COPPE UFRJ
Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia

CARACTERIZAÇÃO EXPERIMENTAL DE PASTAS CIMENTÍCIAS CONTENDO POLÍMERO SBR EM PÓ E MICROFIBRAS DE VOLASTONITA

Fabrício de Campos Vitorino

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil.

Orientador: Romildo Dias Toledo Filho

Rio de Janeiro
Agosto de 2012

CARACTERIZAÇÃO EXPERIMENTAL DE PASTAS CIMENTÍCIAS CONTENDO POLÍMERO SBR EM PÓ E MICROFIBRAS DE VOLASTONITA

Fabrício de Campos Vitorino

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA CIVIL.

Examinada por:

Prof. Romildo Dias Toledo Filho, D.Sc.

Prof. Eduardo de Moraes Rego Fairbairn, Dr.Ing.

Prof. Vivian Karla Castelo Branco Louback Machado Balthar, D.Sc.

Drª. Cristiane Richard de Miranda , D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

AGOSTO DE 2012

Vitorino, Fabrício de Campos

Caracterização experimental de pastas cimentícias contendo polímero SBR em pó e microfibras de volastonita / Fabrício de Campos Vitorino. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2012.

XXIII, 159 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Romildo Dias Toledo Filho

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Civil, 2012.

Referências Bibliográficas: p. 122-130.

1. Pastas de cimentação. 2. Cimentação de poços. 3. Pastas com polímero. 4. Pastas com volastonita. 5. Estudos da hidratação. 6. Comportamento reológico. 7. Comportamento mecânico. I. Toledo Filho, Romildo Dias. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Civil. III. Título.

AGRADECIMENTOS

Antes de mais nada posso dizer que todos os citados aqui, além de vários outros que não couberam por falta de espaço no texto, são ou se tornaram grandes amigos. Sendo assim, gostaria de deixar claro que este trabalho não seria possível sem a colaboração destes grandes e inestimáveis amigos. E faço minhas as palavras de Isaac Newton: "Se vi mais longe foi por estar de pé sobre ombros de gigantes". E O primeiro e maior dos meus amigos a agradecer é Deus, por tudo.

Ao meu pai Fabio, a quem não há palavras que possam expressar minha gratidão e orgulho. A minha mãe Maria, pela preocupação e carinho. Ao meu irmão Igor, pelo apoio e amizade. *Aqui esta o meu tesouro*.

Ao meu orientador Romildo, pela grande e reconhecida competência e genialidade, que possibilitou meu entendimento e o desenvolvimento desta pesquisa, cujo tema me foi tão desafiador e entusiasmante. Sinto-me muito orgulhoso e afortunado pela confiança em mim depositada.

Aos bons e verdadeiros amigos, que contribuíram (ou não) com esta pesquisa, mas estiveram ao meu lado sempre. Dentre eles Alex Neves, Camila, Carlos Rossigale, Dimas, Emilien, Gerrit, Iolanda, Lourdes, Otavio Paiva, Renato, Samantha, Saulo, Thiago Grabois e todos os outros, nem um pouco menos importantes.

Agradecimento especial a Vivian pelo imenso apoio e colaboração nos primeiros passos desta pesquisa. Ao Alex Neves, pela grande colaboração no capítulo de análises térmica. Ao Flávio Silva, a Samantha e ao Otávio pelas grandes contribuições durante toda a pesquisa.

Sou muito grato a todo apoio técnico provido pelo laboratório de estruturas (LabEST/COPPE/UFRJ), valendo citar os técnicos Alessandro, Eduardo Braga, Felipe, Jô, sr. Júlio, Renan, Rodrigo e Rosângela. Ao pessoal da secretaria, Luzidele, Paulinho e Sandra.

Ao apoio técnico provido pelo Laboratório de cimentação do CENPES/PETROBRÁS, nas pessoas da Cristiane e Cristina. E a Aline, Cléber, Flavio, Júlio, Robert e Ronaldo.

Ao apoio técnico provido pelo Laboratório de Tecnologia Mineral (LTM/COPPE/UFRJ).

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo suporte financeiro.

À empresa Nitriflex pelo fornecimento do Polímero SBR em pó.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

CARACTERIZAÇÃO EXPERIMENTAL DE PASTAS CIMENTÍCIAS CONTENDO POLÍMEROS SBR EM PÓ E MICROFIBRAS DE VOLASTONITA

Fabrício de Campos Vitorino

Agosto/2012

Orientadores: Romildo Dias Toledo Filho

Programa: Engenharia Civil

O presente estudo teve como objetivo o desenvolvimento e a caracterização experimental de pastas de cimentação de poços submetidos a gradientes de temperatura e deformações impostas. Assim, uma pasta de referência foi desenvolvida visando à compacidade máxima dos materiais, por meio do modelo de empacotamento compressível (MEC), a qual foi utilizada como base para o desenvolvimento das pastas modificadas com polímero SBR em pó e pastas reforçadas com microfibras de volastonita. Análises dos processos de hidratação, comportamento reológico e caracterizações físico-mecânicas foram realizadas em todas as pastas desenvolvidas. As análises do processo de hidratação consistiram da determinação do patamar de percolação e estabilização dos processos de hidratação, através de pulso ultrassônico. A determinação dos produtos de hidratação foi realizada por difração de raios X. Os processos de hidratação foram estudados pela técnica de análises térmicas. Os parâmetros reológicos foram determinados em um viscosímetro de cilindros coaxiais. As caracterizações físicas determinaram a estabilidade, índice de vazios, absorção, massa especifica e permeabilidade a gás nitrogênio. As análises do comportamento mecânico estabeleceram os parâmetros de resistência à compressão uniaxial e triaxial, a resistência à tração direta, na flexão e por compressão diametral. Os resultados das análises indicaram que a adição de polímero e a adição de volastonita na pasta referencial levaram à formação de materiais com as características desejadas, além de um adequado comportamento reológico e aumento da ductilidade.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

EXPERIMENTAL CHARACTERIZATION OF CEMENT PASTES CONTAINING SBR POLYMER POWDER AND WOLLASTONITE MICRO-FIBRES

Fabrício de Campos Vitorino

August/2012

Advisors: Romildo Dias Toledo Filho

Department: Civil Engineering

The present study deals with the development and experimental characterization of oil well cement pastes subjected to thermal gradients and imposed deformations. A reference paste (PR) was developed aiming at the maximum materials packing, within the framework of the Compressive Packing Model (CPM), it was used as a basis for development of the SBR polymer powder modified-cement pastes and wollastonite micro-fibers reinforced cement pastes. Hydration process analysis, rheological behaviour and physical-mechanical characterizations were carried out on all pastes developed. The hydration process analysis consisted of the determination of the percolation threshold and reaction rate by means of ultrasonic pulse. The hydration products were determined by X-ray diffraction. The hydration process was studied using the thermal analysis technique. Rheological parameters were determined using a coaxial cylinder viscometer. The physical characterizations determined stability, void index, absorption, specific gravity and nitrogen gas permeability. The mechanical behaviour analysis established the uniaxial and triaxial compressive strengths as well as tensile, flexural and split tensile strength test parameters. The analysis result indicated that the polymer and wollastonite additions on the reference paste leads to the formation of a material with desirable characteristics, in addition to an adequate rheological behaviour and increase in the ductility.

SUMÁRIO

1 Introdução 1
1.1 Relevância do Tema 1
1.2 Objetivos 1
1.3 Estrutura do Trabalho 2
2 Revisão Bibliográfica 3
2.1 Cimentação de Poços Petrolíferos 3
2.1.1 Cimentação primária 4
2.1.2 Cimentações secundárias 5
2.1.3 Utilização de tampões de cimento 7
2.1 Operações de Cimentação de Elevada Complexidade 8
2.1.1 Cimentação em grandes profundidades 8
2.1.2 Poços com injeção cíclica de vapor 9
2.1.3 Poços em zonas de sal 10
2.2 Pastas Modificas com Polímeros 11
2.2.1 Princípios 11
2.2.2 Processos de hidratação 12
2.2.3 Propriedades físicas 15
2.2.4 Comportamento reológico 16
2.2.5 Características mecânicas 16
2.2.5.1 Resistência à compressão 16
2.2.5.2 Resistência à tração 16
2.3 Pastas Reforçadas com Microfibras de Volastonita 17
2.3.1 Princípios da adição de fibras em matrizes cimentícias 17
2.3.2 Processos de hidratação 18
2.3.3 Propriedades físicas 18
2.3.4 Comportamento reológico 19
2.3.5 Comportamento mecânico de matrizes reforçadas com microfibras de volastonita 19
2.3.5.1 Resistência à compressão 19
2.3.5.2 Resistência à tração 20
3 Programa Experimental 21

3.1 Materiais e Métodos 21
3.1.1 Metodologia para caracterização dos materiais utilizados 21
3.1.1.1 Granulometria 21
3.1.1.2 Massa específica 22
3.1.1.3 Microscopia eletrônica de varredura 22
3.1.1.4 Composição química 22
3.1.1.5 Difração por raios X 23
3.1.1.6 Análises térmicas 24
3.1.1.7 Determinação do conteúdo de água livre da pasta de cimento 25
3.1.1.8 Determinação da resistência à compressão da pasta de cimento endurecida 25
3.1.1.9 Determinação das propriedades reológicas da pasta de cimento 26
3.1.1.10 Determinação do tempo de espessamento da pasta de cimento 28
3.1.1.11 Moagem do polímero 30
3.2 Dosagem, Processo de Mistura e Cura das Pastas 30
3.2.1 Dosagem da pasta de referência 30
3.2.2 Dosagem das pastas com polímero 34
3.2.3 Dosagem das pastas com volastonita 34
3.2.4 Processo de mistura e homogeneização das pastas 35
3.2.5 Cura das pastas 36
3.3 Determinação das Propriedades Reológicas e Tixotrópicas das pastas 39
3.3.1 Grau de tixotropia das pastas 40
3.4 Estudo da Hidratação das Pastas 41
3.4.1 Determinação da cinética de hidratação por pulso ultrassônico 41
3.4.2 Difração por raios X 43
3.4.3 Análises térmicas 44
3.5 Caracterizações Físicas das Pastas 46
3.5.1 Estabilidade 46
3.5.2 Determinação do conteúdo de água livre 47
3.5.3 Índice de vazios, absorção e massa específica no estado endurecido 48
3.5.4 Permeabilidade a gás Nitrogênio 49
3.6 Caracterizações Mecânicas das Pastas no Estado Endurecido 51

