

UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL
ÁREA DO CONHECIMENTO DE CIÊNCIAS EXATAS
E ENGENHARIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE
PROCESSOS E TECNOLOGIAS

AVALIAÇÃO DO USO DE ÓXIDO DE GRAFENO COMO
TRATAMENTO SUPERFICIAL EM FIBRAS SINTÉTICAS PARA
UTILIZAÇÃO EM CONCRETOS REFORÇADOS COM FIBRA

VINÍCIO CECCONELLO

Caxias do Sul, 2024.

VINÍCIO CECCONELLO

**AVALIAÇÃO DO USO DE ÓXIDO DE GRAFENO COMO TRATAMENTO
SUPERFICIAL EM FIBRAS SINTÉTICAS PARA UTILIZAÇÃO EM CONCRETOS
REFORÇADOS COM FIBRA**

Tese apresentada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias da Universidade de Caxias do Sul, visando a obtenção de grau de Doutor em Engenharia de Processos e Tecnologias.

Orientador: Prof. Dr. Matheus Poletto

Caxias do Sul, 2024.

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Universidade de Caxias do Sul
Sistema de Bibliotecas UCS - Processamento Técnico

C387a Ceconello, Vinício

Avaliação do uso de óxido de grafeno como tratamento superficial em fibras sintéticas para utilização em concretos reforçados com fibra [recurso eletrônico] / Vinício Ceconello. – 2024.

Dados eletrônicos.

Tese (Doutorado) - Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias, 2024.

Orientação: Matheus Poletto.

Modo de acesso: World Wide Web

Disponível em: <https://repositorio.ucs.br>

1. Ciência dos materiais. 2. Materiais - Testes. 3. Concreto. 4. Fibras. 5. Grafeno. I. Poletto, Matheus, orient. II. Título.

CDU 2. ed.: 620.1

Catalogação na fonte elaborada pela(o) bibliotecária(o)
Ana Guimarães Pereira - CRB 10/1460

VINÍCIO CECCONELLO

AVALIAÇÃO DO USO DE ÓXIDO DE GRAFENO COMO TRATAMENTO SUPERFICIAL EM FIBRAS SINTÉTICAS PARA UTILIZAÇÃO EM CONCRETOS REFORÇADOS COM FIBRA

Tese apresentada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias da Universidade de Caxias do Sul, visando a obtenção de grau de Doutor em Engenharia de Processos e Tecnologias.

Tese aprovada em 23 de abril de 2024.

Orientador:

Prof. Dr. Matheus Poletto / Universidade de Caxias do Sul

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Ramoel Serafini / Universidade São Judas Tadeu

Prof. Dra. Janete Eunice Zorzi / Universidade de Caxias do Sul

Prof. Dr. Diego Piazza / Universidade de Caxias do Sul

PUBLICAÇÕES E ACEITE

Publicação em periódico: Journal of materials research and technology.

Título do artigo: Assessment of graphene oxide coated polyester fiber reinforced cementitious composites.

Data: Novembro de 2023.

Acesso: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.11.266>.

Submissão em congresso: XX International Conference on Building Pathology and Constructions Repair (CINPAR 2024).

Título do artigo: Evaluation of surface treatment with graphene oxide on synthetic fibers for use in fiber-reinforced concrete.

Aceite: Abril de 2024.

Submissão em periódico: Polymers

Título do artigo: The effects of the surface deposition process of graphene oxide on synthetic macrofibers and its results on the microstructure of fiber-reinforced concrete.

Data: Abril de 2024.

Acesso: <https://doi.org/10.3390/polym16081168>

Dedico este trabalho a minha querida e amável Mãe, minha maior incentivadora.

AGRADECIMENTOS

Deixo aqui meus agradecimentos para os que de alguma forma me acompanharam nesta caminhada:

À Deus, pelo dom da vida e pela saúde a mim concedida.

Ao meu pai Irineo José Cecconello e a minha mãe Alair Santana Farinon Cecconello (*in memoria*) que de maneira repentina nos deixou em meio a esta caminhada, que me ensinaram a viver, a honrar o trabalho, respeitar a família e nessa vida nunca desistir.

Agradeço a minha esposa Cintia Franken por trazer leveza, companheirismo, incentivo e muito amor durante este período. Ao meu filho Vincenzo que me ensina diariamente que podemos ir além, podemos ser pessoas cada vez melhores e que estou devendo algumas partidas de xadrez, futebol e vídeo game.

Ao meu orientador Prof. Dr. Matheus Poletto, o qual tenho profunda admiração profissional e pessoal, pessoa que consegue deslumbrar situações e ações que vão muito além da sua zona de conforto (do micro ao macro né professor) e que merece grande parte dos méritos desse trabalho. Muito obrigado professor por topar o desafio de orientar um engenheiro civil!

Agradeço a coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias na pessoa da Profa. Dra. Camila Baldasso pela atenção e receptividade de sempre, juntamente aos professores que compõem o colegiado do curso e aos professores do programa meu muito obrigado.

Aos colegas, amigos e parceiros de caminhada, em especial a meu irmão Maurício Schäfer o qual não tenho palavras para descrever a sua importância neste processo, que vão muito além das disciplinas, plano de trabalho e pesquisa, fostes parceiro no desenvolver de todas as minhas atividades profissionais, acadêmica e até algumas de cunho pessoal, durante esses quatro anos.

Agradeço à Universidade de Caxias do Sul (UCS) pelo fornecimento da estrutura, laboratórios e materiais para execução do projeto e a Universidade São Judas Tadeu de São Paulo. Agradeço à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	19
2 OBJETIVOS.....	22
2.1 OBJETIVO GERAL.....	22
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	22
2.3 JUSTIFICATIVA, RELEVÂNCIA E INOVAÇÃO DA PROPOSTA.....	22
3 REFERENCIAL TEÓRICO.....	24
3.1 CONCRETOS REFORÇADOS COM FIBRAS	24
3.1.1 Zona de transição fibra-matriz	28
3.2 COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COM ADIÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO	33
3.3 UTILIZAÇÃO DE FIBRAS SINTÉTICAS E ÓXIDO DE GRAFENO EM COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS	38
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	50
4.1 PROGRAMA EXPERIMENTAL	50
4.2 MATERIAIS.....	57
4.3 MÉTODOS	64
4.3.1 Produção das fibras com tratamento superficial com óxido de grafeno (F/GO).....	64
4.3.2 Produção do concreto reforçado com microfibras: Etapa 1	65
4.3.2 Produção do concreto reforçado com macrofibras: Etapa 2	67
4.4 AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES DAS MICROFIBRAS, MACROFIBRAS E CONCRETOS REFORÇADOS COM FIBRA (FRC)	69
4.4.1 MEV e EDS.....	69
4.4.2 Calorimetria exploratória diferencial (DSC).....	69
4.4.3 Consistência	70
4.4.4 Resistência à tração na flexão	70
4.4.5 Resistência à compressão	70

4.4.6 Absorção de água por capilaridade, altura capilar e coeficiente de capilaridade.....	70
4.4.7 Ensaio de arrancamento duplo bloco	71
4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA	73
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	74
5.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS) DAS MICROFIBRAS	74
5.2 ANÁLISE TÉRMICA POR CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC) DAS MICROFIBRAS ELEITAS PARA UTILIZAÇÃO	76
5.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS) DO CONCRETO REFORÇADO COM MICROFIBRA.....	78
5.4 ÍNDICE DE CONSISTÊNCIA DO CONCRETO REFORÇADO COM MICROFIBRAS	83
5.5 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DO CONCRETO REFORÇADO COM MICROFIBRAS	85
5.6 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO DO CONCRETO REFORÇADO COM MICROFIBRAS	87
5.7 ABSORÇÃO DE ÁGUA POR CAPILARIDADE, COEFICIENTE DE CAPILARIDADE E ALTURA CAPILAR DO CONCRETO REFORÇADO COM MICROFIBRAS	88
5.8 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS) DAS MACROFIBRAS.....	90
5.9 ANÁLISE TÉRMICA POR CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC) DAS MACROFIBRAS ELEITAS PARA UTILIZAÇÃO	96
5.10 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS) DO CONCRETO REFORÇADO COM MACROFIBRA	98
5.11 ENSAIO DE ARRANCAMENTO DO CONCRETO REFORÇADO COM MACROFIBRAS.....	102

5.12 DETERMINAÇÃO DA TENSÃO DE CISALHAMENTO DO CONCRETO REFORÇADO COM MACROFIBRAS	108
6 CONCLUSÃO.....	111
REFERÊNCIAS	113
APÊNDICE A – ANÁLISE TÉRMICA POR CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC) DAS FIBRAS	125
APÊNDICE B – DADOS ESTATÍSTICOS DA RESISTÊNCIA AO ARRANCAMENTO	127
APÊNDICE C – DADOS ESTATÍSTICOS DA TENSÃO DE CISALHAMENTO.....	131

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Dosagens de fibras de poliéster.	28
Tabela 2. Traço utilizando fibras tratadas superficialmente com GO.	39
Tabela 3. Métodos de tratamento superficial com GO.	43
Tabela 4. Características fornecidas pelos fabricantes sobre a microfibra e as macrofibras utilizadas.	58
Tabela 5. Atribuições das bandas de FTIR para o óxido de grafeno.	61
Tabela 6. Requisitos físico estabelecidos pela NBR 16697 (ABNT, 2018) em comparação aos valores médios obtidos.	62
Tabela 7. Requisitos químicos estabelecidos pela NBR 16697 (ABNT, 2018) em comparação aos valores médios obtidos.	62
Tabela 8. Massa específica (NBR 16916, ABNT, 2021), Módulo de finura e dimensão máxima (NBR 16972, ABNT, 2021) dos agregados.	63
Tabela 9. Tabela granulométrica e porcentagens retidas acumuladas dos agregados.	63
Tabela 10. Informações técnicas do aditivo superplastificante.	64
Tabela 11. Traço adotado para a produção dos compósitos reforçados.	66
Tabela 12. Consumo de materiais para o desenvolvimento dos traços.	67
Tabela 13. Traço adotado para a produção dos compósitos reforçados com macrofibras.	67
Tabela 14. Consumo de materiais para a moldagem dos <i>dogbones</i>	68
Tabela 15. Propriedades térmicas das amostras de microfibras.	77
Tabela 16. Propriedades térmicas das amostras de macrofibras.	97
Tabela 17. Resumo dos dados de ANOVA.	107
Tabela 18. Dados da ANOVA para tensão de cisalhamento.	110
Tabela 19. Propriedades térmicas das amostras de microfibra e macrofibra.	126
Tabela 20. Dados da resistência ao arrancamento para deslocamento fR0,5.	127
Tabela 21. ANOVA dos ensaios de arrancamento para deslocamento fR0,5.	127
Tabela 22. Dados da resistência ao arrancamento para deslocamento fR1,5.	128
Tabela 23. ANOVA dos ensaios de arrancamento para deslocamento fR0,5.	128
Tabela 24. Dados da resistência ao arrancamento para deslocamento fR2,5.	129
Tabela 25. ANOVA dos ensaios de arrancamento para deslocamento fR2,5.	129
Tabela 26. Dados da resistência ao arrancamento para deslocamento fR3,5.	130
Tabela 27. ANOVA dos ensaios de arrancamento para deslocamento fR3,5.	130

Tabela 28. Dados da tensão de cisalhamento da macrofibra para o deslocamento fR0,5.	131
Tabela 29. ANOVA da tensão de cisalhamento para o deslocamento fR0,5.	131
Tabela 30. Dados da tensão de cisalhamento da macrofibra para o deslocamento fR1,5.	132
Tabela 31. ANOVA da tensão de cisalhamento para o deslocamento fR1,5.	132
Tabela 32. Dados da tensão de cisalhamento da macrofibra para o deslocamento fR2,5.	133
Tabela 33. ANOVA da tensão de cisalhamento para o deslocamento fR2,5.	133
Tabela 34. Dados da tensão de cisalhamento da macrofibra para o deslocamento fR3,5.	134
Tabela 35. ANOVA da tensão de cisalhamento para o deslocamento fR3,5.	134

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Estágios da ação mecânica em compostos cimentícios reforçados com fibras, microfibras (diâmetro inferior a 22 μm) e macrofibras (diâmetro superior a 500 μm), adaptado de Lawler et al. (2003).	25
Figura 2. Mecanismos da interface fibra-matriz de cimento, adaptado Li et al. (2022).....	29
Figura 3. Imagens obtidas por MEV do concreto reforçado com fibra sintética e relação água/cimento=0,3, adaptado Yuan e Jia (2021).	30
Figura 4. Imagens obtidas por MEV de concretos reforçados com fibra de PVA e diferentes teores de fibra: (a) 0,1 %; (b) 2,0 %; (c) 3,5 %. Adaptado Si, Cao e Li (2020).	30
Figura 5. Imagens obtidas por MEV de concretos reforçados com fibra de Polipropileno com diferentes rugosidades. Adaptado de López-Buendía, Romero-Sánchez, Climent e Guillem (2013).	31
Figura 6. Descrição esquemática dos estágios do teste de arrancamento de fibra única. Adaptado de Sigrüner, Muscat e Strübb (2021).	32
Figura 7. Imagens obtidas por MEV do C-S-H formado a partir dos seus componentes aos 28 dias. (a) C_3S , (b) C_2S . Adaptado de Alex, Ilango e Ghosh (2023).	35
Figura 8. Imagens obtidas por MEV do C-S-H formado aos 28 dias com adição de 0,01 % de GO. (a) 10.000x (b) 35.000x. Adaptado de Chougan et al. (2023).	36
Figura 9. (a) Imagens obtidas por MEV concreto sem GO (b) Imagens obtidas por MEV de um concreto com GO, adaptado Sheikh et al. (2023).....	37
Figura 10. Imagens obtidas por MEV concreto com 0,2 % de GO (massa do cimento) aos 28 dias, com ampliação de 10.000x. Chougan et al. (2023).....	38
Figura 11. Resistência à compressão e à flexão (Cimento = Compósito cimentício; CF = Compósito com Fibra; GO = Compósito com adição de GO; GO/CF = Compósito com fibra e GO; GO/CF-GO = Compósito com fibra tratada com GO (adaptado de LU; ZHAO; LU, 2018).	40
Figura 12. Imagens obtidas por MEV com elétrons retroespalhados (BSE) de compósitos reforçados com fibra reciclada, (a) fibras sem tratamento (b) fibra com tratamento de GO. Adaptado de Li et al. (2022).	41
Figura 13. (a) Superfície da fibra sem tratamento (b, c, d) Superfície da fibra com GO (LU; YAO; LEUNG, 2019).	42

Figura 14. Diagrama esquemático de fabricação PE/GO (adaptado de Lu, Yao e Leung, 2019).	45
Figura 15. Diagrama de modificação da fibra (Zhang e Jiang, 2019).	46
Figura 16. Diagrama de produção da fibra (adaptado de Yao et al., 2020).....	47
Figura 17. Microscopia da fibra (adaptado de Yao et al., 2019).	48
Figura 18. Microscopia de força atômica da fibra (adaptado de Yao et al., 2020).	48
Figura 19. Fluxograma da Etapa 1: tratamento das microfibras.....	51
Figura 20. Fluxograma da Etapa 1: concretos reforçados com microfibras.....	52
Figura 21. Fluxograma da Etapa 2: tratamento das macrofibras sintéticas.	53
Figura 22. Fluxograma da Etapa 2: compósitos cimentícios reforçados com macrofibras.	54
Figura 23. MEV/FEG das fibras utilizadas. (a) aumento de 500 x na microfibra (b) aumento de 100 x na macrofibra A e (c) aumento de 150 x na macrofibra B.	59
Figura 24. Imagens obtidas por MEV/FEG do óxido de grafeno (GO), (a) aumento de 20.000x (b) aumento de 50.000x.	60
Figura 25. Espectro de FTIR para o óxido de grafeno.	60
Figura 26. Espectro RAMAN do óxido de grafeno.....	61
Figura 27. Tratamento da fibra.	65
Figura 28. Moldagem dos corpos de prova tipo <i>dogbone</i>	68
Figura 29. Execução do ensaio de arrancamento.	72
Figura 30. Imagens obtidas por MEV com magnitude de 500x. (a) F; (b) F/GO 50°C; (b) F/GO 80°C.....	74
Figura 31. Imagens obtidas por MEV da F/GO 50 °C: (a) Magnitude de 2000X, (b) Magnitude de 5.000X, (c) Magnitude de 20.000X.....	75
Figura 32. Imagens obtidas por MEV da F/GO 80 °C: (a) Magnitude de 1000X, (b) Magnitude de 5.000X, (c) Magnitude de 20.000X.....	75
Figura 33. EDS das microfibras (a) F, (b) F/GO 50 °C, (b) F/GO 80 °C.....	76
Figura 34. Termogramas de aquecimento DSC das microfibras.....	77
Figura 35. Imagens obtidas por MEV FRC: (a) Magnitude de 1000x, (b) Magnitude de 5.000x.	79
Figura 36. Microscopia de MEV FRC/GO: (a) Magnitude de 1000x, (b) Magnitude de 5.000x.	80
Figura 37. Imagens obtidas por MEV GOC: (a) Magnitude de 1000x, (b) Magnitude de 5.000x.	81

Figura 38. Mapa de EDS e identificação dos elementos das misturas. FRC= Concreto Reforçado com 1% de Fibra; FRC/GO = Concreto Reforçado com 1% de Fibra Tratada com GO e GOC = Concreto Reforçado com GO.	83
Figura 39. Índice de consistência dos concretos reforçados em comparação ao compósito sem reforço. FRC= Concreto Reforçado com 1% de Fibra; FRC/GO = Concreto Reforçado com 1% de Fibra Tratada com GO e GOC = Concreto Reforçado com GO.	84
Figura 40. Resultados de resistência à compressão.	85
Figura 41. Resultados de resistência à compressão ao longo do tempo.	86
Figura 42. Ensaio de resistência à tração na flexão.	87
Figura 43. (a) Absorção de água por capilaridade e (b) coeficiente de capilaridade, dos concretos reforçados com microfibras e contendo óxido de grafeno.	88
Figura 44. Altura capilar dos concretos reforçados com microfibras e contendo óxido de grafeno.	90
Figura 45. Imagens obtidas por MEV-FEG da macrofibra A. (a) sem tratamento com ampliação de 50x. (b) sem tratamento com ampliação de 250x. (c) sem tratamento com ampliação de 1.000x. (d) com tratamento e ampliação de 50x. (e) com tratamento e ampliação de 250x. (f) com tratamento e ampliação de 1.000x.	91
Figura 46. Imagens obtidas por MEV-FEG da macrofibra B. (a) sem tratamento com ampliação de 50x. (b) sem tratamento com ampliação de 250x. (c) sem tratamento com ampliação de 1.000x. (d) com tratamento e ampliação de 50x. (e) com tratamento e ampliação de 250x. (f) com tratamento e ampliação de 1.000x.	92
Figura 47. Resultados de EDS para a macrofibra A. (a) micrografia da superfície da fibra sem tratamento destacando os pontos analisados, (b) elementos que compõem os pontos analisados para a fibra sem tratamento, (c) micrografia da superfície da fibra com tratamento destacando os pontos analisados, (d) elementos que compõem os pontos analisados para a fibra com tratamento.	94
Figura 48. Resultados de EDS para a macrofibra B. (a) micrografia da superfície da fibra sem tratamento destacando os pontos analisados, (b) elementos que compõem os pontos analisados para a fibra sem tratamento, (c) micrografia da superfície da fibra com tratamento destacando os pontos analisados, (d) elementos que compõem os pontos analisados para a fibra com tratamento.	95
Figura 49. Termogramas de aquecimento DSC das macrofibras	97
Figura 50. Imagens obtidas por MEV-FEG dos concretos reforçados com macrofibras sem tratamento (MFRC) e com o tratamento (MFRC/GO). (a) sem tratamento com ampliação	

de 50x. (b) sem tratamento com ampliação de 500x. (c) sem tratamento com ampliação de 1.000x. (d) com tratamento e ampliação de 50x. (e) com tratamento e ampliação de 500x. (f) com tratamento e ampliação de 1.000x.	99
Figura 51. Mapa de identificação dos espectros e seus elementos. (a) Concreto Reforçado com Macrofibra sem tratamento (MFRC). (b) elementos dos espectros para MFRC. (c) Concreto Reforçado com Macrofibra com tratamento de GO (MFRC/GO). (d) elementos dos espectros para MFRC/GO.	101
Figura 52. Resultados de força de arrancamento <i>versus</i> deformação para macrofibra sem tratamento.	103
Figura 53. Resultados de força de arrancamento <i>versus</i> deformação para macrofibra com tratamento.	104
Figura 54. Resultados de força de arrancamento <i>versus</i> deformação para macrofibra com tratamento.	105
Figura 55. Resultados da força de arrancamento e f_{Rn} para macrofibras sem tratamento e com tratamento.	106
Figura 56. Tensão de cisalhamento e f_{Rn} para macrofibras sem tratamento e com tratamento.	108
Figura 57. Linha de tendência da tensão de cisalhamento e f_{Rn} para macrofibras sem tratamento e com tratamento.	109
Figura 58. Termogramas do primeiro aquecimento DSC da microfibras.	125
Figura 59. Termogramas do primeiro aquecimento DSC da macrofibra.	125

RESUMO

Uma das formas de potencializar as propriedades mecânicas do concreto, principalmente em relação aos esforços de resistência à tração, se dá com a utilização de fibras sintéticas. Porém, esse uso só será suficientemente eficiente quando houver uma forte interação entre a pasta de cimento e a superfície da fibra utilizada. Uma melhor interação fibra-matriz pode ser alcançada com o tratamento superficial das fibras poliméricas utilizando óxido de grafeno (GO). Essa pesquisa buscou avaliar os métodos de deposição superficial de GO presentes na literatura e o seu efeito em concretos reforçados com fibra, desenvolvidas em duas etapas, a primeira que buscou avaliar a importância da temperatura no tratamento de microfibras sintéticas e posterior o seu efeito na microestrutura e propriedades físicas do concreto, e a segunda etapa que buscou avaliar o efeito do tratamento em macrofibras sintéticas e o seu efeito junto a microestrutura e resistência ao arrancamento. Para avaliar a qualidade da deposição de GO, foram obtidas imagens por microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS), as mesmas técnicas foram utilizadas para avaliar a zona de transição fibra-matriz. Para avaliar o efeito do tratamento sobre as microfibras e macrofibras, foram realizadas medidas de análises térmicas (DSC). As misturas de concreto reforçados com as microfibras (FRC) foram avaliadas no seu estado fresco e endurecido, já as misturas de concreto reforçados com as macrofibras (MFRC) foram avaliadas por meio do ensaio de arrancamento de fibra única. Os resultados da primeira etapa demonstram por meio das imagens de MEV-FEG e a relação C/O identificada no EDS que as microfibras tratadas a 80°C aumentando a relação C/O, foi possível identificar por meio do MEV-FEG a alteração na zona de transição microfibras-matriz para as amostras FRC/GO, e nelas a formação de regiões mais densas de produtos de hidratação do cimento, o que não representou ganhos nas propriedades mecânicas, porém apresentou redução na absorção de água quando comparado com amostras de FRC. Na segunda etapa as imagens de MEV-FEG indicaram que a macrofibra de polipropileno, com maior teor de C, obteve maior homogeneidade na deposição superficial de GO e, a microestrutura dos concretos reforçados com macrofibras indica alterações com a presença de GO. No ensaio de arrancamento, as macrofibras tratadas apresentaram uma maior resistência ao longo dos deslocamentos analisados, demonstrando melhor comportamento para um deslocamento de 3,5 mm e, ao final, pode se determinar a tensão de cisalhamento das macrofibras sintéticas para os deslocamentos $fR_{0,5}$, $fR_{1,5}$, $fR_{2,5}$ e $fR_{3,5}$.

Palavras-chave: concreto reforçado com fibra, tratamento por deposição, fibra sintética, óxido de grafeno.

ABSTRACT

One of the ways to enhance the mechanical properties of concrete, especially in relation to tensile strength, is through the use of synthetic fibers. However, this use will only be efficient enough when there is a strong interaction between the cement paste and the surface of the fiber used. Better fiber-matrix interaction can be achieved with the surface treatment of polymeric fibers using graphene oxide (GO). This research sought to evaluate the GO surface deposition methods present in the literature and their effect on fiber-reinforced concrete, developed in two stages, the first which sought to evaluate the importance of temperature in the treatment of synthetic microfibers and subsequently its effect on the microstructure and physical properties of concrete, and the second stage sought to evaluate the effect of treatment on synthetic macrofibers and its effect on microstructure and pullout resistance. To evaluate the quality of GO deposition, scanning electron microscopy (SEM-FEG) and energy-dispersive spectroscopy (EDS) tests were performed, with the same technique used to assess the fiber-matrix transition zone. Thermal analyses (DSC) were conducted to evaluate the treatment effect on microfibers and macrofibers. Mixtures of concrete reinforced with microfibers (FRC) were evaluated in both fresh and hardened states, while mixtures of concrete reinforced with macrofibers (MFRC) were assessed through single-fiber pull-out tests. Results from the first stage demonstrate, through SEM-FEG images and the identified C/O ratio in EDS, that microfibers treated at 80°C increased the C/O ratio. Changes in the microfiber-matrix transition zone were identified in FRC/GO samples through SEM-FEG, showing denser regions of cement hydration products, which did not translate to mechanical property gains but showed reduced water absorption compared to FRC samples. In the second stage, SEM-FEG images indicated that polypropylene macrofiber with higher C content achieved greater surface deposition homogeneity of GO, and the microstructure of macrofiber-reinforced concretes showed alterations with the presence of GO. In the pull-out test, treated macrofibers exhibited higher resistance over the analyzed displacements, demonstrating better behavior for a displacement of 3.5 mm, and the shear stress of synthetic macrofibers could be determined for displacements $fR_{0,5}$, $fR_{1,5}$, $fR_{2,5}$ e $fR_{3,5}$.

Keywords: fiber reinforced concrete, deposition treatment, synthetic fiber, graphene oxide.

1 INTRODUÇÃO

A busca por materiais que representem redução na extração de recursos naturais, que tenham uma menor energia incorporada em seus processos de fabricação e, que possam ser reutilizados ao invés de serem depositados em aterros sanitários, são desejos da sociedade contemporânea. Juntamente a isso, há uma carência de infraestrutura e habitação, o que poderá ser sanado com materiais de construção tradicionais, ou com compósitos que apresentem as características e propriedades desejáveis, associadas à redução de consumo dos recursos e incorporação de resíduos.

O concreto é o material de construção mais consumido no mundo e tudo indica que continuará sendo nos próximos anos. Os avanços tecnológicos deste material têm caminhado para o reaproveitamento de resíduos, contribuindo para tornar a indústria mais sensível às questões ambientais, auxiliando na prevenção da poluição ambiental, reduzindo o custo da sua produção e ampliando suas aplicações (ZHANG; WANG; HU, 2022). Neste sentido, a incorporação de resíduos poliméricos em materiais cimentícios ganha espaço, por se tratar de materiais de elevada resistência à biodegradação, e com grande potencialidade na utilização em compósitos cimentícios, principalmente na forma de fibras para a produção de compósitos reforçados (MERLI *et al.*, 2020).

A adição de fibras em compósitos cimentícios está associada com a melhoria de suas propriedades aos esforços de tração, sejam esses esforços de origem mecânica, ou pela característica intrínseca do material devido à perda de água nas misturas. O aumento da resistência à tração gera materiais mais duráveis, uma vez que, pequenas fissuras podem tornar-se caminhos para uma degradação acelerada.

Essa utilização de fibras em materiais cimentícios têm uma influência positiva nas propriedades mecânicas do material, porém, no estado fresco, elas vão aumentar a tensão de escoamento e a sua viscosidade, influenciado significativamente nas propriedades reológicas. Esse efeito pode ser variado a partir do formato das fibras, de suas dimensões (razão de aspecto), material constituinte da fibra, volume e características hidrofílicas (KHAYAT *et al.*, 2019).

Nos últimos anos foram avaliadas fibras de diferentes origens, que foram adicionadas aos materiais cimentícios (BALENDRAN, *et al.*, 2002; LUNA; SHAIKH, 2020; ÖZKAN; DEMIR, 2020; HE, *et al.*, 2020), porém Suda e Sutradhar (2021), concluíram em sua pesquisa que uma das formas de criar um ambiente sustentável é a utilização de subprodutos ou materiais alternativos, como fibras poliméricas em concretos e argamassa.

O uso de fibras poliméricas é conhecido como a adição de um material quimicamente inerte, que permanecem sem reagir no concreto, possuindo como único mecanismo para resistir à carga aplicada a elas, o atrito entre as fibras individuais e a matriz de concreto circundante (SHAFEI *et al.*, 2021). Ainda, Shafei *et al.* (2021), salientam que a natureza hidrofóbica das fibras poliméricas muitas vezes resulta em interações fibra-matriz globalmente fracas. É de se esperar que em misturas a base de cimento reforçadas com fibra se formem áreas frágeis junto a zona de transição fibra-matriz, devido ao “efeito de parede” causado entre os materiais, efeito que pode variar devido a composição da fibra (LI *et al.*, 2022). Noh *et al.* (2022), também salientam a importância de controlar o teor de fibras na mistura, uma vez que quanto maior o volume de fibras menor será a interação entre a fibra e a matriz, alterando consideravelmente a mistura. Isso, devido a alteração do ângulo de inclinação da fibra e sua dispersão junto a matriz cimentícia (WEN *et al.*, 2022).

He *et al.* (2023) ao analisarem resultados da zona de transição fibra-matriz identificaram regiões porosas com espessura entre 100 e 150 μm . Também identificaram heterogeneidade na distribuição dos poros, entre a matriz e a fibra, sendo que na região próxima a fibra a porosidade é ainda maior, cerca de 50 %, o que reduz consideravelmente a área de contato com a pasta de cimento.

A interação fibra-matriz pode ser puramente mecânica, ou seja, se a resistência da matriz de concreto for elevada, ou se for fornecida uma ancoragem mecânica adequada às fibras (com modificações geométricas), o modo de falha pode mudar para a ruptura de fibras individuais utilizando sua capacidade total; ou pode se induzir uma interação mecânica e também química, deste modo quando se induz uma reação entre as fibras e a matriz do concreto, a ligação química auxilia na resistência ao atrito, proporcionando uma combinação de ligações e as características de interações fibra-matriz são particularmente importantes em produtos, como compósito reforçado com fibra, porque afetam diretamente as propriedades mecânicas pré e pós-pico de fissuração (SHAFEI *et al.*, 2021).

Com o objetivo de melhorar a interação fibra-matriz algumas pesquisas têm se voltado para avaliação do óxido de grafeno (GO) como tratamento superficial das fibras e alguns desses tratamentos mostram resultados promissores, uma vez que a utilização do GO como material de revestimento para fibras de carbono, PVA e PE, vem se mostrando adequada, e revelando que o custo de GO usado como material de revestimento é 11 vezes menor do que o GO usado como nano-enchimento, para reforçar compósitos cimentícios, gerando melhorias na zona de transição fibra-matriz (LU; ZHAO; LU, 2018), e devido a alteração dos produtos de hidratação do cimento (CHOUGAN *et al.*, 2023). Corroborando com os resultados de Hou e Yang (2018)

que apresentaram a dispersão do GO em solução aquosa devido aos grupos funcionais do oxigênio, e confirmados na pesquisa de Lu, Yao e Leung (2019) que indicam que a camada de revestimento GO pode aumentar significativamente a molhabilidade da superfície da fibra.

Conforme Lu *et al.* (2020), o tratamento superficial com GO apresenta ganhos quanto à resistência a tração, devido a interação entre o GO e o PE, e entre o GO e o C-S-H (silicato de cálcio hidratado), principal componente da hidratação do cimento Portland, estes últimos, através das ligações de hidrogênio. O tratamento das fibras pode ser desenvolvido devido a diferença de expansão térmica entre o GO e a fibra de PE, pois o GO pode facilmente cobrir a superfície da fibra com a mistura dos componentes em uma solução aquosa, realizada com o aumentando a temperatura de 25 °C à 80 °C, no intervalo de duas horas e mantendo a temperatura de 80 °C por mais duas horas. Esse processo aumenta significativamente a rugosidade e a reatividade química da superfície da fibra, melhorando a interação física e química com os componentes do cimento hidratado (LU; YAO; LEUNG, 2019).

A partir dos elementos levantados na literatura essa pesquisa se direcionou para a avaliação dos efeitos do óxido de grafeno quando utilizado como revestimento em microfibras e macrofibras sintéticas, para aplicação em concretos reforçados com fibra. Para isso foram delimitadas duas etapas, a primeira que avaliou o tratamento e aplicação das microfibras em concretos reforçados com microfibras (FRC), e a segunda etapa que avaliou o tratamento e aplicação das macrofibras em concretos reforçados com macrofibras (MFRC).

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliação das propriedades dos concretos reforçados com fibras sintéticas tratadas com deposição de óxido de grafeno (GO).

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) Avaliar a influência da temperatura no processo de deposição de GO na superfície de fibras sintéticas;
- b) Avaliar o efeito da adição de GO na microestrutura de concretos reforçados com microfibras;
- c) Avaliar as propriedades físicas e mecânicas de concretos reforçados com microfibras tratadas com GO;
- d) Avaliar a deposição superficial de GO em macrofibras sintéticas;
- e) Avaliar o efeito da adição de GO na microestrutura de concretos reforçados com macrofibras sintéticas;
- f) Avaliar a influência do tratamento superficial nas macrofibras quanto à resistência ao arrancamento;
- g) Determinar a tensão de cisalhamento dos concretos reforçados com macrofibras sintéticas tratadas com GO.

2.3 JUSTIFICATIVA, RELEVÂNCIA E INOVAÇÃO DA PROPOSTA

O concreto reforçado com fibras (FRC) já é uma realidade na indústria da construção civil e com isso há uma vasta quantidade de microfibras, utilizadas para mitigação de fissuras de retração, e macrofibras, com finalidade estruturais, sendo comercializada no país.

No geral as mais utilizadas são as fibras de aço, que possuem elevada resistência à tração e módulo de elasticidade. Em 2019 a ABNT lançou a NBR 15530, que trata sobre requisitos e métodos de ensaio para fibras de aço para concreto, iniciando a discussão nacional sobre o tema.

Por outro lado, as fibras sintéticas também têm ganhado mercado devido ao seu baixo custo, facilidade no manuseio e baixo consumo de energia na sua fabricação. No ano de 2021

a ABNT lançou a NBR 16942, primeira norma que trata sobre requisito e métodos de ensaio para fibras poliméricas para concreto.

Junto com a utilização de concretos reforçados com fibras aparecem problemas já identificados neste material, um deles é a dificuldade de interação entre as fibras utilizadas e a matriz de cimento. Para sanar esse efeito junto às fibras sintética, tem surgido técnicas para melhoria da interface fibra-matriz, como a deposição superficial com óxido de grafeno.

A literatura apresenta diferentes métodos de tratamento de microfibras sintéticas com óxido de grafeno, bem como, a alteração dos produtos de hidratação do cimento Portland, principalmente no que está associado a formação de C-S-H, com a adição de óxido e suas melhorias na zona de transição fibra-matriz, devido a redução do efeito “parede” e densificação das regiões próximas a fibra.

Porém, ainda pouco se discute sobre a importância da temperatura junto ao tratamento superficial das microfibras, o efeito do tratamento junto a zona de transição microfibras-matriz e a alteração na formação de produtos de hidratação nesta região, bem como as propriedades físicas e mecânicas de concretos reforçados com microfibras. Assim como não se discute a utilização destes tratamentos para macrofibras sintéticas e como o tratamento pode alterar a força de arrancamento, uma vez que a interface fibra-matriz pode ser alterada, e nem como o tratamento pode alterar a sua tensão de cisalhamento destas macrofibras.

Na busca por estas respostas, este trabalho pretende contribuir nos meios científico e profissional, para utilização de fibras sintéticas de baixo valor agregado, que passaram por tratamento superficial, em concretos reforçados com fibra, cumprindo o papel inovador junto ao setor da construção civil.

Também, e não menos importante, indo ao encontro das diretrizes institucionais da Universidade de Caxias do Sul, que envolve a suas pesquisas aos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) da ONU. Estando diretamente relacionado a ODS 9 (indústria, inovação e infraestrutura), por trazer aspectos de inovação a um setor tão tradicional quanto o da construção civil, a ODS 11 (cidades e comunidades sustentáveis) e a ODS 12 (consumo e produção responsáveis), uma vez que no escopo do trabalho se investigou uma forma de produção mais eficiente, produzindo concretos que possam ter maior durabilidade e menos consumo de matérias-primas naturais não renováveis.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

O referencial teórico foi desenvolvido com a abordagem em alguns aspectos importantes para a tecnologia de concretos reforçados com fibras, posteriormente a utilização do óxido de grafeno (GO) e seus efeitos na hidratação do cimento Portland e em seguida a utilização conjunta entre fibras sintéticas e GO, além dos métodos de tratamento dessas fibras com GO.

3.1 CONCRETOS REFORÇADOS COM FIBRAS

A mistura simples de cimento e água formando pastas, ao ser adicionado o agregado miúdo, obtêm-se a composição de argamassas, e se for adicionado o agregado graúdo, chega-se a uma mistura de concreto. Ainda, observa-se que esses materiais podem ter em suas composições, elementos que contribuem para a melhoria de suas características físicas e químicas, como aditivos e adições, em todas as variações dos compósitos à base de cimento.

Conforme Isaia (2011), o cimento Portland, juntamente com a água, forma uma pasta com certa fluidez, dependendo do percentual de água adicionada. Essa pasta tem por finalidade envolver as partículas de agregados, areias e/ou pedras britadas, com diversas dimensões para produzir um material que, nas primeiras horas, apresenta boa trabalhabilidade e facilidade de ser moldado em diversas formas geométricas. Com o passar do tempo, essa mistura endurece pela reação irreversível da água com o cimento, adquirindo resistência mecânica capaz de torná-lo um material com desempenho estrutural, sob os mais diversos ambientes de exposição.

Mesmo atendendo todas as condições de mistura e homogeneidade, os compósitos cimentícios apresentam sensibilidade aos esforços de tração e flexão, com isso, o desenvolvimento de produtos cimentícios com reforço de fibras tem se demonstrado promissor, principalmente devido ao efeito combinado resultante nas misturas. Esses efeitos vêm sendo estudados desde a década de 50, inicialmente com a utilização de fibra de vidro em estruturas de concretos protendidos, conforme mencionado por Rubinsky e Rubinsky (1954).

Ao longo dos últimos anos, muitos trabalhos foram desenvolvidos com a utilização de fibras metálicas (DING; KUSTERLE, 2000; BARROS *et al.*, 2005). Conforme Balendran *et al.* (2002) relatam, é notável a melhoria nas resistências à tração, à flexão e na tenacidade dos compósitos cimentícios reforçados com fibras metálicas, gerando um movimento de

atualizações e lançamentos de normativas, como a NBR 15530 (ABNT, 2019), que aborda a utilização das fibras de aço em concretos e outros compósitos de matriz cimentícia.

De maneira geral, as fibras utilizadas são conhecidas como macrofibras e microfibras. Segundo Figueiredo (2011), as macrofibras podem garantir a resistência à propagação de fissuras trazendo ganhos no desempenho e durabilidade, enquanto as microfibras ampliam a resistência à fadiga da matriz.

O efeito da adição de fibras híbridas e os seus estágios de evolução são apresentados por Lawler *et al.* (2003) na Figura 1.

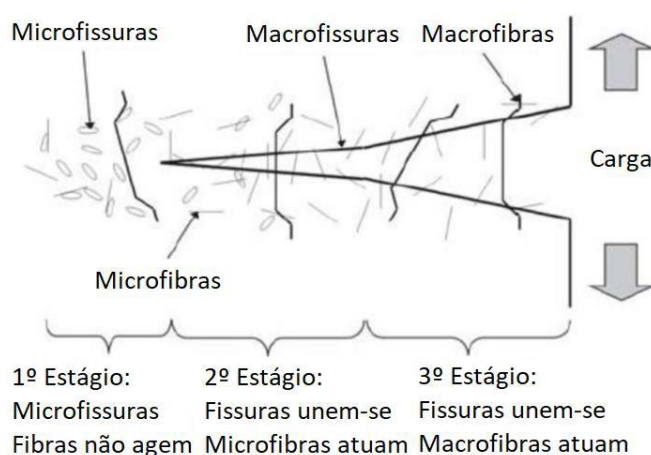


Figura 1. Estágios da ação mecânica em compostos cimentícios reforçados com fibras, microfibras (diâmetro inferior a 22 μm) e macrofibras (diâmetro superior a 500 μm), adaptado de Lawler *et al.* (2003).

O conhecimento desses novos parâmetros e o desenvolvimento da indústria química responsável por uma nova geração de aditivos, criaram espaço para o advento e aprimoramento de novos materiais à base de cimentos, como foi o caso do concreto de pós reativos (CPR). Em particular, é um material reforçado com fibras, com uma homogeneidade melhorada porque os agregados graúdos tradicionais são substituídos por agregados miúdos, gerando um material dúctil e de ultra alta resistência, que foi viabilizado pela aplicação de um certo número de princípios, que alteraram a composição, mistura e cura (RICHARD; CHEYREZY, 1995).

Graças ao avanço dos aditivos superplastificantes na década de 1990, e o trabalho de inserção de grandes volumes de fibras desenvolvido por Richard e Cheyrezy, criando o CPR, gerou-se um marco no desenvolvimento de produtos à base cimentícia, passo importante para o que é chamado nos dias atuais de *Ultra High Performance Concrete* (UHPC) ou ainda, também conhecido como *Ultra High Performance Fibre Reinforced Concrete* (UHPFRC) que é uma combinação do concreto de alta resistência reforçado com fibras (DU *et al.*, 2021, YU; SPIESZ; BROUWERS, 2014).

