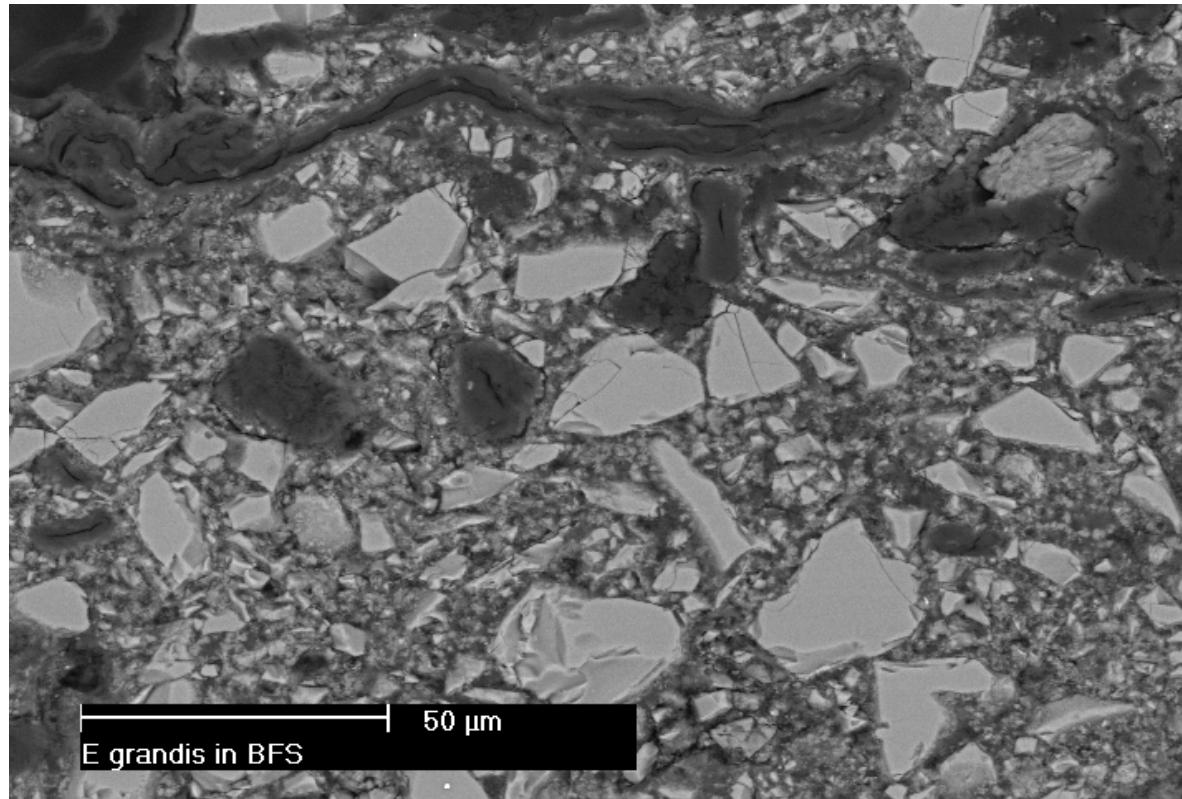


Figura 1 - Imagem de elétrons retroespalhados de escória reforçada com fibras de eucalipto; idade de hidratação: 83 dias

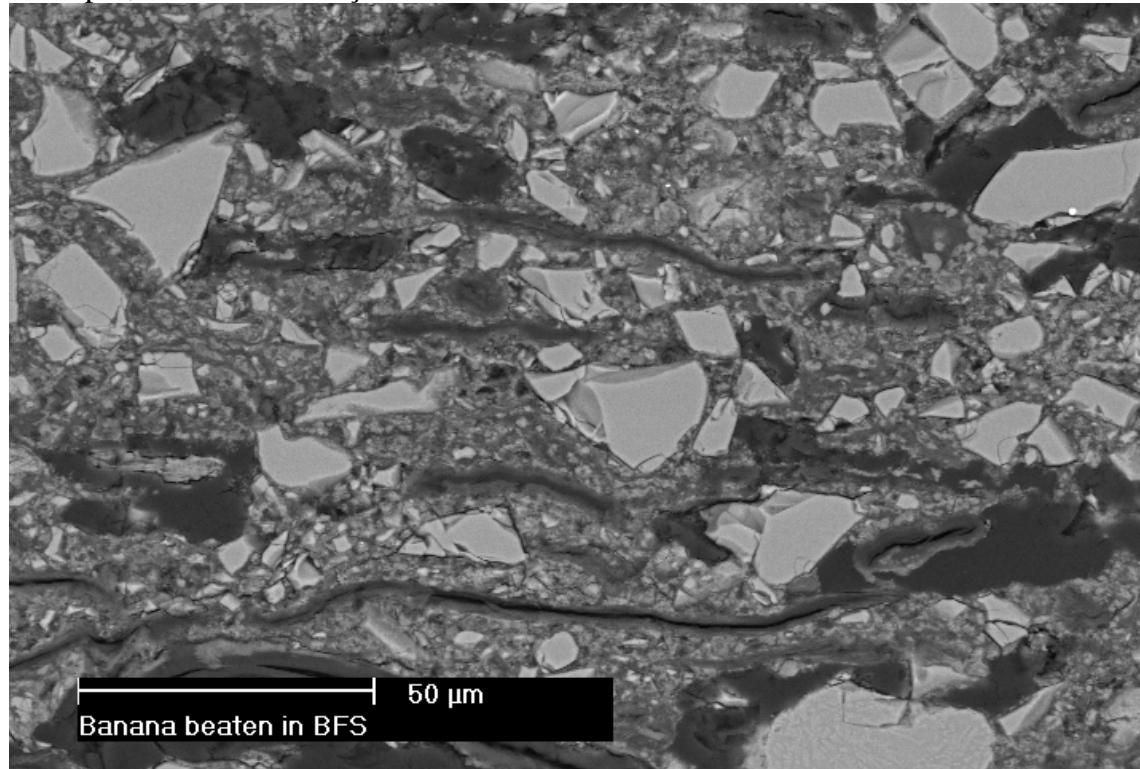


Figura 2 - Imagem de elétrons retroespalhados de escória reforçada com fibras de banana; idade de hidratação: 82 dias