3.6.1 Determinação do comportamento sob compressão uniaxial 51
3.6.2 Determinação do comportamento sob compressão triaxial 52
3.6.3 Determinação da resistência à tração direta 54
3.6.4 Determinação da resistência à tração na flexão 56
3.6.5 Determinação da resistência à tração por compressão diametral 57
3.7 Análises estatísticas dos ensaios de caracterização das pastas 59
4 Resultados e Discussões 60
4.1 Propriedades dos Materiais Utilizados 60
4.1.1 Cimento Portland classe G 60
4.1.2 Sílica ativa 62
4.1.3 Polímero SBR 63
4.1.4 Microfibras volastonita 65
4.1.5 Superplastificante e anti-espumante 67
4.2 Propriedades Reológicas e Tixotropia das Pastas 68
4.2.1.1 Pastas com polímero 68
4.2.1.2 Pastas com volastonita 69
4.3 Estudo da Hidratação das Pastas 72
4.3.1.1 Determinação de patamar de percolação e da cinética de hidratação por pulso ultrassônico 72
4.3.1.2 Pastas com polímero 72
4.3.1.3 Pastas com volastonita 74
4.3.2 Difração de raios X 76
4.3.2.1 Pastas com polímero 76
4.3.2.2 Pastas com volastonita 79
4.3.3 Análise térmica 80
4.3.3.1 Pastas com polímero 80
4.3.3.2 Pastas com volastonita 83
4.4 Caracterizações Físicas das Pastas 86
4.4.1 Estabilidade e água livre das pastas à temperatura ambiente 86
4.4.1.1 Pastas com polímero 86
4.4.1.2 Pastas com volastonita 86
4.4.2 Porosidade, absorção e massa específica 87
4.4.2.1 Pastas com polímero 87

4.4.2.2 Pastas com volastonita 88
4.4.3 Permeabilidade a gás nitrogênio 89
4.4.3.1 Pastas com polímero 89
4.4.3.2 Pastas com volastonita 90
4.5 Propriedades Mecânicas das Pastas 91
4.5.1 Comportamento sob compressão uniaxial 91
4.5.1.1 Pastas com polímero 91
4.5.1.2 Pastas com Volastonita 94
4.5.2 Comportamento sob compressão triaxial 97
4.5.2.1 Pastas com polímero 97
4.5.2.2 Pastas com volastonita 102
4.5.3 Resistência à tração direta 107
4.5.3.1 Pastas com polímero 107
4.5.3.2 Pastas com volastonita 109
4.5.4 Resistência à tração na flexão 111
4.5.4.1 Pastas com polímero 111
4.5.4.2 Pastas com volastonita 113
4.5.5 Resistência a tração por compressão diametral 115
4.5.5.1 Pastas com polímero 115
4.5.5.2 Pastas com volastonita 116
5 Conclusão 118
5.1 Pastas com Polímero 118
5.1.1 Propriedades reológicas e tixotropia 118
5.1.2 Processos de hidratação 118
5.1.3 Caracterização física 119
5.1.4 Propriedades mecânicas 119
5.2 Pastas com Volastonita 120
5.2.1 Propriedades reológicas e tixotropia 120
5.2.2 Processos de hidratação 120
5.2.3 Caracterizações físicas 121
5.2.4 Propriedades mecânicas 121
6 Referências Bibliográficas 122
7 Anexo A 131

7.1 Comportamento reológico e tixotropia das pastas 131
7.2 Propriedades Mecânicas das Pastas 136
7.2.1 Comportamento sob compressão uniaxial 136
7.2.2 Resistência à tração na flexão 139
8 Anexo B 143
8.1 Análises de Variância 143
8.1.1 Comportamento reológico e tixotropia das pastas 143
8.1.2 Caracterização física das pastas 146
8.1.2.1 Porosidade, absorção e massa específica 146
8.1.2.2 Permeabilidade à gás Nitrogênio 147
8.1.3 Propriedades mecânicas das pastas 148
8.1.3.1 Comportamento sob compressão uniaxial 148
8.1.3.2 Comportamento sob compressão triaxial 151
8.1.3.3 Resistência à tração direta 155
8.1.3.4 Resistência à tração na flexão 156
8.1.3.5 Resistência à tração por compressão diametral 159

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Principais equipamentos utilizados em processos de cimentação primária em profundidade moderada. Modificado de Suman et al. (1977). 5
Figura 2.2 – Esquema do método de Squeeze de Bradenhead. Modificado de Suman et al. (1977). 6
Figura 2.3 – Esquema do método de tampão balanceado. Modificado de Suman et al. (1977). 7
Figura 2.4 – Organograma da classificação de misturas poliméricas. Modificado de Ohama (1998). *Atualmente o PVAC não é muito utilizado devido a sua baixa resistência a água. 12
Figura 2.5 – Modelo simplificado da formação da co-matriz de cimento e polímero (Adaptado de OHAMA 1995). 13
Figura 2.6 – Figura esquemática das reações entre um polímero, cimento Portland e agregado (modificado de Ohama, 1995). 14
Figura 2.7 – Permeabilidade intrínseca de corpos de prova submetidos a cura úmida prolongada. Modificado de Ramli et al. (2012). 15
Figura 3.1 – Granulômetro a laser da Malvern Mastersizer. 21
Figura 3.2 - Picnômetro a Gás AccuPyc 1340. 22
Figura 3.3 – Aparelho de espectrometria de fluorescência de raios X. 23
Figura 3.4 – Difratômetro BRUKER modelo D8 FOCUS. 24
Figura 3.5 – Aparelho de análises térmicas SDT Q600 . 24
Figura 3.6 – Ensaio de água livre ambiente: A- pasta em repouso; B- água sobrenadante e C- obtenção da massa de água sobrenadante. 25
Figura 3.7 – maquína de ensaios universais da SHIMADZU modelo EMIC 100KN. 26
Figura 3.8 – Viscosímetro Chandler Engineering, modelo 3506. 28
Figura 3.9 – Consistômetro pressurizado da Chandler Engineering modelo 7222. 29
Figura 3.10 – Processos de moagem: A- moinho rotativo; B- cilindro de porcelana e C- corpos moedores de porcelana. 30
Figura 3.11 – Variação do tempo de escoamento com a dosagem de sólidos de superplastificante (adaptado de Fagundes (2012)). 32
Figura 3.12 – Propriedades reológicas das pastas iniciais propostas (Adaptado de Fagundes 2012). 33

Figura 3.13 – A- Misturador Chandler Engineering, modelo 30-70 de 4 l e B- Consistômetro atmosférico. 36
Figura 3.14 - Evolução da resistência da pasta de referência. Modificado de Correia (2009). 38
Figura 3.15 – A- Hack utilizado para cura dos corpos de prova e B- banho térmico. 38
Figura 3.16 – Viscosímetro de cilindros coaxiais de leituras diretas FANN 35. 40
Figura 3.17 – Área de histerese em uma curva de fluxo. Modificado de Schramm (2006). 41
Figura 3.18 - Curva típica da velocidade do pulso ultra-sônica em uma pasta de cimento versus tempo (ROCHA, 2011). 42
Figura 3.19 – UCA do laboratório de pastas do LabEst. 43
Figura 3.20 – Pasta macerada com almofariz e pistilo; e peneira 75 µm. 44
Figura 3.21 – Ensaio de estabilidade: A- Tubo decantador; B- corpo de prova fracionado e C- pesagem do corpo de prova em balança com suporte. 47
Figura 3.22 – Ensaio de determinação do conteúdo de água livre. 48
Figura 3.23 – Ensaio de absorção de água, índice de vazios e massa específica. A- Estufa e B- balança hidrostática. 49
Figura 3.24 – Permeâmetro a gás. Detalhes: A- pipeta com a bolha de nitrogênio e B- compartimento do corpo de prova. 50
Figura 3.25 – Resistência à compressão uniaxial. A- Máquina de ensaio Shimadzu 1000 KN e B- setup de ensaio. 52
Figura 3.26 – Máquina de ensaios Wykeham Farrance. 53
Figura 3.27 – Círculos de Mohr para o critério de ruptura de uma pasta de cimentação típica (adaptado de ROCHA e AZEVEDO, 2007). 54
Figura 3.28 – setup do ensaio de resistência à tração direta. 55
Figura 3.29 – Calculo do módulo de elasticidade sob tração direta 55
Figura 3.30 – Área sob curva do ensaio de tração direta de pastas de cimento frágeis. 56
Figura 3.31 – Área sob curva típica de ensaio de tração na flexão de pastas de cimento frágeis. 57
Figura 3.32 – Setup do ensaio de resistência a tração na flexão. 57
Figura 3.33 – Setup do ensaio de resistência à tração por compressão diametral. 58

Figura 4.1 – Resultados de difração de raios X (A) e termogravimetria (B) do cimento G. 60
Figura 4.2 – Análise granulométrica do cimento Portland classe G. 61
Figura 4.3 – Resultados de difração de raios X (A) e termogravimetria (B) do cimento G. 62
Figura 4.4 - Análise granulométrica do sílica ativa (Balthar 2010). 63
Figura 4.5 – (A) - Polímero SBR em pó observado por microscopia eletrônica de varredura e (B) - estrutura molecular do copolímero 64
Figura 4.6 – Resultados de térmo-análise do polímero SBR. 64
Figura 4.7 – Curvas granulométricas do polímero em diferentes tempos de moagem em moinho de bolas. 65
Figura 4.8 – Microfibras de volastonita observadas por microscopia eletrônica de varredura. 66
Figura 4.9 – Resultados de difração de raios X (A) e termogravimetria (B) do volastonita. 66
Figura 4.10 – Curva de fluxo das pastas com diferentes teores de polímero. 68
Figura 4.11 – Grau de tixotropia das pastas com diferentes teores de polímero. 69
Figura 4.12 – Curva de fluxo das pastas com diferentes teores de volastonita. 70
Figura 4.13 – Grau de tixotropia das pastas com diferentes teores de volastonita. 71
Figura 4.14 – Velocidade do pulso ultrassônico versus tempo de cura das pastas com diferentes teores de polímero (T = 74 °C e P = 20,7 MPa [3000 psi]). 72
Figura 4.15 – Relação entre a velocidade final atingida no ponto B versus resistência à compressão, módulo de elasticisdade e massa específica das pastas com diferentes teores de polímero. 74
Figura 4.16 – Velocidade do tempo do pulso ultrassônico versus tempo de cura das pastas com diferentes teores de volastonita (T = 74 °C e P = 20,7 MPa [3000 psi]). . 75
Figura 4.17 – Relação entre a velocidade final atingida no ponto B versus resistência à compressão, módulo de elasticisdade e massa específica das pastas com diferentes teores de volastonita. 76
Figura 4.18 – Difratogramas de raios X das pastas com diferentes teores de polímero com 1 dia de cura à temperatura de 27 °C. 77
Figura 4.19 – Difratogramas de raios X das pastas com diferentes teores de polímero com 9 dias de cura à temperatura de 74 °C. 78