O UHPC ou UHPFRC vem sendo desenvolvido há três décadas e é considerado um dos materiais de construção mais promissores, dada a sua baixa relação água/cimento ou água/aglomerante, a alta densidade dos concretos gerados graças aos cuidados com o empacotamento granular, a adição adequada de aditivos químicos e o elevado volume de fibras utilizadas (DU *et al.*, 2021).

Algumas pesquisas comprovam a eficiência desses produtos investigando suas propriedades mecânicas, tais como, resistência à compressão e à flexão e ao módulo de elasticidade, e vão além, indicando que esses produtos podem se tornar materiais essenciais no futuro próximo, para aplicação em estrutura expostas a cargas extremas, com capacidade de resistir a impactos e tensões horizontais como as que ocorrem em terremotos e explosões (NOH *et al.*, 2022).

Outro ponto a ser observado é a alteração da fluidez do compósito cimentício com a adição de fibras. Martinie, Rossi e Roussel (2010) estudando a reologia dessas misturas, observaram que a abordagem em duas escalas é a mais simples, portanto, é frequentemente considerada. O concreto é uma suspensão de partículas de agregados (areia e cascalho) em um fluido de suspensão (pasta de cimento), portanto, se pode esperar que a tensão de escoamento da suspensão (ou seja, o concreto) é proporcional à tensão de escoamento de seu fluido de suspensão (ou seja, a pasta de cimento constitutiva). Os autores ainda salientaram que devem ser consideradas as relações fenomenológicas nestes tipos de misturas, relacionando a tensão de escoamento ou viscosidade, estabelecidas entre o fluido de suspensão e as partículas (MARTINIE; ROSSI; ROUSSEL, 2010).

Para Merli *et al.*, (2020) a perda de trabalhabilidade, fenômeno ocorrido com a adição de fibras, pode ser corrigido com a utilização de superplastificantes, porém essa medida aumenta o custo de produção. Wen *et al.* (2022), comparado o concreto convencional com concretos reforçados com fibra e também salienta seu maior o custo para produção.

Ainda, podem ser encontradas alternativas para se modificar a fluidez dessas misturas como a alteração da interface fibra-matriz com a adição de agentes de acoplamento, como foi observado em alguns resultados experimentais apresentados por Liu *et al.* (2020), de modo que as misturas com fibras tratadas com agentes de acoplamento resultaram no aumento da fluidez das suas misturas.

Buscando avaliar a influência no estado fresco da utilização de fibras em misturas cimentícias, alguns autores indicam que a forma, o tipo e o volume utilizados podem contribuir na alteração da fluidez das misturas (ABBAS; SOLIMAN; NEHDI, 2015; ZHANG; WANG; HU, 2022).

Já no estado endurecido a utilização de fibras está relacionada com a alteração das propriedades mecânicas das misturas, como resistência à compressão e à tração, o desempenho de concretos reforçados com fibra está intimamente ligado a fração volumétrica de fibras utilizadas, o seu tipo e forma. Estudos demonstraram que a resistência à compressão aumenta pela influência positiva da adição do reforço de fibras nesses materiais, porém alguns pesquisadores indicaram um efeito oposto, devido a este fenômeno, a influência das fibras na resistência à compressão, pode ser menor do que a de outros fatores, como relação água / aglomerante, a idade e o ambiente de cura, além do tipo de agregado (NOH *et al.*, 2022; ZHANG; WANG; HU, 2022).

O aprimoramento das propriedades mecânicas, como a resistência à flexão e à compressão, também pode ser visto com a adição de fibras curtas (ABBAS; SOLIMAN; NEHDI, 2015), além da contribuição para o controle da fissuração por retração plástica e retração por secagem (MERLI *et al.*, 2020).

Para Wen *et al.* (2022), o tipo de fibra influencia diretamente nas propriedades dos concretos reforçados com fibras, uma vez que as microfibras sintéticas podem aumentar a resistência ao fogo e a resistência à penetração de íons cloreto de forma significativa. Serafini *et al.* (2019) complementam que a presença de microfibras sintéticas pode ter contribuído para que não ocorresse o efeito *spalling*, nas amostras de concreto expostas a elevadas temperaturas, em sua pesquisa.

Outro ponto é destacado por Tran *et al.* (2022), as fibras poliméricas são bastante atraentes por apresentarem um menor custo na sua produção porém, salientam que as propriedades mecânicas dessas fibras são bem inferiores as metálicas e isso deve ser considerado.

Ao falar sobre fibras sintéticas, Du *et al.* (2021) indicam que os percentuais de uso recomendados, para fibras de PVA, PP e PE, ficam entre 0,5 e 1 % do volume da mistura, enquanto o seu comprimento deve ser de 12 à 19 mm. Contudo, Zhang *et al.* (2020) variaram em sua pesquisa de 0,05 % a 0,2 % a adição de fibras de PVA, alegando que tal porcentagem possibilita uma melhor trabalhabilidade e uma dispersão uniforme.

Para Noh *et al.* (2022), a taxa de deformação desejada em concretos reforçados com fibras sintéticas, pode diminuir quando o volume de fibra for elevado, próximo a 3 %, devido ao agrupamento de fibras com a matriz circundante.

Já para utilização de fibras sintéticas de poliéster, também diferentes autores relacionam suas propriedades com o percentual de fibra adicionada nas misturas, conforme pode ser visto na Tabela 1.

Tabela 1. Dosagens de fibras de poliéster.

Autores	Ano	Diâmetro (μm)	Comp. (mm)	Densidade (g/cm^3)	Teor (%)	Teor (kg/m^3)
El-Hanafy, Alharthy e Anwar	2022	13	15	---	---	12
Suda e Sutradhar	2021	---	---	---	0,49 0,98	---
Dias, Calmon e Vieira	2019	20-25	15	1,34	0,15	2
Ehrenbring, Quinino, Oliveira e Tutikian	2019	38	40	1,4	0,5	4,2
Ehrenbring, Tutikian e Quinino	2018		40	1,41	0,3	4,23
			40	1,36	0,3	4,08

A fibra de poliéster pode ser produzida a partir da reciclagem do PET e, conforme Merli *et al.* (2020), tem-se dado pouca atenção às potencialidades econômicas e sociais do uso de fibras recicladas para a produção de concreto.

Como podem ser vistos nas dosagens propostas por Suda e Sutradhar (2021), onde não se verificou alteração substancial na fluidez dos compósitos, mas sim foi observada a melhora nas propriedades mecânicas, principalmente na resistência a flexão. Porém, sabe-se da influência das fibras quanto às propriedades dos compósitos cimentícios no estado fresco e a possibilidade de melhoria na fluidez com o tratamento superficial das fibras utilizando agentes de acoplamento e nanomateriais.

Com o propósito de discutir melhor a relação fibra-matriz nas propriedades do estado fresco e endurecido, um item específico que contempla a referida interação será abordado nesse estudo.

3.1.1 Zona de transição fibra-matriz

Para que haja uma produção adequada de compósitos cimentícios reforçados com fibras é primordial o entendimento da ligação entre a matriz e as fibras que serão utilizadas. Essa ligação está diretamente associada com a qualidade e as propriedades dos concretos e argamassas gerados, e pode ser afetada pelo fator de forma da fibra e pelas características dos materiais utilizados na mistura (tipo de cimento, quantidade de água e agregados), conforme mencionado por Wen *et al.* (2022).

É esperado que em concretos e argamassas reforçados com fibra se formem áreas frágeis junto a zona de transição fibra-matriz, devido ao “efeito de parede” causado entre os materiais, esse efeito pode variar devido a composição da fibra (LI *et al.*, 2022).

Noh *et al.* (2022), também salientam a importância de controlar o teor de fibras na mistura, uma vez que quanto maior o volume de fibras menor será a força de ligação interfacial entre a fibra e a matriz, alterando consideravelmente a mistura. Isso se deve à alteração do ângulo de inclinação da fibra e sua dispersão junto a matriz cimentícia (WEN *et al.*, 2022).

O mecanismo de formação da zona de transição e a ligação fraca entre a fibra e a matriz cimentícia pode ser visto na Figura 2.

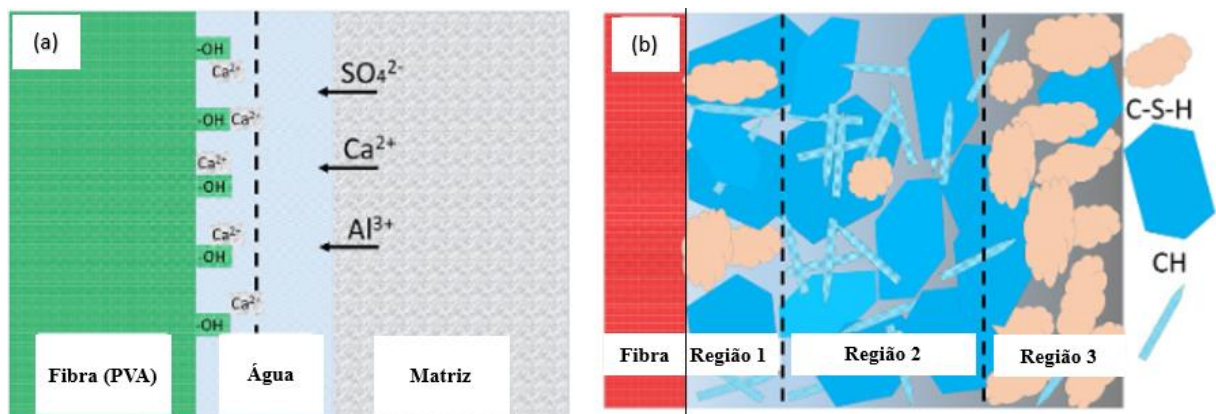


Figura 2. Mecanismos da interface fibra-matriz de cimento, adaptado Li *et al.* (2022).

Na Figura 2 (a) podem ser observados os efeitos no estado fresco de misturas cimentícias reforçadas com fibras sintéticas. Nesta situação a matriz cimentícia, na grande maioria das vezes, possui água livre, essa água ao entrar em contato com a fibra tende a acumular na superfície da fibra devido a sua carga iônica e a tensão superficial, gerando uma película na superfície da fibra, o que proporciona o seu afastamento da matriz cimentícia (LI *et al.*, 2022).

Já os efeitos da fibra no estado endurecido podem ser observados na Figura 2 (b). Neste caso, pode-se dividir a zona de transição fibra-matriz em três regiões: a Região 1 se caracteriza por apresentar uma quantidade relativamente grande de C-S-H formado, enquanto a Região 2 está ligeiramente afastada da fibra, com uma menor quantidade de C-S-H e formando uma estrutura mais porosa. Já a Região 3 está a uma maior distância da fibra e se caracteriza por uma maior concentração no teor de gel de C-S-H, tornando-se consistente com a matriz e com uma estrutura mais compacta (LI *et al.*, 2022).

Xu, Deng e Chi (2017), complementam que a zona de transição fibra-matriz apresenta o mesmo efeito parede da zona de transição agregado-matriz, porém a interface com a fibra se caracteriza por uma maior concentração de poros, uma vez que a fibra não absorve a água da sua superfície como ocorre com o agregado. Os autores concluem, a partir de sua pesquisa

utilizando fibras de polipropileno, que a espessura da zona de transição é de aproximadamente 15 μm e pode variar em função do tamanho da fibra.

Para Yuan e Jia (2021) a hidrofobicidade característica da superfície das fibras sintéticas pode comprometer diretamente a ligação fibra-matriz. Na Figura 3 é apresentada a interface fibra-matriz, onde pode-se observar a presença de vazios ou ligações fracas.

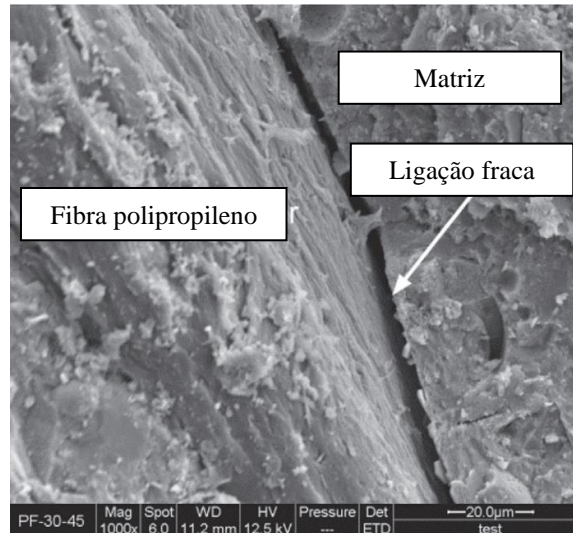


Figura 3. Imagens obtidas por MEV do concreto reforçado com fibra sintética e relação água/cimento=0,3, adaptado Yuan e Jia (2021).

Ao analisar a interface de concretos reforçados com diferentes teores de fibras sintéticas, Si, Cao e Li (2020) mencionam a importância de controlar o agrupamento das fibras, o que ocasiona regiões de menor densidade, podendo ver seus efeitos após ensaios mecânicos na Figura 4.

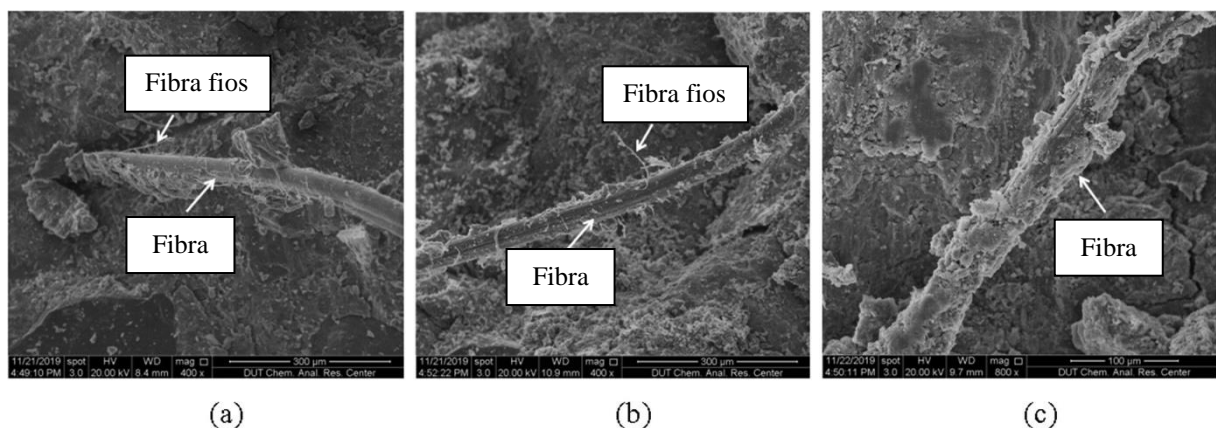


Figura 4. Imagens obtidas por MEV de concretos reforçados com fibra de PVA e diferentes teores de fibra: (a) 0,1 %; (b) 2,0 %; (c) 3,5 %. Adaptado Si, Cao e Li (2020).

Nas Figuras 4 (a), (b) e (c), pode-se observar que a quantidade dos produtos hidratados na superfície das fibras aumenta com o maior teor de fibras. Isso ocorre devido à redução da ligação entre a fibra-matriz, ocasionado pelo efeito de nucleação em misturas com elevado teor de fibras. Após a realização de ensaios mecânicos, como neste caso, quanto maior a densidade da matriz e da zona de transição, menor é a chance de visualizar os *whiskers* ou fios e produtos de hidratação na superfície da fibra, o que indica que as fibras são tracionadas e esses produtos arrancados quase que na sua totalidade (SI; CAO; LI, 2020).

O que tem sido reportado na literatura, são estudos que buscam alterar a superfície da fibra, com o intuito de melhorar a sua ligação com a matriz. Conforme Sanjuán e Andrade (2021) demonstraram, o beneficiamento da superfície da fibra otimiza o procedimento de reforço com a matriz, possibilitando um melhor desempenho principalmente à tração para elementos estruturais, quando analisados concretos de elevado desempenho.

López-Buendía *et al.* (2013) identificaram melhorias na ligação matriz-fibra de polipropileno com o aumento da rugosidade superficial das fibras, inclusive identificando elementos de hidratação do cimento nessas superfícies, como pode ser visto na Figura 5.

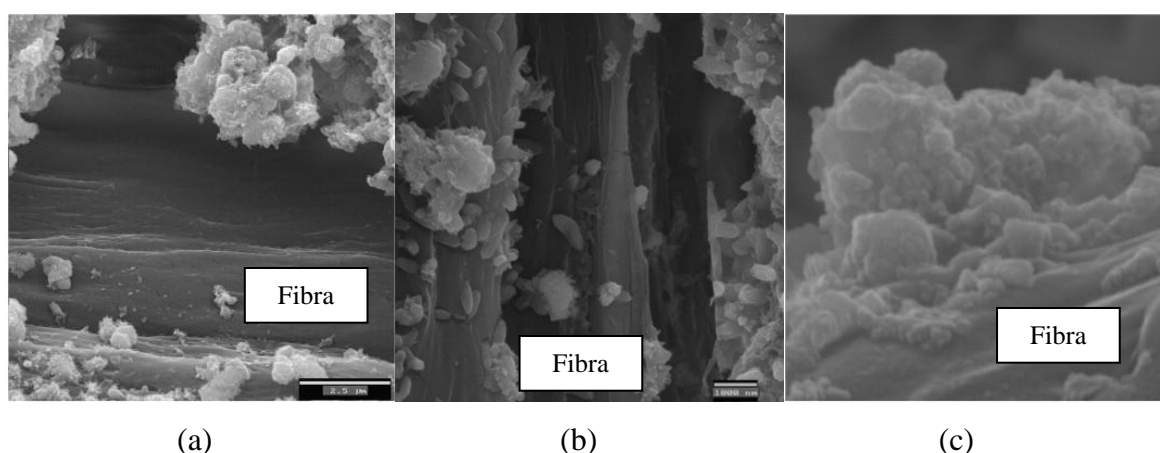


Figura 5. Imagens obtidas por MEV de concretos reforçados com fibra de Polipropileno com diferentes rugosidades. Adaptado de López-Buendía *et al.* (2013).

A Figura 5(a) mostra uma superfície de fibra lisa e limpa sem interação aparente com a matriz de concreto, o que ocorre comumente em misturas com fibras sintéticas. Já na Figura 5(b) a superfície mais rugosa facilita a ancoragem junto à matriz e pode ser observado o desenvolvimento de cristais hidratados (Portlandita), detalhado na Figura 5(c), identificando minerais que apresentam morfologia compatível com etringita.

Outros pesquisadores têm estudado a adição de carbonato de cálcio como forma de melhorar a zona de transição fibra-matriz. Li *et al.* (2022) verificaram melhorias nas misturas devido aos efeitos físicos e químicos da adição e, ainda, houve redução na propagação de

fissuras em níveis macro e microscópico, compreendido como uma melhoria na resistência à tração e na tenacidade dos materiais cimentícios. Esses e outros nano materiais, como o óxido de grafeno (GO), têm contribuído para a alteração da interação fibra-matriz e na produção de compósitos de melhor desempenho, conforme será tratado nos próximos itens deste trabalho.

A investigação do nível de interação fibra-matriz pode ser conduzida por testes de arrancamento de fibra única (SIGRÜNER; MUSCAT; STRÜBBE, 2021). No ensaio de arrancamento, uma fibra será embutida com um determinado comprimento e diâmetro de fibra em concreto não endurecido e extraída com velocidade de arrancamento controlada (ALBERTI *et al.*, 2016).

O modelo de arrancamento de fibra única, adotado para compósitos reforçados, compreende o entendimento em diferentes fases e efeitos da fibra com a matriz. Esse modelo foi inicialmente proposto por Hampe *et al.* (1995) e aprimorado posteriormente por outras pesquisas, como a proposta de Sigrüner, Muscat e Strübb (2021), é apresentado na Figura 6.

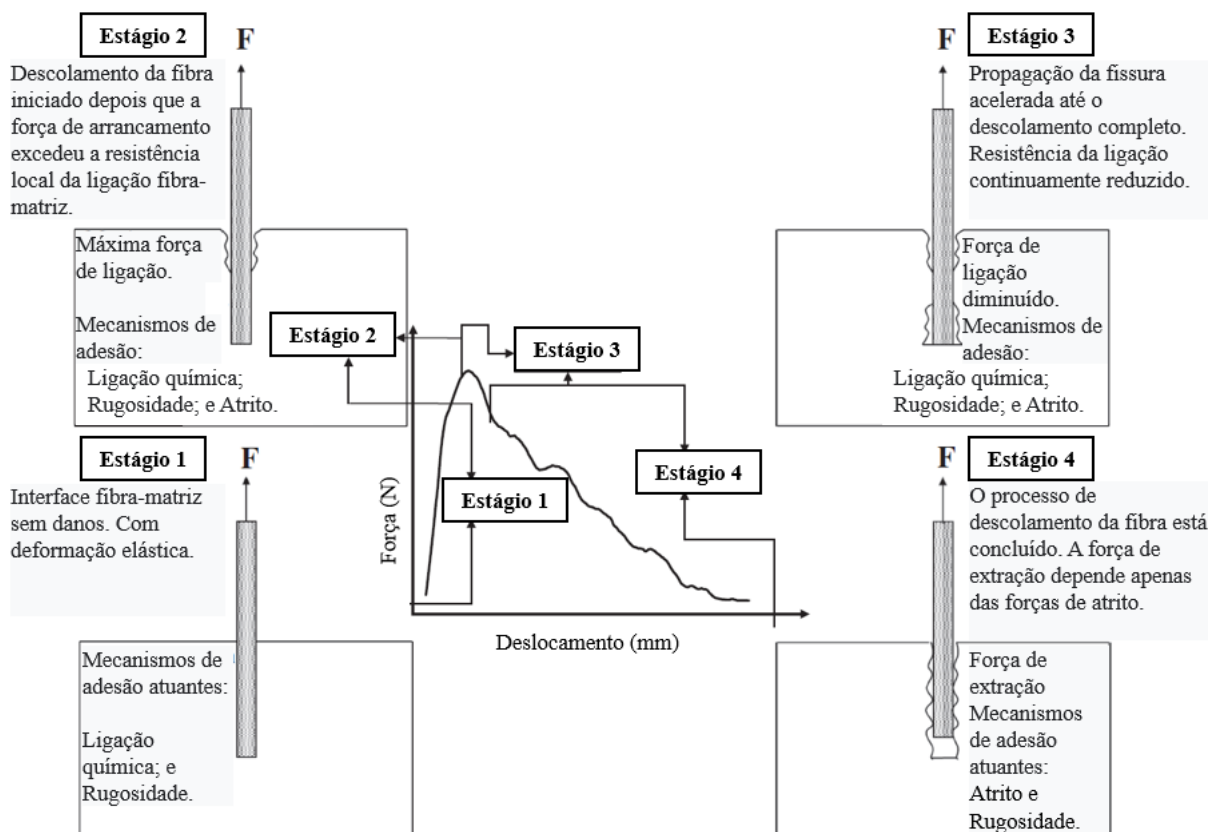


Figura 6. Descrição esquemática dos estágios do teste de arrancamento de fibra única. Adaptado de Sigrüner, Muscat e Strübb (2021).

No primeiro estágio a força aumenta proporcionalmente em relação ao deslocamento, demonstrando um aumento linear, de acordo com a lei de Hook de deformação elástica. O

segundo estágio se inicia com o início da abertura da fissura, onde a inclinação da curva de força-deslocamento muda; nesta fase a fissura é quase proporcional ao deslocamento, e a inclinação da curva nesta região é uma função da tensão de atrito na região da interface. No terceiro estágio a propagação da fissura já não é proporcional ao deslocamento e apresenta instabilidade na curva, causada pela transferência de tensão na parte restante ligada a superfície da fibra. No quarto e último estágio, restam apenas as forças de atrito dentro do canal criado entre a fibra e a matriz. Dependendo do coeficiente de atrito da matriz cimentícia e do polímero da fibra, a força pode diminuir ou aumentar até o descolamento completo (HAMPE *et al.*, 1995; SIGRÜNER; MUSCAT; STRÜBBE, 2021).

Alguns autores, porém, mencionam que a relação tensão de arrancamento de fibra única, pode ser compreendida em um modelo trilinear, compreendendo uma primeira fase elástica, até que seja atingido o valor crítico, ou tensão de cisalhamento máxima e o deslocamento máximo, até a queda de resistência (τ_m e δ_m), além uma segunda fase de atenuação, que envolve o aumento do escorregamento e conseqüentemente a redução de resistência, e o uma terceira fase que se resume a tensão residual do sistema (YUAN *et al.*, 2024).

De modo geral Mishra *et al.*, (2024) comentam que a resistência ao arrancamento é governada pela resposta no estágio de descolamento, ou pré fissuração até a tensão máxima atingida, definida pela energia de fratura de descolamento (Gd) e tensão de atrito da ligação (τ_0) e, posteriormente, a fissuração pela resistência de atrito no canal gerado entre a fibra e a matriz.

Ainda Mishra *et al.*, (2024) ao avaliar os estágios de arrancamento utilizando fibras sintéticas em matrizes cimentícia, alertam que devido à natureza hidrofóbica do polipropileno, existe uma ligação química fraca entre a fibra e o concreto o que prejudica a interação destes materiais.

Porém a partir dos ensaios de arrancamento realizados por Garcia-Diaz *et al.* (2021) pode-se afirmar que, o tratamento superficial em macrofibras, melhora a microestrutura do concreto na região de transição fibra-matriz e potencializa o uso desta técnica em fibras sintéticas.

3.2 COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COM ADIÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO

Os nanomateriais já são utilizados com certa frequência na indústria da construção civil, melhorando propriedades no estado fresco e endurecido das misturas cimentícias (CAMPOS

NETO; GEYER, 2019). Algumas pesquisas vêm associando esses materiais de escala nano, como o óxido de grafeno, aos materiais de escala tradicional (OLIVIER *et al.*, 2018).

O GO é um desses nanomateriais que apresenta elevada aplicabilidade, formado por uma folha de grafeno com vários grupos funcionais oxigenados e ligados covalentemente em sua superfície, tornando-o um material hidrofílico (CHEN; FENG; LI, 2012). Comparado com o grafeno, o óxido de grafeno apresenta grupos funcionais de oxigênio, o que favorece o seu uso como material de reforço em compósitos cimentícios, devido à sua compatibilidade e melhor dispensabilidade neste meio (LU *et al.*, 2020).

Algumas pesquisas têm demonstrado a potencialidade da utilização do GO como reforço em compósitos cimentícios, com o intuito de melhorar as propriedades do estado fresco, trazendo maior fluidez as misturas, e as propriedades do estado endurecido. Hou e Yang (2018) obtiveram resultados satisfatórios quanto à dispersão do GO em solução aquosa, devido aos grupos funcionais do oxigênio e a sua compatibilização junto às misturas cimentícias.

Li *et al.* (2017) concluíram que a incorporação de GO acelera a hidratação no cimento, porém deve ser avaliada a dispersão do GO em materiais à base de cimento, já que existe uma tendência natural do GO em se aglomerar junto a pasta de cimento, devido à reticulação química de cátions divalentes de cálcio que são abundantes em materiais à base de cimento. Conseqüentemente, os efeitos da adição de GO em compósitos cimentícios estão diretamente relacionados à formação de grumos do material, uma vez que as nano-folhas de GO apresentam espessura de um átomo (LI *et al.*, 2017).

A densificação dos compósitos cimentícios é observada na pesquisa de Sanglakpam e Rizwan (2020), onde foram adicionados teores de 0,05 % e 0,1 % de GO sobre a massa do cimento das misturas, gerando melhorias consideráveis na porosidade e na distribuição do tamanho dos poros, nos ensaios de porosímetro de intrusão de mercúrio (MIP), realizada em corpos de prova curados por 28 dias. Os autores indicam que a redução da porosidade pode ser atribuída ao efeito de preenchimento (*nano-filler*) do óxido de grafeno por possuir elevada razão de aspecto e área superficial. Já a redução do diâmetro dos poros pode ser atribuída pela alteração dos produtos de hidratação, o que contribui para a geração de uma matriz mais homogênea e densa.

3.2.1 Efeitos na hidratação do cimento Portland

Sabe-se que o efeito cimentante e a densificação da matriz estão diretamente relacionados a qualidade dos produtos de hidratação do cimento Portland, com isso gerando produtos de melhor resistência e durabilidade. Deste modo é pertinente avaliar a alteração dos

produtos de hidratação, principalmente a formação do C-S-H (silicato de cálcio hidratado), em misturas contendo GO. Conforme salienta Chougan *et al.* (2023), o GO induz efeitos significativos na hidratação e cimentação da matriz de cimento, o que pode levar a uma melhoria drástica nas propriedades dos compósitos nanomodificados.

A formação dos produtos de hidratação do cimento Portland depende de diferentes interações químicas e da migração de alguns elementos como Mg, Fe e Si formando assim o C-S-H interno e externo a partícula. A relação de Ca/Si que migra para a superfície, gera produtos de hidratação menos densos, de características fibrosas, que em ambientes espaçados as fibras formadas serão mais grossas e em espaços menores as fibras serão mais finas, esta morfologia está intimamente ligada a porosidade capilar das amostras (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Para Hou *et al.* (2022), a relação Ca/Si é menor no C-S-H interno, enquanto os elementos fibrosos encontrado no C-S-H externos são conhecidos por uma maior relação Ca/Si.

A formação do C-S-H externo e a presença dos materiais fibrosos podem ser vistas na Figura 7.

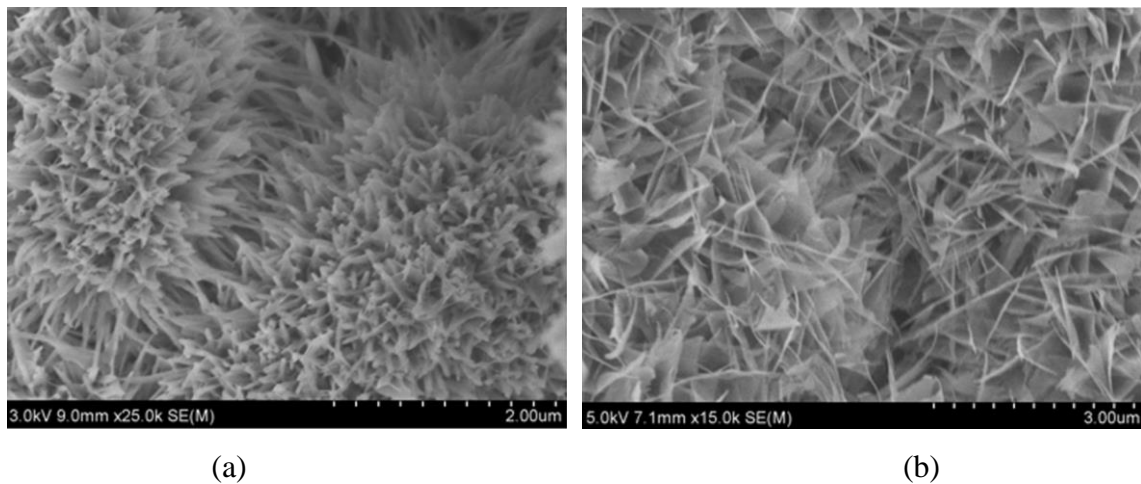


Figura 7. Imagens obtidas por MEV do C-S-H formado a partir dos seus componentes aos 28 dias. (a) C₃S, (b) C₂S. Adaptado de Alex, Ilango e Ghosh (2023).

A hidratação dos compósitos cimentícios reforçados com GO é acelerada devido ao efeito de sementeira de aglomerados de GO, que fornecem locais de nucleação devido ao seu pequeno tamanho de partícula e grande área de superfície (LI *et al.*, 2017).

A sua investigação, da microestrutura, sugere que esses nanomateriais geram aumento no diâmetro e no volume dos poros na fase gel, que normalmente estão entre 40 e 200 nm (PAN *et al.*, 2015; CHOUGAN *et al.*, 2023) o que pode favorecer a migração de Ca a superfície alterando a relação Ca/Si. Ainda Chougan *et al.* (2023), complementam que o resultado pode estar associado à interação entre as fases de hidratação do cimento e o GO, que promovem o

processo de hidratação, alterando as características microestruturais do C-S-H. A variação da formação do C-S-H com 0,01 % de GO (em relação a massa de cimento) aos 28 dias pode ser analisada na Figura 8.

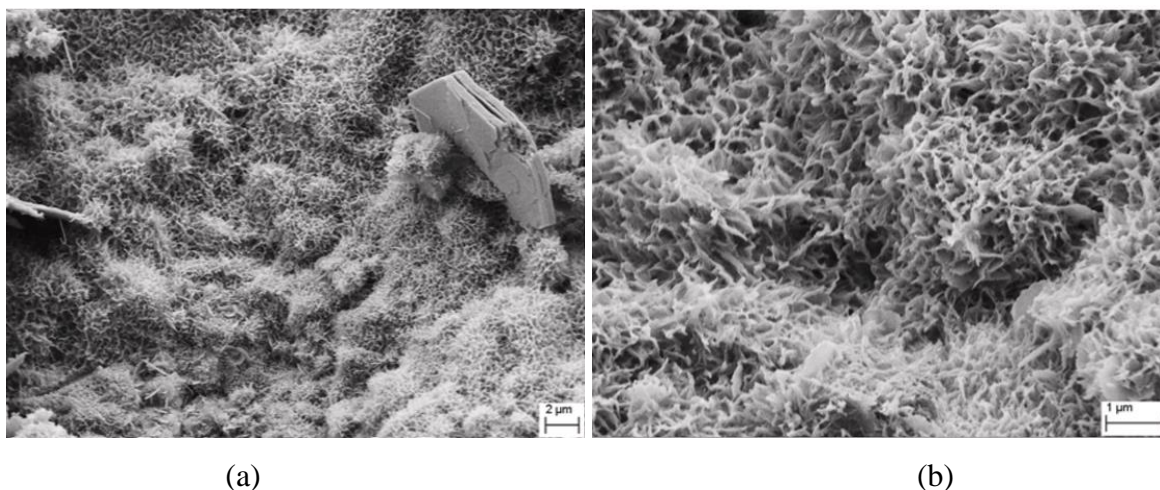


Figura 8. Imagens obtidas por MEV do C-S-H formado aos 28 dias com adição de 0,01 % de GO. (a) 10.000x (b) 35.000x. Adaptado de Chougan *et al.* (2023).

Conforme observado por Hou *et al.* (2022), nos seus resultados que avaliaram as propriedades dinâmicas durante o processo de formação do C-S-H, nas altas relações de Ca/Si se constata uma melhor molhabilidade e, portanto, apresentam uma melhor interação com a água durante o processo. No nível molecular, as gotículas de água têm um ângulo de contato maior na superfície do C-S-H com baixa relação Ca/Si, isso ocorre devido a sua estrutura mais densa o que dificulta a penetração das moléculas de água na cadeia de silicato.

Outro ponto sensível para a formação dos produtos de hidratação é apresentado por Sheikh *et al.* (2023), ao pesquisar diferentes grupos de GO em misturas cimentícias. Os autores identificaram que GO com alta hidroxila, denominado HGO, apresentam melhores interações químicas com as partículas de cimento. Devido à camada de hidrogênio que se regenera, desde que o HGO tenha a capacidade de doar prótons, neutralizando os hidróxidos na camada de C-S-H e permitindo que as moléculas de C-S-H se afastem da folha de GO. Desta forma melhorando as interconexões na matriz de cimento, resultando em misturas com maior trabalhabilidade, e formando estruturas mais resistentes e duráveis, indicando que a hidratação do cimento foi acelerada, o que pode ser visto na Figura 9.

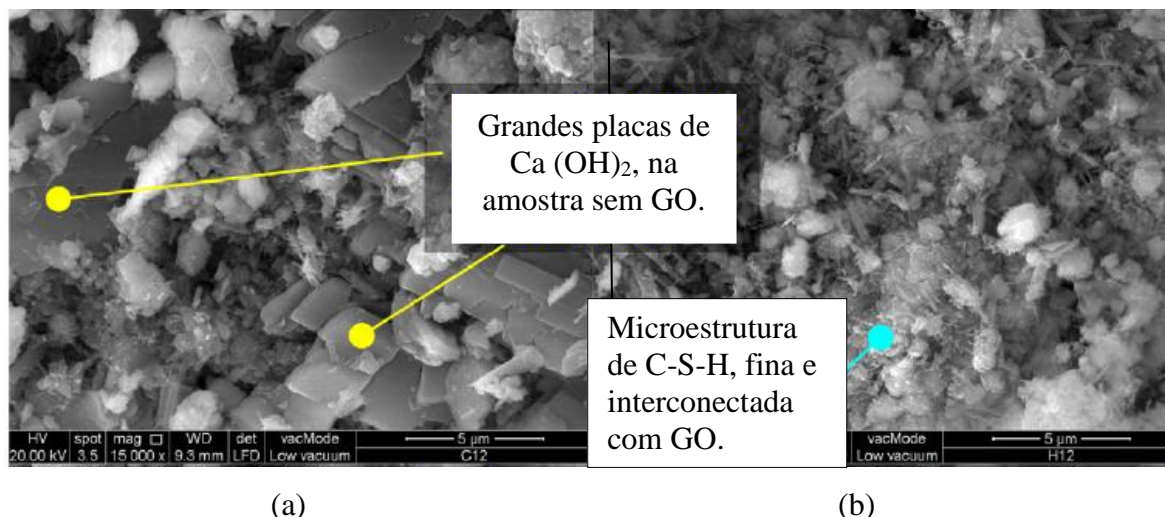


Figura 9. (a) Imagens obtidas por MEV concreto sem GO (b) imagens obtidas por MEV de um concreto com GO, adaptado Sheikh *et al.* (2023).

Wang, Jiang e Wu (2016) mencionam a melhoria no grau de hidratação com a presença de GO, principalmente nas primeiras idades do compósito cimentício, além da formação de uma microestrutura mais compacta e de menor porosidade. Porém, salientam a dificuldade da dispersão do nanomaterial na fase aquosa das misturas cimentícias, devido à forte tendência de aglomeração e de absorver grânulos de cimento e produtos de hidratação na sua superfície.

Li *et al.*, (2017) sugerem que as propriedades no estado fresco dos compósitos cimentícios reforçados com GO, são diretamente relacionadas com a aglomeração das nanofolhas, que ocorre imediatamente quando essas entram em contato com o cimento, na ausência de material dispersante (superplastificantes). Neste momento ocorre a redução da concentração de Ca^{+2} nos poros, promovendo a ligação iônica na superfície do GO e, conseqüentemente, a sua aglomeração.

O mecanismo de agregação GO é complexo porque os íons de Ca^{+2} podem "rastrear" as cargas da superfície ou interagir com as nanofolhas, através da ponte entre as bordas, intercalando entre planos basais e ligações de hidrogênio entre moléculas de água interlamelares e grupos funcionais de oxigênio (CHOUGAN *et al.*, 2023), indicando que a dosagem excessiva de GO na matriz cimentícia possa gerar efeito de aglomeração e não contribuir efetivamente na melhora de suas propriedades, como pode ser visto na Figura 10.

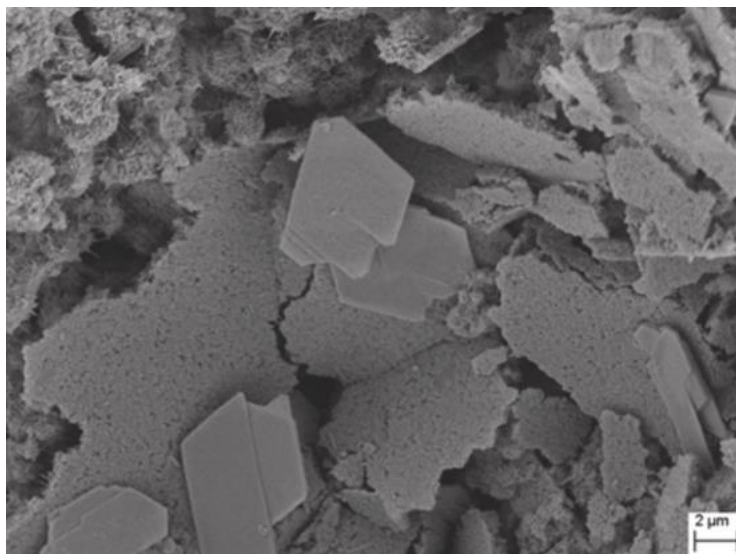


Figura 10. Imagens obtidas por MEV concreto com 0,2 % de GO (massa do cimento) aos 28 dias, com ampliação de 10.000x. Chougan *et al.* (2023).

Grandes aglomerações de GO são apresentadas por Chougan *et al.* (2023) na Figura 10, em uma magnitude de dezenas de micrometros (do tamanho lateral) maior que o material inserido inicialmente na mistura, sugerindo a aglomeração de ponta a ponta entre as nanofolhas de GO.

3.3 UTILIZAÇÃO DE FIBRAS SINTÉTICAS E ÓXIDO DE GRAFENO EM COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS

As fibras sintéticas derivam de uma ampla gama de polímeros, incluindo Polietileno Tereftalato (PET), Polietileno (PE), Polipropileno (PP), Poliamida (PA) nylon, poliéster, entre outros. O uso de polímeros reciclados, especialmente de garrafas de PET, é de grande interesse ambiental, pois encontrar uma aplicação verde para uma classe de resíduos com elevada geração e conhecida por sua baixa biodegradabilidade (MERLI *et al.*, 2020).

Para Suda e Sutradhar (2021), a indústria da construção civil tem um papel fundamental para a criação de um ambiente sustentável, principalmente com a utilização do PET, ou poliéster, na forma de fibra, corroborando com Merli *et al.* (2020), que haviam identificado grande potencial em explorar a utilização de fibras recicladas na construção civil, inspirada nos princípios da economia circular, contribuindo para tornar a indústria de concreto mais sensível às questões ambientais, além de reduzir o custo da produção com soluções amigáveis e ampliando suas futuras aplicações (ZHANG; WANG; HU, 2022).

Porém, conforme Lu, Zhao e Lu (2018), a simples adição de GO em compósitos cimentícios não é economicamente viável e dificilmente poderá ser aplicada em larga escala. Os autores salientam que a utilização do GO como material de revestimentos em fibras sintéticas, possui um grande potencial de desenvolvimento, desde que suas dosagens sejam cuidadosamente projetadas e contribuindo para a viabilidade economicamente do GO.

Para Tran *et al.* (2022) a aplicação de tratamentos superficiais, físicos e/ou químicos, em fibras sintéticas fortalecem as ligações entre a fibra e a matriz e contribuem para redução da porosidade na zona de transição. Os autores ainda salientam que o revestimento com nanomateriais, que são capazes de alterar ou contribuir na hidratação do cimento, é promissora e de grande potencial.

Wu, Qureshi e Wang (2021) indicam que a maneira mais eficaz de utilizar grafeno em produtos à base de cimento é com o revestimento superficial das fibras, o que pode gerar aprimoramento mecânico do compósito cimentício, fortalecendo a ligação entre a matriz de cimento e a fibra a partir do revestimento de GO, possibilitando a integração de sustentabilidade, multifuncionalidade e durabilidade (LU; ZHAO; LU, 2018).

A produção de compósitos cimentícios reforçados com fibras sintéticas e GO, se caracterizam por serem misturas ricas em cimento, variando o agregado entre 0,3 a 1,5 vezes a massa do ligante, a utilização de uma baixa relação água/aglomerante ficando entre 0,2 a 0,45, além da utilização de aditivos superplastificantes para manter uma trabalhabilidade ideal para a moldagem (LU; YAO; LEUNG, 2019; YAO *et al.*, 2019; LU *et al.*, 2020; YAO *et al.*, 2020). A Tabela 2 apresenta a relação entre os componentes dos compósitos cimentícios estudados por diferentes autores.

Tabela 2. Traço utilizando fibras tratadas superficialmente com GO.

Autores	Ligante (kg)	Agregado (kg)	Água (a/agl)	Superplastificante (%)	Fibras (%)
Lu, Yu, Yao e Hou (2020)	1	0,3	0,2	0,025	2
Lu, Yao e Leung (2019)	1	0,3	0,2	0,025	2
Yao, Shamsaei, Wang, Zhang, Sagoe-Crentsil e Duan (2020)	1	1	0,45	0,2	2
Yao, Shamsaei, Chen, Zhang, Souza, Sagoe-Crentsil e Duan (2019)	1	1,5	0,45	0,2	0,5

As misturas são realizadas em misturadores de eixo vertical, o que melhora a qualidade de mistura, sendo primeiramente misturados os materiais secos (aglomerantes e agregados) em baixa rotação, em seguida são adicionados os a água e o superplastificantes e, após a mistura atingir uma certa fluidez, são adicionadas as fibras tratadas, conforme Lu, Yao e Leung (2019) e Lu *et al.* (2020), a mistura dos agregados com os aglomerantes devem ser homogeneizada durante 3 minutos, em baixa rotação, e após a adição dos líquidos o traço deve ser homegenizado durante 1 minuto em baixa rotação, e por 10 minutos em alta rotação, somente após esse processo a fibra foi adicionada de forma gradativa por 5 minutos em velocidade média.

A metodologia variando os tempos de mistura também foi adotada por Yao *et al.* (2019) e Yao *et al.* (2020) que inicialmente misturaram os materiais secos durante 2 minutos, seguida pela adição da água e do aditivo dissolvido e misturado por 3 minutos; em seguida as fibras modificadas foram adicionadas e misturadas por 5 minutos, totalizando 10 minutos de mistura ao final.

A moldagem, adensamento e cura dos compósitos reforçados com fibras sintéticas e GO seguem padrões tradicionais, como a confecção em formas metálicas a desforma em 24 horas e a cura úmida, conforme reforçado por Wu, Qureshi e Wang (2021).

A alteração das características mecânicas (resistência à compressão e à tração) em compósitos cimentícios sem reforço, reforçados com fibras sintéticas e reforçados com fibras sintéticas tratadas com GO podem ser observados na Figura 11.

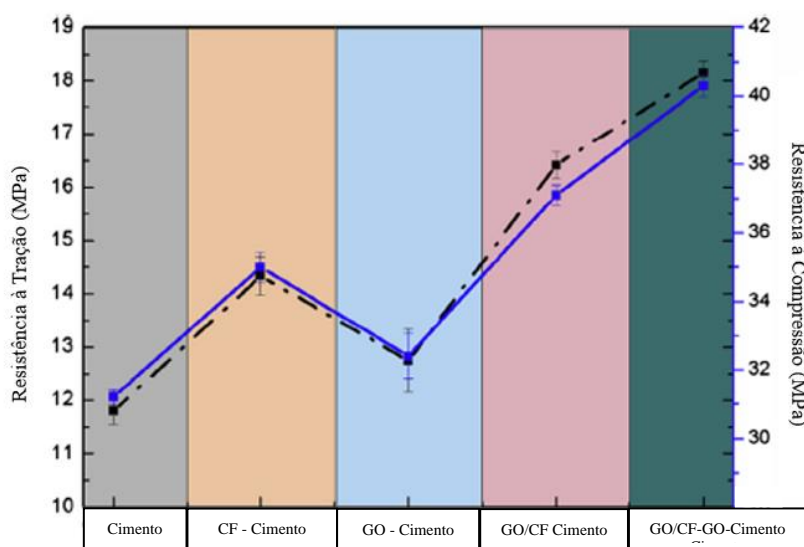


Figura 11. Resistência à compressão e à flexão (Cimento = Compósito cimentício; CF = Compósito com Fibra; GO = Compósito com adição de GO; GO/CF = Compósito com fibra e GO; GO/CF-GO = Compósito com fibra tratada com GO (adaptado de Lu, Zhao e Lu (2018)).

Comparando as propriedades de compósitos cimentícios reforçados com fibras tratadas com GO, constatou-se uma melhora de 46,3 % na resistência à tração, e um aumento de 70,4 % na capacidade de deformação, além disso, percebeu-se que a largura média de abertura de fissura pode ser reduzida de 138 μm para 58 μm , conforme Lu *et al.* (2019).

A melhora nas propriedades mecânicas e químicas de concretos reforçados com fibras tratadas está relacionado a redução de porosidade da zona de transição, graças a utilização de nanomateriais (TRAN *et al.*, 2022).

Os ganhos nas propriedades mecânicas desses compósitos cimentícios estão associados à melhoria na zona de transição graças ao GO. Conforme Li *et al.* (2022), o GO melhorou efetivamente a zona de transição (fibra-pasta), apresentando uma maior resistência de arrancamento entre os materiais, desempenhando um elo entre a matriz, e ainda em sua investigação microscópica identificou-se a alteração dos produtos de hidratação do cimento e o aumento do seu grau de polimerização, apresentando um material rico em cálcio e com baixa concentração de alumínio, graças a carga negativa das nanofolhas de GO que absorvem os cátions presentes no cálcio, e repelem os poros da pasta de cimento. Também foi identificado uma menor quantidade de partículas de cimento não hidratadas (componentes na coloração cinza) próximo as nano-folhas de GO, validando o seu papel na hidratação do cimento (LI *et al.*, 2022), conforme pode ser visto na Figura 12.

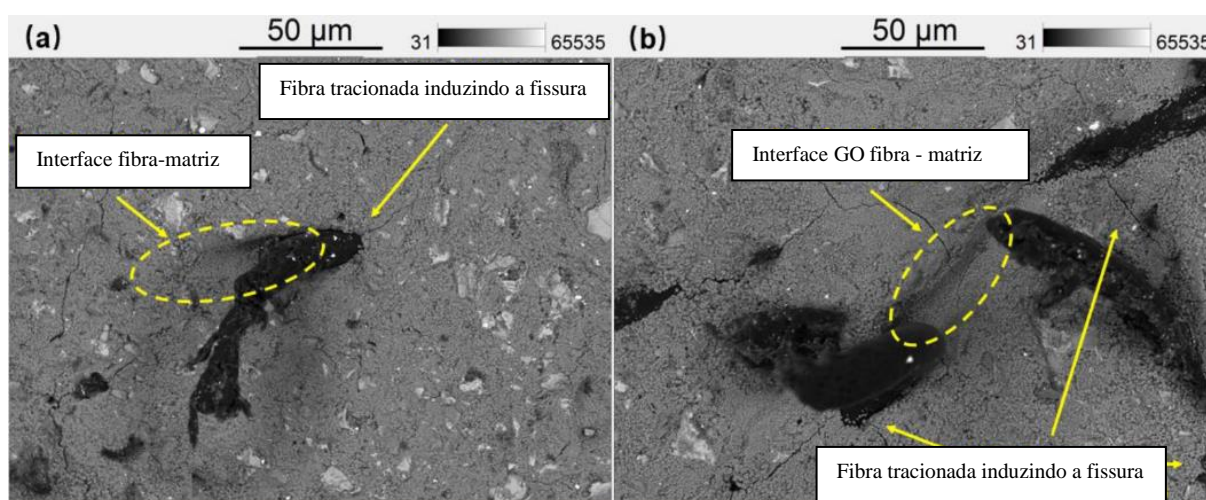


Figura 12. Imagens obtidas por MEV com elétrons retroespalhados (BSE) de compósitos reforçados com fibra reciclada, (a) fibras sem tratamento (b) fibra com tratamento de GO. Adaptado de Li *et al.* (2022).

A alteração dos produtos de hidratação do cimento com a presença de GO associado com a abundância de hidróxidos junto na superfície das fibras sintéticas, já mencionadas por Li

et al. (2022), geram estruturas mais densas e podem ser uma alternativa a fibras recicladas como visto na Figura 12.

Lu, Yao e Leung (2019), também mencionam outras melhorias na utilização de fibras sintéticas com camada de revestimento com GO, como o aumento significativo da molhabilidade da superfície da fibra, alterando as características no estado fresco dos compósitos cimentícios. Além disso, o revestimento de fibras sintéticas é promissor devido aos diferentes comportamentos de expansão térmica entre a fibra e o GO, o aumento da rugosidade superficial (o que aumenta a ancoragem) e a reatividades química, melhorando a interação física e química entre a fibra e a matriz.

Na Figura 13 são apresentadas micrografias de fibras sem e com tratamento. Na Figura 13 (a) é apresentada a superfície da fibra de PE sem tratamento, nas Figuras 13 (b), (c) e (d) são apresentadas imagens das fibras com o tratamento e a formação de uma camada de revestimento de GO nas suas superfícies.

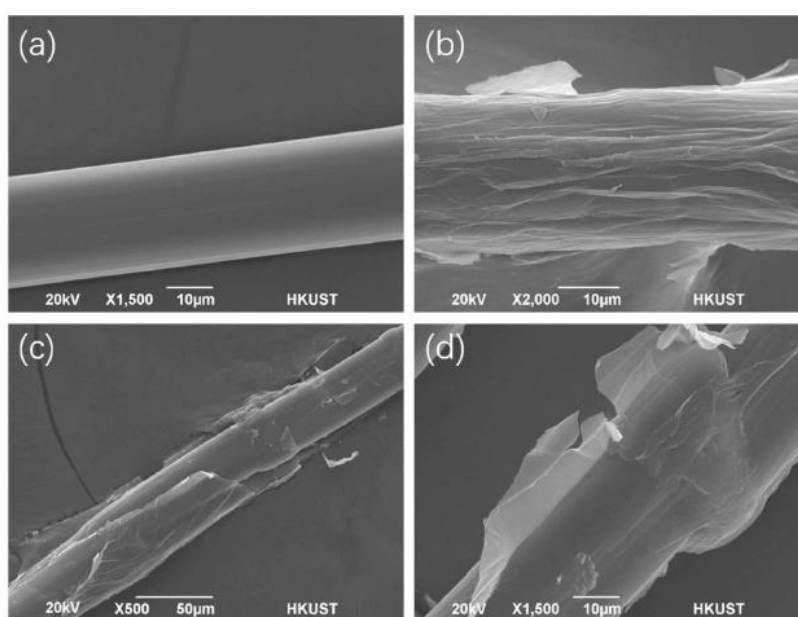


Figura 13. (a) Superfície da fibra sem tratamento (b, c, d) Superfície da fibra com GO (LU; YAO; LEUNG, 2019).

Desta forma, são produzidos concretos reforçados com fibras mais eficientes, com a densificação da zona de transição, reduzindo o efeito parede, e contribuindo com a durabilidade desses materiais, e tornando-se um tema promissor de pesquisa. Desta forma fez-se necessário a exploração de pesquisas quanto às metodologias empregadas que serão norteadoras deste trabalho. A produção de compósitos cimentícios reforçados com fibras contendo óxido de grafeno só é possível com o tratamento superficial da fibra e de modo que o conjunto fibra e

GO devem apresentar interação superficial. Portanto, a seguir serão apresentados os principais métodos de tratamento superficial com óxido de grafeno encontrados na literatura até o presente momento, e destacando as etapas de maior relevância para garantir a sua qualidade, que serviram de base para desenvolvimento desta pesquisa.

3.3.1 Métodos de tratamento superficial de fibras sintéticas com óxido de grafeno

Os métodos que serão apresentados indicam pontos importantes para que ocorra sucesso no processo de tratamento superficial com GO em fibras sintéticas, podendo se destacar entre os métodos a importância de uma solução homogênea para a melhor distribuição do GO na superfície da fibra, e a importância do acréscimo de temperatura, seja este durante ou após a mistura.

Na Tabela 3 são apresentados os métodos que envolvem o tratamento destacando etapas do processo, o tipo de fibra sintética utilizada, a concentração de GO e a forma de avaliação dos produtos gerados com o processo.

Tabela 3. Métodos de tratamento superficial com GO.

Autores	Métodos para tratamento superficial de fibras poliméricas com GO	Fibra	GO	Avaliação
Ultrassonificação				
Lu, Zhao e Lu (2018); Lu, Yao e Leung (2019); Lu, Yu, Yao e Hou (2020)	1° Ultrassonificação: (H ₂ O + SP + GO); 2° Adicionar a fibra e acréscimo da temperatura (80 °C); 3° Lavagem e secagem à vácuo.	Polietileno (PE)	4 mg/ml; 2 mg/ml.	MEV; FTIR.
Imersão com óleo				
Zhang e Jiang (2018); Zhang e Jiang (2019)	1° Mistura mecânica: H ₂ O + óleo de silicone + acetona + éter + GO; 2° Imersão das fibras na solução por 1 minuto; 3° Transferir a fibra para uma estufa 85 °C por 10 min.	Poliéster (PET)	20 % massa	MEV; FTIR.
Imersão: 3 etapas				
Yao et al. (2019)	1° Preparo e misturas da solução 1 e solução 2; 2° Imersão das fibras por 24 horas temperatura ambiente, secagem à vácuo; 3° Imersão das fibras por 4 horas a 60 °C em solução de polietilenimina; 4° Imersão das fibras por 1 hora a temperatura ambiente em solução de GO.	Álcool polivinílico (PVA)	0,8 mg/ml	MEV; FTIR.
Imersão: 2 etapas				
Yao et al. (2020)	1° Imersão das fibras por 24 horas em solução de poliamida, lavagem com água; 2° Imersão das fibras por 1 hora em solução de GO, enxaguadas e secas à vácuo; 3° Imersão das fibras em solução de ácido a 90 °C para redução de GO.	Álcool polivinílico (PVA)	0,8 mg/ml	MEV; FTIR.

Dentre os métodos apresentados, a ultrassonificação envolve o aquecimento da mistura (solução e fibra) em alta rotação, e associada a temperatura de 80 °C, já os demais métodos apresentados executam misturas mecânicas mais simples e com o tratamento térmico em repouso, variando a temperatura de 60 °C a 90 °C.

O método preferido dos autores para avaliação da deposição de GO na topografia da fibra, é por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), porém na pesquisa de Li *et al.* (2022), foram empregados análise por elétrons retroespalhados (BSE) e espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS) para investigar a micromorfologia dos elementos de hidratação do cimento, a distribuição de elementos e o mecanismo de reforço de GO sobre a fibra reciclada.

Como o objetivo de explorar melhor os quatro métodos de tratamento superficial com óxido de grafeno em fibras, eles serão apresentados individualmente a seguir, seguindo as indicações da Tabela 3.

Lu *et al.* (2020) desenvolveram um método inspirado na forte interação química entre o GO e o C-S-H, propondo a alteração da zona de transição (fibra-matriz) por meio do revestimento da fibra, com GO, e potencializando o acoplamento entre materiais inorgânicos e orgânicos.

Desenvolvido e utilizado por Lu, Zhao e Lu (2018), Lu, Yao e Leung (2019), Lu *et al.* (2020), o método consiste na mistura de óxido de grafeno e aditivo superplastificante em meio aquosa, inicialmente agitados mecanicamente (150 rpm), seguido pela adição das fibras sintéticas e levadas ao ultrasonificador por 6 horas, garantindo a estabilidade da solução, com elevação da temperatura até 80 °C.

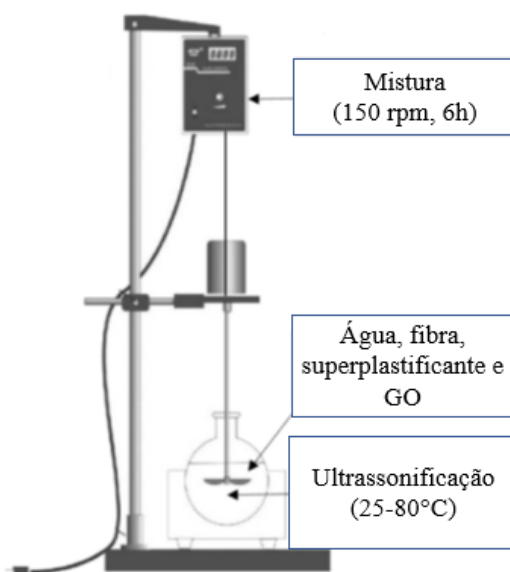


Figura 14. Diagrama esquemático de fabricação PE/GO (adaptado de Lu, Yao e Leung (2019)).

Após o beneficiamento apresentado na Figura 14, segundo Lu, Zhao e Lu (2018), Lu, Yao e Leung (2019), Lu *et al.* (2020), as fibras já tratadas devem ser secas em estufa à vácuo com temperatura de 80 °C por 2 dias.

Neste método se destaca a importância da ultrassonificação que garante a dispersão das folhas do óxido de grafeno em solução aquosa, auxiliadas pelo superplastificante, seguido pelo aquecimento da solução que gera alteração na topografia da fibra contribuindo para a aderência como o GO.

Já o método proposto Zhang e Jiang (2018) e Zhang e Jiang (2019), prevê tratamento para tecidos reciclados de poliéster, entendendo que muitos podem apresentar agentes contaminantes, e sabendo que o GO pode melhorar o pode ser antibactericida das fibras, além de apresentarem estabilidade química e elevada durabilidade.

Ele se distingue por ser desenvolvido para utilização em fibras contínuas e com um período de imersão em solução aquosa com óleo de silicone, acetona e GO, o que pode ser realizado em temperatura ambiente, porém deve ser seco a temperatura de 85 °C. Este processo está apresentado na Figura 15.

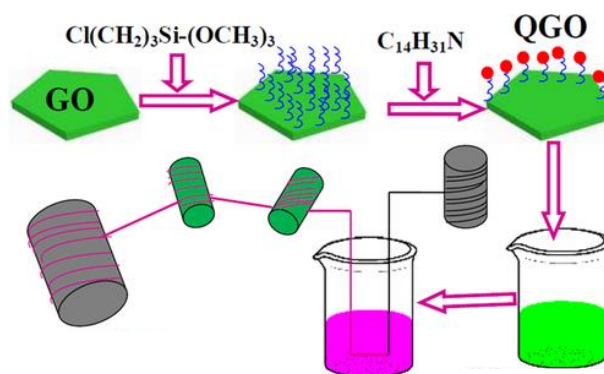


Figura 15. Diagrama de modificação da fibra (Zhang e Jiang, (2019)).

O que pode ser destacado neste método é a necessidade do pré-tratamento da fibra com óleo de silicone para melhorar a interação entre o poliéster e a solução de GO que, conforme orientações de Zhang e Jiang (2018), a fibra deve ser mantida em imersão na solução por no mínimo um minuto.

A fase de pré-tratamento da fibra também pode ser observada nos métodos de imersão por três etapas e imersão por duas etapas propostos por Yao *et al.* (2019) e Yao *et al.* (2020).

A metodologia inicial proposta pelos pesquisadores Yao *et al.* (2019), envolvem três macro etapas no processo de tratamento superficial da fibra, sendo a primeira e a segunda etapas relacionadas ao preparo da superfície da fibra, envolvendo inclusive alteração de temperatura até 60 °C por 4 horas, porém sem agitação, e a terceira etapa envolve a mistura com o GO em temperatura ambiente por um período de 1 hora.

Já o método de tratamento em duas etapas, trata-se do aprimoramento do método de três etapas proposto pelos autores, apresentando um processo simplificado de modificação de revestimento por imersão, envolvendo uma etapa de pré-tratamento superficial e, posteriormente, a etapa de mistura com GO, por 1 hora em temperatura ambiente (YAO *et al.*, 2020), conforme apresentado na Figura 16.

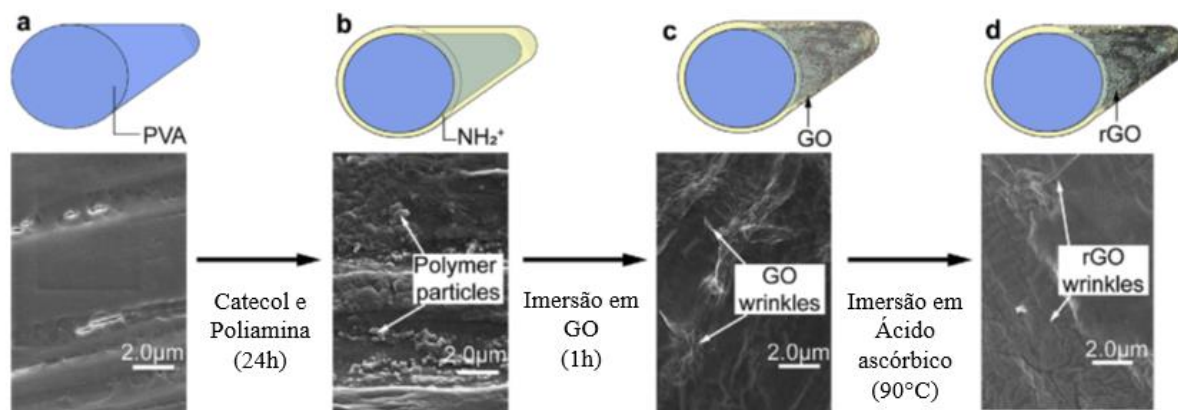


Figura 16. Diagrama de produção da fibra (adaptado de Yao *et al.*, 2020).

Na Figura 16 (a) pode ser vista a topografia da fibra sem tratamento, seguida pela superfície da fibra após o pré-tratamento, com identificação das partículas de polímeros (b); na imagem (c) após a imersão na solução de GO, são identificadas rugas na superfície da fibra atribuídas ao GO, e na última etapa (d), após a imersão da fibra com GO em ácido ascórbico, também são observadas as rugas na superfície da fibra identificando a presença de GO.

Para a investigação da qualidade do tratamento superficial os diferentes autores buscaram técnicas semelhantes como, a espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), que avalia a estrutura química da superfície das fibras modificadas, e a técnica de imagem por microscopia eletrônica de varredura, que conforme Yao *et al.* (2019) e Yao *et al.* (2020), podem ser utilizadas para quantificar o material depositado na superfície e a sua espessura.

Segundo Yao *et al.* (2019) a quantidade de revestimento de GO na superfície da fibra pode ser estimada calculando a diferença de absorção de luz (ABS), da solução de GO, antes e depois do processo de revestimento, uma vez que a fibra não tratada tem uma superfície relativamente lisa e limpa com algumas ranhuras na direção axial, enquanto na fibra tratada pode ser visto um filme enrugado, relativamente liso, de GO formado na superfície da fibra.

Usando microscópio de força atômica, Yao *et al.* (2019) e Yao *et al.* (2020), puderam medir a diferença de altura entre as áreas revestida e não revestidas da fibra, determinando a espessura do revestimento, conforme é apresentado na Figura 17.

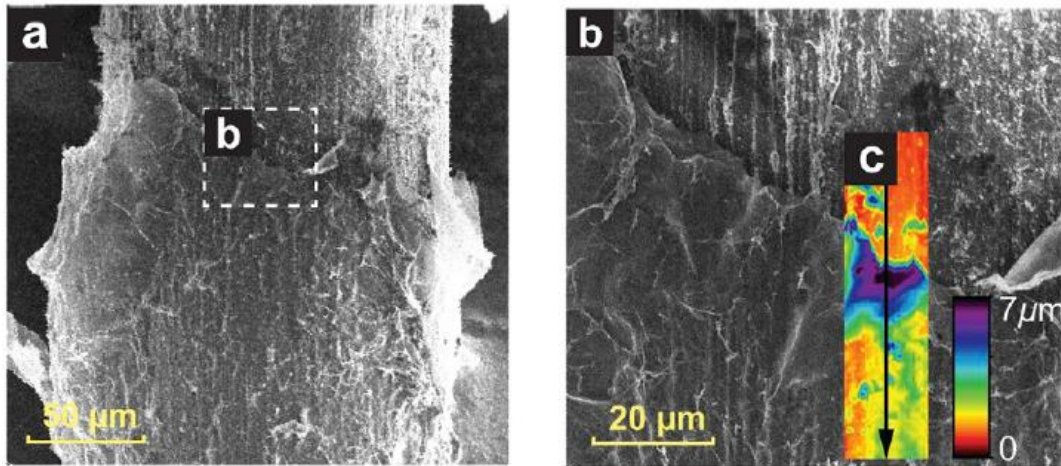


Figura 17. Microscopia da fibra (adaptado de Yao et al., 2019).

A Figura 16 indica que as folhas de GO junto à fibra foram empenadas e levemente enrugadas junto a borda do filme de revestimento. Esses fenômenos podem ser associados a dois fatores, como o empenamento que pode estar relacionada a alguma perturbação externa ao processo, e o enrugamento pode estar sendo causado por tensões internas a camada de GO (YAO *et al.*, 2019).

Complementando com a mesma técnica, Yao *et al.* (2020), pode confirmar a existência de múltiplas camadas de GO além da espessura do revestimento de GO, que são apresentados na Figura 18.

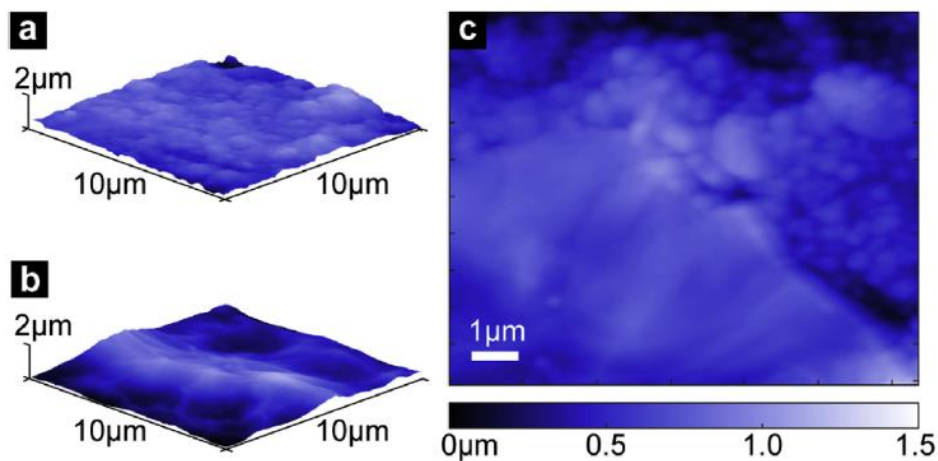


Figura 18. Microscopia de força atômica da fibra (adaptado de Yao *et al.*, 2020).

A topografia da fibra com elevada resolução é apresentada junto a Figura 18. Primeiramente, na Figura 18 (a), pode se observar a fibra antes do tratamento de GO, apresentando uma superfície áspera, e uma morfologia de superfície lisa, a superfície enrugada pode ser observada na Figura 18 (b) após o tratamento com GO. A espessura do filme de

revestimento de GO pode ser medida comparando a diferença de altura entre a região revestida de GO e a região revestida, conforme mostrado na Figura 18 (c); deste modo, o revestimento foi estimado em cerca de $0,3 \pm 0,14 \mu\text{m}$ o revestimento. Como a espessura de uma única folha de GO, caracterizada anteriormente, era inferior a 10 nm, esse resultado indicou que várias nano-folhas de GO foram montadas e empilhadas na superfície da fibra (YAO *et al.*, 2020).

Conhecendo os métodos de tratamento já propostos e os efeitos conhecidos na literatura da utilização do óxido de grafeno como tratamento por deposição superficial em fibras sintéticas, esta pesquisa se direcionou para o desenvolvimento do programa experimental, a fim de encontrar informações para responder os objetivos traçados. As etapas de investigação são abordadas no Capítulo 4.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

A fim de atender os objetivos propostos no trabalho, a pesquisa foi desenvolvida em duas etapas, de modo que as repostas obtidas na etapa inicial puderam subsidiar as tomadas de decisões nas fases seguintes.

Na Etapa 1 se avaliou o método de tratamento superficial na microfibra de poliéster e o seu efeito quando utilizado em concretos reforçados com microfibra. A Etapa 2 foi constituída com a avaliação do tratamento superficial em macrofibras de polipropileno e sua aplicação em concretos reforçados com a macrofibra.

Para desenvolvimento deste capítulo foram traçados fatores fixos, fatores de controle e variáveis de resposta para ambas as etapas. Posteriormente são apresentados os materiais utilizados e os métodos de ensaio, conforme explanado a seguir.

4.1 PROGRAMA EXPERIMENTAL

O planejamento dos experimentos relacionados a esta investigação seguiu as etapas de preparo das fibras e aplicação em compósitos cimentícios em duas etapas. A Etapa 1 corresponde ao tratamento superficial da microfibra e posterior aplicação e análise em concretos, validados os resultados desta primeira etapa foi desenvolvida a Etapa 2, que compreende o tratamento superficial de uma macrofibra polimérica com finalidade estrutural e sua avaliação em concretos.

As atividades desenvolvidas na Etapa 1 são apresentadas nas Figura 19, que corresponde ao tratamento das microfibras, e a Figura 20 correspondente a aplicação da microfibra em compósitos cimentícios reforçados.

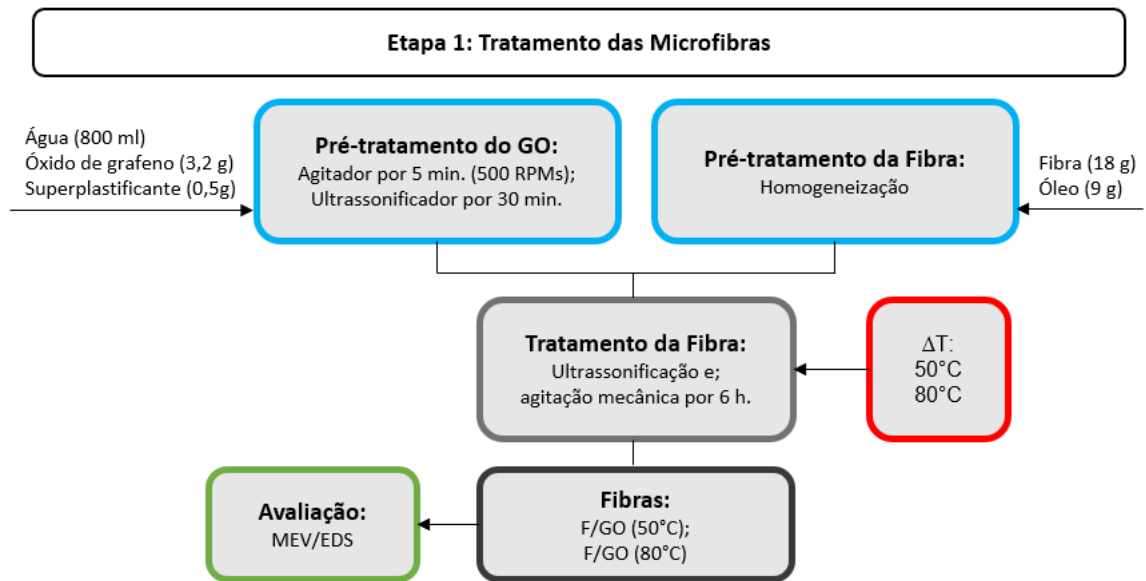


Figura 19. Fluxograma da Etapa 1: tratamento das microfibras.

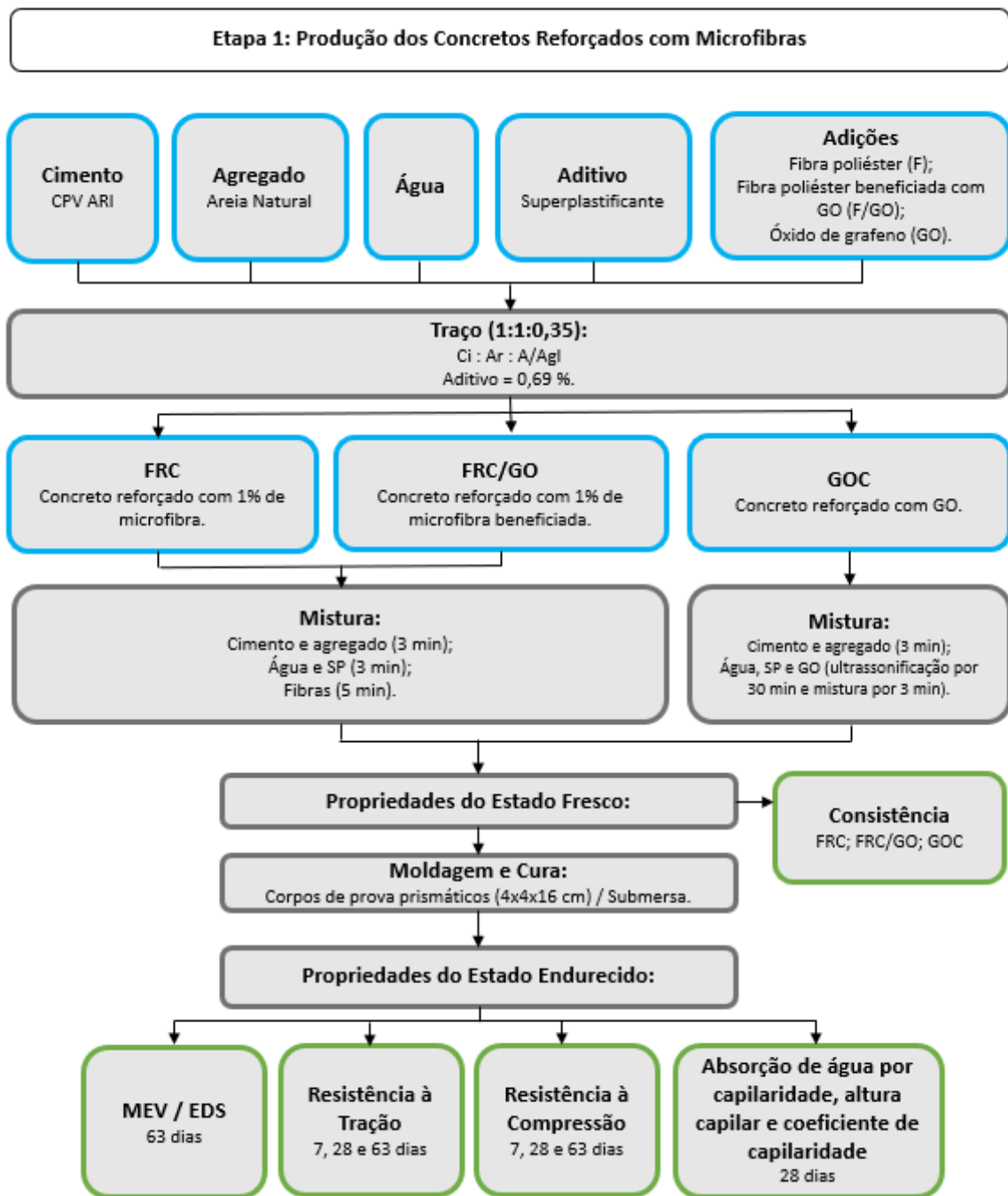


Figura 20. Fluxograma da Etapa 1: concretos reforçados com microfibras.

Validados os resultados da primeira etapa foram definidos os parâmetros para desenvolvimento da Etapa 2, que corresponde a utilização em compósitos cimentícios reforçados com macrofibras poliméricas.

Na Figura 21 é apresentado o fluxograma que corresponde as etapas de produção das macrofibras sintéticas da Etapa 2 e, posteriormente, na Figura 22 é apresentado o fluxograma da aplicação da macrofibra que obteve os melhores resultados para a etapa de produção de compósitos reforçados.

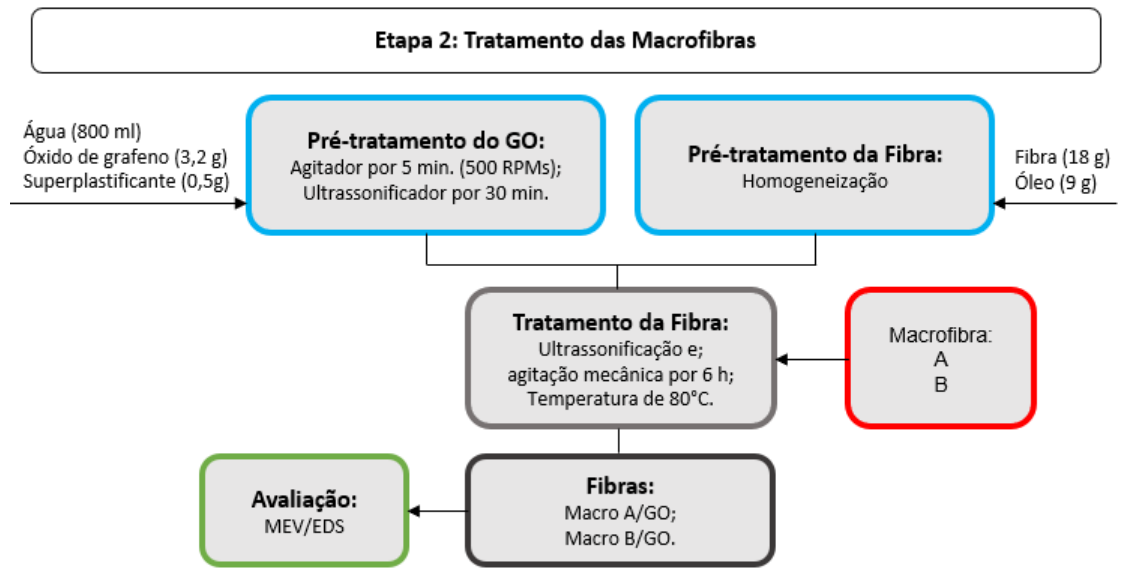


Figura 21. Fluxograma da Etapa 2: tratamento das macrofibras sintéticas.

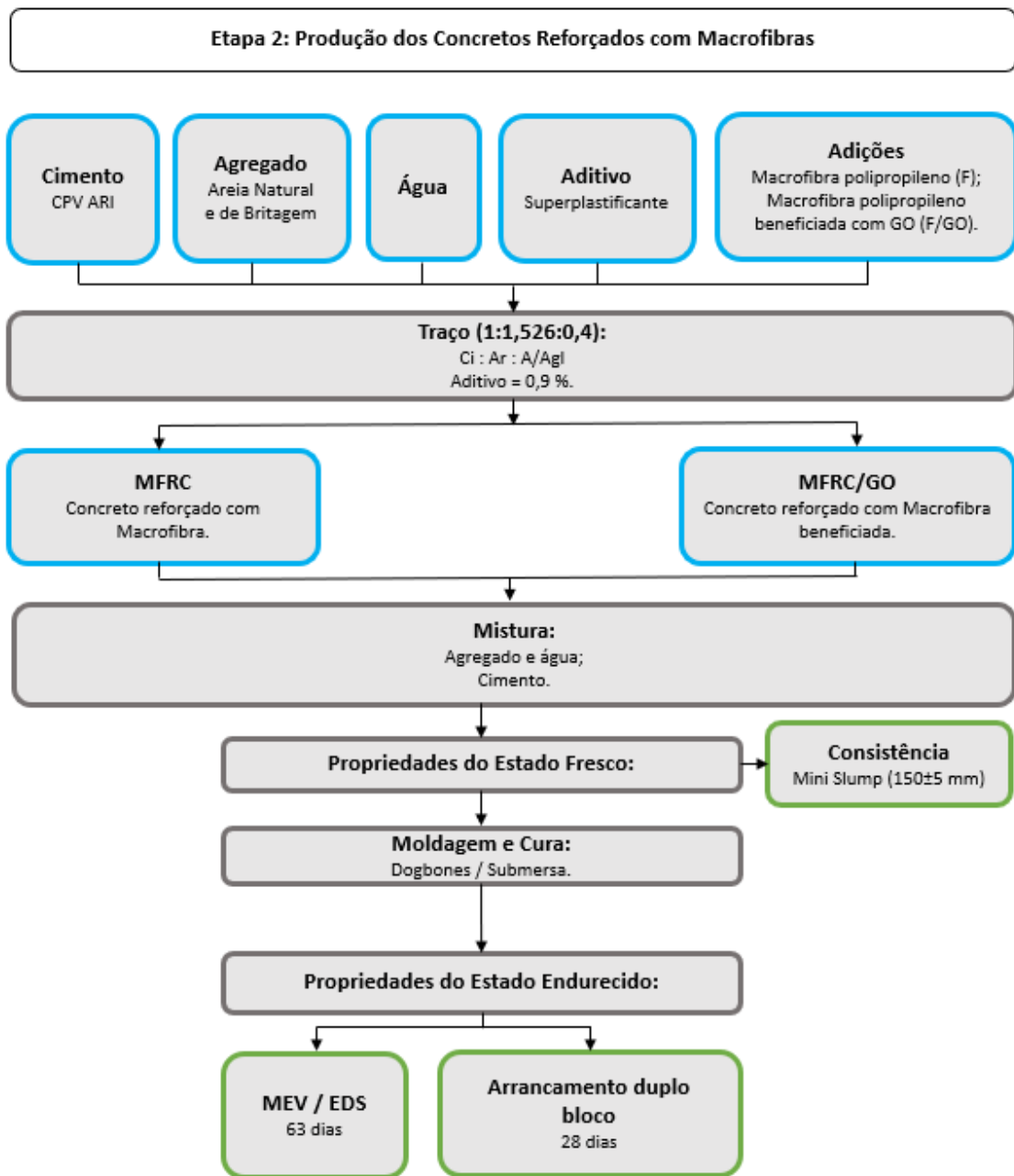


Figura 22. Fluxograma da Etapa 2: compósitos cimentícios reforçados com macrofibras.