Figura 4.20 - Difratogramas de raios X das pastas com diferentes teores de volastonita com 1 dia de cura à temperatura de 27 °C. 79
Figura 4.21 – Difratogramas de raios X das pastas com diferentes teores de volastonita com 9 dias de cura. 80
Figura 4.22 – TG/DTG das pastas polímericas com 1 dia de cura. 81
Figura 4.23 – TG/DTG das pastas com polímero com 9 dias de cura. 81
Figura 4.24 – TG/DTG das pastas com volastonita com 1 dia de cura. 84
Figura 4.25 – TG/DTG das pastas polímericas com 9 dias de cura. 84
Figura 4.26 – Evolução da massa específica, indice de vazios e absorção total com o aumento no teor de polímero. 87
Figura 4.27 – Evolução da massa específica, porosidade e absorção total com o aumento no teor de microfibras de volastonita. 88
Figura 4.28 – Influência do teor de polímero na permeabilidade a gás das pastas. 89
Figura 4.29 – Influência do teor de volastonita na permeabilidade a gás das pastas... 90
Figura 4.30 – Curvas típicas de tensão x deformação das pastas com diferentes teores de polímero. 91
Figura 4.31 – Módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson sob compressão uniaxial das pastas com diferentes teores de polímero. 92
Figura 4.32 – Relação entre tensão de ruptura e porosidade das pastas com diferentes teores de polímero SBR. 93
Figura 4.33 – Modo de ruptura das pastas de referência e das pastas com polímero no ensaio de compressão uniaxial. 94
Figura 4.34 – Curvas típicas de tensão x deformação das pastas com diferentes teores de volastonita. 95
Figura 4.35 – Módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson sob compressão uniaxial das pastas com diferentes teores de volastonita. 96
Figura 4.36 – Relação entre tensão de ruptura e porosidade das pastas com diferentes teores de volastonita. 96
Figura 4.37 – Modo de ruptura das pastas com volastonita no ensaio de compressão uniaxial. 97
Figura 4.38 – Circulos de Mohr e envoltória de ruptura das pastas com diferentes teores de polímero. 98

Figura 4.39 – Evolução da coesão e ângulo de atrito com o aumento do teor de polímero. 99
Figura 4.40 – Modo de fratura das pastas PR e pastas com polímero no ensaio triaxial sem confinamento 100
Figura 4.41 – Modo de fratura das pastas PR e das pastas com polímero no ensaio triaxial com 4,14 MPa [600 psi] de confinamento. 101
Figura 4.42 – Modo de fratura das pastas PR e das pastas com polímero no ensaio triaxial com 8,27 MPa [1200 psi] de confinamento. 102
Figura 4.43 – Circulos de Mohr e envoltória de ruptura das pastas com diferentes teores de volastonita. 103
Figura 4.44 – Evolução da coesão e ângulo de atrito com o aumento do teor de volastonita. 104
Figura 4.45 – Modo de fratura das pastas com volastonita no ensaio triaxial com 0 MPa [0 psi] de confinamento. 105
Figura 4.46 – Modo de fratura das pastas com volastonita no ensaio triaxial com 4,14 MPa [600 psi] de confinamento. 106
Figura 4.47 – Modo de fratura das pastas com volastonita no ensaio triaxial com 8,27 MPa [1200 psi] de confinamento. 107
Figura 4.48 – Curvas tensão versus deformação na tração direta das pastas com diferentes teores de polímero. 108
Figura 4.49 – Modo de fratura típico das pastas com diferentes teores de polímero no ensaio de tração direta. 109
Figura 4.50 – Curvas tensão - deformação na tração direta das pastas com diferentes teores de volastonita. 110
Figura 4.51 – Modo de fratura típico das pastas com diferentes teores de volastonita no ensaio de tração direta. 111
Figura 4.52 – Curvas carga versus deslocamento das pastas com dirferentes teores de polímero. 112
Figura 4.53 – Modo de fratura típico das pastas com diferentes teores de polímero SBR no ensaio de tração na flexão. 113
Figura 4.54 – Curvas carga versus deslocamento das pastas com dirferentes teores de volastonita. 113

Figura 4.55 – Modo de fratura típico das pastas com diferentes teores de volastonita no ensaio de tração na flexão. 114
Figura 4.56 – Influência do teor de polímero na resistência a tração por compressão diametral. 115
Figura 4.57 – Modo de fratura típico das pastas com diferentes teores de polímero no ensaio tração por compressão diametral. 116
Figura 4.58 – Influência do teor de volastonita na resistência à tração por compressão diametral. 116
Figura 4.59 – Modo de fratura típico das pastas com diferentes teores de volastonita no ensaio tração por compressão diametral. 117
Figura 7.1 - Leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese da pasta PR. 131
Figura 7.2 – Leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese da pasta P6. 132
Figura 7.3 – Leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese da pasta P10. 132
Figura 7.4 – Leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese da pasta P13. 133
Figura 7.5 – Leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese da pasta V2,5. 133
Figura 7.6 – Leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese da pasta V5. 134
Figura 7.7 – Leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese da pasta V7,5. 135
Figura 7.8 – Curvas tensão versus deformação uniaxil e deformação lateral de cada corpo de provas ensaiado para a pasta PR. 136
Figura 7.9 – Curvas tensão versus deformação uniaxil e deformação lateral de cada corpo de provas ensaiado para a pasta P6. 136
Figura 7.10 – Curvas tensão versus deformação uniaxil e deformação lateral de cada corpo de provas ensaiado para a pasta P10. 137
Figura 7.11 – Curvas tensão versus deformação uniaxil e deformação lateral de cada corpo de provas ensaiado para a pasta P13. 137

Figura 7.12 – Curvas tensão versus deformação uniaxil e deformação lateral de cada corpo de provas ensaiado para a pasta V2,5. 138
Figura 7.13 – Curvas tensão versus deformação uniaxil e deformação lateral de cada corpo de provas ensaiado para a pasta V5. 138
Figura 7.14 – Curvas tensão versus deformação uniaxil e deformação lateral de cada corpo de provas ensaiado para a pasta V7,5. 139
Figura 7.15 – Curvas carga versus deflexão de cada corpo de provas ensaiado para a pasta PR. 139
Figura 7.16 – Curvas carga versus deflexão de cada corpo de provas ensaiado para a pasta P6. 140
Figura 7.17 – Curvas carga versus deflexão de cada corpo de provas ensaiado para a pasta P10. 140
Figura 7.18 – Curvas carga versus deflexão de cada corpo de provas ensaiado para a pasta P13. 141
Figura 7.19 – Curvas carga versus deflexão de cada corpo de provas ensaiado para a pasta V2,5. 141
Figura 7.20 – Curvas carga versus deflexão de cada corpo de provas ensaiado para a pasta V5. 142
Figura 7.21 – Curvas carga versus deflexão de cada corpo de provas ensaiado para a pasta V7,5. 142

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 3.1 – Fatores de tensão cisalhante e constante da mola do viscosímetro. 28
Tabela 3.2 – Progressão de pressão e temperatura para o ensaio de tempo de espessamentode (NBR 9831, 2006) 29
Tabela 3.3 – Propriedades mecânicas das pastas iniciais propostas. Fagundes (2012). 33
Tabela 3.4 – Dosagem da pasta PR em kg/m^3[% de massa em relação ao cimento]... 33
Tabela 3.5 – Dosagem das pastas com polímero em kg/m^3[% de massa em relação ao cimento]. 34
Tabela 3.6 – Dosagem das pastas com polímero em kg/m^3[% de massa em relação ao cimento]. 35
Tabela 4.1 – Resultados da análise de fluorescência do cimento Portland classe G. .. 60
Tabela 4.2 – Propriedades reológicas do cimento Portland tipo G. 61
Tabela 4.3– Determinação das propriedades de bombeamento do cimento Portland classe G. 61
Tabela 4.4 – Resultados de análise de fluorescência da sílica ativa. 62
Tabela 4.5 – Tamanhos de partículas obtidas nos tempos de moagem do polímero. .. 65
Tabela 4.6 – Especificação do polímero. Fonte: Nitriflex S/A. 65
Tabela 4.7 – Resultados de análise de fluorescência das microfibras de volastonita. . 66
Tabela 4.8 – Características físicas das microfibras de volastonita. Fonte Silva (1999) apud Formagini (2005). 67
Tabela 4.9 - Limite de escoamento e viscosidade plástica das pastas com polímero. . 68
Tabela 4.10 – Limite de escoamento e viscosidade plástica das pastasc om volastonita. 70
Tabela 4.11 – Pontos A e B, definem o início e o fim do período intermediário das reações de hidratação das pastas com diferentes teores de polímero. Inclinação das retas obtidas durante a regressão linear na mesma região. 74
Tabela 4.12 – Pontos A e B, definem o início e o fim do período intermediário das reações de hidratação das pastas com diferentes teores de polímero. Inclinação das retas obtidas durante a regressão linear na mesma região. 76
Tabela 4.13 – Teores de água da C-S-H e total e quantidade de hidróxido formados nas pastas com polímero com 1 e 9 dias de cura. 82

Tabela 4.14 – Teores de água da C-S-H e total e quantidade de hidróxido formados nas pastas com volastonita com 1 e 9 dias de cura. 84
Tabela 4.15 – Resultados de estabilidade das pastas com diferentes teores de polímero. 86
Tabela 4.16 – Resultados de estabilidade das pastas com diferentes teores de volastonita. 86
Tabela 4.17 – Média das propriedades mecânicas sob compressão uniaxial das pastas com diferentes teores de polímero. 92
Tabela 4.18 – Média dos valores da resistência a compressão uniaxial das pastas com diferentes teores de volastonita 95
Tabela 4.19 – Média da tensão principal maior de compressão das pastas com polímero. 99
Tabela 4.20 – Média da tensão principal maior de compressão das pastas com diferentes teores de volastonita. 103
Tabela 4.21 – Média dos valores de resistência a tração direta das pastas com diferentes teores de polímero. 108
Tabela 4.22 – Média dos valores de resistência a tração direta das pastas com diferentes teores de polímero. 110
Tabela 4.23 – Médias dos parâmetros obtidos no ensaio de tração na flexão das pastas com diferentes teores de polímero. 112
Tabela 4.24 – Médias dos parâmetros obtidos o ensaio de tração na flexão das pastas com diferentes teores de volastonita. 114
Tabela 8.1 – Análise de variância do parâmetro de limite de escoamento das pastas. 143
Tabela 8.2 – Análise de variância do parâmetro de viscosidade plástica das pastas. 144
Tabela 8.3 – Análise de variância do parâmetro de gel inicial das pastas 144
Tabela 8.4 – Análise de variância do parâmetro de gel final das pastas. 145
Tabela 8.5 – Análise de variância do parâmetro grau de tixotropia das pastas. 145
Tabela 8.6 – Análise de variância do parâmetro massa específica das pastas. 146
Tabela 8.7 – Análise de variância do parâmetro massa específica das pastas. 147
Tabela 8.8 – Análise de variância do parâmetro de permeabilidade à gás Nitrogênio. 147
Tabela 8.9 – Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial. 148