Após a apresentação dos fluxogramas adotados para as duas etapas deste trabalho serão detalhadas as ações, a fim de identificar os fatores de resposta para cada uma das etapas.

4.1.1 Etapa 1: Tratamento das fibras microfibras

O tratamento superficial nas microfibras seguiu, com adaptações, os autores Zhao e Lu (2018); Lu, Yao e Leung (2019); Lu *et al.* (2020), Zhang e Jiang (2018); Zhang e Jiang (2019), estabelecendo os seguintes fatores fixos para a Etapa 1:

- Microfibra de poliéster;

- Tipo de óxido de grafeno;
- Tipo de aditivo, superplastificante;
- Uso de agente de acoplamento;
- Proporções dos materiais;
- Forma de agitação e mistura;
- Tempo de mistura.

Após a definição dos fatores fixos e com o intuito de melhorar o processo de tratamento superficial utilizando a fibra de poliéster foram traçados os fatores de controle, indicados a seguir:

- Temperatura de 50 °C;
- Temperatura de 80 °C.

Com os fatores estabelecidos, foram obtidas respostas quanto, a qualidade da deposição de óxido de grafeno na superfície da fibra por meio de micrografias de MEV/EDS, método também utilizado por Lu, Zhao e Lu (2018); Lu, Yao e Leung (2019); Lu *et al.* (2020); Zhang e Jiang (2018); Zhang e Jiang (2019); Yao *et al.* (2019); Yao *et al.* (2020). A partir dos resultados obtido em diferentes temperaturas de beneficiamento foram selecionadas as fibras microfibras de poliéster utilizadas para a produção dos compósitos cimentícios.

4.1.2 Etapa 1: Propriedades dos compósitos cimentícios reforçados com microfibras

Os compósitos cimentícios foram desenvolvidos conforme recomendações da literatura (JIANG *et al.*, 2018); (LU; YAO; LEUNG, 2019); (YAO *et al.*, 2019), (LU *et al.*, 2020); (YAO *et al.*, 2020), gerando os seguintes fatores fixos na sua produção:

- Tipo de cimento, CPV-ARI;
- Tipo de agregado, areia natural;
- Quantidade de água, relação a/c;
- Quantidade de aditivo superplastificante, sobre a massa do cimento;

Os fatores de controle para a produção dos compósitos cimentícios foram estabelecidos com o intuito de avaliar o efeito da adição das fibras nas misturas, e são apresentados a seguir:

- Adição de fibras (1 % do volume da mistura);
- Adição de óxido de grafeno (em massa).

As variáveis de respostas encontradas com os fatores fixos e de controle para os compósitos cimentícios os reforços, foram:

- Microestrutura, aos 63 dias;
- Índice de consistência;
- Resistência à tração na flexão, aos 7, 28 e 63 dias;
- Resistência à compressão, aos 7, 28 e 63 dias;
- Absorção de água por capilaridade, altura capilar e coeficiente de capilaridade aos 28 dias;

As variáveis de resposta da Etapa 1 serão apresentadas neste trabalho ao longo do Capítulo 5 e serviram para balizar o desenvolvimento da Etapa 2, que avaliou o tratamento superficial em macrofibras poliméricas estruturais e as propriedades de compósitos cimentícios reforçados com macrofibras.

4.1.3 Etapa 2: Tratamento das macrofibras

Para tratamento superficial das macrofibras foram adotados os parâmetros da Etapa 1 desta pesquisa, avançando para sua utilização em fibras poliméricas estruturais, estabelecendo os seguintes fatores fixos para a Etapa 2:

- Macrofibra de polipropileno;
- Tipo de óxido de grafeno;
- Tipo de aditivo, superplastificante;
- Uso de agente de acoplamento;
- Proporções dos materiais;
- Forma de agitação e mistura;
- Tempo de mistura;
- Temperatura de 80 °C.

Com os fatores fixos definidos foram selecionadas duas macrofibras estruturais de polipropileno disponíveis no mercado brasileiro para análise afim de identificar o melhor produto para a sequência da segunda etapa desta pesquisa. Traçando os fatores de controle como:

- Macrofibra A;
- Macrofibra B.

Após os fatores estabelecidos se obteve as respostas quanto, a qualidade da deposição de óxido de grafeno na superfície da fibra por meio de micrografias de MEV/EDS, conforme

previsto na bibliografia. Com os dados analisados a macrofibra que obteve os melhores resultados foi selecionada para a realização dos ensaios em compósitos cimentícios.

4.1.4 Etapa 2: Propriedades dos compósitos cimentícios reforçados com macrofibras

Os compósitos cimentícios foram desenvolvidos conforme recomendações da literatura, gerando os seguintes fatores fixos na sua produção:

- Tipo de cimento, CPV-ARI;
- Tipo de agregado, areia natural e de britagem;
- Quantidade de água, relação a/c;
- Quantidade de aditivo superplastificante, sobre a massa do cimento;

Os fatores de controle para a produção dos compósitos cimentícios foram estabelecidos com o intuito de avaliar o efeito da adição das fibras nas misturas, e são apresentados a seguir:

- Uma macrofibra por corpo de prova;

As variáveis de respostas encontradas com os fatores fixos e de controle para os compósitos cimentícios os reforços, foram:

- Microestrutura;
- Ensaio de arrancamento duplo bloco;

Todas as variáveis de resposta da pesquisa compreendendo a Etapa 1 e a Etapa 2 serão apresentadas no Capítulo 5 do trabalho.

4.2 MATERIAIS

A seguir serão apresentados os materiais utilizados nas Etapas 1 e 2 da pesquisa para avaliação das microfibras e macrofibras sintéticas, com tratamento superficial com óxido de grafeno. Também são apresentados os materiais utilizados na produção dos concretos reforçados com as microfibras e macrofibras, sem tratamento superficial e com o tratamento superficial.

Serão apresentados os materiais utilizados nas duas etapas da pesquisa e sua caracterização entendendo-os com fatores fixos deste trabalho.

4.2.1 Microfibra e macrofibras

As fibras selecionadas para essa pesquisa são produtos disponíveis no mercado brasileiro e que estão presentes nos canteiros de obra do país. A seguir serão apresentadas as informações obtidas com os fabricantes para cada fibra junto a Tabela 4.

Tabela 4. Características fornecidas pelos fabricantes sobre a microfibra e as macrofibras utilizadas.

Características:	Etapa 1	Etapa 2	
	Microfibra	Macrofibra A	Macrofibra B
Polímero	Poliéster	Polipropileno	Polipropileno
Ponto de fusão (°C)	235	-	-
Absorção de água (%)	≤0,4	-	-
Resistência à tração (MPa)	300 a 500	379,1**	640
Modulo de elasticidade (GPa)	-	5,2**	12
Comprimento (mm)	20	48	48
Densidade (g/cm ³)	1,41*	0,91	0,95
Fabricante	Cordoaria Brasil	JLima	BarChip
Aplicação	Reforço em concreto ou argamassa	Reforço em concreto	Reforço em concreto

*dado calculado, **média fornecida.

As microfibras sintéticas de poliéster utilizadas na pesquisa são comercializadas com a marca Fibrafix da empresa Cordoaria Brasil, indicadas pelo fabricante como: reforço em concreto ou argamassa, aplicação em contrapisos, paredes, rebocos e na construção em geral. Sua densidade foi obtida em triplicata por meio de uma adaptação da D-792 (ASTM, 2020) e NM NBR 23 (ABNT, 2000).

A macrofibra A é comercializada em plataformas digitais por diferentes empresas e fabricada pela empresa JLima, indicada para utilização como reforço em piso industriais de concreto. Já a macrofibra B é comercializada pela empresa BarChip com nome comercial de BarChip 48 e indicada para utilização em concretos reforçados com fibra.

A caracterização das fibras ocorreu por microscopia eletrônica de varredura de emissão de campo (MEV-FEG), por meio do microscópio da marca Tescan - modelo FEG Mira 3 (República Tcheca). A Figura 24 apresenta imagens da morfologia das fibras por meio do MEV-FEG.

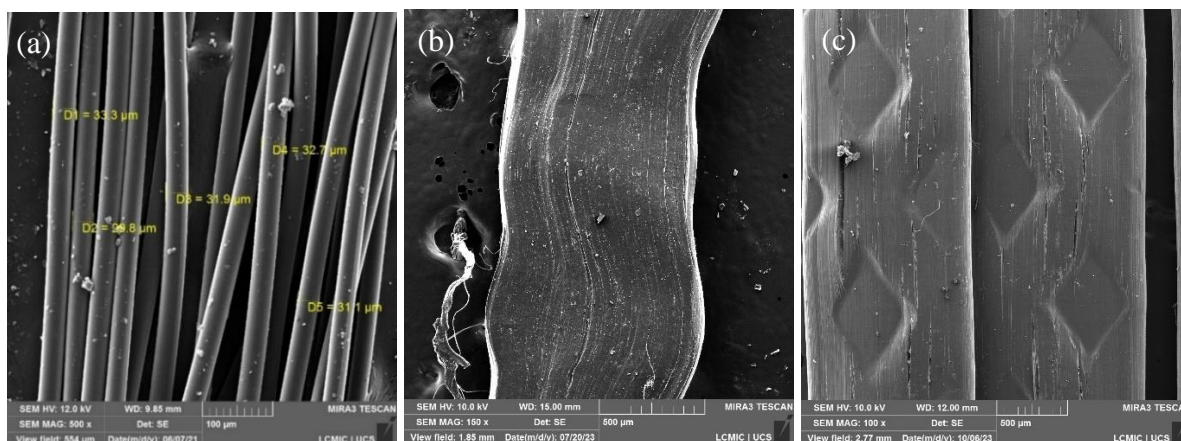


Figura 23. MEV/FEG das fibras utilizadas. (a) aumento de 500 x na microfibra (b) aumento de 100 x na macrofibra A e (c) aumento de 150 x na macrofibra B.

As espectroscopias por dispersão de elétrons (EDS) indicaram em seu espectro a presença de 63 % de C e 32 % de O, fornecendo uma razão (C/O) de 1,96 para a microfibra, a presença de 95 % de C e a inexistência de O junto a macrofibra A, e a presença de 99 % de C na macrofibra B.

4.2.2 Óxido de grafeno

O óxido de grafeno foi previamente sintetizado conforme descrito em trabalho anterior (FANTINEL, 2021), utilizando-se uma modificação do método de Hummers a partir de grafite em pó Micrograph 99835HP, adquirido da empresa Nacional de Grafite.

Foram realizadas análises de MEV-FEG utilizando um microscópio da marca Tescan - modelo FEG Mira 3 (República Tcheca) para o óxido de grafeno sintetizado, análise de FTIR foi realizada no modo de reflexão total atenuada (ATR), em um espectrofotômetro Nicolet IS10 Thermo Scientific (EUA), por meio da média de 32 varreduras, no intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} , e espectroscopia Raman, realizada na amostra de óxido de grafeno por meio de um espectrômetro Renishaw inVia Raman, utilizando 5 % de um laser de 532 nm e lente com aumento de 50x.

Na Figura 24 são apresentadas micrografias com diferentes aumentos para o GO.

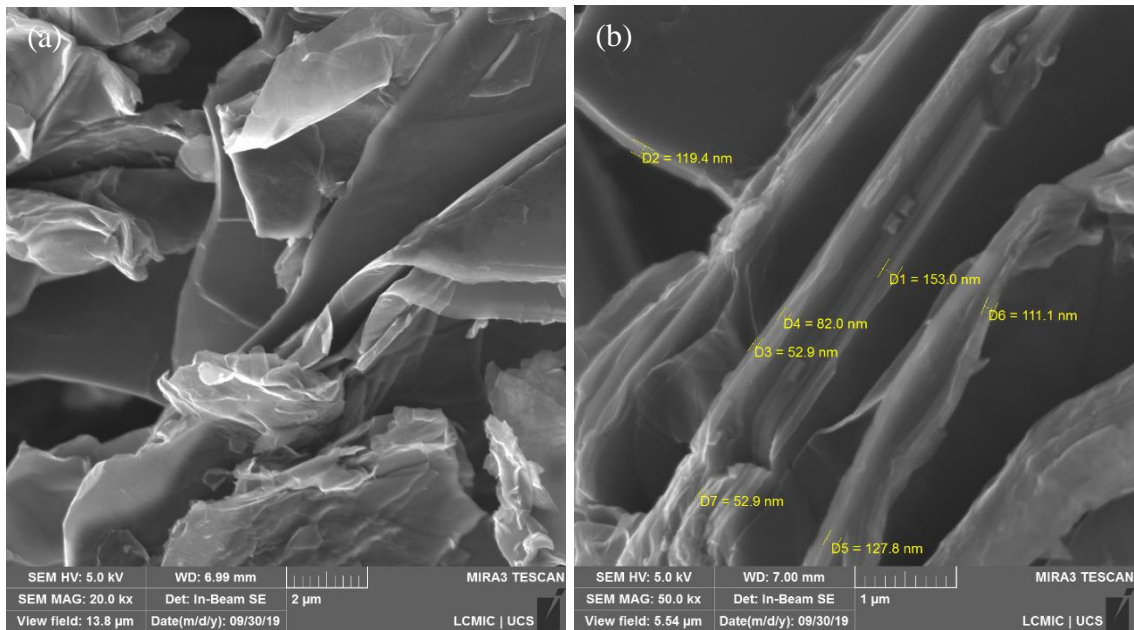


Figura 24. Imagens obtidas por MEV/FEG do óxido de grafeno (GO), (a) aumento de 20.000x (b) aumento de 50.000x.

Observa-se na Figura 24 (a) que o óxido de grafeno possui uma estrutura em camadas, e na Figura 24 (b) verifica-se que o material possui dimensões na escala nanométrica. O espectro de EDS do óxido apresenta uma estrutura composta por 74 % de C e 28 % de O, gerando uma razão de C/O igual a 3,7.

A partir do espectro de infravermelho mostrado na Figura 25, e das atribuições apresentadas na Tabela 5, é possível comprovar a presença de estruturas oxigenadas no óxido de grafeno, tais como hidroxilas, carbonilas e éteres.

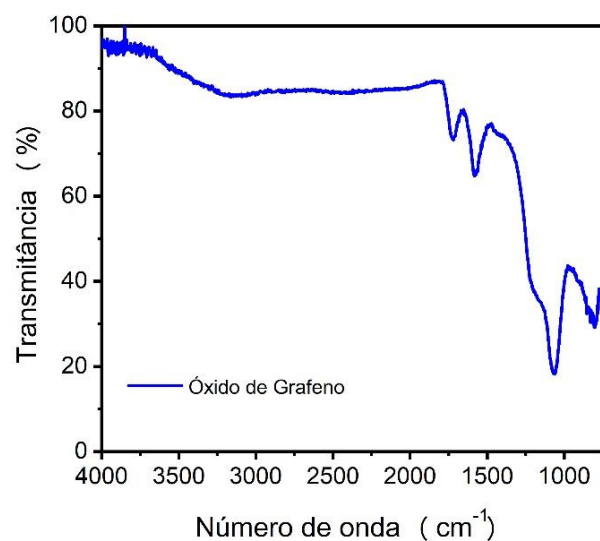


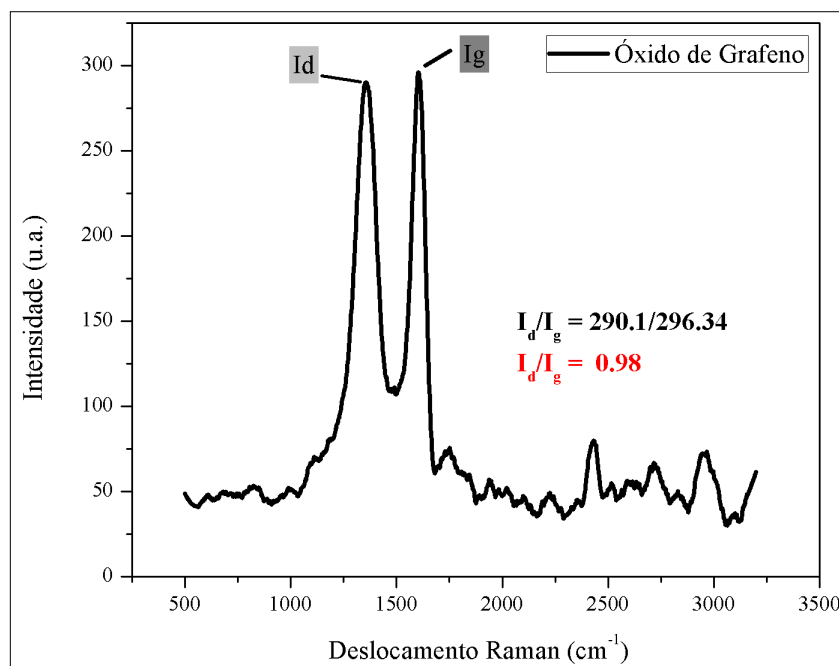
Figura 25. Espectro de FTIR para o óxido de grafeno.

Tabela 5. Atribuições das bandas de FTIR para o óxido de grafeno.

Número de Onda (cm ⁻¹)	Grupo Funcional	Referência
3500 – 3100	O-H (vibração axial, associado de hidroxilas)	Hashemi <i>et al.</i> (2020); Liu <i>et al.</i> (2020)
1720	C=O (vibração axial de carbonilas)	Hashemi <i>et al.</i> (2020); Tang <i>et al.</i> (2019)
1617	C=C (vibração axial)	Li <i>et al.</i> (2016); Liu <i>et al.</i> (2020)
1600	O-H (vibração axial de hidroxilas)	Jia <i>et al.</i> (2020)
1255	C-O (vibração axial de éteres)	Sahraei, Pour e Ghaemy (2017); Zhu <i>et al.</i> (2020)
1049	C-O (vibração axial de éteres)	Li <i>et al.</i> (2016); Zhu <i>et al.</i> (2020)

(δ) Deformação vibração angular (ν) estiramento vibração.

O espectro Raman da amostra de óxido de grafeno está apresentado na Figura 26, onde foram identificadas as bandas D e G, além da relação entre elas.

**Figura 26.** Espectro RAMAN do óxido de grafeno.

O espectro Raman do GO mostrou picos em 1340 e 1506 cm⁻¹. Os picos correspondem às bandas D e G, respectivamente. A banda D se origina a partir de defeitos presentes na estrutura do grafeno, já a banda G, por sua vez, acontece em razão das vibrações de ligações duplas sp² na estrutura do material (KASZTELAN *et al.*, 2021).

A razão da intensidade das bandas D e G – ou seja, razão ID/IG – auxilia a estimar os defeitos das amostras baseadas em grafeno, onde uma maior proporção confirma um maior

número de defeitos estruturais na amostra. Ao se avaliar a relação ID/IG da amostra, é possível observar que o valor encontrado para a amostra de óxido de grafeno foi de 0,98, o que sugere que há a presença de múltiplas camadas no óxido de grafeno (KASZTELAN *et al.*, 2021). Rohith *et al.* (2020) obtiveram uma razão ID/IG de 0,9475 para o óxido de grafeno, sintetizado a partir de uma modificação do método de Hummers. Neves *et al.* (2020) encontraram uma razão ID/IG de 0,84 para o óxido de grafeno, também obtido a partir desse método.

4.2.3 Agente de acoplamento

O óleo utilizado como agente de acoplamento durante o processo de deposição foi adquirido da empresa Sigma Aldrich. É constituído por ácido octanóico, possui densidade à 20 °C igual a 0,91 g.cm⁻³ e ponto de ebulição de 237 °C.

4.2.4 Cimento Portland

Os cimentos utilizados no desenvolvimento desta pesquisa foram do tipo V, por se tratar de um cimento com menor quantidade de adições minerais e apresentar alta resistência inicial. Seus requisitos conforme NBR 16697 (ABNT, 2018) são apresentados na Tabela 6 e na Tabela 7.

Tabela 6. Requisitos físico estabelecidos pela NBR 16697 (ABNT, 2018) em comparação aos valores médios obtidos.

Requisitos	Limites NBR 16697 (ABNT, 2018)
Finura (% retida #0,075 mm)	≤ 6,0
Início de pega (min)	≥ 60
Fim de pega (min)	-
Expansibilidade a quente (mm)	≤ 5
Resistência à compressão a 1 dia (MPa)	≥ 14
Resistência à compressão aos 3 dias (MPa)	≥ 24
Resistência à compressão aos 7 dias (MPa)	≥ 34
Resistência à compressão aos 28 dias (MPa)	-

Tabela 7. Requisitos químicos estabelecidos pela NBR 16697 (ABNT, 2018) em comparação aos valores médios obtidos.

Requisitos	Limites NBR 16697 (ABNT, 2018)
Resíduo insolúvel (RI)	≤ 3,5 %
Perda ao fogo (PF)	≤ 6,5 %
MgO	≤ 6,5 %
SO ₃	≤ 4,5 %

4.2.5 Agregados

Os agregados utilizados para confecção dos concretos nas duas etapas foram caracterizados de acordo com a sua massa específica, conforme a NBR 16916 (ABNT, 2021), distribuição granulométrica e modulo de finura e dimensão máxima conforme NBR 16972 (ABNT, 2021).

Para a Etapa 1 foi utilizado agregado natural extraído do leito de rio disponível na região nordeste do Rio Grande do Sul. Na Etapa 2 foram utilizados dois agregados, um agregado natural extraído do leito de rio e outro agregado de britagem com origem na britagem de rocha basálticas, os agregados disponíveis em São Paulo.

Na Tabela 8 são apresentados os dados dos agregados utilizados nas Etapas 1 e 2 e na Tabela 9 são apresentadas as porcentagens retidas e acumuladas para cada agregado utilizado.

Tabela 8. Massa específica (NBR 16916, ABNT, 2021), Módulo de finura e dimensão máxima (NBR 16972, ABNT, 2021) dos agregados.

Ensaio:	Etapa 1		Etapa 2	
	Agregado Natural	Agregado Natural	Agregado de Britagem	Agregado de Britagem
Massa específica (g/cm ³)	2,6	2,66	2,64	2,64
Módulo de finura	2,22	1,38	2,75	2,75
Dimensão máxima (mm)	2,36	1,18	4,75	4,75

Tabela 9. Tabela granulométrica e porcentagens retidas acumuladas dos agregados.

Peneiras (mm)	Etapa 1		Etapa 2	
	Agregado Natural % retida acum.	Agregado Natural % retida acum.	Agregado de Britagem % retida acum.	Agregado de Britagem % retida acum.
6,3	0	0	0	0
4,75	0	0	3	3
2,36	3	0	22	22
1,18	12	1	40	40
0,6	30	8	56	56
0,3	80	40	70	70
0,15	97	89	84	84
Fundo	100	100	100	100

4.2.6 Superplastificante

O superplastificante utilizado nas misturas é composto de poliéster carboxilato, aditivo de terceira geração, com características de alto desempenho que atende aos requisitos da NBR 11768-1 (ABNT, 2019), suas informações técnicas são apresentadas na Tabela 10.

Tabela 10. Informações técnicas do aditivo superplastificante.

Dados do produto	
Forma/aspecto	Líquido
Cor	Castanho
Composição básica	Solução de policarboxilato em meio aquoso
Densidade:	1,08 kg ± 0,02 kg/ litro
pH	3,7 ± 1,0
Dosagem recomendada	
Pega normal Tipo I (SP-I N) ABNT NBR 11.768/ 2011	0,3 a 0,65 % sobre o peso de aglomerantes

Fonte: Fabricante.

4.3 MÉTODOS

Os métodos adotados ao longo do desenvolvimento desta pesquisa iniciam avaliando as características das fibras sem tratamento e geradas a partir do tratamento superficial com GO (F/GO), Etapa 1, posteriormente avaliando as propriedades dos compósitos cimentícios reforçados e indicados na Etapa 2, por final serão apresentados os métodos que serão atendidos na Etapa 3.

4.3.1 Produção das fibras com tratamento superficial com óxido de grafeno (F/GO)

O tratamento superficial da fibra de poliéster com GO foi uma adaptação dos métodos propostos por Lu, Zhao e Lu (2018), Lu, Yao e Leung (2019), Lu *et al.* (2020), buscado otimizar as misturas, melhorando a reprodutividade e aplicabilidade no setor da construção civil, acrescentou-se a utilização de ácido octanóico à mistura, conforme já estudado por Zhang e Jiang (2018) e Zhang e Jiang (2019).

Para avaliação do tratamento foram testadas duas temperaturas durante o processo, com a seguinte ordem de processamentos:

- Inicialmente foram misturados 800 g de água, 3,2 g de GO, 0,5 g de aditivo superplastificante e agitados mecanicamente por 5 minutos (500 rpm), em um misturador vertical. Em seguida o recipiente contendo a solução, juntamente com o agitador mecânico foi associado ao equipamento de ultrassonificação (Bransonic®

MH 2800 da Branson, com frequência de 40 kHz), ocorrendo de maneira simultânea a agitação mecânica e a ultrassonificação na mistura durante 30 minutos.

- b) Paralelo a isso, em outro recipiente foram adicionados 9 g de óleo em 18 g de fibras e misturados manualmente até que o óleo recobrisse toda a superfície da fibra.
- c) Em seguida a fibra que foi pré tratada com óleo foi adicionada à mistura (água + GO + SP). O conjunto (água + GO + SP + fibra/óleo) foi submetido a agitação mecânica (250 rpm), ultrassonificação (40 kHz) e aumento de temperatura (50 °C e 80 °C), concomitantemente durante 6 horas. As etapas do processo de mistura podem ser observadas na Figura 27.
- d) Após o processo de mistura, as amostras foram retiradas, colocadas em uma bandeja e levadas para secagem em estufa com circulação de ar a uma temperatura de 80 °C, por 24 h.

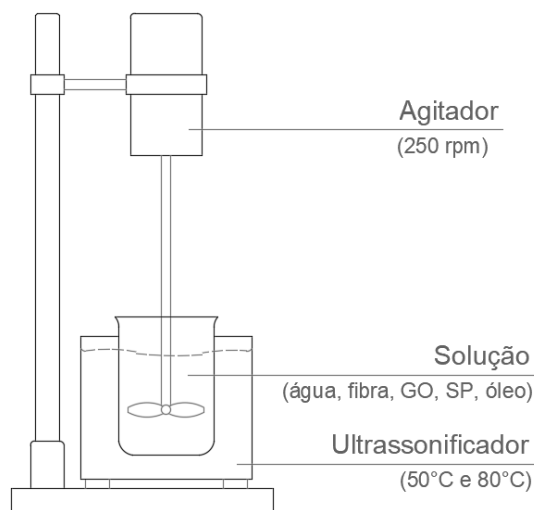


Figura 27. Tratamento da fibra.

Seguindo as orientações da literatura, após o tratamento as fibras foram separadas para avaliação da interação fibra-óxido de grafeno, por meio de MEV e EDS (LU; ZHAO; LU, 2018); (ZHANG; JIANG, 2018); (LU; YAO; LEUNG, 2019); (ZHANG; JIANG, 2019); (YAO *et al.*, 2019); (YAO *et al.*, 2020); (LU *et al.*, 2020).

4.3.2 Produção do concreto reforçado com microfibras: Etapa 1

Para a produção dos compósitos cimentícios reforçados com as microfibras, buscando avaliar a influência da fibra com e sem o tratamento superficial, foram adotados materiais e proporções recomendados na literatura, por trabalhos que desenvolveram variáveis próximas às

desta pesquisa e já apresentadas na Tabela 2 (JIANG *et al.*, 2018); (LU, YAO E LEUNG, 2019); (YAO *et al.*, 2019), (LU *et al.*, 2020); (YAO *et al.*, 2020); o traço adotado é apresentado na Tabela 11.

Tabela 11. Traço adotado para a produção dos compósitos reforçados.

Materiais	Proporção
Cimento	1
Agregado miúdo natural	1
Água/cimento	0,35
Superplastificante (%)	0,69

A definição da relação água/cimento (a/c), bem como o teor de aditivo superplastificante adicionado, foi desenvolvido na mistura de referência com base na trabalhabilidade do traço. A partir do espalhamento de 300 mm resultante no ensaio índice de consistência (NBR 13276, ABNT 2016), foi definida a relação a/c= 0,35 e 0,69 % de adição de superplastificante sobre a massa de cimento. Estes valores resultaram em um compósito não reforçado com resistência à compressão aos 28 dias de 57,6 MPa, aos 63 dias 63,3 MPa, com resistência à tração aos 28 dias de 12,5 MPa e módulo de elasticidade aos 63 dias de 26,4 GPa.

Para os compósitos reforçados com fibra (FRC e FRC/GO) a dosagem de fibra foi de 1 % sobre o volume total da mistura considerando a densidade da fibra de poliéster. O este percentual foi adotado por se tratar de um valor intermediário dentre as pesquisas de Yao *et al.* (2019), Lu *et al.* (2020) e Si, Cao e Li (2020), pensando em avaliar o seu efeito nas misturas com o menor comprometimento na trabalhabilidade.

Já nos compósitos reforçados com óxido de grafeno (GOC), foi utilizada a adição de GO (após a sua mistura por meio de ultrassonificação com a quantidade de água e aditivo, por 30 minutos) na quantidade proporcional utilizada para o tratamento da fibra, fixando a variável (quantidade de GO) para todos os traços FRC/GO e GOC.

A partir das definições acima apresentadas, foram quantificados os ensaios e os corpos de prova necessários, com o intuito de chegar ao volume dos materiais a serem utilizados. Com isso, na Tabela 10, são apresentadas as combinações (traços) desenvolvidas assim como a quantidade dos materiais necessários (em gramas).

Tabela 12. Consumo de materiais para o desenvolvimento dos traços.

Traços	Cimento (g)	Areia (g)	Água (g)	F (g)	F/GO (g)	GO (g)	SP (g)
FRC	2560,00	2560,00	896,00	28,88	-	-	28,00
FRC/GO	2560,00	2560,00	896,00	-	28,88	-	28,00
GOC	2560,00	2560,00	896,00	-	-	5,13	28,00

F = Fibra de Poliéster; F/GO = Fibra de Poliéster com Tratamento; GO = Óxido de Grafeno; SP = Superplastificante.

Os traços foram homogeneizados em misturador de eixo vertical com capacidade na cuba de 20 litros, marca Amadio, modelo 20 LA com motor elétrico trifásico 3/4 cv e frequência de 60 Hz. Inicialmente foram adicionados os materiais secos (cimento e areia) e misturados por 3 minutos, em seguida foram adicionados a água e o superplastificante e agitado por mais 5 minutos, por último foram adicionadas as fibras gradualmente (quando houve) por 5 minutos, conforme traços apresentados na Tabela 12, indo ao encontro com os processos de mistura utilizados por Yao *et al.* (2019), Lu *et al.* (2020) e Si, Cao e Li (2020).

Após o processo de mistura foi realizado o ensaio de índice de consistência (NBR 13276, ABNT 2016), em seguida foram moldados os corpos de prova utilizando moldes prismáticos (NBR 16738, ABNT 2019), após 24 horas foram desformados e submetidos à cura submersa.

4.3.2 Produção do concreto reforçado com macrofibras: Etapa 2

Na produção do concreto reforçado com as macrofibras tratadas e não tratadas buscou-se avaliar a interação da macrofibra junto à matriz, desta forma a mistura e traço seguiram recomendações da literatura para o desenvolvimento do ensaio de arrancamento da fibra (GARCIA-DIAZ *et al.*, 2021; SERAFINI *et al.*, 2021; ROCHA; CARDOSO; BITENCOURT JUNIOR, 2023). O traço adotado é apresentado na Tabela 13.

Tabela 13. Traço adotado para a produção dos compósitos reforçados com macrofibras.

Materiais	Proporção
Cimento	1
Agregado miúdo natural	0,91
Agregado miúdo britagem	0,61
Água/cimento	0,4
Superplastificante (%)	0,9

A relação a/c e o teor de aditivo utilizados seguiram indicações da literatura, considerando uma fluidez adequada para a moldagem dos corpos de prova utilizados para o

ensaio de arrancamento, *dogbones*, ficando no intervalo do ensaio de mini *slump* de $150 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$. A quantidade dos materiais utilizados para as moldagens é apresentada na Tabela 14.

Tabela 14. Consumo de materiais para a moldagem dos *dogbones*.

Traços	Cimento (g)	Areia Natural (g)	Areia Britagem (g)	Água (g)	SP (g)
MFRC	1011,28	926,13	617,42	404,43	9,15
MFRC/GO	1011,28	926,13	617,42	404,43	9,15

MF = Macrofibra; MF/GO = Macrofibra com Tratamento; GO = Óxido de grafeno; SP = Superplastificante.

Para os dois traços as macrofibras, com e sem tratamento, foram depositadas durante o processo de moldagem seguindo as recomendações de Serafini *et al.* (2021) e Rocha, Cardoso e Bitencourt Junior (2023).

Inicialmente foram preparadas as formas *dogbones*, posicionadas as fibras no molde, com o auxílio de um papel gramatura de 300 g/m^2 e espessura de 1 mm, para sua fixação e garantir o seu posicionamento. Em seguida foi lançado o concreto fluído em um dos lados da forma e conferido o posicionamento embebido da fibra para que estivesse 24 mm em ambos os lados (Figura 28a).

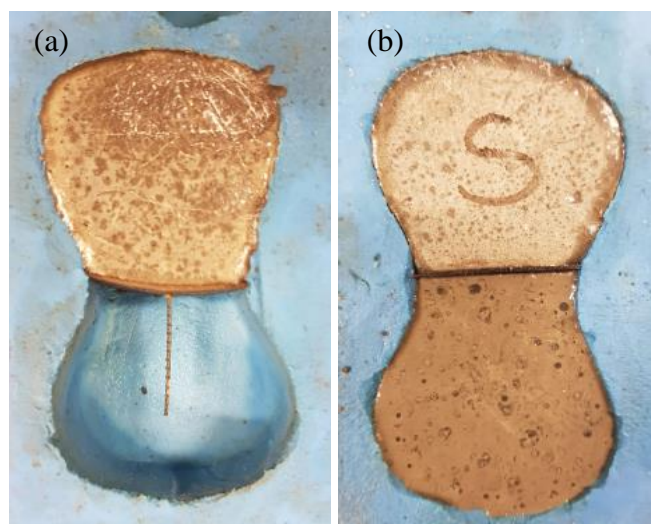


Figura 28. Moldagem dos corpos de prova tipo *dogbone*.

Após 24 horas foi realizada a moldagem do lado oposto e a moldagem finalizada (Figura 28b), os corpos de prova foram protegidos com filme polimérico por mais 24 horas em câmara úmida, posteriormente foram removidos das formas e colocados em cura submersa por 28 dias, a contar da última moldagem, para a realização dos ensaios de arrancamento.

4.4 AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES DAS MICROFIBRAS, MACROFIBRAS E CONCRETOS REFORÇADOS COM FIBRA (FRC)

4.4.1 MEV e EDS

A interação entre o óxido de grafeno e a fibra, assim como a interação entre as fibras (com tratamento e sem) e a matriz cimentícia foram avaliadas por meio de MEV-FEG e EDS.

A análise de MEV-FEG foi realizada no Laboratório Central de Microscopia (LCMIC) da Universidade de Caxias do Sul (UCS), através da utilização do microscópio eletrônica de varredura da marca Tescan - modelo FEG Mira 3 (República Tcheca).

Para a realização da análise de MEV-FEG as fibras foram separadas buscando não interferir no tratamento superficial realizado e encaminhadas para análise, isso após o procedimento de tratamento e secagem (descrito no item 4.3.1).

Para a análise de MEV-FEG dos compósitos cimentícios, as amostras foram preparadas com dimensões de 1,0 x 1,0 x 0,5 cm (largura x comprimento x altura), mantendo a face fissurada no ensaio de resistência à tração (que foi e será analisada) sem beneficiamento, para possibilitar a análise da interface da matriz cimentícia com as fibras e o GO.

4.4.2 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A análise de calorimetria exploratória diferencial foi realizada no LAMAT/UCS, no equipamento DSC-60 Shimadzu, utilizando aproximadamente 10 mg de amostra com taxa de aquecimento de 10 °C/min⁻¹, com um fluxo de nitrogênio de 50 mL/min⁻¹. Foram realizadas duas corridas de aquecimento em uma de resfriamento para todas as amostras. As fibras de PET foram aquecidas da temperatura ambiente até 300 °C, sendo posteriormente resfriadas a temperaturas inferiores a 0 °C e novamente aquecidas até 300 °C. Já as fibras de PP foram aquecidas da temperatura ambiente até 220 °C, sendo posteriormente resfriadas a temperaturas inferiores a 0 °C e novamente aquecidas até 220 °C.

A partir das entalpias obtidas na análise de DSC foi possível calcular o índice de cristalinidade das amostras, utilizando a Equação (1).

$$X_c = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_m^0} \times 100 \quad (1)$$

Onde X_c é o índice de cristalinidade fornecido em %, ΔH_m é a entalpia de fusão medida, representada pela área do pico de fusão da análise de DSC, a e ΔH_m^0 é a entalpia de fusão do PET ou do PP, dependendo do polímero que constitui a fibra a ser analisada, considerado como 130 J/g^{-1} e 209 J/g^{-1} , respectivamente, conforme Sánchez *et al.* (2020), Pintos, León e Molina (2024) e Yılmaz, Özkan e Güner (2024).

4.4.3 Consistência

O presente ensaio foi realizado com base na NBR 13276 (ABNT, 2016) que prescreve o procedimento para obtenção do índice de consistência padrão, por meio do espalhamento obtido após as 30 quedas da mesa de consistência, sendo uma queda por segundo e coletando três medidas no diâmetro gerado.

4.4.4 Resistência à tração na flexão

Os ensaios de resistência à tração na flexão foram efetuados conforme com o previsto pela NBR 13279 (ABNT, 2005), para corpos de prova prismáticos (4x4x16 cm). Em prensa servo-controlada com acionamento hidráulico, modelo UH-501, marca Intermetric, com *software* Tesc.

Foram moldados 2 corpos de prova para os 7 dias, 3 corpos de prova para os 28 dias e 2 corpos de prova para os 63 dias, os corpos de prova eram retirados da cura submersa e ensaiados à flexão de três pontos com velocidade de carregamento de $50 \pm 10 \text{ N/s}$ até que ocorra a ruptura das amostras.

4.4.5 Resistência à compressão

Após a realização do ensaio de tração à flexão os corpos de prova prismáticos (4x4x16 cm) foram ensaiados à compressão, conforme previsto na NBR 13279 (ABNT, 2005), sendo 4 corpos de prova nas idades de 7 e 63 dias e 6 corpos de prova aos 28 dias, aplicando uma velocidade de carregamento de $500 \pm 50 \text{ N/s}$ até que ocorra a ruptura das amostras. Realizados na prensa servo-controlada com acionamento hidráulico, modelo UH-501, Marca Intermetric, com *software* Tesc.

4.4.6 Absorção de água por capilaridade, altura capilar e coeficiente de capilaridade

A partir das prescrições da NBR 15259 (ABNT, 2015) foram realizados ensaios os ensaios de absorção de água por capilaridade, determinada a altura capilar e calculado o coeficiente de capilaridade. Para esses ensaios foram moldados dois corpos de provas

prismáticos (4x4x16 cm), mantidos em cura submersa por 26 dias, após os corpos de prova foram secos em estufa à temperatura de 60 °C por 48 h, essa condição foi determinada com a finalidade de não comprometer a integridade da fibra utilizada. Aos 28 dias, após ocorrer o equilíbrio da temperatura do corpo de prova com o ambiente, foram inseridos em uma lâmina de água de 5 ± 1 mm, pesados ao início, aos 10, 90, 180 min e 24 h para posterior obtenção dos resultados.

4.4.7 Ensaio de arrancamento duplo bloco

O ensaio de arrancamento é um dos testes mais utilizados para caracterizar o comportamento da interface entre a fibra e a matriz de cimento (GARCIA-DIAZ *et al.*, 2021). Para isso foram moldados corpos de prova do tipo *dogbones* com uma única fibra embebida na matriz na condição comercial, sem o tratamento superficial, e com o tratamento com GO. As fibras foram inseridas nos corpos de prova com metade do seu comprimento total em cada parte do corpo de prova para que houvesse uma mesma relação entre a resistência de arrancamento resultante no ensaio.

Para cada conjunto das amostras (sem tratamento e com tratamento) foram preparados vinte corpos de prova. Após a realização dos ensaios, os resultados foram tratados para expurgo das amostras inconsistentes e as médias foram obtidas com dezessete corpos de prova da macrofibra sem tratamento e dezoito corpos de prova da macrofibra com tratamento.