Tabela 8.10 – Análise de variância do parâmetro deformação uniaxial. 149
Tabela 8.11 – Análise de variância do parâmetro deformação lateral. 149
Tabela 8.12 – Análise de variância do parâmetro deformação volumétrica. 150
Tabela 8.13 – Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade na compressão uniaxial. 150
Tabela 8.14 – Análise de variância do parâmetro coeficiente de Poisson. 151
Tabela 8.15 – Análise de variância para a influência do aumento da tensão confinante na tensão principal maior de compressão para as pastas PR, P6, P10 e P13. 152
Tabela 8.16– Análise de variância para a influência do aumento da tensão confinante na tensão principal maior de compressão para as pastas V2,5, V5 e V7,5. 153
Tabela 8.17 – Análise de variância para a influência das frações poliméricas e frações de volastonita na tensão principal maior de compressão a 0 MPa [0 psi] de confinameanto. 153
Tabela 8.18 – Análise de variância para a influência das frações poliméricas e frações de volastonita na na tensão principal maior de compressão a 4,14 MPa [600 psi] de confinameanto. 154
Tabela 8.19 – Análise de variância para a influência das frações poliméricas e frações de volastonita na tensão principal maior de compressão a 8,27 MPa [1200 psi] de confinameanto. 154
Tabela 8.20 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na resistência a tração direta. 155
Tabela 8.21 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na deformação sob tração direta. 155
Tabela 8.22 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita no módulo de elasticidade sob tração direta. 156
Tabela 8.23 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na tenacidade sob tração direta. 156
Tabela 8.24 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na tensão de ruptura das pastas. 157
Tabela 8.25 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na carga de ruptura das pastas. 157
Tabela 8.26 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na defleão das pastas. 158

Tabela 8.27 - Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita no módulo de elasticidade pastas. 158
Tabela 8.28 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na tenacidade das pastas. 159
Tabela 8.29 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na resistência à tração por compressão diametral. 159

1 INTRODUÇÃO

1.1 Relevância do Tema

A descoberta do pré-sal na região que se estende do norte da Bacia de Campos ao sul da Bacia de Santos é, sem dúvida alguma, um grande avanço no cenário exploratório de petróleo nacional e internacional. É também uma grande conquista para a população brasileira, uma vez que esta riqueza será convertida em seu próprio benefício.

No que tange os desafios da exploração do petróleo nesta região, com certeza, a cimentação terá papel crucial no seu desenvolvimento. A exploração em zonas de sal apresenta vários desafios uma vez que problemas tais como, diferenciais de pressão e temperatura, ataques por substâncias agressivas (gases) e deformações impostas à bainha de cimento pelas deformações de fluência da formação precisam ser melhor compreendidos pela comunidade técnica e científica nacional.

Pastas com maior tenacidade podem ser alternativas promissoras para cimentação em zonas de sal, uma vez que pastas convencionais frágeis tendem a falhar frente às deformações/tensões impostas à bainha de cimento. Falhas na cimentação primária podem acarretar no abandono do poço, se sua exploração deixar de ser vantajosa financeiramente, ou a necessidade de manobras de cimentação secundárias, que acabam por onerar as operações de exploração petrolíferas. No caso de injeção de vapor o uso de pastas com alta capacidade de deformação também é bastante promissor. Nestes casos as pastas precisam resistir a gradientes de temperatura bastante altos (270-300 °C) sem perder sua integridade.

Assim, o desenvolvimento de formulações de alta capacidade de deformação que mantenham o compromisso com reologia, capacidade de bombeamento e durabilidade é de suma importância para a indústria de óleo e gás.

1.2 Objetivos

Os objetivos deste estudo foram o desenvolvimento e a caracterização experimental de pastas de cimentação com alta capacidade de deformação. Para isto, foram utilizados o copolímero em pó de estireno-butadieno (SBR), em teores de 6, 10 e 13

% e microfibras de volastonita em teores de 2,5, 5,0 e 7,5 %. Foi utilizada uma pasta de referência com um fator água/materiais cimentícios (a/mc) de 0,35, com 40 % de sílica ativa, 0,35 % de superplastificante e 0,12 % de antiespumante. Estas pastas foram então submetidas a testes de caracterização reológica, análise do processo de hidratação utilizando-se análises termogravimétricas, difração de raios X e de velocidade ultrassônica, e a caracterização física (estabilidade, água livre, porosidade, massa específica e permeabilidade a gás) e mecânica (compressão uniaxial e triaxial, e tração direta, tração na flexão e tração por compressão diametral).

1.3 Estrutura do Trabalho

Esta dissertação encontra-se estruturada em sete capítulos, descritos a seguir.

O capítulo 1 faz uma breve introdução ao tema abordado, apresentando pequena discussão sobre a relevância do tema e os objetivos da pesquisa;

O capítulo 2 traz a revisão bibliográfica com base na literatura especializada, apresentando discussões sobre a cimentação de poços, pastas modificadas com polímero SBR e pastas reforçadas com microfibras de volastonita;

No capítulo 3 está o programa experimental, onde constam os processos de dosagem, mistura e cura das pastas. Apresenta também os procedimentos e as equações utilizadas na caracterização das pastas com diferentes teores de polímero e de volastonita, nos ensaios no estado fresco e no estado endurecido. Os ensaios de caracterização das pastas constituíram das propriedades reológicas, dos processos de hidratação e das caracterizações físicas e mecânicas;

O capítulo 4 apresenta os resultados e as discussões dos ensaios realizados no presente trabalho, com as pastas desenvolvidas;

O capítulo 5 traz as conclusões obtidas com os estudos e os resultados mais relevantes das pesquisas.

No capítulo 6 encontra-se a bibliografia utilizada na pesquisa;

Nos capítulo 7 e 8 encontram-se os anexos.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Cimentação de Poços Petrolíferos

O processo de cimentação de poços petrolíferos, segundo Smith *et al.* (1990), consiste basicamente em bombear pastas cimentícias através da coluna de revestimento, até pontos críticos do poço ou em casos de abandono, a execução de tampões de cimento.

A cimentação tem como principais objetivos suportar as cargas axiais nas tubulações, dar estabilidade entre tubulação e formação, impedir movimentação de fluidos entre formações, proteger tubulações de corrosão, prevenir "blowouts" (fluxo descontrolado de fluidos da formação para a superfície, em virtude do desbalanceamento entre a pressão hidrostática da lama de perfuração ou fluido de completação e a pressão da formação), proteger as tubulações de choques advindos das operações de perfuração, selar zonas de perda de circulação, dentre outros problemas (BURDYLO, 1990).

Antes das operações de cimentação, algumas considerações sobre o poço devem ser levadas em conta, como: a profundidade e tamanho do poço; o tamanho da coluna de revestimento por onde passará a coluna de produção e a coluna de lama; a pressão do reservatório; o tipo de poço e as condições das formações. O fluido de perfuração deve ser circulada a uma taxa de bombeamento igual ou superior a velocidade de perfuração, para dar condições e limpeza ao poço. Na cimentação de poços de gás a lama deve ser circulada pelo tempo necessário para remover todo o gás nela contido. Alguns requisitos da lama também devem ser atendidos, como baixa viscosidade, densidade suficiente para não fraturar a formação nem permitir a queda da pressão interna do poço, além de utilizar a menor quantidade possível de elementos químicos agressivos ao meio ambiente (SMITH, 1990).

Com base nestas considerações, pode-se planejar qual o tipo de pasta a ser empregada no poço. A partir da configuração do anular, pode-se determinar qual o regime de bombeamento e as características reológicas das pastas. As condições do poço (presença de gás, sal e etc.) permitem especificar os tipos de aditivos especiais que deverão ser utilizados. A densidade da lama de perfuração indica qual a densidade mínima da pasta de cimento. Com esses dados em mãos, mais os dados de temperatura e pressão do poço, é possível se projetar a pasta mais adequada para cada situação (BURDYLO 1990).

As operações de cimentação se dividem em: cimentação primária e cimentações secundárias. A seguir, detalha-se cada uma dessas etapas.

2.1.1 Cimentação primária

A cimentação primária é considerada uma das operações mais importantes na perfuração de poços petrolíferos, uma vez que esta operação é responsável pela segurança e estabilidade do poço. Basicamente, essa operação consiste na mistura e injeção das pastas cimentícias através do topo da tubulação de revestimento, utilizando plugues de borracha e outros equipamentos, as quais saem pelo fundo do poço e entram pelo anular, deslocando o fluido de perfuração, onde posteriormente endurecem e aderem à formação e à tubulação, selando o espaço anular entre eles. Porém, alguns poços exigem trabalhos de cimentação primária especiais, tais como (SMITH, 1990; BURDYLO, 1990).

- *Cimentação em estágios* – A cimentação em estágios ocorre quando é necessário utilizar longas colunas de cimentação e quando formações frágeis estão expostas e são incapazes de suportar pressões hidrostáticas da cimentação;
- *Cimentação pelo interior da coluna* – Esta técnica de cimentação é utilizada quando é necessário cimentar tubos de diâmetros muito grandes. A técnica consiste em se injetar pasta de cimentação por "drillpipes" (tubos de aço ou alumínio por onde se injeta o fluido de perfuração) de diâmetros menores pelo interior da tubulação de revestimento mais larga;
- *Cimentação externa* – Este tipo de cimentação é realizado aplicando pasta de cimentação diretamente no anular do poço, através de tubos de diâmetros menores.
- *Cimentação por circulação reversa* – Esta operação é realizada quando se torna impossível bombear a pasta de cimentação sem que haja danos às formações. Este método é o mais indicado nessa situação, já que ele consiste em uma operação contrária à cimentação normal. A pasta de cimentação é bombeada através do anular, e desloca a lama de perfuração em sentido contrário, ou seja, através do interior da tubulação de revestimento;

A figura 2.1 representa o processo de cimentação primária, bem como mostra acessórios básicos utilizados na completação de poços. Segundo Suman *et al.* (1977) esses assessórios incluem:

Plugues de borracha – Os plugues de borracha são utilizados para impedir que a pasta de cimento entre em contato com os fluidos anteriores ou posteriores, durante o deslocamento da pasta no interior do revestimento. Também servem para remover o fluido de perfuração, que tenha ficado contida nas paredes da tubulação ou no fundo do poço;

- *Colar Flutuante* – Os colares flutuantes geralmente são posicionados duas juntas acima da sapata. Sua função é impedir o refluxo de cimento para dentro da tubulação de revestimento;
- *Centralizadores* – Estes equipamentos são utilizados para otimizar o deslocamento da pasta pelo anular, através da melhora na centralização da tubulação de revestimento em relação ao buraco do poço;
- *Sapatas guia* – As sapatas guia, são utilizadas para auxiliar a passagem das tubulações através do poço já que os mesmos contêm irregularidades em sua geometria que podem impedir a passagem das tubulações até o seu fundo.

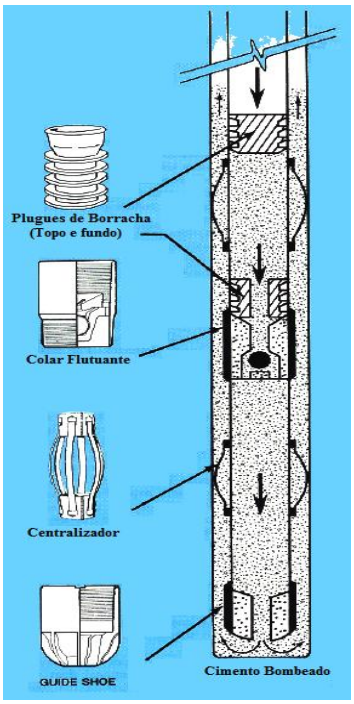

Figura 2.1 – Principais equipamentos utilizados em processos de cimentação primária em profundidade moderada. Modificado de Suman et al. (1977).

2.1.2 Cimentações secundárias

Apesar de onerosas, cimentações secundárias são constantemente realizadas devido aos problemas decorrentes da cimentação primária ou de influxos de água ou gás nos

poços. A principal técnica de cimentação secundária é o “Squeeze”. Seus principais objetivos são (SMITH, 1990):

- Controlar a razão gás-óleo, através do isolamento das zonas de óleo das zonas de gás adjacentes;
- Isolamento de zonas de água ou gás, para prevenir intrusões destes fluidos nas zonas exploradas;
- Reparar vazamentos nas tubulações, decorrentes ou não da corrosão;
- Selar zonas com perdas de circulação;
- Isolar zonas produtoras em poços com várias zonas de produção. Com isso pode-se isolar uma zona e produzir em outra;
- Correção da cimentação primária, problemas como a migração de gás através de fissuras na cimentação primária ou cimentação insuficiente;
- Impedir migração de fluidos em zonas ou poços abandonados e selar perfurações antigas.

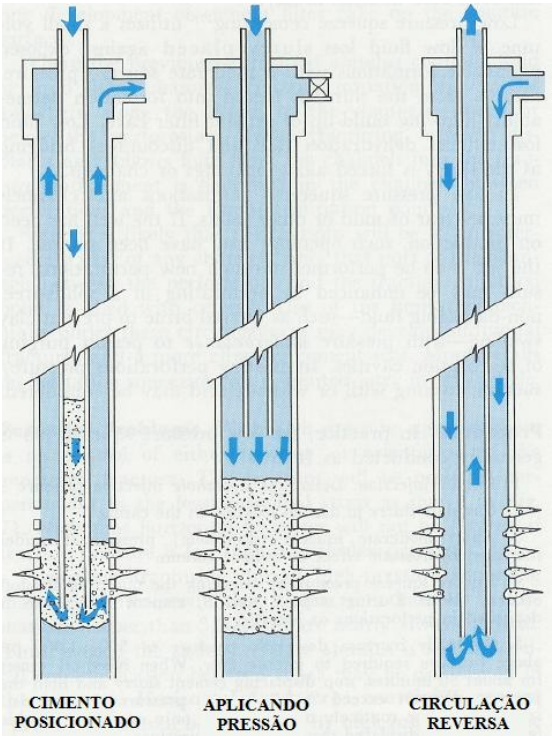

Figura 2.2 – Esquema do método de Squeeze de Bradenhead. Modificado de Suman et al. (1977).

2.1.3 Utilização de tampões de cimento

A utilização de tampões de cimento é uma técnica bastante utilizada em operações de exploração de petróleo. Seus principais propósitos são a resolução de problemas de perda de circulação, isolar zonas no poço, auxiliar o assentamento do "Whipstock" (equipamento em forma de cunha de aço temperado que guia a broca de perfuração) em perfurações direcionais e até mesmo em casos de abandono de poços. Para prevenir falhas neste método, algumas precauções devem ser seguidas, como:

- Determinar a correta temperatura no local onde o tampão de cimento será realizado;
- Calcular corretamente o volume de pasta de cimento a ser utilizado no tamponamento da região, utilizando uma margem de erro acima do volume previsto;
- Evitar contaminação da pasta por outros fluídos.

As três principais técnicas utilizadas em tampões de cimento são: tampão balanceado (Figura 2.3), despejo por balde e o método com 2 "plugs" (SUMAN, 1977; SMITH, 1990; MARCA, 1990).

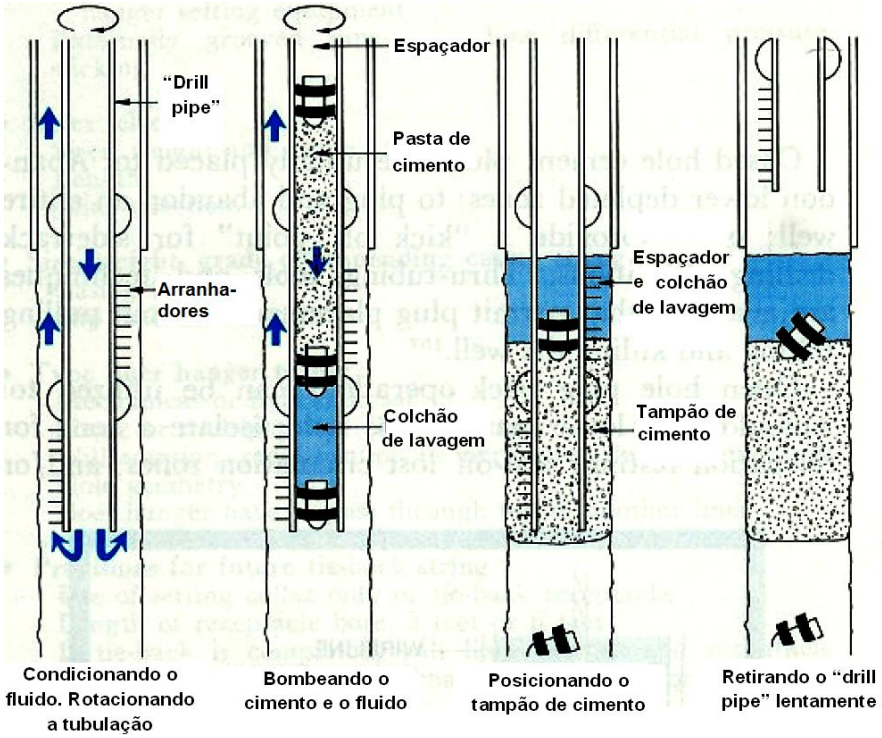

Figura 2.3 – Esquema do método de tampão balanceado. Modificado de Suman et al. (1977).

2.1 Operações de Cimentação de Elevada Complexidade

2.1.1 Cimentação em grandes profundidades

As operações de cimentação em grandes profundidades são semelhantes às de poços rasos, no entanto, as condições dos poços são muito mais críticas, levando a necessidade de formular projetos de revestimento e cimentação muito mais apurados. A cada nova profundidade, diferentes condições serão exigidas do projeto, dentre elas Smith (1990) cita:

- Altas temperaturas, zonas super pressurizadas e áreas com diversos tipos de fluidos corrosivos;
- Aumento no comprimento do revestimento, diminuição dos espaços anulares e dificuldades de mover as tubulações durante a cimentação;
- Altas cargas sobre as tubulações;
- Longos intervalos de tempo entre tirar a broca e descer as tubulações de revestimento antes da cimentação;
- Sistema de fluidos de perfuração muito mais pesados;
- Maiores dificuldades em selar o topo dos liners para evitar a canalização de gás.

Em poços de grande profundidade a diferença de temperatura do fundo para a cabeça do poço pode ser maior que 40 °C, portanto a utilização de retardadores de pega é fundamental nas operações de cimentação. Para minimizar problemas em linhas longas de cimentação e/ou zonas de formações frágeis e evitar a perda de parte ou todo cimento para as formações, ferramentas de controle devem ser adotadas, como a cimentação em etapas. Nestas formações a pressão hidrostática dos fluidos mais a pressão de fricção não devem exceder o gradiente de fratura da formação (SMITH, 1990).

Outro grande problema em cimentação em grandes profundidades são as bruscas variações de pressão. Altas pressões de poro necessitam de fluidos mais pesadas para controlar a migração de gás entre zonas, antes de o poço ser cimentado. No entanto, continuando a perfuração, pode ocorrer uma brusca queda de pressão, a qual pode ser controlada com o próprio peso do fluido de perfuração, com densidades bem menores.

Caso contrário, problemas como constante produção de gás, fissuração da bainha de cimentação e vazamentos de gás podem ocorrer no topo do liner pelos anulares (SMITH, 1990).

O conhecimento da temperatura do poço é um fator primordial na seleção dos aditivos químicos a serem utilizados numa operação de cimentação de poços profundos. Uma superestimava da temperatura dos poços devido a sua alta profundidade pode levar o engenheiro a projetar erroneamente as pastas, acarretando em falhas e até em fissurações na bainha cimentante (SMITH, 1990). Segundo Goodwin *et al.* (1992), o problema da temperatura em poços de petróleo se agrava perto das zonas de menores temperaturas. Isso porque, quando em produção, os revestimentos expandem gerando tensões axiais de tração na bainha que podem levar à formação de microfissuras na cimentação. Este problema se tornará mais preocupante no momento em que houver o resfriamento da coluna de revestimento, já que esta irá contrair, permitindo a abertura das microfissuras surgidas na bainha. Abaixo de $^{1}/_{3}$ da tubulação de revestimento, Goodwin *et al.* (1992) cita que a pressão também pode resultar em tensões na bainha de cimentação, que podem produzir fissuras que levarão à perda do isolamento zonal do anular.

Wray *et al.* (2009), diz que um dos grandes desafios de poços submetidos a altas pressões e altas temperaturas, caso de poços profundos, é formular pastas que formem bainhas de cimento mais dúcteis, com baixo módulo de elasticidade e alto coeficiente de Poisson. A utilização de pastas com polímero tem sido proposta como uma grande inovação para estes ambientes mais agressivos (Chougnet, 2006).