Nestes ensaios foi utilizada uma máquina universal de ensaios EMIC eletromecânica em configuração de ciclo aberto, modelo EMIC DL 10000, com uma célula de carga de capacidade máxima de 10 kN (1000 kgf) e precisão de 1 N, os testes foram controlados a uma taxa de 0,5 mm/min de deslocamento. O modo de execução do ensaio pode ser visto na Figura 29.



Figura 29. Execução do ensaio de arrancamento.

A leitura da força de arrancamento da macrofibra junto a matriz (em N) foi realizada com a célula de carga colocada no topo da cruzeta do equipamento, enquanto a deformação (em mm) foi determinada pelas leituras de deslocamento do pistão e adotadas como possível fissuração, a fim de atribuir posteriormente as resistências residuais das amostras.

Com o diâmetro relativo da macrofibra e os dados obtidos para a força de arrancamento (N) foi possível calcular a tensão de cisalhamento (MPa) por meio da Equação (2):

$$\tau_c = \frac{f}{\pi d L_e} \quad (2)$$

τ_c = Tensão de cisalhamento (MPa)

f = Força de arrancamento (N)

d = Diâmetro da fibra (mm)

L_e = Comprimento embebido na matriz (mm)

Com o deslocamento associado a abertura de fissura foi possível calcular a tensão de cisalhamento para $f_{R0,5}$, $f_{R1,5}$, $f_{R2,5}$, parâmetros importantes a serem determinados em um projeto de concreto reforçado com fibras.

4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados a seguir que correspondem a primeira etapa desta pesquisa, são apresentados com médias simples e desvio padrão. Já para a segunda etapa desta pesquisa foram realizados a verificação da significância dos resultados obtidos, por meio da análise de variância ANOVA utilizando o software Excel, estipulado o nível de confiança de 95 % para todas as análises.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O Capítulo a seguir está organizado de modo a apresentar os resultados obtidos com o tratamento superficial com óxido de grafeno nas microfibras e, posteriormente, os resultados obtidos com o tratamento superficial nas macrofibras.

5.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS) DAS MICROFIBRAS

Na Figura 30 se observa a superfície das microfibras com uma ampliação de 500 vezes: (a) fibra sem tratamento, (b) fibra tratada com GO a uma temperatura de 50 °C e (c) fibra tratada com GO a uma temperatura de 80 °C.

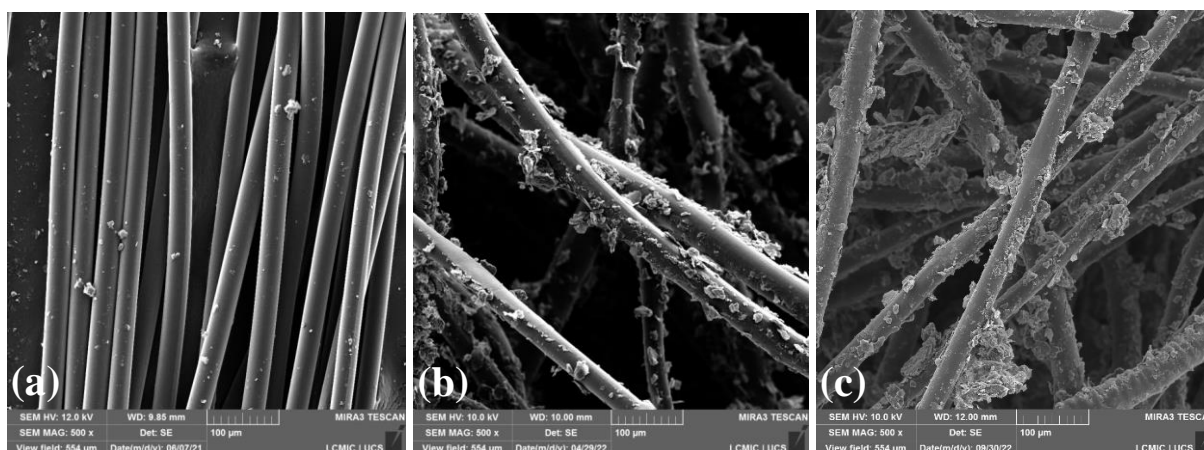


Figura 30. Imagens obtidas por MEV com magnitude de 500x. (a) F; (b) F/GO 50 °C; (c) F/GO 80 °C.

Na fibra sem tratamento, Figura 30 (a), observa-se um material granular entre os filamentos das fibras, podendo ser originário de uma possível contaminação das amostras ocorrido no processo de produção (CARDOSO E ANDRADE, 2009). Nas imagens com F/GO, Figuras 30 (b) e (c), nota-se a presença de pontos mais claros na superfície da fibra o que pode indicar a presença do óxido de grafeno na fibra, indo ao encontro do que foi relatado por Lu *et al.* (2020), que verificaram uma alteração na coloração e na textura das amostras com a adição de GO.

Nas Figuras 31 e 32 são apresentadas as imagens ampliadas das fibras com tratamento superficial nas diferentes temperaturas de tratamento.

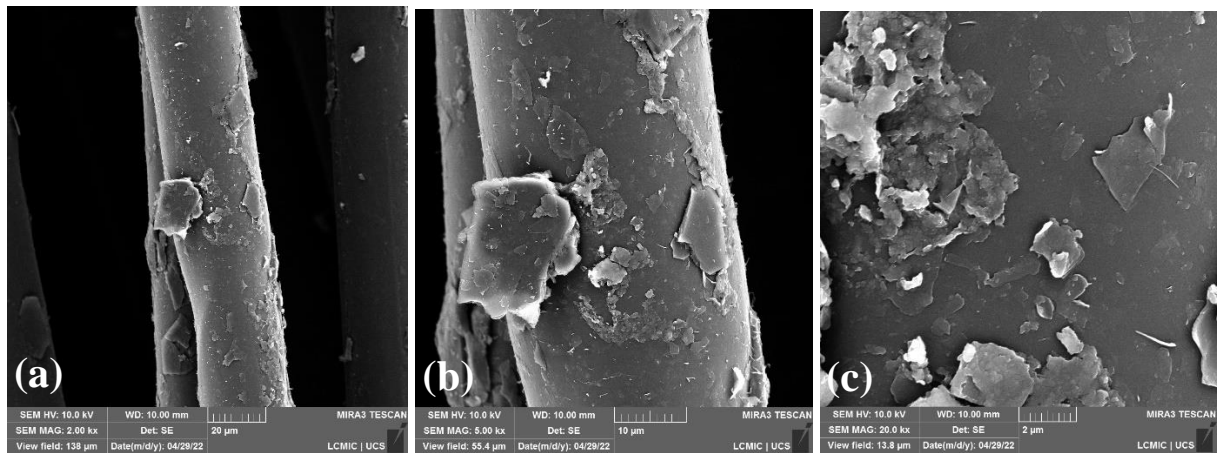


Figura 31. Imagens obtidas por MEV da F/GO 50 °C: (a) Magnitude de 2000X, (b) Magnitude de 5.000X, (c) Magnitude de 20.000X.

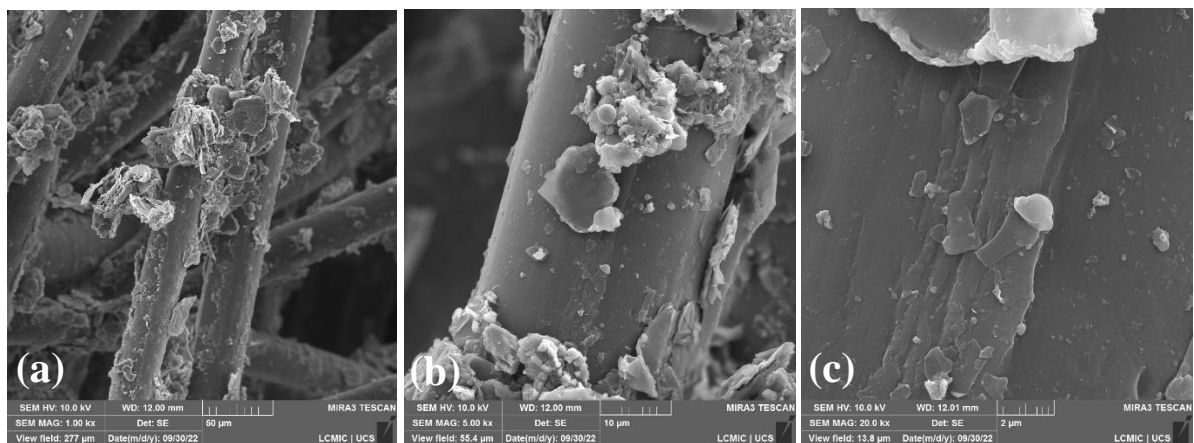


Figura 32. Imagens obtidas por MEV da F/GO 80 °C: (a) Magnitude de 1000X, (b) Magnitude de 5.000X, (c) Magnitude de 20.000X.

Como pode ser observado na Figura 31 e na Figura 32, a deposição do GO nas fibras na forma de grânulos ou por apresentar irregularidade na superfície (mostrado em diferentes ampliações). Para ambos, nota-se a deposição do óxido em lâminas e como material aglomerado. Também são observados fenômenos de enrugamento causados por tensões internas na camada GO, depositada na superfície da fibra, e o efeito de empenamento das nanofolhas, que é causado por distúrbios externos ao processo, como o processo de agitação e ultrassonicação. Esses fenômenos também foram destacados em pesquisas de outros, como Yao *et al.* (2019).

A Figura 33 apresenta o espectro das fibras a fim de identificar os seus componentes.

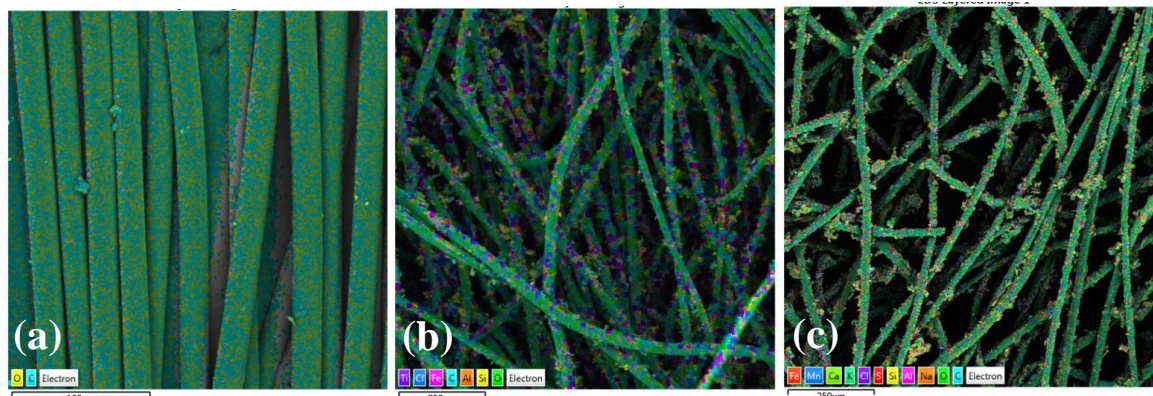


Figura 33. EDS das microfibras (a) F, (b) F/GO 50 °C, (c) F/GO 80 °C.

A Figura 33 (a) apresenta a fibra de poliéster sem tratamento podendo ser observada apenas presença homogênea carbono e oxigênio ($C/O=1,96$).

As Figuras 33 (b) e (c) mostram maior número de elementos, além de pontos de maior intensidade na superfície da fibra, com predominância de oxigênio e carbono. Alguns desses elementos, como K, Na, S e Cl, podem ser contaminantes decorrentes da rota química de obtenção do GO, uma vez que o método Hummers-Hofmann utilizado na síntese utiliza compostos que possuem esses elementos em sua estrutura. Além da presença de rugas na superfície, conforme observado na Figura 30 e na Figura 31, que estão relacionadas à presença e/ou modificação da superfície da fibra por GO, conforme já identificado por Yao *et al.* (2020).

Os valores percentuais de carbono e oxigênio nas superfícies das fibras tratadas também foram obtidos através de EDS, sendo F/GO 50 °C contendo 64 % C e 31 % O ($C/O=2,06$) e F/GO 80 °C contendo 64 % C e 28 % O ($C/O=2,28$). Nessas duas condições, as proporções de carbono e oxigênio são superiores à proporção da fibra não tratada, indicando a deposição de GO ($C/O=3,7$).

A maior presença de rugas (ranhuras superficiais) identificadas pela MEV, bem como a maior relação carbono e oxigênio pela análise EDS, foram encontradas na amostra de fibra com tratamento superficial em temperaturas mais elevadas (F/GO 80 °C). Assim, essa foi a forma de tratamento selecionada para dar continuidade aos ensaios com os compósitos cimentícios visando induzir a maior quantidade de GO na interface fibra-matriz.

5.2 ANÁLISE TÉRMICA POR CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC) DAS MICROFIBRAS ELEITAS PARA UTILIZAÇÃO

Para realização do ensaio de DSC, foram realizados três estágios considerando: o primeiro aquecimento, seguido pelo resfriamento da amostra até a cristalização, e

posteriormente o segundo aquecimento até a fusão da amostra. Para ambos os estágios de aquecimento da amostra o comportamento foi semelhante, desta forma neste Capítulo serão apresentados os valores referentes ao segundo aquecimento das amostras enquanto todos os valores são apresentados no Apêndice A.

Na Figura 34 são apresentadas as curvas do segundo aquecimento e na Tabela 15 são apresentados os valores obtidos durante o ensaio de DSC, que foram utilizados para determinar o índice de cristalinidade (X_c) das amostras, considerando a temperatura de fusão no segundo aquecimento (T_m), a entalpia de fusão (ΔH_m) e a temperatura de cristalização (T_c).

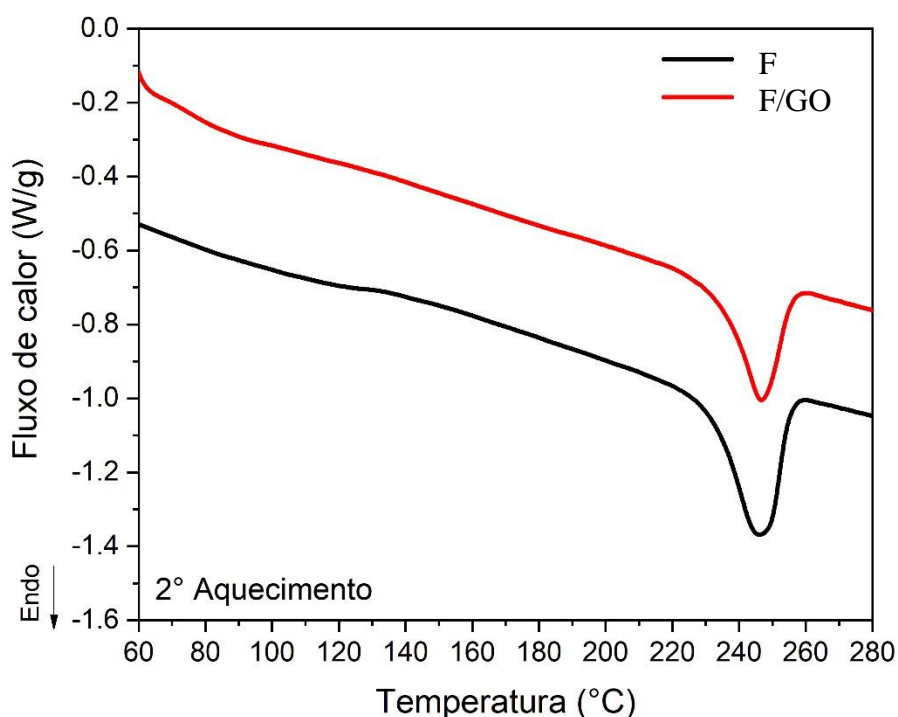


Figura 34. Termogramas de aquecimento DSC das microfibras.

Tabela 15. Propriedades térmicas das amostras de microfibras.

Amostra	T_c (°C)	T_{m2} (°C)	ΔH_{m2} (J/g ⁻¹)	X_{c2} (%)
Microfibras (F)	206,9	246,1	34,7	26,7
Microfibras/GO (F/GO)	207,1	246,6	27,4	21,1

*2 correspondente ao segundo aquecimento.

Ao serem analisados os resultados das amostras sem tratamento e com tratamento com GO, se observa um leve acréscimo na temperatura de cristalização (T_c) das amostras, assim como na temperatura de fusão (T_m), identificando que para as microfibras de PET o tratamento

com GO não influenciou nos picos de temperatura identificados, conforme pode ser observado na Figura 34. Esse efeito é conhecido segundo Rath, Krishnan e Kanny (2024) uma vez que a introdução de nanocargas em polímeros modifica as propriedades térmicas dos materiais, devido à formação de interações interfaciais entre as superfícies do nanomaterial e o polímero.

Já ao ser analisada a entalpia de fusão (ΔH_m) e determinado o índice de cristalinidade (X_c), identifica-se que o tratamento com GO reduziu em 21 % ambos os índices da amostra F/GO, sugerindo que o tratamento superficial causou alterações no processo de cristalização, desta forma, podendo gerar alterações nas propriedades da fibra.

Pintos, León e Molina (2024) comentam que a cristalização é controlada pela nucleação do PET e, caso ela seja reduzida, as suas propriedades mecânicas também serão reduzidas. Liu *et al.* (2013) ao utilizar grafeno em fibras poliméricas, sugerem que, durante a cristalização do polímero o grafeno bloqueia a interconexão da matriz formando regiões de cadeias confinadas. Quanto maior for o percentual do nanomaterial, maior será o confinamento, diminuindo a sua cristalização o que corresponde na redução das propriedades mecânicas da fibra.

Para Rath, Krishnan e Kanny (2024) a redução do índice de cristalinidade em compósitos sintéticos que utilizem óxido de grafeno, quando observada, podem indicar que as dimensões das nanoplacas são maiores que os agentes de nucleação, tendo em vista que, quando as nanoplacas são compatíveis com os agentes de nucleação o próprio GO atua como agente nucleante na reação.

O que poderá ser observado ao longo deste capítulo é que mesmo com as alterações no índice de cristalinidade e conseqüente redução das propriedades mecânicas para F/GO esse efeito não foi observado nos resultados mecânicos dos concretos reforçados com as microfibras.

5.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS) DO CONCRETO REFORÇADO COM MICROFIBRA

Os compósitos cimentícios reforçados com a microfibra (FRC), com (a) magnitude de 1000x e (b) magnitude de 5.000x, podem ser observados na Figura 35.

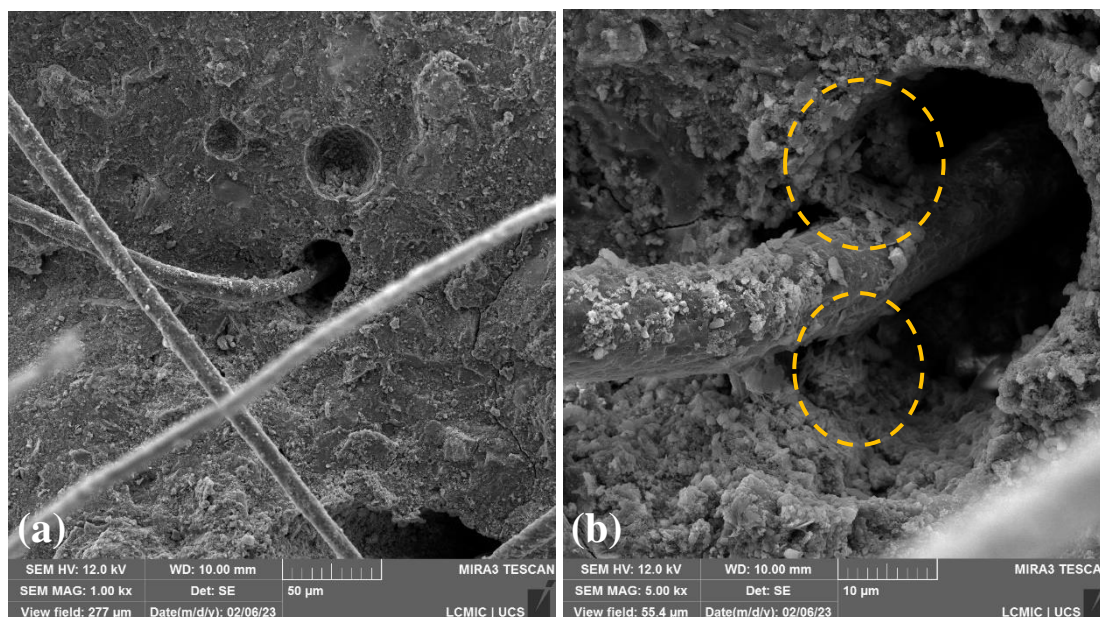


Figura 35. Imagens obtidas por MEV FRC: (a) magnitude de 1000x, (b) magnitude de 5.000x.

A adição de 1 % em massa de fibra de poliéster aos compósitos cimentícios tem por objetivo, melhorar as propriedades mecânicas desses materiais, principalmente de tração, desses materiais, bem como seu comportamento em altas temperaturas. Contudo, a falta de interação entre a fibra e a matriz cimentícia pode reduzir os efeitos benéficos da sua adição. Conforme Figura 35 (a), é possível observar a presença de vazios capilares ou vazios de maior profundidade no perímetro da fibra, além de uma maior densidade da matriz afastada da fibra. Na Figura 35 (b) é possível identificar a presença de produtos de hidratação na parede do vazio capilar da matriz e a presença de alguns produtos de maior densidade na superfície da fibra; mesmo assim são identificados dois pontos de ancoragem entre a fibra e a matriz ao longo do perímetro da fibra conforme destacado.

Essas dificuldades de interação estão associadas ao efeito parede gerado pela presença de água na superfície da fibra, criando pontos de maior porosidade e menor densidade devido à menor concentração de produtos de hidratação do cimento nesta região, prejudicando a interação na zona de transição fibra-matriz e a durabilidade desses produtos. Yuan e Jia (2021) destacam a dificuldade na interação das fibras sintéticas devido à hidrofobicidade do material e à formação de vazios resultantes deste efeito. Xu *et al.* (2017) observaram que a zona de transição fibra-matriz pode ser ainda mais porosa que a zona de transição matriz-agregada, uma vez que a fibra não absorve água de sua superfície, o que causa o efeito de parede também mencionado por Li *et al.* (2022).

Na Figura 36 são apresentadas as micrografias com duas magnitudes dos compósitos cimentícios reforçados com 1 % de fibras, que passaram pelo tratamento superficial com GO a temperatura de 80 °C.

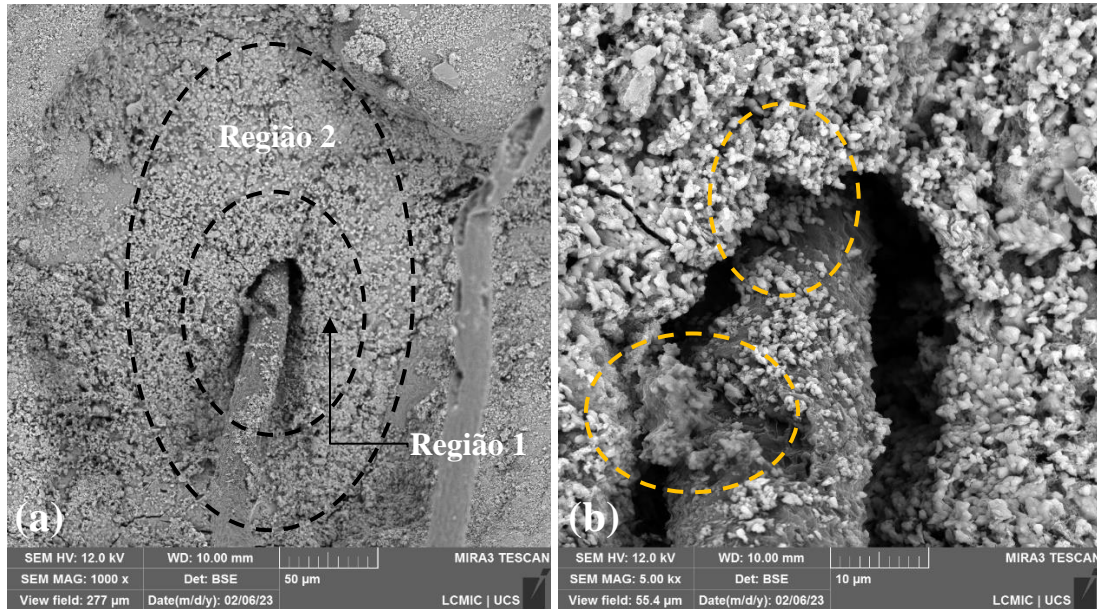


Figura 36. Microscopia de MEV FRC/GO: (a) magnitude de 1000x, (b) magnitude de 5.000x.

Em ambas as micrografias se observa o efeito “parede” identificado anteriormente, porém com menor intensidade e diferenças. Na Figura 36 (a), também pode ser observada uma redução na espessura do vazio capilar formado próximo à zona de transição fibra-matriz. Um maior adensamento também pode ser observado devido à alteração nos produtos de hidratação do cimento próximos às regiões das fibras. Neste caso, o tratamento na superfície da fibra com GO promove a alteração dos produtos de hidratação nestas regiões (Região 1: zona de transição fibra-matriz e Região 2: matriz próxima à fibra), devido ao efeito de nucleação promovido pelo óxido. Na Figura 36 (b), são identificados produtos de hidratação com maior densidade tanto na parede do vazio próximo à matriz quanto na superfície da fibra, o que contribui para o adensamento da zona de transição e redução da espessura do vazio entre os fibra e matriz. Também destacada na Figura 36 (b) está a presença de pontos de ancoragem de alta densidade promovidos pela presença de GO.

Destacam-se também os efeitos de nucleação que aceleram a reação de hidratação do cimento e a presença de maior volume de produtos de hidratação, gerando maior preenchimento dos vazios deixados pela água (LIU *et al.*, 2022). A presença do GO na ITZ (fibra matriz), gerou estruturas com maior compacidade, reduzindo a porosidade da região, o que melhora consideravelmente a durabilidade do concreto e argamassas (BALGOURINEJAD *et al.*, 2022).

A adição de nanofolhas GO pode reduzir a largura da zona de transição em 12,5 a 70,7 % (YUAN; JIA, 2021).

Para compreensão dos efeitos isolados da adição de GO nas misturas cimentícias são apresentadas na Figura 37 as micrografias, com as mesmas magnitudes anteriores, de compósito reforçado com 0,2 % de GO (em relação a massa do cimento).

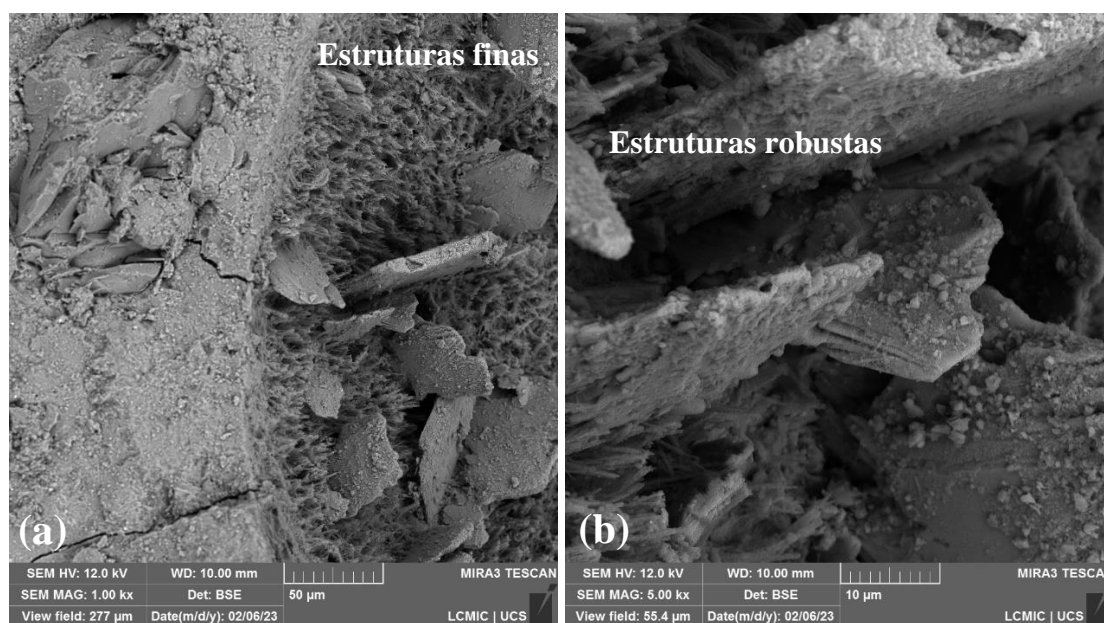


Figura 37. Imagens obtidas por MEV GOC: (a) magnitude de 1000x, (b) magnitude de 5.000x.

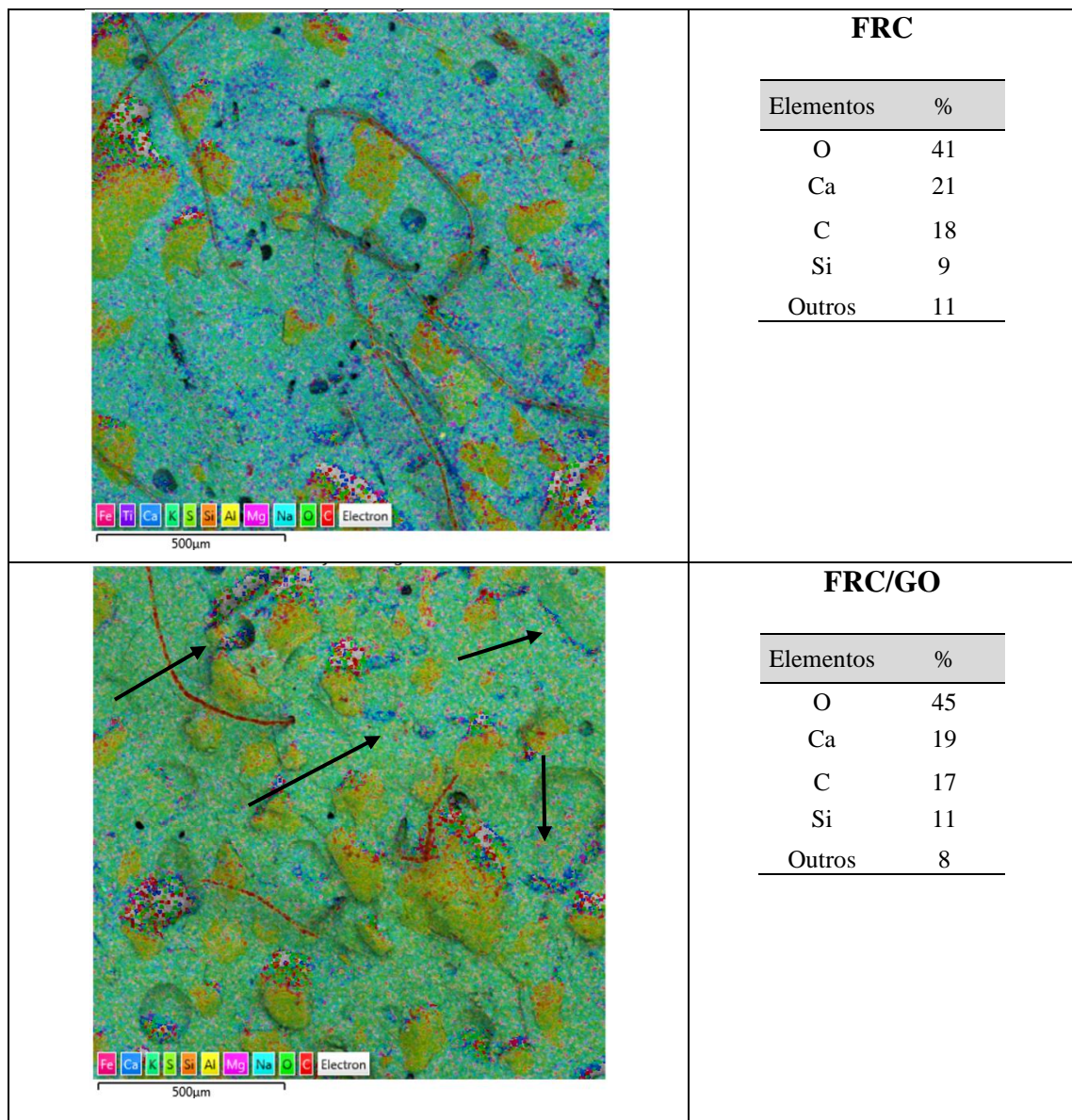
Na Figura 37 (a) observa-se a presença de diferentes produtos de hidratação como estruturas C-S-H mais finas e interligadas, e a presença de estruturas mais robustas e menos complexas. Na Figura 37 (b) as estruturas mais finas podem ser vistas na forma de bastões C-S-H, enquanto as estruturas robustas parecem aglomerações com grandes espaços vazios entre suas estruturas.

A formação de diferentes estruturas está relacionada com a porcentagem de óxido de grafeno adicionado às misturas e com a eficiência de dispersão do aditivo superplastificante. Nas misturas em que o óxido está disperso, ele se ligará à partícula de cimento e promoverá alterações na migração do Ca^{+2} para a superfície, alterando a relação Si/Ca e promovendo a aceleração dos produtos de hidratação. Quando as folhas de o óxido de grafeno se aglomeram na mistura, formam-se estruturas menos complexas e com menor grau de hidratação devido às dificuldades de migração.

A formação de estruturas finas também chamadas de fios também foi identificada por Si, Cao e Li (2020). A formação de estruturas robustas e menos complexas foi destacada por Lamastra *et al.* (2023) ao utilizar a adição de 0,2 % em peso de GO nas misturas, devido à típica

alta alcalinidade. Juntamente com os grânulos de cimento hidratantes, o óxido de grafeno tem uma tendência particular a aglomerar-se através de mecanismos mediados por Ca^{+2} , que muitas vezes resultam em microestruturas desfavoráveis, caracterizadas por formação heterogênea e pela presença de microestruturas volumosas e defeituosas. Devido à formação de estruturas robustas, pode-se determinar que 0,03 % em peso de GO é o mais próximo de uma dosagem ideal na condição de preparação da argamassa (GAO *et al.*, 2023).

Uma avaliação comparativa entre os elementos presentes nas misturas de concreto é apresentada na Figura 38, identificando o mapa de espectros de cada amostra e a soma de seus elementos.



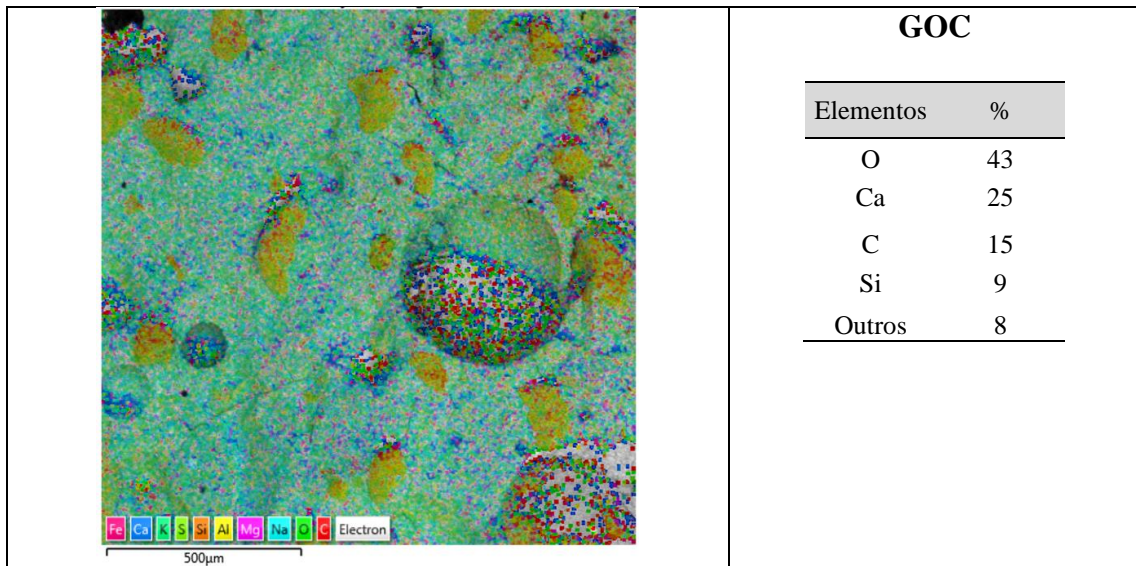


Figura 38. Mapa de EDS e identificação dos elementos das misturas. FRC= Concreto Reforçado com 1 % de Fibra; FRC/GO = Concreto Reforçado com 1 % de Fibra Tratada com GO e GOC = Concreto Reforçado com GO.

A Figura 38 apresenta os mapas dos espectros de EDS e seus respectivos elementos, destacando a presença de cálcio em todas as amostras por ser um dos principais produtos de hidratação do cimento Portland.

Na amostra FRC, a distribuição de Ca^{+2} é homogênea em todas as regiões, assim como na amostra GOC, apesar de apresentar maior concentração nesta amostra. Isto também foi apresentado por outros autores, como Zhao *et al.* (2020) que indicam que a presença de GO altera a quantidade de Ca^{+2} nos produtos de hidratação do cimento.

Para a amostra FRC/GO destaca-se a presença de Ca^{+2} em locais concentrados, indicando que está próximo às fibras que estão em contato com a pasta de cimento. Isso também pode ser explicado pela presença de carbono nesta região, principal elemento das fibras utilizadas. Ghazizadeh *et al.* (2017) sugerem que a interação entre cálcio e óxido de grafeno é mais eficiente em ambientes de alta alcalinidade, como poros de cimento, ou neste caso na porosidade da ITZ, de modo que o pH pode auxiliar na desprotonação do grafeno (ZHAO *et al.*, 2020).

5.4 ÍNDICE DE CONSISTÊNCIA DO CONCRETO REFORÇADO COM MICROFIBRAS

Os ensaios para avaliação da trabalhabilidade dos compósitos cimentícios ocorreram por meio do ensaio de índice de consistência obtendo os diâmetros médios de espalhamento

para as diferentes misturas propostas tendo como base o diâmetro obtido pela mistura sem reforço. Os resultados obtidos são apresentados na Figura 39.

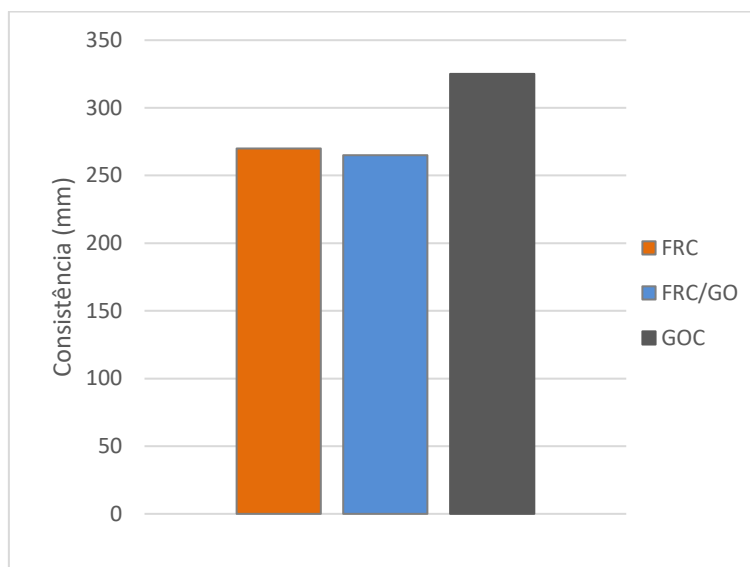


Figura 39. Índice de consistência dos concretos reforçados em comparação ao compósito sem reforço. FRC= Concreto Reforçado com 1 % de Fibra; FRC/GO = Concreto Reforçado com 1 % de Fibra Tratada com GO e GOC = Concreto Reforçado com GO.

O resultado apresentado na Figura 39 indica uma redução na trabalhabilidade para compósitos reforçados com fibras (FRC e FRC/GO), enquanto a adição apenas de GO mostra um aumento no índice de consistência. Entende-se que a adição de fibras às misturas cimentícias aumenta seu limite de escoamento e viscosidade, reduzindo sua trabalhabilidade dependendo das propriedades da matriz e da fibra utilizada. O que pode contribuir para a perda de trabalhabilidade quando se utiliza fibras sintéticas são as características hidrofóbicas das fibras que podem concentrar a presença de água em sua superfície, reduzindo a relação a/c no restante da matriz. Porém, o efeito do tratamento superficial com GO, que pode alterar a molhabilidade da fibra, reduzindo esse efeito, não pode ser observado neste teste, diferentemente do observado por Lu *et al.* (2019), que demonstram aumento da trabalhabilidade com a adição de fibras revestidas com GO.

Esperava-se que a adição de óxido de grafeno na mistura cimentícia (amostra CRGO) fosse semelhante à adição de *microfiller*, que acaba consumindo maior quantidade de água devido à sua elevada tensão superficial, e assim a trabalhabilidade seria reduzida, efeito apresentado por Chougan *et al.* (2021) ao adicionar 0,01 % em peso de GO. Contudo, pôde ser observado um efeito oposto. Houve um aumento na trabalhabilidade com a adição de GO. Isso pode ter ocorrido devido às características do aditivo superplastificante utilizado e da pré-mistura da água. Com o superplastificante e GO no ultrasonicador, o que pode ter

potencializado as características deste produto, alterando as características fenomenológicas da mistura, reduzindo o estresse de rendimento. Segundo Martinie, Rossi e Roussel (2010), as relações fenomenológicas, relativas à tensão de escoamento, estabelecidas entre o fluido em suspensão e as partículas podem alterar consideravelmente a fluidez das misturas de cimento.