2.1.2 Poços com injeção cíclica de vapor

A técnica de injeção de vapor cíclica mostra-se bastante eficiente na recuperação de reservatórios de óleos pesados. No entanto, estudos apontam que fissuras na bainha de cimentação (causadas pelos estados de tensões e deformações impostos pela injeção de vapor e pelos diferenciais de pressão dentro do poço), são responsáveis pelo incremento na razão água/óleo na produção destes poços (DEAN e TORRES, 2002; PEDERSEN, 2006; STILES, 2006).

Goodwin et al. (1992) analisaram as principais causas que levam a bainha de cimento a perder sua integridade. Foi identificado que a aplicação do vapor aquecido gera um elevado gradiente de temperatura no revestimento. Este gradiente induz a expansão

térmica, que acarreta elevadas tensões na bainha de cimento. Alguns outros trabalhos, dentre eles o de Dean e Torres (2002), também identificaram que as tensões tangenciais de tração causadas pela expansão do tubo de revestimento são as principais causas da perda da integridade da bainha de cimento, com o aparecimento de fissuras radiais.

Em seu trabalho, Correia (2009) avaliou o comportamento mecânico e estrutural de pastas de cimentação modificadas com látex de polímero SBR, microfibras de volastonita, uma pasta híbrida de polímero e volastonita e um compósito SHCC (“*Strain Hardening Cementitious Composites”)* contra uma pasta de referência (dosada com 40 % em massa de sílica ativa), submetidas a condições de injeção de vapor cíclico. Os resultados de sua pesquisa mostraram que, com exceção do compósito SHCC, todas as pastas estudadas apresentaram comportamento reológico satisfatório a cimentação de poços. No entanto, em relação ao gradiente geotérmico de primeira fissura e a abertura média de fissuras, o SHCC e a pasta híbrida apresentaram os melhores comportamentos.

2.1.3 Poços em zonas de sal

A presença de zonas de sal em campos produtores, na maioria das vezes, aumenta consideravelmente a possibilidade da existência de hidrocarbonetos. Sua presença favorece a geração e a formação de trapas que aprisionam o petróleo que poderá ser explotado, se economicamente viável (MAIA, 2005).

As rochas salinas encontradas em zonas petrolíferas possuem estruturas cristalinas. Suas deformações são dependentes do tempo quando submetidas a dado nível de tensão cisalhante. Por isso, seu comportamento sobre fluência é lento sob tensões constantes e bastante influenciado pela espessura da camada de sal, composição mineralógica, quantidade de água, presença de impurezas, tensões aplicadas na camada de sal e pela temperatura da formação, onde quanto maior a temperatura maior sua plasticidade (MAIA, 2005).

Devido as suas características elasto-plásticas, zonas de sal submetem poços a grandes tensões, levando a redução progressiva do diâmetro do poço, enforcamento da broca de perfuração e do “drill colar”. Estas tensões levam a necessidade de se utilizar lamas de perfuração à base de óleo ou sal, geralmente com densidades maiores, dependendo

do tipo de regime de escoamento da formação salina, para equilibrar a capacidade de fluir deste tipo de poço e impedir a lixiviação devido à salinidade (INFANTE, 1989).

Determinar a deformação imposta pelo sal no poço aberto e no poço revestido é de suma importância para o projeto do poço, uma vez que a previsão destas tensões impostas permitirá que o engenheiro escolha a melhor densidade de fluido (MAIA, 2005). Além de suportar as altas tensões impostas pelas zonas salinas, a bainha de cimento também deve ser capaz de suportar a degradação provida pela troca iônica do sódio no cimento (FORD, 1982).

As condições apresentadas acima requerem, em geral, o uso de pastas com elevada capacidade de absorver energia (tenacidade). Para se obter esse tipo de pasta utiliza-se tanto polímeros quanto fibras em sua composição. Nos itens a seguir apresenta-se uma revisão bibliográfica sobre as características de pastas com polímero e de pastas fibrosa.

2.2 Pastas Modificas com Polímeros

2.2.1 Princípios

Matrizes modificadas com polímero consistem, basicamente, em se utilizar algum tipo de polímero e/ou monômero, encontrados na forma de líquidos ou pós redispersivos, com uma matriz de cimento e subsequentemente submetê-los à cura. Existem diversos tipos de polímeros e resinas que podem ser empregados em matrizes cimentícias. A Figura 2.4 mostra a classificação das classes de misturas poliméricas, onde os sublinhados são os tipos mais empregados (OHAMA, 1995).

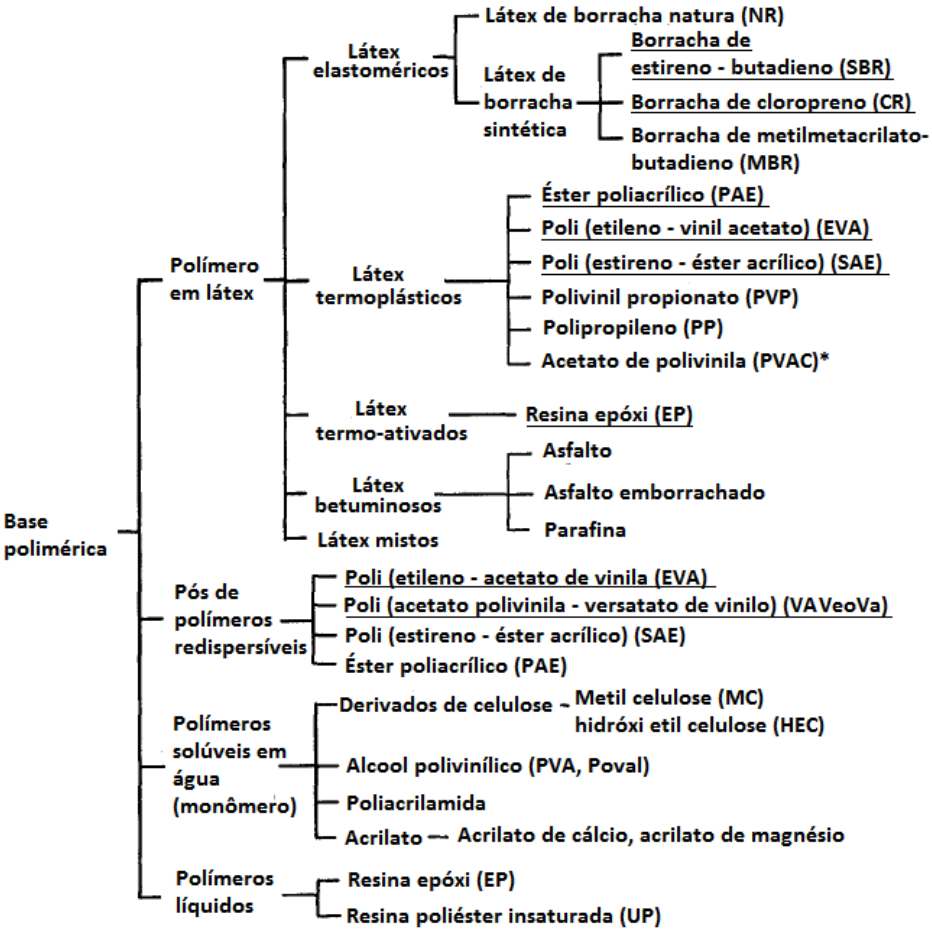

*Figura 2.4 – Organograma da classificação de misturas poliméricas. Modificado de Ohama (1998). *Atualmente o PVAC não é muito utilizado devido a sua baixa resistência a água.*

2.2.2 Processos de hidratação

Segundo Ohama (1995), matrizes cimentícias modificadas com polímeros formam uma co-matriz, e a formação da co-matriz ocorre em três estágios, como pode ser observado no esquema da Figura 2.5.

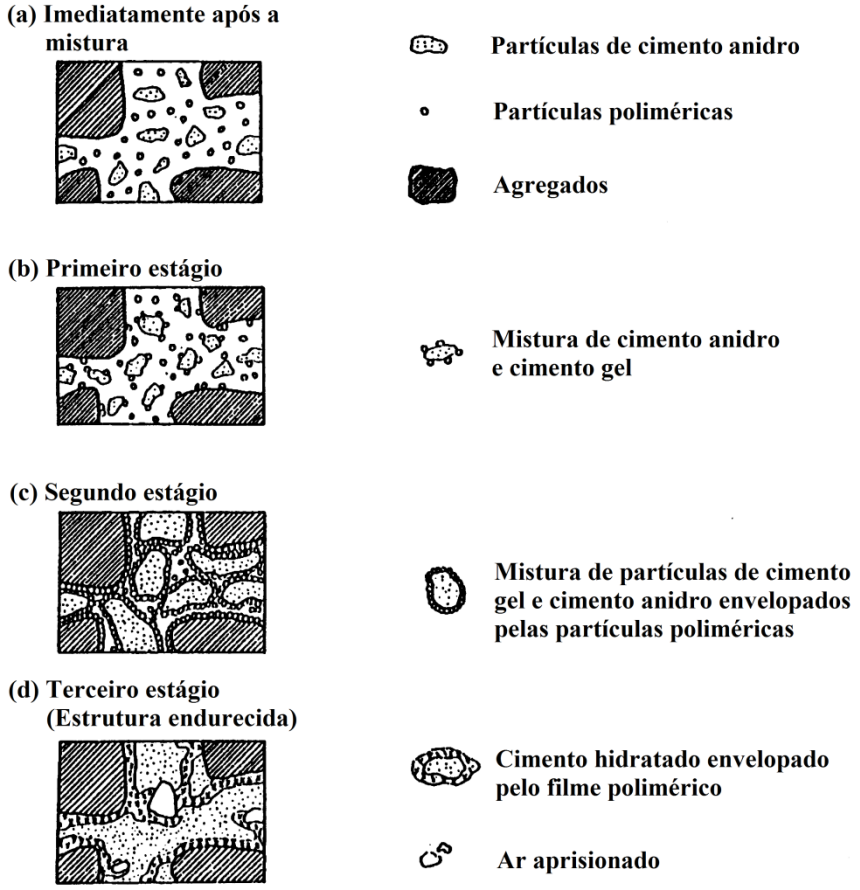

Figura 2.5 – Modelo simplificado da formação da co-matriz de cimento e polímero (Adaptado de OHAMA 1995).

Na primeira fase, ocorre a mistura do polímero com a matriz cimentícia e água, neste momento começa a hidratação do cimento e subsequente saturação da solução com hidróxido de cálcio. A superfície dos grãos de cimento anidro é parcialmente recoberta pelo polímero.

Na segunda etapa, com os processos de hidratação do cimento, as partículas poliméricas preenchem os poros formados. Ocorrem reações entre o polímero e a superfície dos Ca^{2+} e dos cristais de $Ca(OH)_2$, ou na superfície de agregados contendo sílica.

Na última etapa, com o consumo da água pelas reações de hidratação do cimento, as partículas poliméricas coalescem e formam um filme sobre a superfície do material, que interpenetram as redes porosas, formando uma estrutura monolítica.

Genericamente, as reações que ocorrem durante a formação do filme polimérico são as que podem ser observadas na Figura 2.6. Observa-se que pode haver interações entre o grupamento acetato do polímero e os íons de cálcio presentes na matriz (OHAMA, 1995; GOMES, 2006).

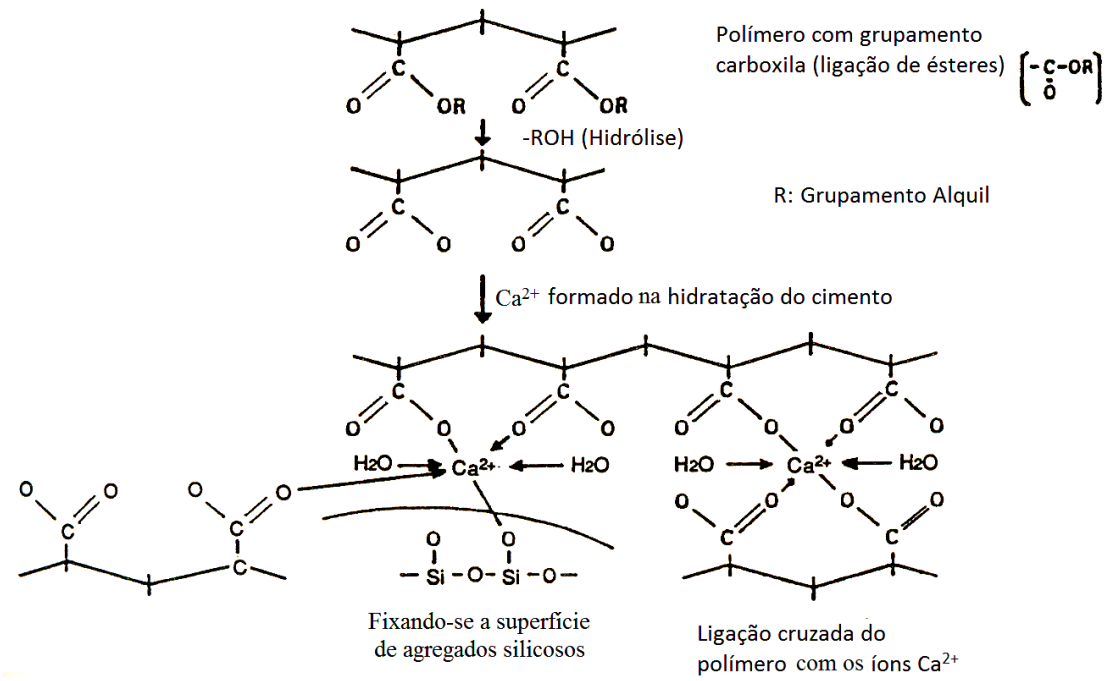

Figura 2.6 – Figura esquemática das reações entre um polímero, cimento Portland e agregado (modificado de Ohama, 1995).

WANG *et al*. (2006) estudaram a influência da razão Polímero/Cimento (P/C) e das condições de cura (cura úmida) do polímero SBR em pastas cimentícias. O tipo de cura empregada constituiu de: após 24 h de cura, em ambiente com 90 % de umidade relativa (RH) os corpos de prova eram desmoldados e imersos em água a 20 °C por até 6 dias (cura úmida) ou 6 dias imerso em água a 20 °C seguido de mais 21 dias a 20 °C em ambiente a 70 % RH (cura mista). Observou que, em idades diferentes sob condições de cura úmida a quantidade de $Ca(OH)_2$ aumenta conforme a razão P/C, até atingir um valor máximo e começar a diminuir. Em quantidades abaixo de 10%, o polímero permitiu que os cátions Ca^{2+} se movessem com maior facilidade. No entanto, quando a quantidade ultrapassa este valor, pode haver um acumulo que acarreta na formação de um filme polimérico mais espesso, o qual dificulta a circulação de Ca^{2+}, atrasando hidratações posteriores. Considerando um tipo de cura mista (cura úmida + cura em ambientes externos), verificou-se que a quantidade de $Ca(OH)_2$ diminuiu pouco, indicando que o limite de hidratação do compósito também diminui, pois nestas condições a água pode evaporar mais facilmente. Análises de ressonância magnética nuclear de isótopos de silício confirmaram ainda que para valores de P/C acima de 12 %, os polímeros podem interferir na estrutura morfológica do C-S-H (SU, 1996; AFRIDI, 1998).

O polímero SBR tem ainda a capacidade de promover a reação entre aluminatos e gesso, acelerando a formação e a estabilidade da etringita, este fato fica mais evidente com o aumento da razão P/C. Já a fase aluminato de cálcio hidratado tanto pode ser restringida quanto promovida, de acordo com menores ou maiores valores na razão P/C, respectivamente. A fase ferríta, em razões P/C acima de 10%, é atrasada tanto na cura úmida quanto na cura mista (WANG, 2006). Wang *et al*. (2011), verificaram por difração de raios X, que em pastas de cimento com diferentes teores de SBR em pó, a formação de etringita pode atingir níveis de 1,6 a 2 vezes que o de uma pasta sem a presença de polímero.

2.2.3 Propriedades físicas

Em estudos recentes realizados com pastas de cimentação modificadas com látex SBR, foi observado que houve aumento na porosidade destes materiais, comparado a uma pasta sem adição de polímero. A adição de látex SBR contribuiu ainda para o aumento da porosidade das pastas com polímero, comparadas a pasta sem polímero, levando a aumentos neste parâmetro de 36 %, para um teor de 10 % de polímero (CORREIA, 2009).

A permeabilidade de matrizes também é afetada pela adição de polímeros. Ramli et al. (2012) verificaram permeabilidade de argamassas modificadas com diferentes tipos de polímero. O gráfico da Figura 2.7 apresenta a evolução da permeabilidade intrínseca ao longo do tempo. Como pode ser observado no gráfico, a argamassa sem adição de polímero (CON), alcançou maiores valores de permeabilidade comparada com as outras matrizes poliméricas.

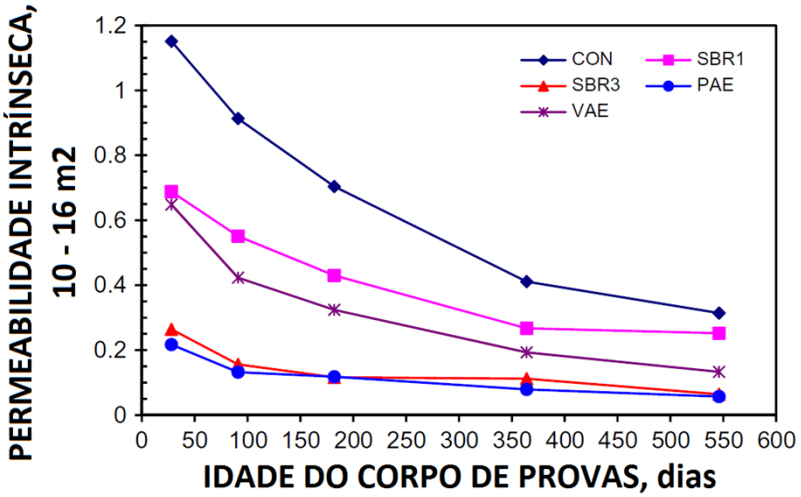

Figura 2.7 – Permeabilidade intrínseca de corpos de prova submetidos a cura úmida prolongada. Modificado de Ramli et al. (2012).

2.2.4 Comportamento reológico

Polímeros possuem efeito plastificante, isso ocorre devido ao efeito de rolamento que suas partículas possuem. Assim, o aumento na quantidade de polímero permite a diminuição na quantidade de água necessária para manter a viscosidade do material (OHAMA, 1998; BARLUENGA, 2004).

Chougnet *et al*. (2006) atribuíram a queda na viscosidade de pastas modificadas com estireno acrílico em pó as características hidrofóbicas de suas moléculas, que como consequência levaram ao menor aprisionamento de água nas pastas, permitindo assim um melhor escoamento.

Correia (2009) verificou o comportamento mecânico de pastas cimentícias modificadas com látex SBR. Em seus estudos, verificou que a viscosidade plástica e o limite de escoamento de pastas com o polímero aumentaram em até 109 %, comparado a uma pasta referencial sem adição de látex SBR.

2.2.5 Características mecânicas

2.2.5.1 Resistência à compressão

A adição de polímero a matrizes cimentícias tende a reduzir a resistência à compressão destes materiais. Ray *et al.* (1996) em estudos com argamassas modificadas com diferentes tipos e teores de látex polimérico, verificaram que o aumento no teor de polímero acima de 10 % acarretava na queda da resistência do material.

Correia (2009) verificou o comportamento mecânico de pastas contento látex de polímero SBR em frações de 5 e 10 %. Verificou que o aumento na fração deste polímero levou a quedas na resistência na ordem de 34 e 49 %, respectivamente, em relação à pasta sem adição de SBR. Foi observada também a queda no módulo de elasticidade destes materiais, quando comparados à pasta sem adição. As quedas no módulo atingiram 27 e 36 %, respectivamente. A deformação na tensão de pico destes materiais também apresentou redução de até 17 %.

2.2.5.2 Resistência à tração

Polímeros agem como um reforço na matriz, impedindo a propagação de novas fissuras (OHAMA, 1995; SCHULZE, 1999). Rossignolo *et al.* (2002) em seus

estudos, observaram que dependendo da razão P/C, poderia haver incrementos na resistência à tração na ordem de 18,0 %, frente à matriz não modificada.

Zhong *et al.* (2002) estudaram a resistência à tração de argamassas modificadas com misturas de polímeros SBR, PVDC e SAE. Observaram que a resistência à tração é dependente da fração mássica de cada componente na mistura. Ou seja, em argamassas modificadas com misturas de polímeros, a resistência do compósito será governada pelo polímero com menor tamanho de partículas.

Bezerra (2006) também encontrou incrementos na resistência à tração direta de pastas modificadas com biopolímeros, no entanto, ressalta que o efeito deste material fica mais evidente em idades mais avançadas.