5.5 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DO CONCRETO REFORÇADO COM MICROFIBRAS

Os resultados dos ensaios de resistência à compressão para cada mistura e para as idades de 7, 28 e 63 dias estão representados na Figura 40.

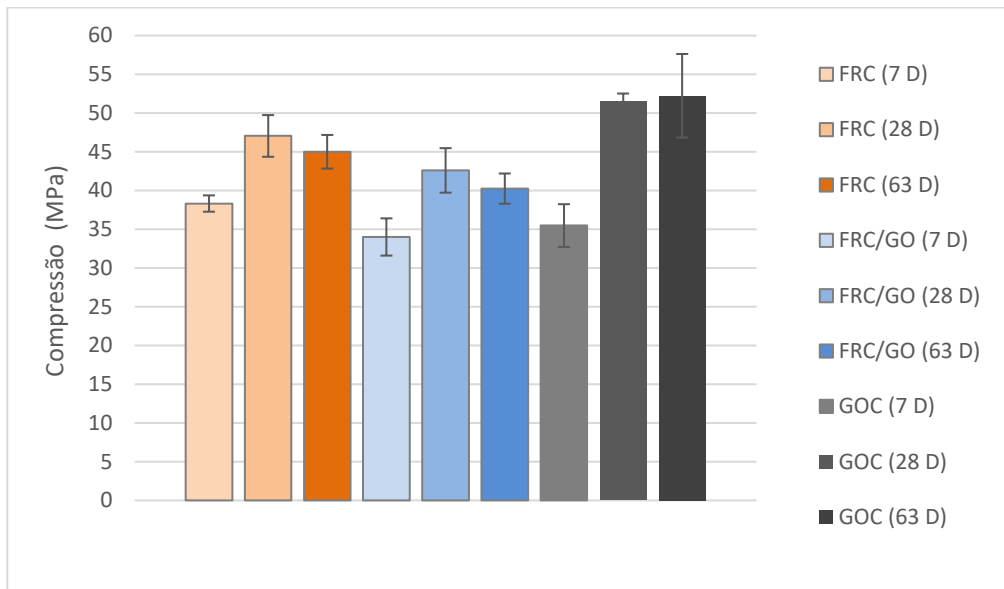


Figura 40. Resultados de resistência à compressão.

Na Figura 40 são apresentados os grupos de amostras analisadas (FRC, FRC/GO e GOC) e a sua resistência em cada idade. O desenvolvimento da resistência ao longo do tempo e sua tendência de comportamento são apresentados na Figura 41.

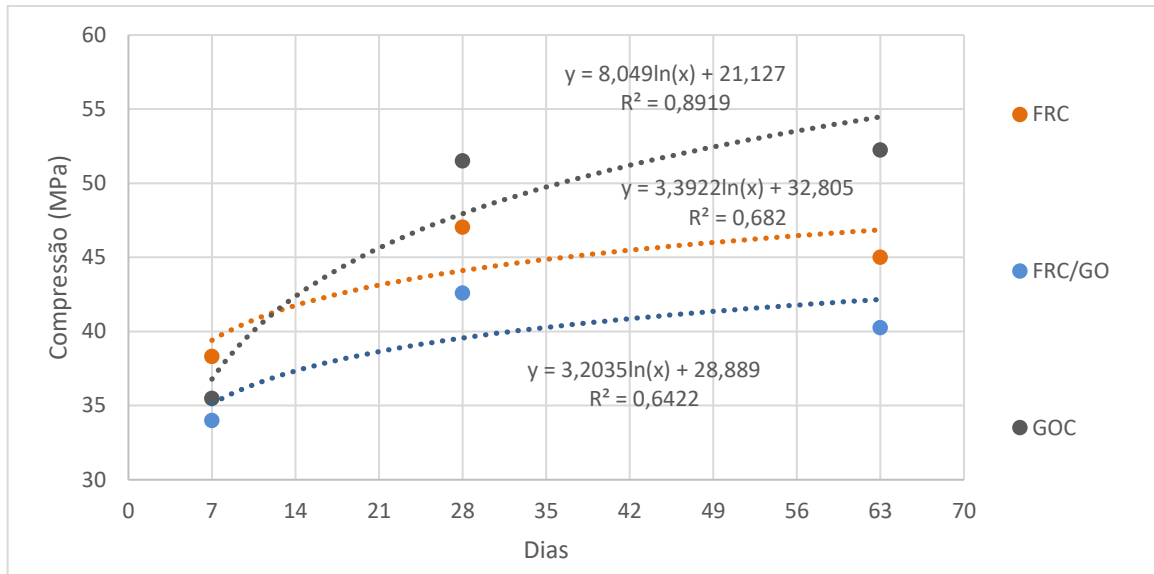


Figura 41. Resultados de resistência à compressão ao longo do tempo.

Para todas as amostras são identificados ganhos de resistência à compressão após 7 dias de cura. Ao analisar a evolução da resistência à compressão, de 28 dias a 63 dias, entre os grupos, pode-se observar que os compósitos contendo fibras apresentam comportamento diferente do compósito contendo apenas GO.

O comportamento dos traços de FRC e FRC/GO após 28 dias pode estar associado à presença de fibras nas misturas e à sua homogeneidade e distribuição no compósito. Entende-se que a moldagem dos corpos de prova ainda é complexa para compósitos reforçados com fibras. Sabe-se também que o volume de fibras utilizadas pode alterar a quantidade de produtos de hidratação devido a alterações na relação fibra-matriz. Conforme destacado por Si *et al.* (2020) ao avaliar diferentes teores de fibras (0,1 %, 2,0 % e 3,5 % em volume) adicionados às misturas cimentícias, e complementado por Yuan e Jia (2021) onde demonstram inclusive redução nas propriedades mecânicas em misturas com teores superiores a 0,9 % de fibras sintéticas.

Para compósitos com GO, há ganho de resistência à compressão ao longo do tempo, mas pouco significativo em idade avançada (2 % entre 28 e 63 dias), demonstrando que os ganhos com a adição de GO estão relacionados ao efeito físico da nanocarga, que pode ser observado já em idades precoces e ao efeito químico na aceleração/alteração dos produtos de hidratação do cimento Portland, principalmente na formação de C-S-H externo, que também pode ser observado na Figura 36. Xu *et al.* (2017) também não identificaram ganho significativo na resistência mecânica de compósitos cimentícios reforçados com GO mesmo em diferentes concentrações de adição (0,01 % e 0,2 % da massa de cimento).

5.6 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO DO CONCRETO REFORÇADO COM MICROFIBRAS

Os valores obtidos nos ensaios de resistência à tração na flexão em três pontos para cada mistura estão representados na Figura 42.

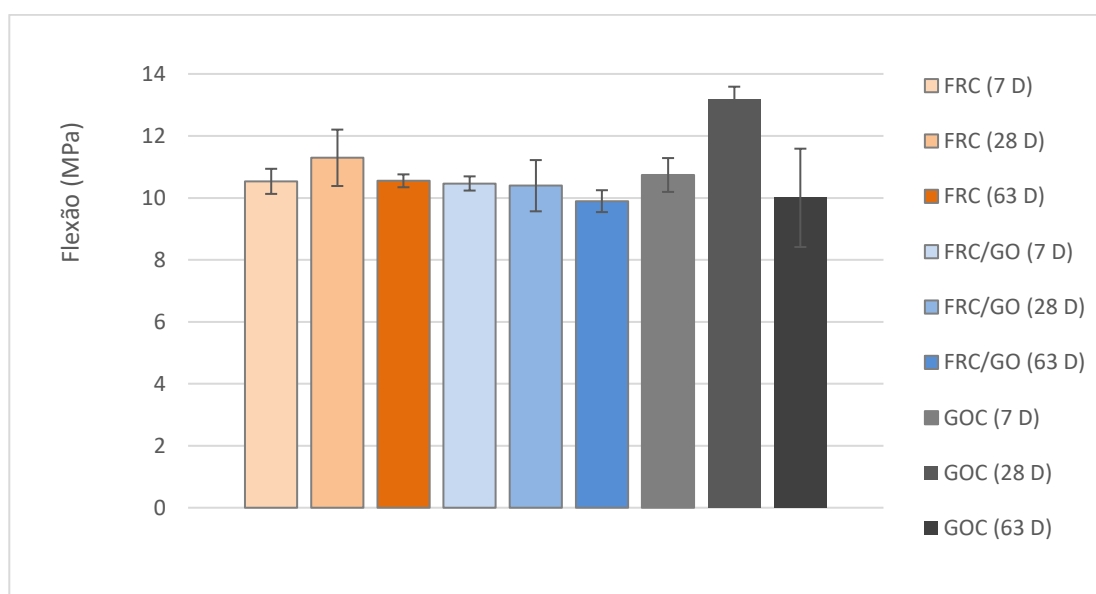


Figura 42. Ensaio de resistência à tração na flexão.

As amostras reforçadas com 1 % de fibra (FRC e FRC/GO) apresentaram resistência à tração de aproximadamente 10 MPa nas idades analisadas, demonstrando certa homogeneidade entre elas. Destaca-se a resistência FRC aos 28 dias com o maior valor entre as amostras e o maior desvio padrão do grupo, o que pode estar relacionado à dispersão das fibras nas amostras.

Compósitos cimentícios com relação água/ligante igual a 0,35 e dosagem de fibra sintética superior a 0,9 % (em volume) podem reduzir a resistência à tração, devido à dispersão da fibra na matriz (YUAN; JIA, 2021).

Para amostras reforçadas apenas com GO (GOC), observa-se maior variabilidade ao longo do tempo, que deve estar associada à distribuição do GO na matriz de cimento e, consequentemente, à sua alteração nos produtos de hidratação. Isto pode ser justificado pelo aumento de 18 % na resistência destas amostras aos 28 dias e pela alta variabilidade das amostras aos 63 dias. Gao *et al.* (2023) compararam a adição de GO e a adição de fibras. Observou-se que o ganho de resistência à tração e compressão é maior com a adição de GO,

inclusive com maior efetividade para resistência à tração. Os autores justificam esse desempenho ao efeito de nucleação e modelagem do GO em materiais cimentícios.

Nas amostras FRC/GO, os efeitos da densificação da zona de transição fibra-matriz e da melhoria na formação dos produtos de hidratação identificados na Figura 40 não resultaram em ganhos de resistência à tração. Este efeito pode estar associado ao volume de fibra utilizado nas misturas, 1 % é um valor que pode reduzir a resistência à tração (YUAN; JIA, 2021), neste caso, o efeito de nucleação gerado pela presença de GO na zona de transição (GAO *et al.*, 2023) não é suficientemente eficaz para gerar maior ancoragem entre a fibra e a matriz.

5.7 ABSORÇÃO DE ÁGUA POR CAPILARIDADE, COEFICIENTE DE CAPILARIDADE E ALTURA CAPILAR DO CONCRETO REFORÇADO COM MICROFIBRAS

A absorção de água por capilaridade aos 10, 90 e 180 minutos foi registrada para os traços propostos e, a partir desses valores, foi possível calcular o coeficiente de capilaridade pela diferença de absorção entre os 90 minutos e 10 minutos; esses dados são apresentados na Figura 43.

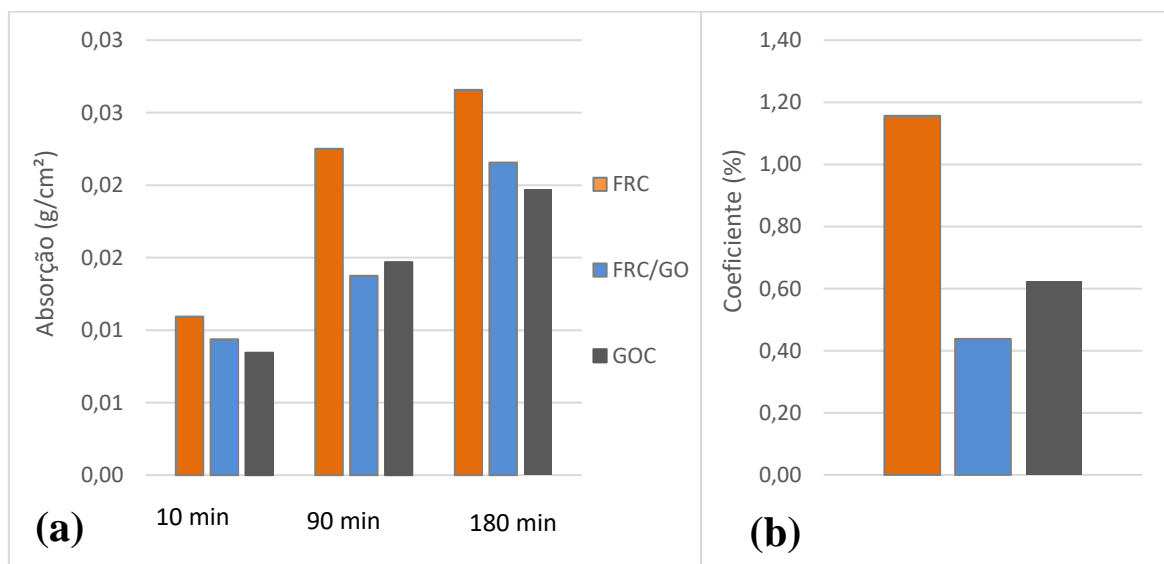


Figura 43. (a) Absorção de água por capilaridade e (b) coeficiente de capilaridade, dos concretos reforçados com microfibras e contendo óxido de grafeno.

A Figura 43 apresenta dados de absorção de água por capilaridade para as misturas propostas na pesquisa. Em geral, todos os traços apresentam baixa absorção, permanecendo abaixo de 0,03 g/cm² aos 180 minutos.

Mesmo com a baixa absorção entre as amostras, o traço FRC se destaca por apresentar a maior absorção de água e o maior coeficiente capilar (correspondente aos primeiros 90 minutos de absorção). Este efeito está relacionado às características hidrofóbicas da superfície da fibra e ao alto teor adicionado à mistura. Enquanto as amostras reforçadas com o nanomaterial tiveram reduções na absorção capilar aos 90 minutos, de 39 % para as amostras FRC/GO e 35 % para as amostras GOC, e aos 180 minutos uma redução de 19 % e 26 % respectivamente, no coeficiente a redução capilar foi de 62 % e 46 % para FRC/GO e GOC.

A absorção capilar e o coeficiente capilar foram alterados com a presença de GO nas misturas, isso pode ter ocorrido devido ao efeito de refinamento dos poros causado pela densificação dos produtos de hidratação e nano preenchimento. Embora a presença do GO não tenha alterado consideravelmente as propriedades mecânicas dos compósitos, é possível observar, pelas micrografias apresentadas nas Figuras 35, 36 e 37, que as microestruturas dessas amostras foram alteradas.

Concordando com os resultados apresentados para o traço FRC, Yuan e Jia (2021) comentam que dosagens superiores a 0,45 % (do volume da mistura) de fibra sintética, aumentam consideravelmente sua absorção de água, o que também é encontrado com o uso de concreto leve (BALGOURINEJA *et al.*, 2022). Da mesma forma, para os traços FRC/GO e GOC, Lamastra *et al.* (2023) mencionam que a presença de GO reduz a permeabilidade dos compósitos cimentícios independente do seu grau de oxidação e percentual de dosagem, para amostras analisadas com 0,01 % e 0,2 % sobre a massa do cimento.

A partir do teste de absorção capilar, pode-se medir a altura capilar, que representa a mudança de altura através do refinamento dos poros para cada mistura. Esses valores são mostrados na Figura 44.

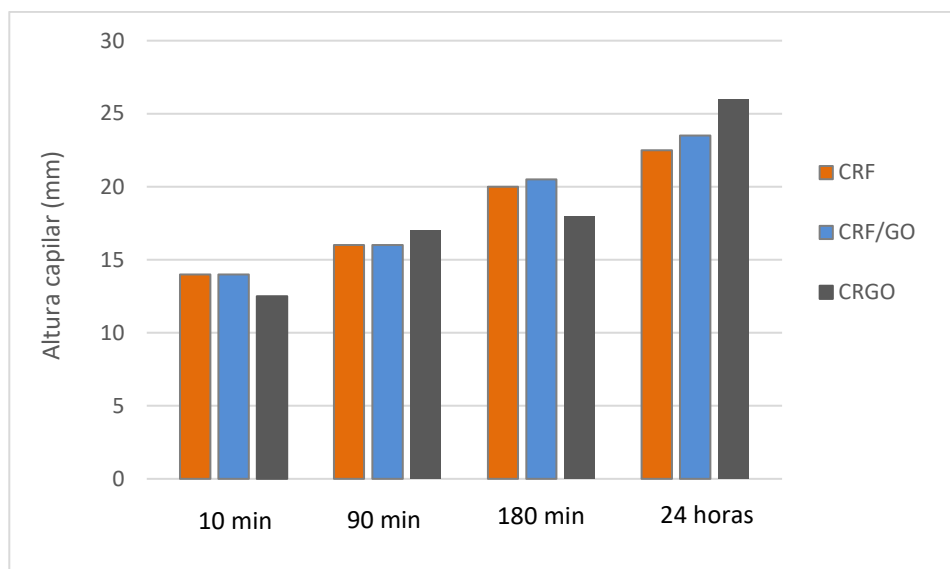


Figura 44. Altura capilar dos concretos reforçados com microfibras e contendo óxido de grafeno.

Na Figura 44 observa-se que a altura capilar para compósitos reforçados com fibras (FRC e FRC/GO) permanece próxima em todas as medições realizadas, embora reduções na absorção capilar da mistura FRC/GO tenham sido observadas na Figura 43, enquanto o traço GOC apresenta a maior altura capilar, ou seja, tende a apresentar vazios capilares interligados com maior refinamento devido à ausência de fibra e à presença de GO.

Os comportamentos apresentados quanto à altura capilar, absorção de água por capilaridade e coeficiente de capilaridade, para os compósitos analisados, estão de acordo com os resultados das micrografias das amostras apresentadas nas Figuras 35, 36 e 37, demonstrando alterações nas microestruturas com o uso de GO.

Apresentados os resultados da Etapa 1 e validado o tratamento superficial nas microfibras, foram realizados ensaios de caracterização e utilização do tratamento em macrofibras sintéticas que corresponde a Etapa 2 desta pesquisa e, seus resultados são apresentados a seguir.

5.8 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS) DAS MACROFIBRAS

A seguir serão apresentados os resultados de MEV-FEG para as duas fibras poliméricas estruturais analisadas nesta pesquisa. Estas análises preliminares serviram para balizar o restante da pesquisa buscou compreender a utilização da fibra em funções estruturais.

Na Figura 45, se observa a superfície dos filamentos da macrofibra A com ampliações de 50x (a) e (d), ampliações de 250x (b) e (e), e ampliações de 1.000x (c) e (f), para amostras sem o tratamento superficial (a) (b) (c) e com o tratamento superficial com GO (d) (e) (f).

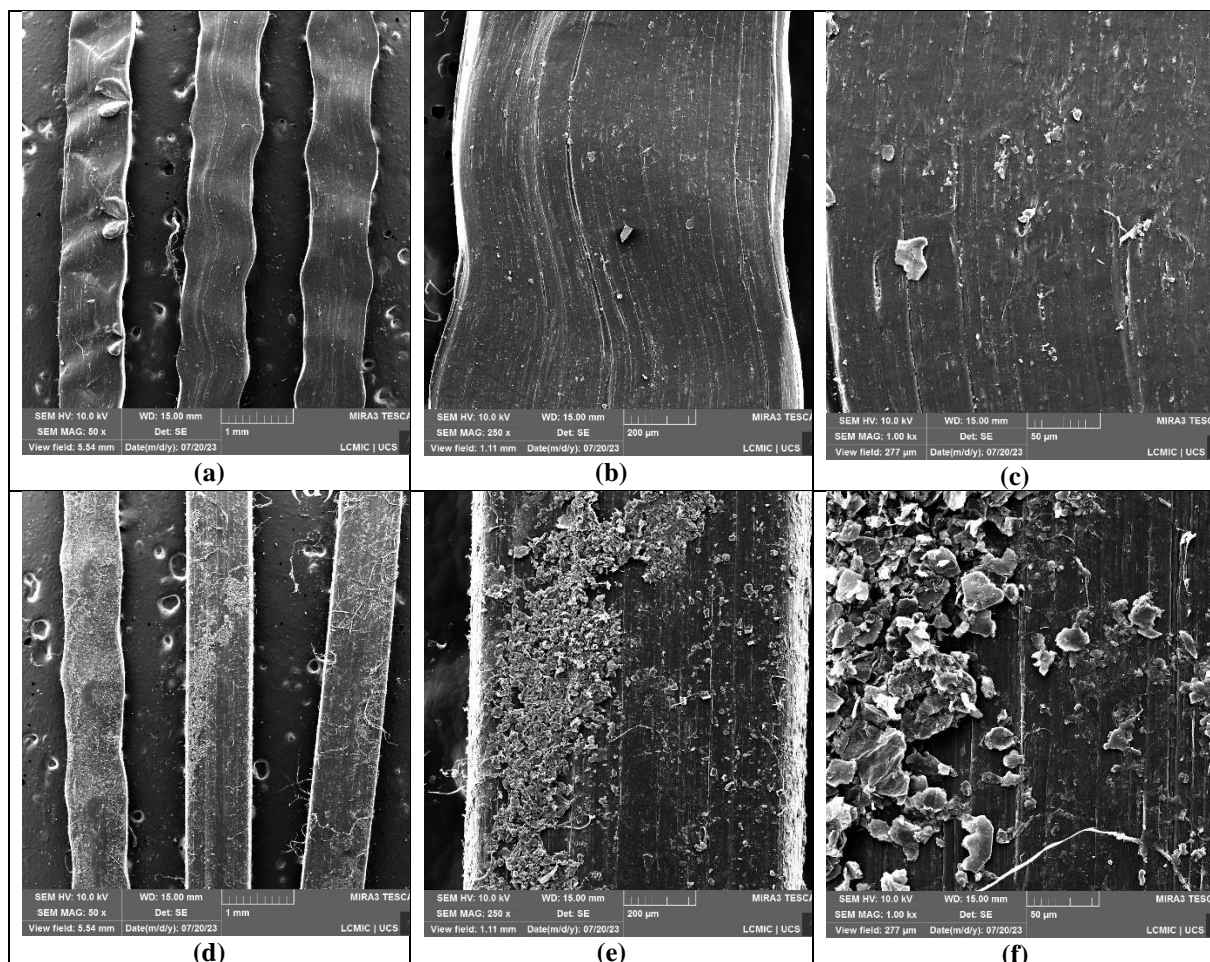


Figura 45. Imagens obtidas por MEV-FEG da macrofibra A. (a) sem tratamento com ampliação de 50x. (b) sem tratamento com ampliação de 250x. (c) sem tratamento com ampliação de 1.000x. (d) com tratamento e ampliação de 50x. (e) com tratamento e ampliação de 250x. (f) com tratamento e ampliação de 1.000x.

A Figura 45 apresenta a morfologia de macrofibra A, as ampliações superiores (a) (b) (c) destacam os filamentos da fibra na forma comercial, sem tratamento. Pode-se observar a linearidade da amostra, característica do processo de extrusão, na imagem (c) pode se identificar elementos granulares o que pode se caracterizar como uma alguma deficiência do processo de produção ou com a presença de algum tipo de impureza. Cardoso e Andrade (2009) comentam que produtos granulares identificados em polímeros é um indício de contaminação das amostras no processo de produção.

Já nas micrografias (d) (e) (f), da Figura 45, são apresentadas ampliações da macrofibra A após o tratamento. Observa-se que a deposição de GO na superfície da fibra devido a

mudança de textura. Na micrografia da Figure 43 (f) é possível identificar as nanofolhas de GO e a sua heterogeneidade junto a superfície da fibra.

Na Figura 46, são apresentadas as ampliações da macrofibra B sem tratamento (a) (b) (c) e com tratamento superficial (d) (e) (f).

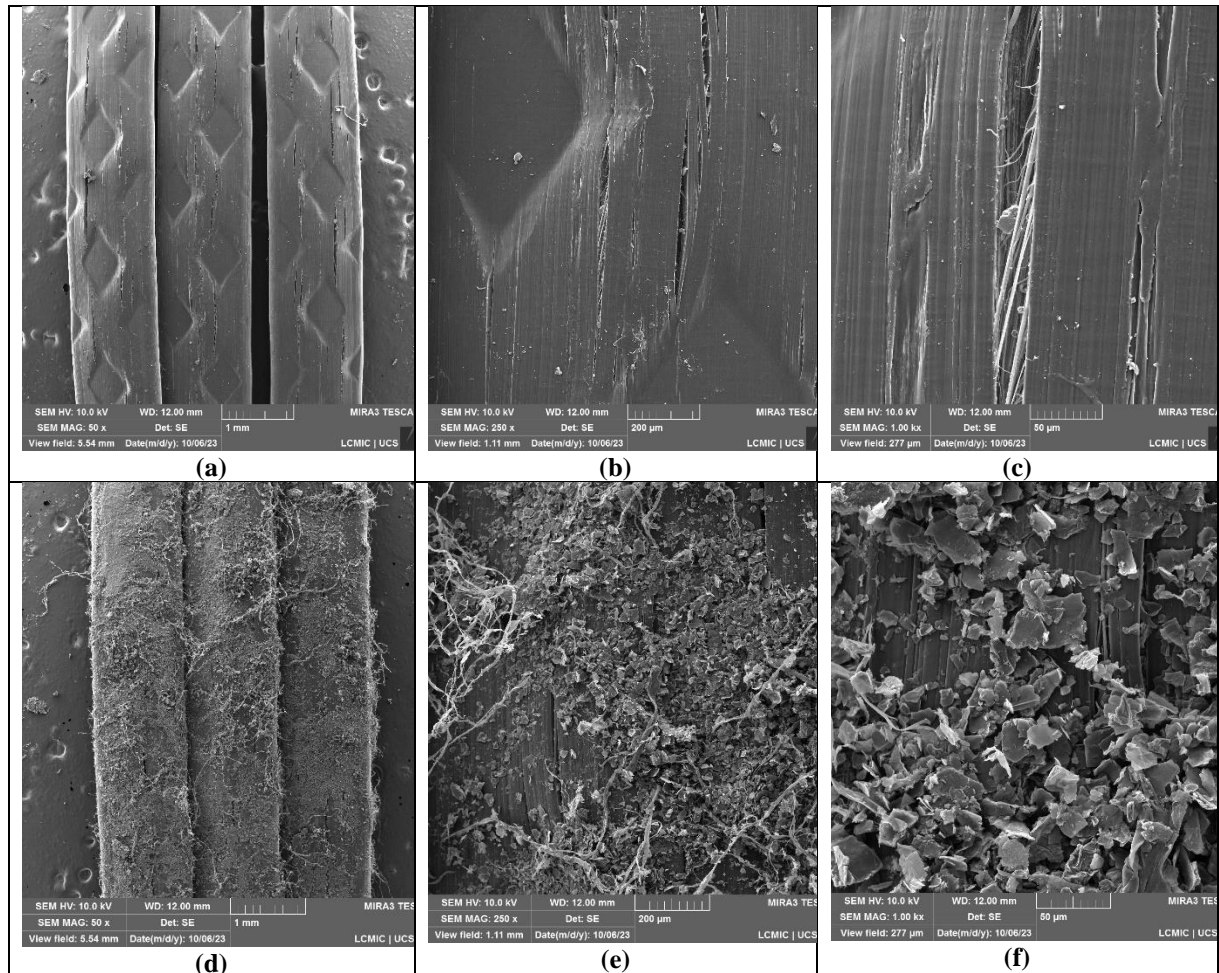


Figura 46. Imagens obtidas por MEV-FEG da macrofibra B. (a) sem tratamento com ampliação de 50x. (b) sem tratamento com ampliação de 250x. (c) sem tratamento com ampliação de 1.000x. (d) com tratamento e ampliação de 50x. (e) com tratamento e ampliação de 250x. (f) com tratamento e ampliação de 1.000x.

Nas micrografias (a), (b) e (c) da Figura 46 são apresentadas as ampliações para macrofibra B sem o tratamento. Observa-se a continuidade do filamento da fibra, também são identificadas ranhuras e fissuras longitudinais na sua superfície da fibra. As micrografias da Figura 46 (d), (e) e (f) identificam a macrofibra B após a realização do tratamento, nas ampliações (d) e (e) se observa a continuidade da camada de revestimento de GO e os enrugamentos na superfície da fibra, já na ampliação (f) são identificadas as nanofolhas de óxido e a sua distribuição na superfície de macrofibra B.

Quanto maior for a deposição de GO na superfície da fibra melhor será a sua interação com a pasta de cimento nos concretos e argamassas reforçados com as fibras. Uma vez que a incorporação acelera a hidratação do cimento, conforme Li *et al.* (2017), aumentando a densidade dos compósitos cimentícios na região com presença da nanopartícula, como sugerem Sanglakpam e Rizwan (2020). O efeito ligante e a densificação da matriz estão diretamente relacionados a qualidade dos produtos de hidratação do cimento Portland, com isso gerando produtos de melhor resistência e durabilidade.

Desta forma, a seguir serão apresentados os resultados de EDS para as macrofibras sintéticas. Na Figura 47 são apresentados os resultados da macrofibra A em amostras sem o tratamento superficial e com o tratamento superficial com GO em diferentes pontos da superfície da amostra.

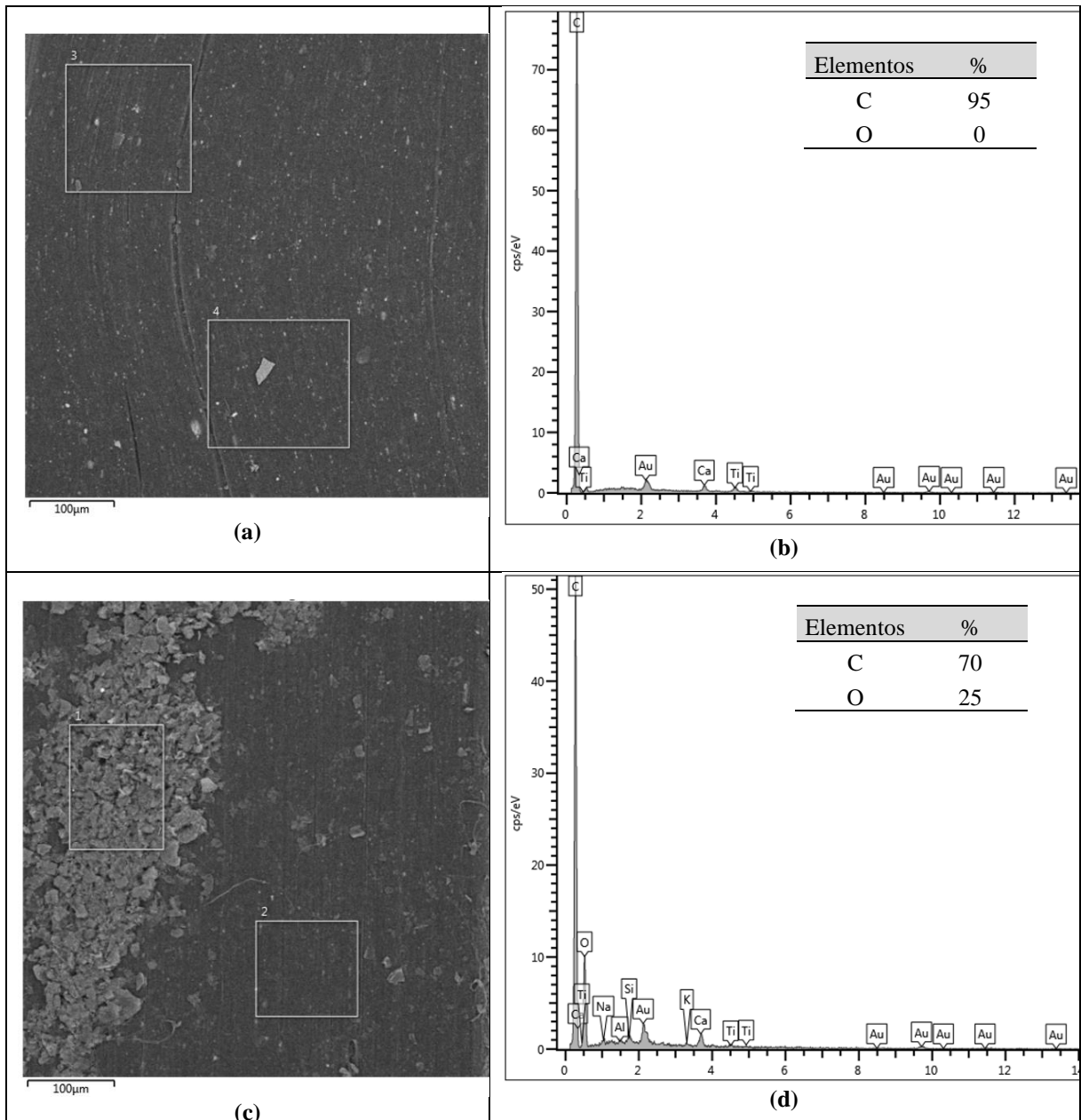


Figura 47. Resultados de EDS para a macrofibra A. (a) micrografia da superfície da fibra sem tratamento destacando os pontos analisados, (b) elementos que compõem os pontos analisados para a fibra sem tratamento, (c) micrografia da superfície da fibra com tratamento destacando os pontos analisados, (d) elementos que compõem os pontos analisados para a fibra com tratamento.

As micrografias (a) e (b) da Figura 47 demonstram a superfície da amostra sem tratamento e os resultados para os pontos selecionados para o espectro. Observa-se uma amostra com elementos homogêneos e predominantemente constituída por C (95 %), uma vez que o polipropileno que constitui a fibra não apresenta grupos oxigenados em sua constituição.

Já nas micrografias das fibras com tratamento Figura 47 (c) e (d) observa-se diferenças entre os pontos 1 e 2 do espectro. Assim, comprova-se a heterogeneidade da superfície já identificada nas micrografias de MEV-FEG. No espectro 1 a razão entre C/O é de 2,8, já no espectro 2 a composição dos elementos foi idêntica a macrofibra sem tratamento.

Essa heterogeneidade superficial, apresentando superfícies lisas e rugosas, pode prejudicar uma futura aplicação em concretos reforçados, como já indicado por Singh, Shukla e Brown (2004). As fibras de polipropileno têm uma ligação fraca com a matriz cimentícia devido à sua superfície lisa, o que não permite o desenvolvimento de atrito suficiente com a matriz, desta forma a modificação superficial das fibras contribuem para uma maior na ligação.

A Figura 48 apresenta os resultados para a macrofibra B em amostras sem o tratamento superficial e com o tratamento superficial, com GO em diferentes pontos da superfície da amostra.

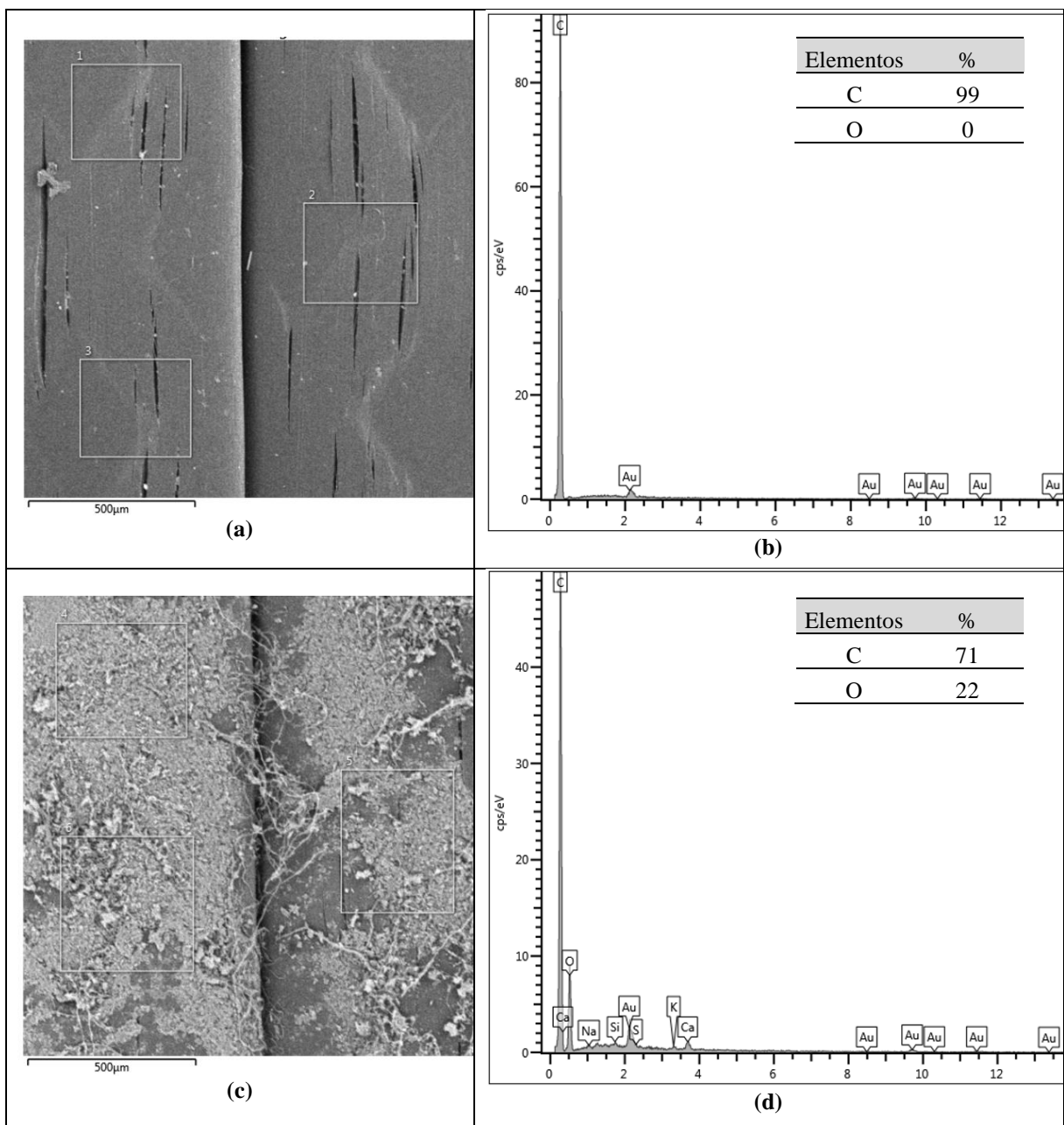


Figura 48. Resultados de EDS para a macrofibra B. (a) micrografia da superfície da fibra sem tratamento destacando os pontos analisados, (b) elementos que compõem os pontos analisados para a fibra sem

tratamento, (c) micrografia da superfície da fibra com tratamento destacando os pontos analisados, (d) elementos que compõem os pontos analisados para a fibra com tratamento.

A Figura 48 (a) e (b) apresentam os resultados para a macrofibra B sem tratamento nos pontos do espectro que demonstram homogeneidade na distribuição dos elementos constituintes, possuindo em média 99 % C, característico de um polímero não reciclado.

Nos espectros das fibras com o tratamento, apresentadas nas Figura 48 (c) e (d), observa-se a presença de O junto as amostras, resultando em uma razão média de C/O igual à 3,22, demonstrando uma melhor interação com a superfície da fibra de polipropileno, por apresentar uma maior quantidade de C em sua superfície.

Ainda pode ser observado na Figura 48 (a) pequenas ranhuras na superfície da macrofibra, o que pode ter contribuído para a deposição de GO durante o tratamento. Lamba, Raj e Singh (2024) indicam que pequenas fissuras na superfície das fibras contribuem no fortalecimento da interface com a matriz.

As análises de MEV-FEG e EDS indicaram os melhores resultados para macrofibra B, apresentando melhor homogeneidade na distribuição de GO na sua superfície e melhores dados quantitativos em relação ao percentual de GO depositado. Os resultados se mostraram promissores para sua aplicação em concretos, podendo contribuir para a produção de materiais mais duráveis. Sendo selecionada para a continuidade da pesquisa na aplicação em concretos estruturais.

5.9 ANÁLISE TÉRMICA POR CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC) DAS MACROFIBRAS ELEITAS PARA UTILIZAÇÃO

Após os ensaios de avaliação da qualidade de deposição observou-se os melhores resultados para a macrofibra B, sendo desenvolvido o ensaio de DSC exclusivamente para essas amostras, que deram continuidade ao desenvolvimento experimental deste trabalho.

Da mesma forma como relatado para as microfibras, os estágios de aquecimento da amostra de macrofibras também demonstraram comportamento semelhante, mantendo o comportamento, com isso, neste Capítulo serão apresentados os valores referentes ao segundo aquecimento das amostras, enquanto o gráfico e os valores para o primeiro aquecimento são apresentados no Apêndice A.

A Figura 49 apresenta as curvas do segundo aquecimento das amostras de macrofibras e, na Tabela 16, são apresentados os valores obtidos durante o ensaio de DSC e utilizados para

determinar o índice de cristalinidade (X_c) das amostras de macrofibras de polipropileno, considerando a temperatura de fusão (T_m), a entalpia de fusão (ΔH_m) e a temperatura de cristalização (T_c).

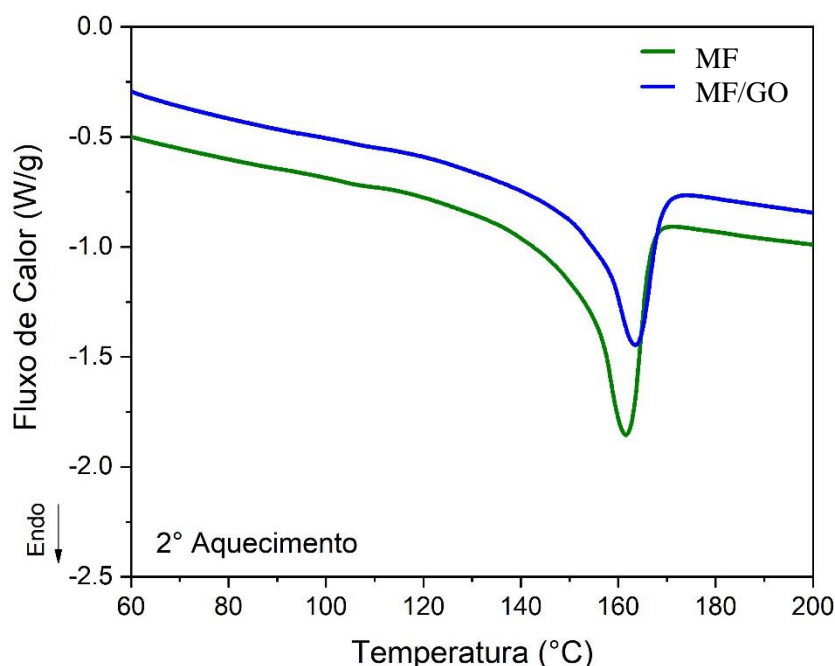


Figura 49. Termogramas de aquecimento DSC das macrofibras .

Tabela 16. Propriedades térmicas das amostras de macrofibras.

Amostra	T_c (°C)	T_{m2} (°C)	ΔH_{m2} (J.g ⁻¹)	X_{c2} (%)
Macrofibra (MF)	114,9	161,6	87,9	42,1
Macrofibra/GO (MF/GO)	113,2	163,5	69,1	33,1

*2 correspondente ao segundo aquecimento.

Ao serem avaliados os resultados obtidos no ensaio de DSC para as amostras de macrofibra, observa-se que as temperaturas de cristalização (T_c) e as temperaturas de fusão (T_m) apresentaram estabilidade quando comparadas.

O mesmo comportamento não é observado para a entalpia de fusão (ΔH_m) e para o índice de cristalinidade (X_c), que apresentaram redução de 21 % quando comparadas as amostras MF e MF/GO, mesma redução encontrada para as microfibras (F e F/GO).

Yılmaz, Özkan e Güner (2024) comentam, ao analisar as propriedades térmicas de amostras de polipropileno, que ao serem adicionadas cargas ao material a quantidade de polímero tende a diminuir, isso reduz os níveis da entalpia de fusão e do índice de cristalização, indo ao encontro com Liu *et al.* (2013) que sugerem que o grafeno interrompe parte das ligações

do polímero, gerando redução na cristalinidade da matriz e conseqüentemente redução das suas propriedades mecânicas, devido a geração de cadeias confinadas não interconectadas.

Por mais que esse comportamento indique alteração nas propriedades mecânicas das macrofibras, que passaram pelo tratamento com GO, essa tendência não se concretizou nos ensaios mecânicos realizados em concretos reforçados com a macrofibra e que poderão ser vistos a seguir.

5.10 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS) DO CONCRETO REFORÇADO COM MACROFIBRA

Para avaliação dos concretos reforçados, foram utilizadas exclusivamente as macrofibras B, realizado o ensaio de arrancamento e, posteriormente as amostras foram preparadas para a realização de MEV-FEG e EDS, com o intuito de identificar os principais elementos e distribuição dos concretos reforçados com macrofibras analisados.

As micrografias de MEV-FEG com ampliações dos concretos reforçados com macrofibras sem tratamento e com tratamento são apresentadas na Figura 50.

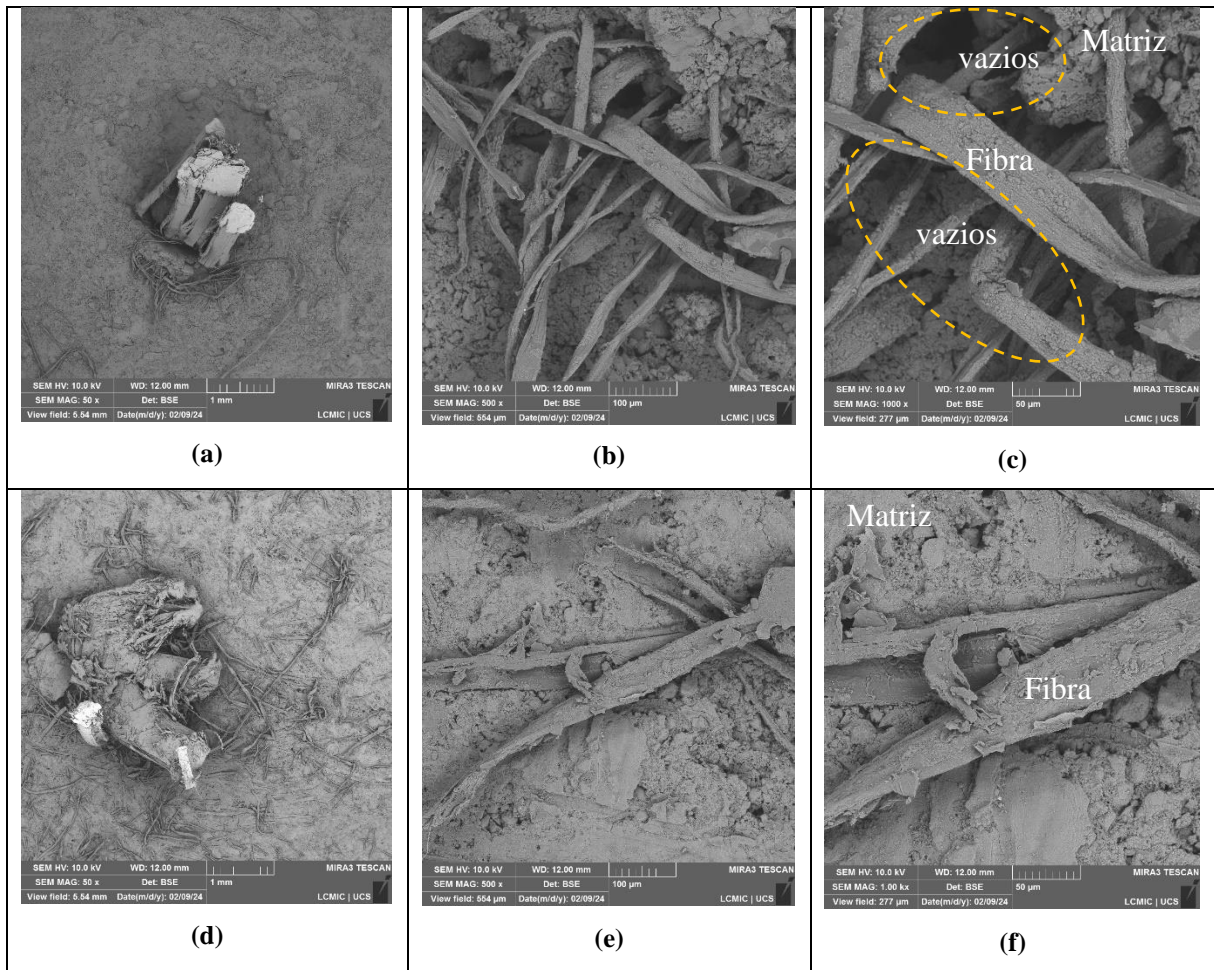


Figura 50. Imagens obtidas por MEV-FEG dos concretos reforçados com macrofibras sem tratamento (MFRC) e com o tratamento (MFRC/GO). (a) sem tratamento com ampliação de 50x. (b) sem tratamento com ampliação de 500x. (c) sem tratamento com ampliação de 1.000x. (d) com tratamento e ampliação de 50x. (e) com tratamento e ampliação de 500x. (f) com tratamento e ampliação de 1.000x.

Nas micrografias (a), (b) e (c) da Figura 50 é possível identificar os concretos produzidos com a macrofibra sem o tratamento superficial com óxido de grafeno. Nota-se a desfiliação da macrofibra, o que pode ser gerado pela tensão de arrancamento gerada durante o ensaio, a formação de vazios entre os fios da macrofibra (c), bem como a formação de vazios entre a fibra e a matriz (c) que aparentemente se formaram pela dificuldade de interação entre a pasta e a fibra.

Garcia-Diaz *et al.*, (2021) também identificaram desalinhamentos das fibras sintéticas utilizadas após o ensaio de arrancamento e concluiu que esse efeito se deve pela forma de sua conformação. A maioria das fibras sintéticas são constituída por filamentos e esses se comportam como fibras individuais dentro do concreto, inclusive com diferentes interações.

As micrografias (d), (e) e (f) da Figura 50 apresentam os concretos reforçados com a macrofibra tratada. Se identificam superfícies com maior homogeneidade, uma menor

quantidade de espaços vazios entre a fibra e a pasta, levando a crer que houve uma melhor interação fibra-matriz graças a presença do GO na superfície da macrofibra. Da mesma forma, assim como o que já é reconhecido na literatura como efeito do tratamento superficial por deposição em microfibras (LU; ZHAO; LU, 2018; LU; YAO; LEUNG, 2019; LI *et al.*, 2022), pode se assemelhar na utilização de macrofibras sintéticas.

Na Figura 51 são apresentados os resultados de EDS com as micrografias analisadas dos concretos reforçados e cinco pontos de cada amostra com os principais elementos identificados.

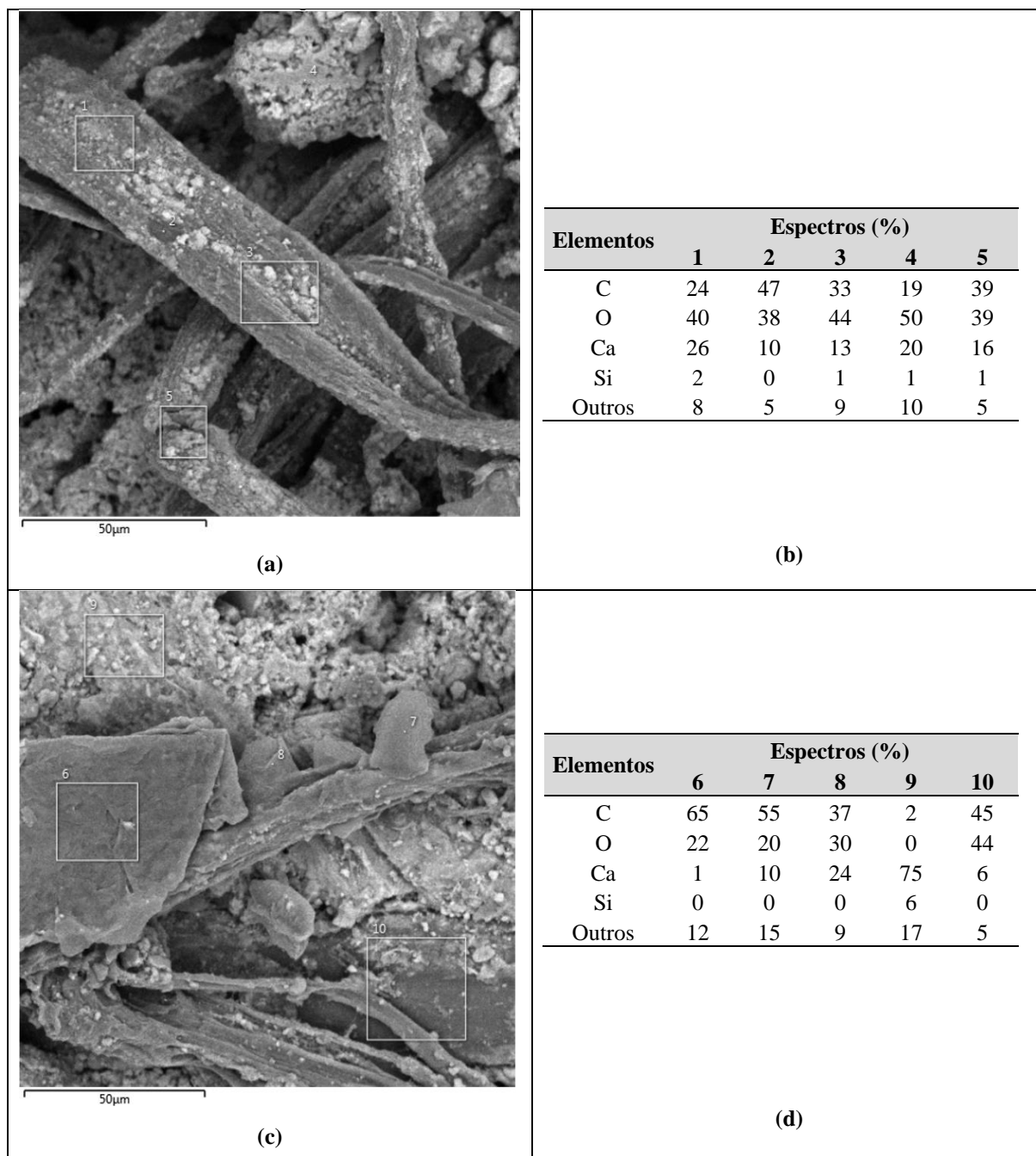


Figura 51. Mapa de identificação dos espectros e seus elementos. (a) Concreto Reforçado com Macrofibra sem tratamento (MFRC). (b) elementos dos espectros para MFRC. (c) Concreto Reforçado com Macrofibra com tratamento de GO (MFRC/GO). (d) elementos dos espectros para MFRC/GO.

Nas Figuras 51 (a) e (b) são identificados os espectros e seus respectivos pontos para amostra de concreto reforçado com fibras em tratamento (MFRC). Para os espectros dos pontos 1, 2, 3 e 5 que se localizam sobre a fibra é apresentada uma concentração de C, O e Ca mais equilibrada, enquanto para o espectro 4 localizado junto à matriz apresenta o maior percentual de O e o menor percentual de C.

Ao analisar a amostra de concreto reforçado com fibra e óxido de grafeno (MFRC/GO) se identifica que os pontos sobre a fibra e na interface (pontos: 6, 7, 8 e 10) apresentam elevada concentração de C e O, elementos presentes na fibra e no GO.

Já no ponto 9, localizando junto à matriz se identifica elevada concentração de Ca, fruto da hidratação do cimento. Lamba, Raj e Singh (2024) indicam que na matriz à base de cimento são identificados silício e cálcio cristalino, o silicato de cálcio hidratado e o hidróxido de cálcio são principais produtos de hidratação.

Comparando as amostras (MFRC e MFRC/GO) observa-se a densificação dos elementos presentes gerados na hidratação do cimento, conforme já relatado por Wang, Jiang e Wu (2016) quando utilizado o GO, assim como pode se constatar anteriormente com a utilização das microfibras por Ceconello e Poletto (2023). Deste modo o GO presente na superfície da fibra contribui na redução de vazios na interface macrofibra-matriz e contribui na hidratação do cimento, fato observado pela presença de Ca na região.

Culminando em uma interação mecânica e química entre a matriz e o seu reforço o que proporcionando uma combinação de ligações e afetam diretamente as propriedades mecânicas (SHAFEI *et al.*, 2021).

5.11 ENSAIO DE ARRANCAMENTO DO CONCRETO REFORÇADO COM MACROFIBRAS

Os resultados extraídos no ensaio de arrancamento são apresentados a seguir, assim como a sua interpretação e relação com o índice de abertura de fissuras. Inicialmente na Figura 51 são apresentadas as curvas geradas, e a nuvem de dados das amostras, para a força de arrancamento *versus* deslocamentos obtidos.

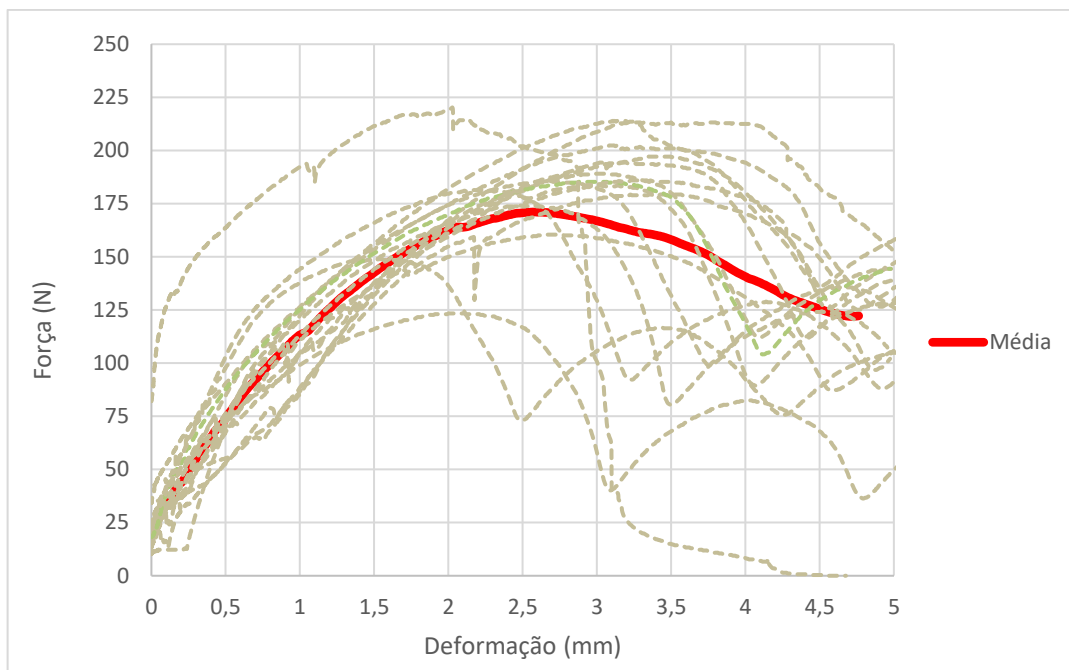


Figura 52. Resultados de força de arrancamento *versus* deformação para macrofibra sem tratamento.

A Figura 52 apresenta a nuvem de dados gerada a partir dos 17 corpos de prova analisados e a média dos dados obtidos no ensaio de arrancamento, para a macrofibra sem tratamento superficial, podendo se identificar a relação entre força de arrancamento (N) e a deformação (mm).

Para os concretos reforçados com a macrofibra sintéticas sem tratamento se identifica a formação de uma onda após o pico de resistência ao arrancamento atingido como é reconhecido na literatura (SIGRÜNER; MUSCAT; STRÜBBE, 2021; YUAN *et al.*, 2024).

Se observa também que os dados apresentam uma maior dispersão em relação à média obtida, a partir da deformação de 2 mm e, a força média máxima se localiza próxima à deformação de 2,5 mm, o que também foi identificado por Rocha, Cardoso e Bitencourt Junior (2023) em sua pesquisa, que a força de arrancamento máxima se deu entre 2,5 e 3 mm de deformação.

Ao utilizar macrofibras sintéticas Rocha, Cardoso e Bitencourt Junior (2023) comentam que, o baixo módulo de elasticidade e a sua hidrofobicidade são responsáveis pela baixa ligação friccional entre a fibra e a matriz. Ainda complementam que a superfície corrugada dessas fibras contribui para uma maior interação com a matriz, o que explica o formato de “onda” no ensaio de resistência ao arrancamento após alcançar o pico.

Na Figura 53 são apresentados os resultados obtidos para a macrofibra com tratamento superficial com óxido de grafeno.

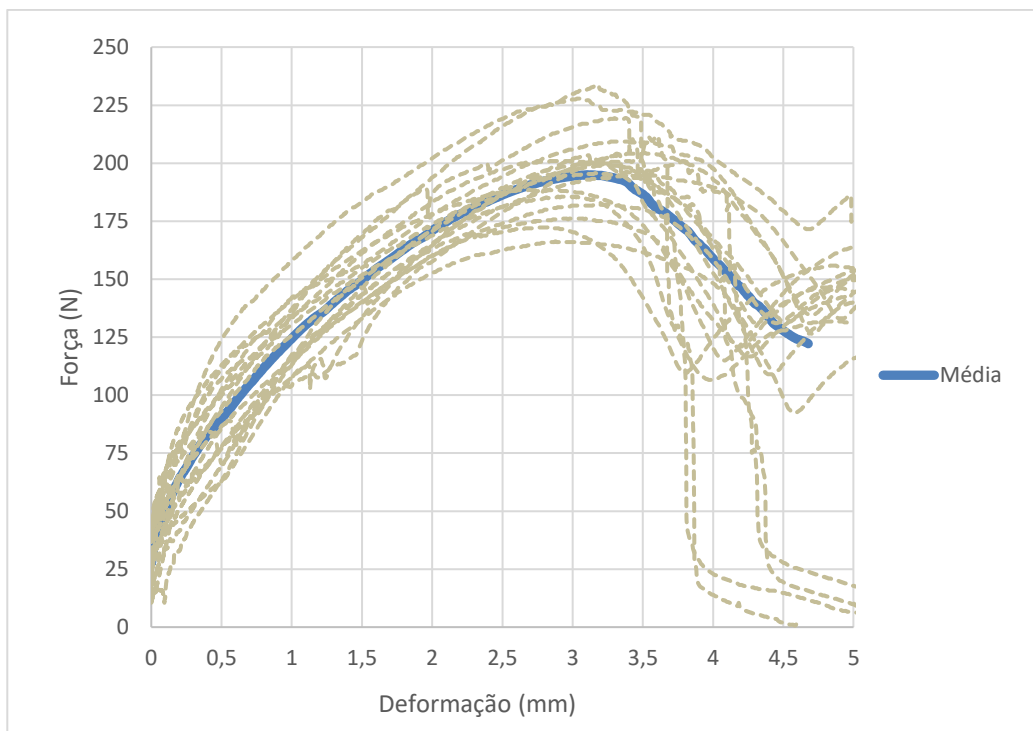


Figura 53. Resultados de força de arrancamento *versus* deformação para macrofibras com tratamento.

A nuvem de dados gerada para os dados da macrofibras com tratamento e a sua média, junto ao gráfico de Força (N) e Deformação (mm) das amostras são apresentadas na Figura 53.

É possível identificar na Figura 53 uma menor dispersão dos dados das amostras até uma deformação de 3,0 mm, seguida pela formação de onda de algumas amostras. Também é observado que a média da tensão máxima de arrancamento se localiza próxima a deformação de 3,0 mm.

As diferenças identificadas nos ensaios de arrancamento das macrofibras sem tratamento e com tratamento podem estar relacionadas a alteração da interface macrofibras-matriz, causando menor dispersão dos resultados e aumento a força de arrancamento e o deslocamento das amostras. Isto está de acordo com os resultados de Garcia-Diaz *et al.* (2021) que indicam ganhos na resistência ao arrancamento para macrofibras que passaram pelo tratamento com modificação superficial.

Os ganhos apresentados podem inclusive alterar os estágios mencionados por Hampe *et al.* (1995) e Sigrüner, Muscat e Strübbe (2021), que ocorrem na realização do ensaio de arrancamento de fibra única para fibras sem tratamento e com o tratamento.

Na Figura 54 é apresentado o comportamento linear do ensaio de arrancamento mencionado por Yuan *et al.* (2024), que compreende o estágio elástico até o valor crítico (τ_m)

e o deslocamento máximo até a queda de resistência (δ_m), considerando o deslocamento da prensa e o relacionando com a abertura de fissuras.

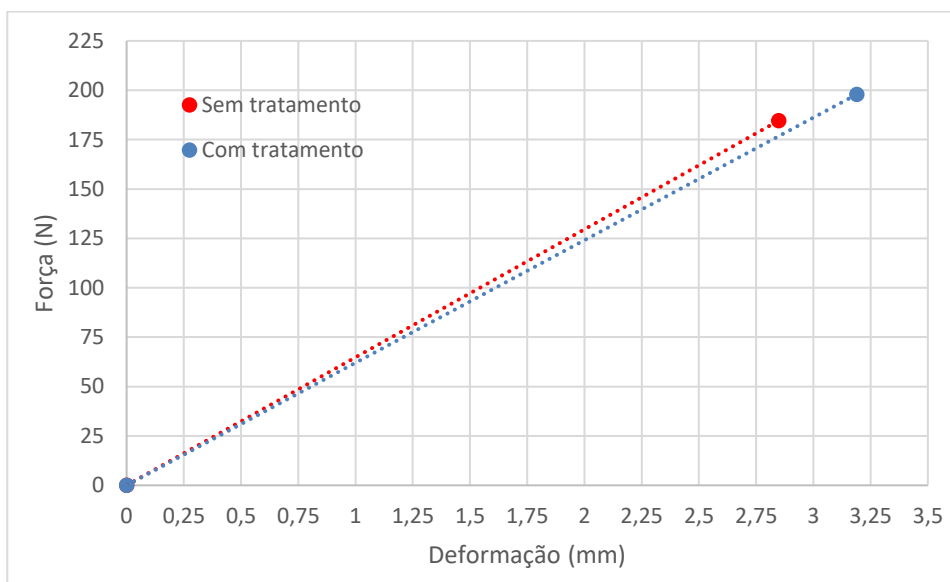


Figura 54. Resultados de força de arrancamento versus deformação para macrofibra com tratamento.

A Figura 54 apresenta o comportamento elástico simplificado para os concretos reforçados com macrofibras com tratamento e sem tratamento, submetidos ao ensaio de arrancamento.

Para as duas amostras, MFRC e MFRC/GO, é apresentada a relação entre Força (N) e Deformação (mm). Ao compararmos as retas geradas é possível identificar a alteração na inclinação da reta para as amostras MFRC/GO, produzindo um ângulo menor que as amostras sem tratamento. A modificação da reta neste regime compreende um acréscimo de resistência ao arrancamento de 7 % e um aumento no deslocamento em 11 %. Refletindo diretamente no comportamento das amostras para todos os estágios já mencionados por Yuan *et al.* (2024), uma vez que amostras que apresentam um maior deslocamento antes da fase de amolecimento (Estágio 2) tendem a aumentar o deslocamento até a fase de desvinculação da interface (Estágio 3) seguindo o modelo tri-linear.

A partir das deformações obtidas nos intervalos 0,5 mm, 1,5 mm, 2,5 mm e 3,5 mm, juntamente com a força de arrancamento (N) dos respectivos deslocamentos, é possível determinar a resistência residual para o controle tecnológico dos concretos reforçados com as macrofibras nos intervalos $f_{R0,5}$, $f_{R1,5}$, $f_{R2,5}$, $f_{R3,5}$. As forças de arrancamento para f_{Rn} , bem como o desvio padrão das amostras são apresentadas na Figura 55.

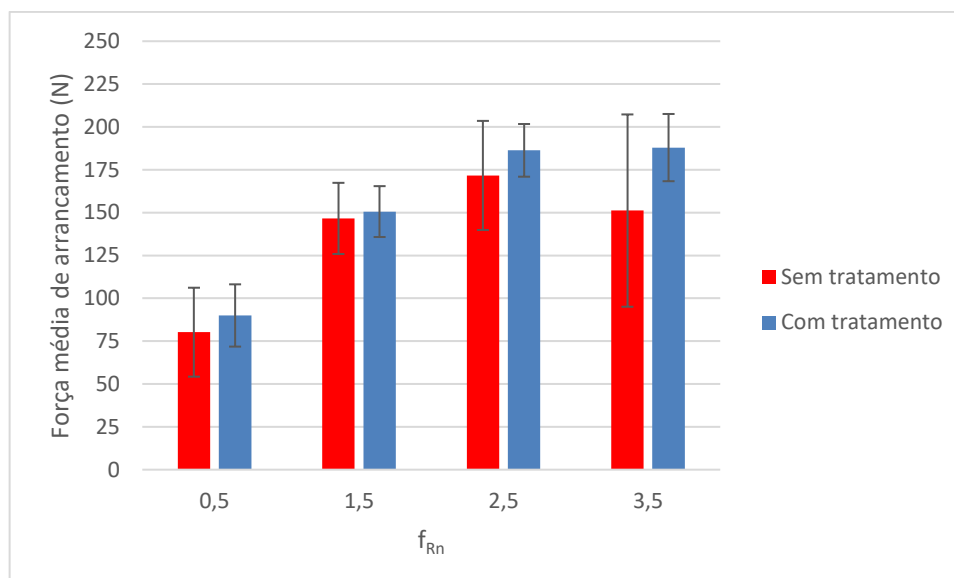


Figura 55. Resultados da força de arrancamento e f_{Rn} para macrofibras sem tratamento e com tratamento.

Na Figura 55 são apresentados os resultados da força de arrancamento para os intervalos f_{Rn} considerando o deslocamento do equipamento e associando esse deslocamento a abertura de fissuras para a macrofibra sem tratamento e com tratamento com GO.

Se observa que quanto maior o deslocamento maior é a força de arrancamento até $f_{R2,5}$ e os resultados obtidos para a macrofibra com tratamento se sobressaem em todos os intervalos analisados, além de apresentarem um menor desvio padrão das amostras entre os grupos.

Essas modificações são decorrentes do processo de tratamento realizado, como indica Hua *et al.* (2024), a alteração da superfície das fibras torna a morfologia interfacial e a resistência de ligação entre as fibras e a matriz de cimento muito mais fortes, explorando intensivamente o potencial de reforço das fibras.

Já no deslocamento $f_{R3,5}$ se observa uma maior diferença entre as amostras analisadas, intervalo o qual a macrofibra com tratamento (MFRC/GO) apresenta maior força de arrancamento, uma vez que o valor crítico (τ_m) deste conjunto de amostras se encontra próximo ao deslocamento de 3,5 mm. Devido à alteração do estágio elástico das amostras MFRC/GO o seu deslocamento máximo até a queda de resistência (δ_m) é de 3,20 mm, enquanto nas amostras MFRC o deslocamento máximo (δ_m) se encontra em 2,85 mm, indicando que para $f_{R3,5}$ as amostras MFRC já se encontram em um estágio de atenuação avançado e com maior redução na sua resistência residual.

Após o deslocamento máximo (δ_m) e proporcionalmente o valor de tensão crítica (τ_m), inicia-se o estágio de atenuação de modo que a sua resistência residual é uma função da tensão de atrito na região da interface fibra-matriz (SIGRÜNER; MUSCAT; STRÜBBE, 2021).

A fim de avaliar os resultados obtidos para os deslocamentos f_{Rn} , foram verificadas as significâncias dos tratamentos, por meio da análise de variância ANOVA com nível de confiança 95 %. As análises entre grupos para cada intervalo se encontram no Apêndice B, o resumo das análises é apresentado na Tabela 17.

Tabela 17. Resumo dos dados de ANOVA.

fR	Sem tratamento		Com tratamento		ANOVA: Entre Grupos	
	Força média (N)	DP (N)	Força média (N)	DP (N)	valor-P	Análise
0,5	80,21	25,95	89,97	18,17	0,204529	Não significativo
1,5	146,61	20,76	150,60	14,84	0,51584	Não significativo
2,5	171,67	31,84	186,32	15,37	0,089467	Não significativo
3,5	151,17	56,11	187,93	19,61	0,013279	Significativo

Na Tabela 17 são apresentados os dados da análise de variância de forma resumida, identificando a força média de arrancamento, o seu desvio padrão, o *valor-P* e a análise entre grupos para cada deformação ou abertura de fissura.

Se identifica que os maiores valores de força de arrancamento estão no grupo com tratamento em todos os deslocamentos, assim como apresentam menores valores para os desvios padrões obtidos. Porém, o tratamento não apresenta diferença significativa para 95 % de confiança nos intervalos $f_{R0,5}$, $f_{R1,5}$, $f_{R2,5}$; há de se ressaltar que para o intervalo $f_{R2,5}$ a análise entre grupos resultou em *valor-P* de 8,9 %, ou seja para uma análise com 90 % de confiança esse valor seria considerado significativo.

Isso se deve pelo fato de que quanto maior for o deslocamento, maior será a diferença entre as amostras (MFRC e MFRC/GO), devido a diferença de inclinação da reta do comportamento elástico, indo ao encontro com a relação tri linear que conduz o comportamento dos compósitos reforçados com fibra já mencionados anteriormente.

Já ao ser analisado o intervalo $f_{R3,5}$, que corresponde a maior abertura de fissura analisada, o tratamento superficial com óxido de grafeno se apresentou significativo, demonstrando a alteração entre os grupos analisados, uma vez que para este deslocamento as amostras MFRC/GO estão muito próximas do seu deslocamento máximo (δ_m), enquanto as amostras MFRC estão a uma distância maior de seu deslocamento máximo (δ_m) e, conseqüentemente, sua força residual depende unicamente da tensão de atrito entre a fibra e a

matriz, que se apresenta fragilizada devido a deformação avançada, potencializada pela superfície lisa da macrofibra sem tratamento.

5.12 DETERMINAÇÃO DA TENSÃO DE CISALHAMENTO DO CONCRETO REFORÇADO COM MACROFIBRAS

A partir dos valores da força de arrancamento que foram obtidos e os dados de caracterização das macrofibras, foi possível identificar o seu diâmetro efetivo, e determinar a tensão de cisalhamento residual para cada abertura de fissura correspondente, o que pode contribuir para o dimensionamento de concretos reforçados com macrofibras.

Os valores da tensão de cisalhamento média residual e o desvio padrão para cada abertura de fissura são apresentados na Figura 56, e a linha de tendência gerada com os dados de tensão de cisalhamento para as amostras é apresentada na Figura 57.

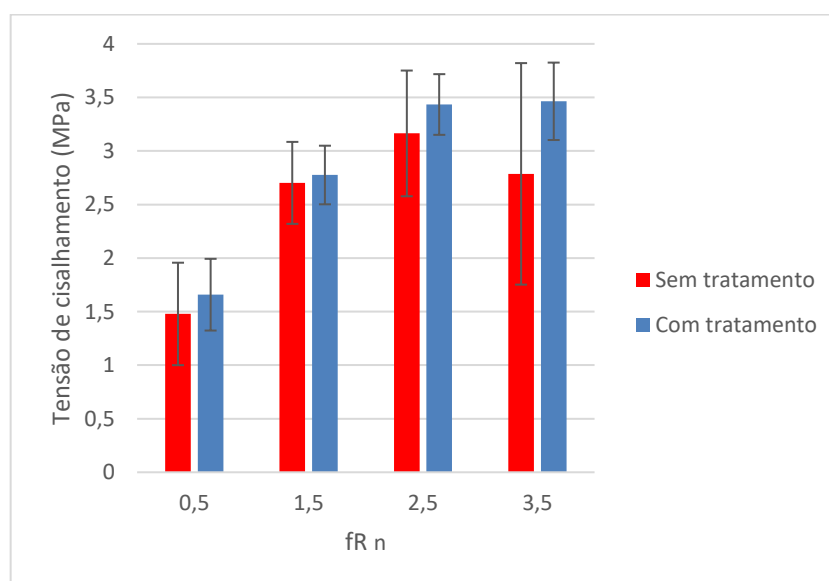


Figura 56. Tensão de cisalhamento e fR_n para macrofibras sem tratamento e com tratamento.

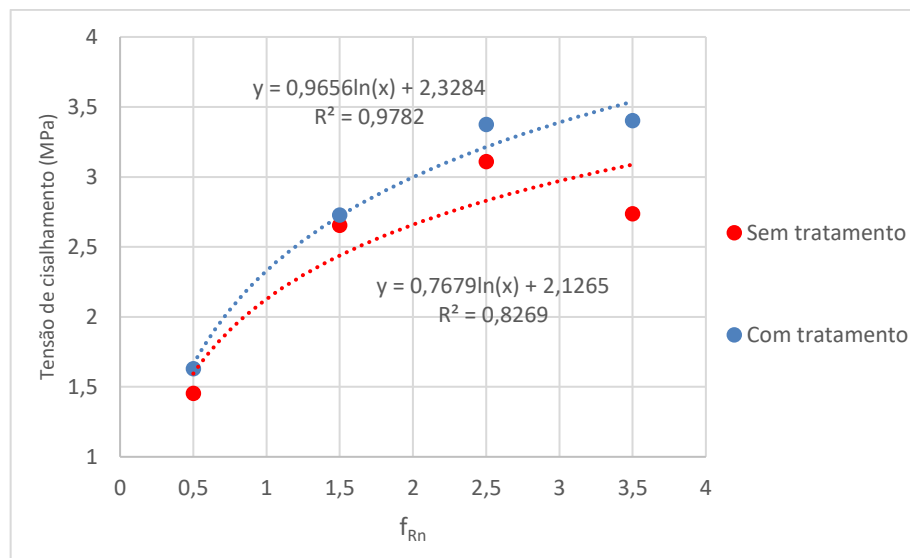


Figura 57. Linha de tendência da tensão de cisalhamento e f_{Rn} para macrofibras sem tratamento e com tratamento.

A resistência ao cisalhamento residual é um índice eficaz para analisar o efeito benéfico da fibra no desempenho ao cisalhamento pós-fissuração (AHMAD *et al.*, 2020), uma vez que a presença de fibras aumenta a resistência ao cisalhamento do concreto (HE; BIOLZI; CARVELLI, 2024).

Na Figuras 56 pode se identificar que o tratamento superficial realizado nas macrofibras também podem contribuir para o aumento da tensão de cisalhamento residual, nos intervalos $f_{R0,5}$, $f_{R1,5}$, $f_{R2,5}$ os ganhos giram entorno de 3 % a 11 %, porém para o deslocamento $f_{R3,5}$, onde o desenvolvimento da fissuração é maior e a tensão de cisalhamento residual está diretamente relacionada ao atrito entre a fibra e a matriz, esse ganho chega a 20 %.

É identificado na linha de tendência das amostras, apresentado na Figura 57, que quanto maior for a abertura de fissura, maior é o distanciamento entre as amostras sem tratamento e com tratamento. Quando são analisadas as equações geradas para o desenvolvimento da linha de tendência, é observado que a equação correspondente as macrofibras com tratamento gerou um coeficiente de correlação de 97,8 %, enquanto a equação correspondente as macrofibras sem tratamento gerou um coeficiente de 82,6 %, demonstrando que as macrofibras com tratamento geram uma menos dispersão nas amostras ao longo dos intervalos analisados, além de gerar tensões de cisalhamento superiores.

As diferenças mencionadas acima podem ser observadas na Tabela 18 que resume os valores de ANOVA. As análises entre grupos para cada intervalo se encontram no Apêndice C.

Tabela 18. Dados da ANOVA para tensão de cisalhamento.

fR	Sem tratamento		Com tratamento		ANOVA: Entre Grupos	
	Tensão de Cisalhamento (MPa)	DP (MPa)	Tensão de Cisalhamento (MPa)	DP (MPa)	valor-P	Análise
0,5	1,48	0,48	1,66	0,33	0,204529346	Não significativo
1,5	2,70	0,38	2,78	0,27	0,515839621	Não significativo
2,5	3,16	0,59	3,43	0,28	0,089466687	Não significativo
3,5	2,79	1,03	3,46	0,36	0,013279373	Significativo

A Tabela 18 apresenta os valores da tensão de cisalhamento das amostras para cada intervalo que corresponde a abertura de fissura. Como esse dado é calculado por meio de duas constantes (diâmetro da fibra e comprimento embebido) os valores apresentados seguem o comportamento apresentado na Tabela 17. Porém é possível identificar a tensão de cisalhamento residual média para os intervalos $f_{R0,5}$, $f_{R1,5}$, $f_{R2,5}$, $f_{R3,5}$.

6 CONCLUSÃO

Essa pesquisa buscou avaliar os efeitos do uso de óxido de grafeno como recobrimento superficial em fibras sintéticas, para utilização em concretos reforçados com fibra, compreendendo o processo de beneficiamento de microfibras e macrofibras, bem como o seu efeito junto a matriz. Ao término das duas etapas, pode-se compreender melhor a interação do fibra-GO-matriz e suas melhorias em ambas as fibras avaliadas.

A deposição superficial de óxido de grafeno pelo método de ultrassonificação é mais eficiente quando a solução é aquecida a uma temperatura de 80 °C. Isto aumenta a relação C/O em 47 % em comparação com a microfibras não tratada, indicando maior deposição de óxido.

Ao analisar a microestrutura das misturas de concreto reforçadas com microfibras, os resultados apresentados indicam diferentes formações dos produtos de hidratação do cimento próximos à matriz e a zona de transição fibra-matriz, apresentando uma redução de vazios na região causada pela presença de produtos de hidratação e nanofolhas de óxido de grafeno.

Quando o GO é adicionado como nanocarga às misturas, ele se dispersa na mistura e atua sobre as partículas de cimento de forma homogênea e na formação de C-S-H interno e externo. Porém, com o tratamento realizado nas fibras sintéticas, o GO é induzido a atuar em sua superfície, o que contribui para atingir o ponto mais sensível das misturas, a zona de transição fibra-matriz, criando pontos de nucleação nesta área e irradiando produtos de hidratação mais complexos e com melhor cristalinidade, adensando a região, o que gera produtos com menor interação com água e conseqüentemente concreto com maior durabilidade.

Ao avaliar as propriedades físicas do concreto, pode-se observar que o concreto com adição de microfibras (FRC e FRC/GO) teve redução na resistência à compressão, já a resistência à tração por flexão das amostras permaneceu próxima a amostra com microfibras sem tratamento, mesmo com a identificação que o tratamento causou redução do índice de cristalinidade no polímero da fibra e conseqüentemente causando a redução de suas propriedades mecânicas. A interação com a água nas amostras foi modificada, reduzindo a absorção de água por ação capilar em até 62 %, representada pelo seu coeficiente, e aumentando a altura capilar das amostras contendo óxido de grafeno.

Já na avaliação da deposição de óxido de grafeno nas macrofibras sintéticas é possível identificar que existem diferenças na deposição dependendo das características da fibra. A macrofibras B, com maior teor de C na sua composição, apresentou maior homogeneidade de GO na deposição superficial e uma relação C/O, 13 % a mais em relação a macrofibras A.

A microestrutura dos concretos reforçados com macrofibras indica alterações com a presença de GO na superfície das fibras, como a redução de vazios junto a interface macrofibra-matriz e a redução do desalinhamento das macrofibras, o que também pode ser observado durante o ensaio de arrancamento, de modo que as macrofibras tratadas apresentaram uma maior resistência ao longo dos deslocamentos analisados, obtendo o melhor comportamento para um deslocamento de 3,5 mm. A melhora no comportamento mecânico de tração ao arrancamento foi observado para as amostras MFRC/GO, apesar de se identificado que o tratamento superficial altera o índice de cristalinidade da macrofibra e, por consequência, tende a reduzir sua resistência à tração.

Ao final pode-se calcular a tensão de cisalhamento das macrofibras sintéticas para os deslocamentos $f_{R0,5}$, $f_{R1,5}$, $f_{R2,5}$ e $f_{R3,5}$, o que pode contribuir no projeto de dimensionamento de concretos reforçados com fibra.

Por fim identificou-se que o uso do óxido de grafeno como recobrimento superficial em fibras sintéticas possui um campo promissor para investigação uma vez que, para microfibras e macrofibras, o óxido melhora a interação entre a fibra e a matriz o que pode representar um uso mais eficiente contribuindo para a durabilidade dos concretos reforçados com fibras.

6.1 TRABALHOS FUTUROS

Como possíveis temas para trabalhos futuros sobre concretos reforçados com fibras tratadas com óxido de grafeno podem ser abordados:

- a) Análise da porosidade e determinação da área superficial da zona de transição fibra-matriz;
- b) Determinar a influência entre as propriedades mecânicas da fibra e a interação com a matriz compreendidos no esforço de arrancamento;
- c) A avaliação de concretos reforçados com fibras híbridas, utilizando microfibras e macrofibras com e sem o tratamento de óxido de grafeno por deposição;
- d) Análise de concretos híbridos em diferentes resistências da matriz cimentícia;
- e) A avaliação da durabilidade de concretos reforçados com fibras híbridas que passaram por tratamento por deposição com óxido de grafeno.

REFERÊNCIAS

ABBAS, Safeer; SOLIMAN, Ahmed M.; NEHDI, Moncef L.. Exploring mechanical and durability properties of ultra-high performance concrete incorporating various steel fiber lengths and dosages. *Construction And Building Materials*, [S.L.], v. 75, p. 429-441, jan. 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.11.017>.

AHMAD, Subhan; BHARGAVA, Pradeep; CHOURASIA, Ajay; USMANI, Asif. Effect of elevated temperatures on the shear-friction behaviour of concrete: experimental and analytical study. *Engineering Structures*, [S.L.], v. 225, p. 111305, dez. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.engstruct.2020.111305>.

ALBERTI, M.G.; ENFEDAQUE, A.; GÁLVEZ, J.C.; FERRERAS, A.. Pull-out behaviour and interface critical parameters of polyolefin fibres embedded in mortar and self-compacting concrete matrixes. *Construction And Building Materials*, [S.L.], v. 112, p. 607-622, jun. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.128>.

ALEX, Aleena; ILANGO, Nirrupama Kamala; GHOSH, Pijush. Interface Microstructure–Based Mechanical Property Evaluation of C-S-H. *Journal Of Materials In Civil Engineering*, [S.L.], v. 35, n. 2, p. 1-14, fev. 2023. American Society of Civil Engineers (ASCE). [http://dx.doi.org/10.1061/\(asce\)mt.1943-5533.0004581](http://dx.doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0004581).

ARAÚJO JUNIOR, A. G. de; VALE, A. E.; AZEVEDO, A. G. de S.; STRECKER, K.. Estudo do reaproveitamento do cimento Portland de alta resistência inicial. *Cerâmica*, [S.L.], v. 63, n. 365, p. 58-64, mar. 2017. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132017633652052>.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12142: Concreto-Determinação da resistência à tração na flexão de corpos de prova prismáticos. Rio de Janeiro: ABNT, 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5739: Concreto - Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro: ABNT, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5738: Concreto - Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova. Rio de Janeiro: ABNT, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 8953: Concreto para fins estruturais - Classificação pela massa específica, por grupos de resistência e consistência. Rio de Janeiro: ABNT, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 16697: Cimento Portland - Requisitos. Rio de Janeiro: ABNT, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13276: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro: ABNT, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7211: Agregados para concreto - Especificação. Rio de Janeiro: ABNT, 2009.

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 16916: Agregado miúdo - Determinação da densidade e da absorção de água. Rio de Janeiro: ABNT, 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 16972: Agregados - Determinação da massa unitária e do índice de vazios. Rio de Janeiro: ABNT, 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 11768-1: Aditivos químicos para concreto de cimento Portland Parte 1: Requisitos. Rio de Janeiro: ABNT, 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13279: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão. Rio de Janeiro: ABNT, 2005.

BARROS, J. A. O.; CUNHA, V. M. C. F.; RIBEIRO, A. F.; ANTUNES, J. A. B.. Post-cracking behaviour of steel fibre reinforced concrete. *Materials And Structures*, [S.L.], v. 38, n. 1, p. 47-

56, jan. 2005. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/bf02480574>.

BIRICIK, Hasan; SARIER, Nihal. Comparative study of the characteristics of nano silica - , silica fume - and fly ash - incorporated cement mortars. *Materials Research*, [S.L.], v. 17, n. 3, p. 570-582, 9 maio 2014. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1516-14392014005000054>.

BHATTACHARYA, SOMESHWAR & CHAUDHARI, DR. SATYAJEET. (2014). Study on Structural, Mechanical and Functional Properties of Polyester Silica Nanocomposite Fabric. *International Journal of Pure and Applied Sciences and Technology*. 21. 43-52.

CAMPS, JP; LAPLANCHE, A.; AL RIM, K. Corrosão do concreto por agentes sequestrantes de detergentes. In: *Proteção do Concreto: Anais da Conferência Internacional*, Universidade de Dundee, setembro de 1990. CRC Press, 1990. p. 55.

CAMPOS NETO, T. F.; GEYER, A. L. B.. Effects of using chemical admixture with nanosilica in the consistency and mechanical strength of concrete. *Revista Ibracon de Estruturas e Materiais*, [S.L.], v. 12, n. 2, p. 371-385, abr. 2019. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1983-41952019000200009>.

CECCONELLO, Vinício; POLETTO, Matheus. Assessment of graphene oxide coated polyester fiber reinforced cementitious composites. *Journal Of Materials Research And Technology*, [S.L.], v. 27, p. 8216-8227, nov. 2023. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.11.266>.

CHEN, Da; FENG, Hongbin; LI, Jinghong. Graphene Oxide: preparation, functionalization, and electrochemical applications. *Chemical Reviews*, [S.L.], v. 112, n. 11, p. 6027-6053, 14 ago. 2012. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/cr300115g>.

CHOUGAN, Mehdi; LAMASTRA, Francesca Romana; BOLLI, Eleonora; CASCHERA, Daniela; KACIULIS, Saulius; MAZZUCA, Claudia; MONTESPERELLI, Giampiero; GHAFFAR, Seyed Hamidreza; AL-KHEETAN, Mazen J.; BIANCO, Alessandra. Extra-Low Dosage Graphene Oxide Cementitious Nanocomposites: a nano- to macroscale approach.

Nanomaterials, [S.L.], v. 11, n. 12, p. 3278, 2 dez. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/nano11123278>.

CHOUGAN, Mehdi; LAMASTRA, Francesca Romana; CASCHERA, Daniela; KACIULIS, Saulius; BOLLI, Eleonora; MAZZUCA, Claudia; GHAFFAR, Seyed Hamidreza; AL-KHEETAN, Mazen J.; MONTESPERELLI, Giampiero; BIANCO, Alessandra. Cementitious nanocomposites engineered with high-oxidized graphene oxide: spotting the nano to macro correlation. *Ceramics International*, [S.L.], v. 49, n. 1, p. 964-973, jan. 2023. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.09.070>.

DIAS, Dainer Marçal; CALMON, João Luiz; VIEIRA, Geilma Lima. Polymeric fiber reinforced concrete exposed to fire. *Revista Alconpat*, [S.L.], v. 10, n. 1, p. 36-52, 30 dez. 2019. Alconpat Internacional. <http://dx.doi.org/10.21041/ra.v10i1.426>.

DING, Yining; KUSTERLE, Wolfgang. Compressive stress–strain relationship of steel fibre-reinforced concrete at early age. *Cement And Concrete Research*, [S.L.], v. 30, n. 10, p. 1573-1579, out. 2000. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/s0008-8846\(00\)00348-3](http://dx.doi.org/10.1016/s0008-8846(00)00348-3).

DU, Jiang; MENG, Weina; KHAYAT, Kamal H.; BAO, Yi; GUO, Pengwei; LYU, Zhenghua; ABU-OBEIDAH, Adi; NASSIF, Hani; WANG, Hao. New development of ultra-high-performance concrete (UHPC). *Composites Part B: Engineering*, [S.L.], v. 224, p. 109220, nov. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.109220>.

EHRENBRING, Hinoel Z.; QUININO, Uziel C. de Medeiros; OLIVEIRA, Luis F. S.; TUTIKIAN, Bernardo F.. Experimental method for investigating the impact of the addition of polymer fibers on drying shrinkage and cracking of concretes. *Structural Concrete*, [S.L.], v. 20, n. 3, p. 1064-1075, 25 fev. 2019. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/suco.201800228>.

EHRENBRING, Hinoel Zamis; TUTIKIAN, Bernardo Fonseca; QUININO, Uziel Cavalcanti de Medeiros. Análise comparativa da retração por secagem de concretos com fibras novas e recicladas de poliéster. *Ambiente Construído*, [S.L.], v. 18, n. 3, p. 195-209, set. 2018. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1678-86212018000300276>.

EL-HANAFY, Ahmed M.; ALHARTHY, Samiha E.; ANWAR, Ahmed M.. Behavior of Concrete Slabs Reinforced by Different Geosynthetic Materials. *Hbrc Journal*, [S.L.], v. 18, n. 1, p. 107-121, 26 jul. 2022. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/16874048.2022.2097363>.

FANTINEL, Lucas Antônio. Avaliação do uso de adsorventes a base de óxido de grafeno e celulose para a remoção de íons cromo hexavalente de soluções aquosas. Dissertação (Mestrado) - Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias, 2021.

GARCIA-DIAZ, Yineth; TORRES-ORTEGA, Ramon; TOVAR, Candelaria Tejada; QUIÑONES-BOLAÑOS, Edgar; SABA, Manuel. Characterization of pull-out behavior in the fiber–mortar interface with superficial treatments. *Construction And Building Materials*, [S.L.], v. 303, p. 124474, out. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124474>.

HAMPE, A.; KALINKA, G.; MERETZ, S.; SCHULZ, E.. An advanced equipment for single-fibre pull-out test designed to monitor the fracture process. *Composites*, [S.L.], v. 26, n. 1, p. 40-46, jan. 1995. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/0010-4361\(94\)p3628-e](http://dx.doi.org/10.1016/0010-4361(94)p3628-e).

HOGHOGHIFARD, SEDIGHEH & MOKHTARI, HOSSEIN & DEGHANI, SAJJAD. (2015). Improving the conductivity of polyaniline- coated polyester textile by optimizing the synthesis conditions. *Journal of Industrial Textiles*. 46. 1-13. 10.1177/1528083715594981.

HOU, Dongshuai; ZHENG, Heping; WANG, Pan; WAN, Xiaomei; WANG, Muhan; WANG, Hongbo. Molecular insight in the wetting behavior of nanoscale water droplet on CSH surface: effects of ca/si ratio. *Applied Surface Science*, [S.L.], v. 587, p. 152811, jun. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2022.152811>.

HUA, Xianle; HAN, Kailu; LIN, Zhihao; YIN, Bing; WANG, Pan; QI, Dongmei; HOU, Dongshuai; CHEN, Jizhou. Modification of in-situ polymerization of acrylamide and synergies with fiber in enhancing cement-based composite. *Journal Of Building Engineering*, [S.L.], v. 85, p. 108605, maio 2024. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jobbe.2024.108605>.

JIANG, Wenguang; LI, Xiangguo; LV, Yang; ZHOU, Mingkai; LIU, Zhuolin; REN, Zhaofeng; YU, Zhuqing. Cement-Based Materials Containing Graphene Oxide and Polyvinyl Alcohol Fiber: mechanical properties, durability, and microstructure. *Nanomaterials*, [S.L.], v. 8, n. 9, p. 638, 21 ago. 2018. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/nano8090638>.

KHAYAT, Kamal Henri; MENG, Weina; VALLURUPALLI, Kavya; TENG, Le. Rheological properties of ultra-high-performance concrete — An overview. *Cement And Concrete Research*, [S.L.], v. 124, p. 105828, out. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105828>.

KASZTELAN, M. et al. Ammonia modified graphene oxide – Gold nanoparticles composite as a substrate for surface enhanced Raman spectroscopy. *Applied surface science*, v. 554, 2021.

LAMASTRA, Francesca Romana; MONTEPERELLI, Giampiero; GALVANETTO, Emanuele; CHOUGAN, Mehdi; GHAFFAR, Seyed Hamidreza; AL-KHEETAN, Mazen J.; BIANCO, Alessandra. An Insight into Durability, Electrical Properties and Thermal Behavior of Cementitious Materials Engineered with Graphene Oxide: does the oxidation degree matter?. *Nanomaterials*, [S.L.], v. 13, n. 4, p. 726, 14 fev. 2023. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/nano13040726>.

LAMBA, N; RAJ, R; SINGH, P. Feasibility of Recycled Carbon Fiber-Reinforced Polymer Fibers in Cementitious Composites: An Experimental Investigation. *Arab J Sci Eng* (2024). <https://doi.org/10.1007/s13369-024-08712-4>

LI, L., CAO, M., LI, Z., ZHANG, W., SHI, D., & SHI, K. Uniaxial tensile behavior and mechanism characterization of multi-scale fiber-reinforced cementitious materials . *Materiales De Construcción*, 72 (345), e271(2022). <https://doi.org/10.3989/mc.2022.05521>

LI, Xiangyu; LU, Zeyu; CHUAH, Samuel; LI, Wengui; LIU, Yanming; DUAN, Wen Hui; LI, Zongjin. Effects of graphene oxide aggregates on hydration degree, sorptivity, and tensile splitting strength of cement paste. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, [S.L.], v. 100, p. 1-8, set. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.05.002>.

LI, Xiangyu; LIU, Yan Ming; LI, Wen Gui; LI, Chen Yang; SANJAYAN, Jay G.; DUAN, Wen Hui; LI, Zongjin. Effects of graphene oxide agglomerates on workability, hydration, microstructure and compressive strength of cement paste. *Construction And Building Materials*, [S.L.], v. 145, p. 402-410, ago. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.04.058>.

LI, Zhipeng; ZHANG, Zhigang; FEI, Ming-En; SHI, Xianming. Upcycling waste mask PP microfibers in portland cement paste: surface treatment by graphene oxide. *Materials Letters*, [S.L.], v. 318, p. 132238, jul. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2022.132238>.

LIU, Bao; WANG, Liguu; PAN, Ganghua; LI, Dongxu. Dispersion of graphene oxide modified polycarboxylate superplasticizer in cement alkali solution for improving cement composites. *Journal Of Building Engineering*, [S.L.], v. 57, p. 104860, out. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jobee.2022.104860>.

LIU, Hai-Hui; PENG, Wei-Wei; HOU, Li-Chen; WANG, Xue-Chen; ZHANG, Xing-Xiang. The production of a melt-spun functionalized graphene/poly(ϵ -caprolactam) nanocomposite fiber. *Composites Science And Technology*, [S.L.], v. 81, p. 61-68, jun. 2013. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2013.04.005>.

LU, Zeyu; YAO, Jie; LEUNG, Christopher K.y.. Using graphene oxide to strengthen the bond between PE fiber and matrix to improve the strain hardening behavior of SHCC. *Cement And Concrete Research*, [S.L.], v. 126, p. 105899, dez. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105899>.

LU, Zeyu; YU, Jiao; YAO, Jie; HOU, Dongshuai. Experimental and molecular modeling of polyethylene fiber/cement interface strengthened by graphene oxide. *Cement And Concrete Composites*, [S.L.], v. 112, p. 103676, set. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2020.103676>.

LÓPEZ-BUENDÍA, Angel M.; ROMERO-SÁNCHEZ, María Dolores; CLIMENT, Verónica; GUILLEM, Celia. Surface treated polypropylene (PP) fibres for reinforced concrete. *Cement*

And Concrete Research, [S.L.], v. 54, p. 29-35, dez. 2013. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.08.004>.

MARTINIE, Laetitia; ROSSI, Pierre; ROUSSEL, Nicolas. Rheology of fiber reinforced cementitious materials: classification and prediction. Cement And Concrete Research, [S.L.], v. 40, n. 2, p. 226-234, fev. 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.08.032>.

MENEZES, Raquel Maria Rocha Oliveira; COSTA, Leonardo Martins; TAVARES, Ludmila Rodrigues Costa; BEZERRA, Augusto Cesar da Silva; AGUILAR, Maria Teresa Paulino. Efeito do teor de água e tamanho de partícula na decomposição térmica de pastas de cimento moídas. Matéria (Rio de Janeiro), [S.L.], v. 25, n. 1, p. 1-12, 2020. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620200001.0888>.

MERLI, Roberto; PREZIOSI, Michele; ACAMPORA, Alessia; LUCCHETTI, Maria Claudia; PETRUCCI, Elisabetta. Recycled fibers in reinforced concrete: a systematic literature review. Journal Of Cleaner Production, [S.L.], v. 248, p. 119207, mar. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.119207>.

MISHRA, Santosh; WAN-WENDNER, Roman; PRETE, Clementina del; MAZZOTTI, Claudio; BURATTI, Nicola. Numerical study on the behavior of polypropylene fiber reinforced concrete subjected to moderate temperature variations using LDPM theory. Construction And Building Materials, [S.L.], v. 417, p. 135424, fev. 2024. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.135424>.

NEVES, T. F. et al. Influence of Adsorbent/Adsorbate Interactions on the Removal of Cationic Surfactants from Water by Graphene Oxide. Water air and soil pollution, v. 231, n. 6, 2020.

NOH, Hyeon Woo; TRUONG, Van Doan; CHO, Jae Yeol; KIM, Dong Joo. Dynamic increase factors for fiber-reinforced cement composites: a review. Journal Of Building Engineering, [S.L.], v. 56, p. 104769, set. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.job.2022.104769>.

OLIVIER, Gerhard; COMBRINCK, Riaan; KAYONDO, Muzafalu; BOSHOFF, William P.. Combined effect of nano-silica, super absorbent polymers, and synthetic fibres on plastic

shrinkage cracking in concrete. *Construction And Building Materials*, [S.L.], v. 192, p. 85-98, dez. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.102>.

PAN, Zhu; HE, Li; QIU, Ling; KORAYEM, Asghar Habibnejad; LI, Gang; ZHU, Jun Wu; COLLINS, Frank; LI, Dan; DUAN, Wen Hui; WANG, Ming Chien. Mechanical properties and microstructure of a graphene oxide–cement composite. *Cement And Concrete Composites*, [S.L.], v. 58, p. 140-147, abr. 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.02.001>.

PARVINZADEH, Mazeyar; EBRAHIMI, Izadyar. Atmospheric air-plasma treatment of polyester fiber to improve the performance of nanoemulsion silicone. *Applied Surface Science*, [S.L.], v. 257, n. 9, p. 4062-4068, fev. 2011. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.11.175>.

PINTOS, Pedro Burgos; LEÓN, Alberto Sanz de; MOLINA, Sergio I.. Large format additive manufacturing of polyethylene terephthalate (PET) by material extrusion. *Additive Manufacturing*, [S.L.], v. 79, p. 103908, jan. 2024. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2023.103908>.

RATH, AP; KRISHNAN, PSG; KANNY, K. Studies on (polytrimethylene terephthalate)/graphene oxide/f-MWCNT hybrid nanocomposites. *Discover Nano* 19, 21 (2024). <https://doi.org/10.1186/s11671-024-03966-1>.

RICHARD, Pierre; CHEYREZY, Marcel. Composition of reactive powder concretes. *Cement And Concrete Research*, [S.L.], v. 25, n. 7, p. 1501-1511, out. 1995. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/0008-8846\(95\)00144-2](http://dx.doi.org/10.1016/0008-8846(95)00144-2).

ROCHA, Thais da S.; CARDOSO, Daniel C.T.; BITENCOURT JUNIOR, Luís A.G.. Macro synthetic fiber pullout behavior in short- and long-term tests. *Construction And Building Materials*, [S.L.], v. 384, p. 131491, jun. 2023. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.131491>.

ROHITH, S. ET AL. Fe-Ni-Doped Graphene Oxide for Uranium Removal—Kinetics and Equilibrium Studies. *Water, Air and Soil Pollution*, V. 231, N. 8, 2020.

ROMANO, R. C. O.; FUJII, A. L.; SOUZA, R. B.; TAKEASHI, M. S.; PILEGGI, R. G.; CINCOTTO, M. A.. Acompanhamento da hidratação de cimento Portland simples com resíduo de bauxita. *Cerâmica*, [S.L.], v. 62, n. 363, p. 215-223, set. 2016. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132016623632039>.

SÁNCHEZ, Daniel Moreno; LAMATA, María de; DELGADO, Francisco Javier; CASAL, Víctor; MOLINA, Sergio Ignacio. Development of carbon fiber acrylonitrile styrene acrylate composite for large format additive manufacturing. *Materials & Design*, [S.L.], v. 191, p. 108577, jun. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108577>.

SANGLAKPAM Chiranjikumari Devi; RIZWAN Ahmad Khan. Effect of Sulfate Attack and Carbonation in Graphene Oxide Reinforced Concrete Containing Recycled Concrete Aggregate. *Journal of Materials in Civil Engineering*. V 32. N 11, 2020. doi:10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0003415

SANJUÁN, Miguel Ángel; ANDRADE, Carmen. Reactive Powder Concrete: durability and applications. *Applied Sciences*, [S.L.], v. 11, n. 12, p. 5629, 18 jun. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/app11125629>.

SERAFINI, Ramoel; DANTAS, Sérgio R.A.; SALVADOR, Renan P.; AGRA, Ronney R.; RAMBO, Dimas A.s.; BERTO, Antonio F.; FIGUEIREDO, Antonio D. de. Influence of fire on temperature gradient and physical-mechanical properties of macro-synthetic fiber reinforced concrete for tunnel linings. *Construction And Building Materials*, [S.L.], v. 214, p. 254-268, jul. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.04.133>.

SI, Wen; CAO, Mingli; LI, Li. Establishment of fiber factor for rheological and mechanical performance of polyvinyl alcohol (PVA) fiber reinforced mortar. *Construction And Building Materials*, [S.L.], v. 265, p. 120347, dez. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120347>.

SIGRÜNER M , MASCATE D , STRÜBBE N.. Investigation on pull-out behavior and interface critical parameters of polymer fibers embedded in concrete and their correlation with

particular fiber properties. *J Appl Polym Sci.* 2021; 138 :e50745. <https://doi.org/10.1002/app.50745>.

SINGH, Sehaj; SHUKLA, Arun; BROWN, Richard. Pullout behavior of polypropylene fibers from cementitious matrix. *Cement And Concrete Research*, [S.L.], v. 34, n. 10, p. 1919-1925, out. 2004. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.02.014>.

SHEIKH, Taimur Mazhar; ANWAR, Mohammed Parvez; MUTHOOSAMY, Kasturi; JAGANATHAN, Jayaprakash; CHAN, Andy; MOHAMED, Abdullahi Ali. Graphene oxide's regenerative acidity and its effects on the hydration of Type II Portland Cement. *Construction And Building Materials*, [S.L.], v. 364, p. 129933, jan. 2023. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.129933>.

TRAN, Nghia P.; GUNASEKARA, Chamila; LAW, David W.; HOUSHYAR, Shadi; SETUNGE, Sujeeva. Microstructural characterisation of cementitious composite incorporating polymeric fibre: a comprehensive review. *Construction And Building Materials*, [S.L.], v. 335, p. 127497, jun. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127497>.

WANG, Baomin; JIANG, Ruishuang; WU, Zhenlin. Investigation of the Mechanical Properties and Microstructure of Graphene Nanoplatelet-Cement Composite. *Nanomaterials*, [S.L.], v. 6, n. 11, p. 200, 4 nov. 2016. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/nano6110200>.

WEN, Chengcheng; ZHANG, Peng; WANG, Juan; HU, Shaowei. Influence of fibers on the mechanical properties and durability of ultra-high-performance concrete: a review. *Journal Of Building Engineering*, [S.L.], v. 52, p. 104370, jul. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jobbe.2022.104370>.

WU, Songmei; QURESHI, Tanvir; WANG, Guorui. Application of Graphene in Fiber-Reinforced Cementitious Composites: a review. *Energies*, [S.L.], v. 14, n. 15, p. 4614, 30 jul. 2021. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/en14154614>.

XU, Lihua; DENG, Fangqian; CHI, Yin. Nano-mechanical behavior of the interfacial transition zone between steel-polypropylene fiber and cement paste. *Construction And Building*

Materials, [S.L.], v. 145, p. 619-638, ago. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.04.035>.

YAO, Xupei; SHAMSAEI, Ezzatollah; CHEN, Shujian; ZHANG, Qian Hui; SOUZA, Felipe Basquiroto de; SAGOE-CRENTSIL, Kwesi; DUAN, Wenhui. Graphene oxide-coated Poly (vinyl alcohol) fibers for enhanced fiber-reinforced cementitious composites. Composites Part B: Engineering, [S.L.], v. 174, p. 107010, out. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107010>.

YAO, Xupei; SHAMSAEI, Ezzatollah; WANG, Wei; ZHANG, Sherry; SAGOE-CRENTSIL, Kwesi; DUAN, Wenhui. Graphene-based modification on the interface in fibre reinforced cementitious composites for improving both strength and toughness. Carbon, [S.L.], v. 170, p. 493-502, dez. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbon.2020.08.051>.

YdLMAZ, Anıl; ÖZKAN, Hakan; GÜNER, F. Elif Genceli. Utilizing the Potential of Waste Hemp Reinforcement: investigating mechanical and thermal properties of polypropylene and polylactic acid biocomposites. Acs Omega, [S.L.], v. 9, n. 8, p. 8818-8828, 14 fev. 2024. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/acsomega.3c06240>.

YU, R.; SPIESZ, P.; BROUWERS, H.J.H.. Mix design and properties assessment of Ultra-High Performance Fibre Reinforced Concrete (UHPFRC). Cement And Concrete Research, [S.L.], v. 56, p. 29-39, fev. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.11.002>.

YUAN, Zhu; JIA, Yanmin. Mechanical properties and microstructure of glass fiber and polypropylene fiber reinforced concrete: an experimental study. Construction And Building Materials, [S.L.], v. 266, p. 121048, jan. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121048>.

APÊNDICE A – ANÁLISE TÉRMICA POR CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC) DAS FIBRAS

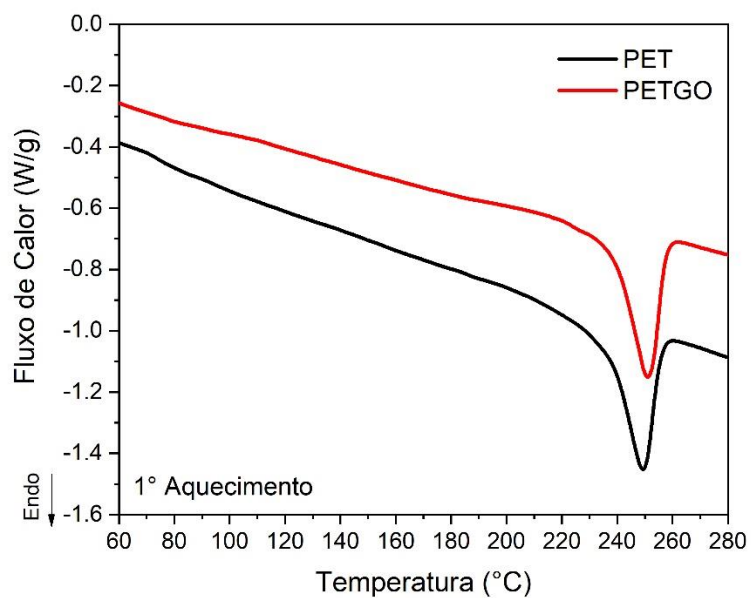


Figura 58. Termogramas do primeiro aquecimento DSC da microfibra.

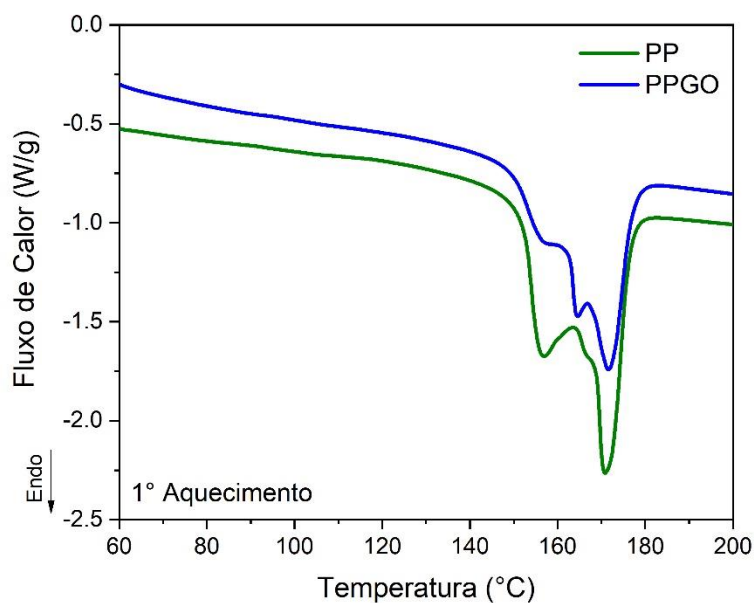


Figura 59. Termogramas do primeiro aquecimento DSC da macrofibra.

Tabela 19. Propriedades térmicas das amostras de microfibra e macrofibra.

Amostra	T_{m1} (°C)	ΔH_1 (J.g ⁻¹)	X_{c1} (%)	T_c (°C)	T_{m2} (°C)	ΔH_2 (J.g ⁻¹)	X_{c2} (%)
Microfibra (F)	249,5	41,2	31,7	206,9	246,1	34,7	26,7
Microfibra/GO (F/GO)	250,9	37,9	29,2	207,1	246,6	27,4	21,1
Macrofibra (MF)	157,1	120,1	57,5	114,9	161,6	87,9	42,1
	170,5						
Macrofibra/GO (MF/GO)	164,5	91,7	43,9	113,2	163,5	69,1	33,1
	171,7						

APÊNDICE B – DADOS ESTATÍSTICOS DA RESISTÊNCIA AO ARRANCAMENTO

Tabela 20. Dados da resistência ao arrancamento para deslocamento fR0,5.

Resistência ao arrancamento da macrofibra		
fR:	Ft máxima	
0,5	Sem Tratamento	Com Tratamento
CP1	67,797	93,308
CP2	84,921	124,06
CP3	90,163	77,932
CP4	72,689	87,018
CP5	71,641	77,932
CP6	76,534	70,593
CP7	98,201	106,94
CP8	53,469	101,35
CP9	70,243	69,894
CP10	67,797	113,23
CP11	55,216	62,555
CP12	74,437	94,706
CP13	52,77	85,62
CP14	87,717	76,883
CP15	72,689	63,254
CP16	163,9	102,74
CP17	103,44	99,948
CP18		111,48
Média	80,213	89,969
Sd	25,955	18,169

Tabela 21. ANOVA dos ensaios de arrancamento para deslocamento fR0,5.

RESUMO						
<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
Sem tratamento	17	1363,624	80,21318	673,661		
Com tratamento	18	1619,443	89,96906	330,1236		

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	832,1205	1	832,1205	1,675341	0,204529	4,139252
Dentro dos grupos	16390,68	33	496,6872			
Total	17222,8	34				

Tabela 22. Dados da resistência ao arrancamento para deslocamento fR1,5.

Resistência ao arrancamento da macrofibra		
fR:	Ft máxima	
1,5	Sem Tratamento	Com Tratamento
CP1	144,33	150,62
CP2	155,51	183,47
CP3	153,42	146,43
CP4	136,64	140,49
CP5	116,02	143,63
CP6	137,69	133,15
CP7	148,52	152,02
CP8	132,1	161,8
CP9	156,56	146,43
CP10	134,89	162,5
CP11	127,91	133,85
CP12	148,17	169,84
CP13	133,5	139,79
CP14	151,67	123,71
CP15	138,04	143,28
CP16	211,43	168,09
CP17	166	156,56
CP18		155,16
Média	146,612	150,601
Sd	20,762	14,844

Tabela 23. ANOVA dos ensaios de arrancamento para deslocamento fR0,5.

RESUMO						
Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância		
Sem tratamento	17	2492,4	146,6118	431,0436		
Com tratamento	18	2710,82	150,6011	220,3555		

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	139,1416	1	139,1416	0,431437	0,51584	4,139252
Dentro dos grupos	10642,74	33	322,5073			
Total	10781,88	34				

Tabela 24. Dados da resistência ao arrancamento para deslocamento fR2,5.

Resistência ao arrancamento da macrofibra		
fR: 2,5	Ft máxima	
	Sem Tratamento	Com Tratamento
CP1	182,77	186,27
CP2	184,52	219,12
CP3	191,86	189,06
CP4	159,01	172,29
CP5	116,37	181,37
CP6	174,73	162,5
CP7	73,039	181,02
CP8	182,07	197,45
CP9	201,29	186,62
CP10	181,02	187,32
CP11	167,4	167,05
CP12	173,69	201,29
CP13	191,16	174,04
CP14	181,37	179,28
CP15	178,23	170,54
CP16	201,99	215,97
CP17	177,88	194,3
CP18		188,36
Média	171,671	186,325
Sd	31,841	15,372

Tabela 25. ANOVA dos ensaios de arrancamento para deslocamento fR2,5.

RESUMO						
<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
Sem tratamento	17	2918,399	171,6705	1013,866		
Com tratamento	18	3353,85	186,325	236,2888		

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	1877,559	1	1877,559	3,061424	0,089467	4,139252
Dentro dos grupos	20238,77	33	613,2961			
Total	22116,33	34				

Tabela 26. Dados da resistência ao arrancamento para deslocamento fR3,5.

Resistência ao arrancamento da macrofibra		
fR:	Ft máxima	
3,5	Sem Tratamento	Com Tratamento
CP1	179,63	192,91
CP2	131,05	220,86
CP3	200,94	194,65
CP4	150,27	170,19
CP5	68,146	194,65
CP6	171,94	161,45
CP7	116,37	164,25
CP8	196,75	182,77
CP9	201,99	204,09
CP10	192,91	172,99
CP11	179,28	199,2
CP12	80,378	197,45
CP13	212,48	180,33
CP14	177,88	195
CP15	185,22	141,88
CP16	14,678	205,14
CP17	110,08	208,98
CP18		196,05
Média	151,176	187,936
Sd	56,115	19,611

Tabela 27. ANOVA dos ensaios de arrancamento para deslocamento fR3,5.

RESUMO						
<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
Sem tratamento	17	2569,992	151,176	3148,899		
Com tratamento	18	3382,84	187,9356	384,6076		

ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	11813,92	1	11813,92	6,849164	0,013279	4,139252
Dentro dos grupos	56920,71	33	1724,87			
Total	68734,62	34				

APÊNDICE C – DADOS ESTATÍSTICOS DA TENSÃO DE CISALHAMENTO

Tabela 28. Dados da tensão de cisalhamento da macrofibra para o deslocamento fR0,5.

Tensão cisalhamento da macrofibra				
fR:	0,5			
	Ft máxima		Tensão cisalhamento (MPa)	
	Sem Tratamento	Com Tratamento	Sem tratamento	Com tratamento
CP1	67,797	93,308	1,250	1,720
CP2	84,921	124,06	1,565	2,286
CP3	90,163	77,932	1,662	1,436
CP4	72,689	87,018	1,340	1,604
CP5	71,641	77,932	1,320	1,436
CP6	76,534	70,593	1,411	1,301
CP7	98,201	106,94	1,810	1,971
CP8	53,469	101,35	0,985	1,868
CP9	70,243	69,894	1,295	1,288
CP10	67,797	113,23	1,250	2,087
CP11	55,216	62,555	1,018	1,153
CP12	74,437	94,706	1,372	1,745
CP13	52,77	85,62	0,973	1,578
CP14	87,717	76,883	1,617	1,417
CP15	72,689	63,254	1,340	1,166
CP16	163,9	102,74	3,021	1,894
CP17	103,44	99,948	1,906	1,842
CP18		111,48		2,055
Média	80,213	89,969	1,478	1,658
Sd	25,955	18,169	0,478	0,335

Tabela 29. ANOVA da tensão de cisalhamento para o deslocamento fR0,5.

RESUMO						
Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância		
Coluna 1	17	25,1	1,478333195	0,228820339		
Coluna 2	18	29,8	1,658134575	0,112132045		

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	0,282644	1	0,282643777	1,675341198	0,204529346	4,139252496
Dentro dos grupos	5,56737	33	0,168708187			
Total	5,850014	34				

Tabela 30. Dados da tensão de cisalhamento da macrofibra para o deslocamento fR1,5.

Tensão cisalhamento da macrofibra				
fR:	1,5			
	Ft máxima		Tensão cisalhamento (MPa)	
	Sem Tratamento	Com Tratamento	Sem tratamento	Com tratamento
CP1	144,33	150,62	2,660	2,776
CP2	155,51	183,47	2,866	3,381
CP3	153,42	146,43	2,828	2,699
CP4	136,64	140,49	2,518	2,589
CP5	116,02	143,63	2,138	2,647
CP6	137,69	133,15	2,538	2,454
CP7	148,52	152,02	2,737	2,802
CP8	132,1	161,8	2,435	2,982
CP9	156,56	146,43	2,885	2,699
CP10	134,89	162,5	2,486	2,995
CP11	127,91	133,85	2,357	2,467
CP12	148,17	169,84	2,731	3,130
CP13	133,5	139,79	2,460	2,576
CP14	151,67	123,71	2,795	2,280
CP15	138,04	143,28	2,544	2,641
CP16	211,43	168,09	3,897	3,098
CP17	166	156,56	3,059	2,885
CP18		155,16		2,860
Média	146,612	150,601	2,702	2,776
Sd	20,762	14,844	0,383	0,274

Tabela 31. ANOVA da tensão de cisalhamento para o deslocamento fR1,5.

RESUMO						
Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância		
Coluna 1	17	45,93506723	2,702062778	0,146411244		
Coluna 2	18	49,96055968	2,775586649	0,074847459		

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	0,047261784	1	0,047261784	0,431436955	0,515839621	4,139252496
Dentro dos grupos	3,614986715	33	0,109545052			
Total	3,662248499	34				

Tabela 32. Dados da tensão de cisalhamento da macrofibra para o deslocamento fR2,5.

fR:	Tensão cisalhamento da macrofibra			
	Ft máxima		Tensão cisalhamento (MPa)	
	Sem Tratamento	Com Tratamento	Sem tratamento	Com tratamento
CP1	182,77	186,27	3,368	3,433
CP2	184,52	219,12	3,401	4,038
CP3	191,86	189,06	3,536	3,484
CP4	159,01	172,29	2,931	3,175
CP5	116,37	181,37	2,145	3,343
CP6	174,73	162,5	3,220	2,995
CP7	73,039	181,02	1,346	3,336
CP8	182,07	197,45	3,356	3,639
CP9	201,29	186,62	3,710	3,439
CP10	181,02	187,32	3,336	3,452
CP11	167,4	167,05	3,085	3,079
CP12	173,69	201,29	3,201	3,710
CP13	191,16	174,04	3,523	3,208
CP14	181,37	179,28	3,343	3,304
CP15	178,23	170,54	3,285	3,143
CP16	201,99	215,97	3,723	3,980
CP17	177,88	194,3	3,278	3,581
CP18		188,36		3,471
Média	171,671	186,325	3,164	3,434
Sd	31,841	15,372	0,587	0,283

Tabela 33. ANOVA da tensão de cisalhamento para o deslocamento fR2,5.

RESUMO						
Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância		
Coluna 1	17	53,78625192	3,163897172	0,344376856		
Coluna 2	18	61,81163747	3,43397986	0,080259473		

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	0,637744728	1	0,637744728	3,061423729	0,089466687	4,139252496
Dentro dos grupos	6,874440742	33	0,208316386			
Total	7,51218547	34				

Tabela 34. Dados da tensão de cisalhamento da macrofibra para o deslocamento fR3,5.

Tensão cisalhamento da macrofibra				
fR:	3,5			
	Ft máxima		Tensão cisalhamento (MPa)	
	Sem Tratamento	Com Tratamento	Sem tratamento	Com tratamento
CP1	179,63	192,91	3,311	3,555
CP2	131,05	220,86	2,415	4,070
CP3	200,94	194,65	3,703	3,587
CP4	150,27	170,19	2,769	3,137
CP5	68,146	194,65	1,256	3,587
CP6	171,94	161,45	3,169	2,976
CP7	116,37	164,25	2,145	3,027
CP8	196,75	182,77	3,626	3,368
CP9	201,99	204,09	3,723	3,761
CP10	192,91	172,99	3,555	3,188
CP11	179,28	199,2	3,304	3,671
CP12	80,378	197,45	1,481	3,639
CP13	212,48	180,33	3,916	3,323
CP14	177,88	195	3,278	3,594
CP15	185,22	141,88	3,414	2,615
CP16	14,678	205,14	0,271	3,781
CP17	110,08	208,98	2,029	3,852
CP18		196,05		3,613
Média	151,176	187,936	2,786	3,464
Sd	56,115	19,611	1,034	0,361

Tabela 35. ANOVA da tensão de cisalhamento para o deslocamento fR3,5.

RESUMO						
Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância		
Coluna 1	17	47,365092	2,786181883	1,069577		
Coluna 2	18	62,34592475	3,463662486	0,130638		

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	4,012796291	1	4,012796291	6,849164	0,013279	4,139252
Dentro dos grupos	19,33408003	33	0,585881213			
Total	23,34687633	34				