A resistência à tração na flexão de pastas com polímero, geralmente segue a mesma tendência da resistência à tração direta, ou seja, comparados a matrizes normais, tendem a ser mais resistentes. Schulze *et al.* (2001) perceberam ainda, que o grau de hidratação tem papel muito importante neste parâmetro e constataram que após 1 ano, pastas com polímero submetidas à cura em ambientes externos, tiveram ganhos maiores neste parâmetro, uma vez que tiveram maior quantidade de água disponível para hidratação. Wang *et al.* (2005) observaram que, sob flexão este comportamento é altamente dependente da razão P/C e do tempo de cura, pois quanto maior o grau de hidratação e quanto melhor a qualidade do filme formado, maior será sua resistência.

Correia (2009) estudou o comportamento de pastas modificadas com látex SBR. Verificou que o aumento no teor de polímero levou quedas na resistência à tração destes materiais. Contudo foi observado o aumento na capacidade de deformação destes materiais em relação a pasta sem adição. Verificou-se que o teor de 10 % proporcionou capacidade de deflexão de 38 % ao material.

2.3 Pastas Reforçadas com Microfibras de Volastonita

2.3.1 Princípios da adição de fibras em matrizes cimentícias

Matrizes cimentícias possuem baixa capacidade de deformação à tração, por isso, quando submetidas a tais esforços tendem a falhar de maneira frágil. Ao longo de quatro décadas pesquisadores vem estudando os compósitos reforçados com fibras, para superar estes desafios. Esta tecnologia agrega maior controle de fissuração aos

materiais cimentícios, refletindo em melhorias na tenacidade e na ductilidade destes materiais (NAAMAN, 2003). O comportamento mecânico de compósitos fibrosos é altamente influenciado pelo tipo e volume de fibras (V_f) na matriz. As fibras agem costurando as fissuras e redistribuindo as tensões na matriz (NAAMAN, 1999). A forma como as fibras vão redistribuir as tensões no compósito depende da sua aderência à matriz (BENTUR, 1999).

2.3.2 Processos de hidratação

A adição de volastonita a materiais cimentícios pode afetar a quantidade e a taxa de formação dos produtos de hidratação em matrizes cimentícias. No entanto, não há interações químicas entre a volastonita e o material cimentício, como sugerem os estudos calorimétricos realizados por Low *et al.* (1992). Outros estudos apontam que os produtos de hidratação formados nas reações de hidratação do cimento tendem a se depositar na superfície dos cristais de volastonita, o que acaba densificando a matriz e impedindo a migração de água entre os poros limitando o grau de hidratação dos materiais (GU, 1993; LOW, 1992; LOW, 1993). Em análises de difração de raios X com matrizes cimentícias reforçadas com volastonita, Ransinchung *et al.* (2010), observou picos de produtos não hidratados, indicando menor grau de hidratação destas matrizes.

2.3.3 Propriedades físicas

A adição de microfibras de volastonita em matrizes cimentícias levou a diminuição da porosidade dos materiais. Low *et al*. (1993) verificaram que a distribuição de poros em pastas de cimento reforçadas com volastonita reduziam com o aumento do tempo de hidratação.

Gu *et al.* (1993) verificaram, por análises de impedância, que a porosidade na interface fibra-matriz era mais significante nas primeiras idades do material (até 3 dias de cura). No entanto, para idades mais avançadas (25 a 45 dias de cura) a porosidade da interface fibra-cimento é menos significante do que a porosidade da matriz.

Mathur *et al*. (2007) observaram o aumento da durabilidade de argamassas reforçadas com microfibras de volastonita. Atribuíram este efeito, principalmente, à diminuição da permeabilidade do material em virtude da presença de poros descontínuos.

Correia (2009) observou redução na porosidade de 8 e 17 % para frações volumétricas de volastonita em pastas de cimentação de 2,3 e 4,6 %, respectivamente.

2.3.4 Comportamento reológico

Usualmente, a incorporação de fibras prejudica o comportamento reológico de materiais cimentícios. Fatores como relação de aspecto (l/d) e tipo de fibra são altamente relevantes nas propriedades reológicas das misturas (DE LARRARD, 1999; BENTUR, 2007).

Correia (2009) verificou a adição de 2,3 e 4,6 % de fibras de volastonita não afetou significativamente a viscosidade plástica da pasta de cimentação de referência. O limite de escoamento obteve acréscimos de 230 % para a pasta com o maior teor de volastonita (comparado à pasta de referência).

Balthar (2010) determinou o comportamento reológico de pastas leves com diferentes teores de volastonita. Foi verificado que o aumento no teor das fibras levou ao incremento da viscosidade plástica dos materiais. Comparadas às pastas sem adição de volastonita, as pastas com volastonita, em geral, apresentaram acréscimos no limite de escoamento.

Vitorino *et al.* (2012) verificaram o comportamento reológico de pastas de cimentação de poços reforçadas com diferentes teores de volastonita. Foi verificado que a viscosidade plástica das pastas aumentou com o aumento na fração de volastonita. Comparadas a pasta de referencia sem reforço fibroso, as pastas com volastonita alcançaram incrementos no limite de escoamento.

2.3.5 Comportamento mecânico de matrizes reforçadas com microfibras de volastonita

2.3.5.1 Resistência à compressão

Heinold *et al.* (2002) analisaram o comportamento de microfibras de volastonita como reforço para pastas de cimentação de poços de petróleo. A análise dos resultados demonstrou que a pasta com volastonita, curada numa temperatura de 82 °C, obteve acréscimo na resistência na ordem de 16 %, comparada à pasta referencial, enquanto que na temperatura de 54 °C, ambas as pastas tiveram resistências semelhantes.

Correia (2009) verificou que as pastas reforçadas com 2,3 % e 4,6 % de volastonita alcançaram ganhos na resistência à compressão de até 14 %. Notou também incrementos no módulo de elasticidade de 17 % para a pasta com 4,6 % de volastonita.

Ransinchung *et al.* (2010) verificaram o comportamento de diferentes argamassas reforçadas com volastonita versus uma argamassa de controle sem reforço. Foi verificado que todas as argamassas com teores de volastonita atingiram valores de resistência à compressão maiores que o da pasta controle.

Balthar (2010), em seus ensaios de resistência à compressão em pastas leves, verificou que a adição de volastonita levou a aumentos neste parâmetro de até 15,5 % comparados a uma pasta sem adição. Observou também que o módulo de elasticidade apresentou acréscimos de até 24,6 % para o teor de 10 % de volastonita.

2.3.5.2 Resistência à tração

Heinold *et al.* (2002) verificaram a resistência à tração direta de pastas reforçadas com volastonita, sob duas temperaturas de cura (38 °C e 93 °C). Os autores observaram que o aumento no teor de volastonita levou ao aumento da resistência do material.

Correia (2009) verificou o comportamento de pastas de cimentação reforçadas com volastonita sob tração na flexão. Foi verificado um aumento na resistência do material de até 26 %.

Balthar (2010) determinou a resistência à tração por compressão diametral e na flexão de pastas de cimentação leves com diferentes teores de volastonita. Os resultados mostraram que o aumento na fração de volastonita levou ao incremento nos valores destes parâmetros. Comparado a uma pasta sem reforço, a pasta com o maior teor de volastonita alcançou valores de resistência à tração por compressão diametral e tração na flexão de 76 e 75 % maiores, respectivamente. Notou-se ainda acréscimos na deflexão dos materiais reforçados com volastonita sob esforços de flexão.

3 PROGRAMA EXPERIMENTAL

3.1 Materiais e Métodos

No presente trabalho foram utilizados os seguintes materiais para a produção de pastas modificadas com polímero e pastas reforçadas com microfibras de volastonita: (*i*) Cimento Portland classe G produzido pela empresa Holcim em Cantagalo – Rio de Janeiro, caracterizado conforme a norma NBR 9831. (*ii*) Sílica ativa produzida pela empresa Camargo Corrêa de Laranjeiras – SE. (*iii*) Copolímero em pó SBR, fornecido pela Nitriflex S/A, Rio de Janeiro. O copolímero SBR é derivado da polimerização de dois monômeros, o estireno (C_6H_5–CH=CH_2) e o butadieno (CH_2=CH–CH=CH_2). (*iv*) Microfibras de volastonita fornecidas pela JG Energyarc. (v) Aditivo superplastificante de terceira geração a base de éter carboxílico Glenium 51, (vi) Agente antiespumante FP-7LB e (vii) água deionizada. Os materiais supracitados foram caracterizados conforme as metodologias a seguir:

3.1.1 Metodologia para caracterização dos materiais utilizados

3.1.1.1 Granulometria

A distribuição dos tamanhos de partículas do cimento e do polímero foram realizadas no aparelho a laser da Malvern Mastersizer do LabEst/COPPE/UFRJ (Figura 3.1). O dispersante utilizado para ambos os materiais foi o álcool etílico P.A. A granulometria da sílica ativa foi obtida através do método de sedigrafia. O sedígrafo utilizado foi o Sedigraph 5100 da Micrometrics do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM).

Figura 3.1 – Granulômetro a laser da Malvern Mastersizer.

3.1.1.2 Massa específica

As determinações das massas específicas do cimento, sílica ativa, polímero e volastonita foram realizadas em um aparelho Picnômetro a gás da marca Micrometrics modelo AccuPyc 1340 do LabEst/COPPE/UFRJ (Figura 3.2). A técnica de picnometria a Hélio consiste em determinar o volume de massa conhecida da amostra através das variações de pressão do gás em um volume calibrado.

Figura 3.2 - Picnômetro a Gás AccuPyc 1340.

3.1.1.3 Microscopia eletrônica de varredura

A morfologia do polímero e das microfibras de volastonita foi observada por microscopia eletrônica de varredura. O microscópio JEOL JSM-6460 LV com captação de sinais de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, do Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica e Microanálise (LABMIC) do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais - COPPE/UFRJ. O feixe de elétrons principal foi gerado a partir de filamento de tungstênio operando a 20 kV. As imagens foram obtidas por elétrons secundários, utilizando amostras que foram aderidas por adesivo condutor de carbono em porta amostras de latão e recobertas por fina camada de ouro através de um metalizador.

3.1.1.4 Composição química

As composições químicas do cimento, sílica ativa, volastonita e Polímero foram determinadas através de espectrometria por fluorescência de raios X de energia dispersiva. Os ensaios foram realizados no aparelho SHIMADZU EDX 720 do LabEst/COPPE/UFRJ (Figura 3.3). A técnica usa uma fonte de radiação gama de alta energia, que quando incidida sob um elemento químico qualquer, excita os elétrons da última camada, os quais vão para camadas mais exteriores. Quando o elétron volta ao

seu estado normal, libera a energia adquirida, a qual pode ser aferida pelo equipamento. Cada elemento libera esta energia de forma singular, por este motivo, torna possível a identificação de cada composto presente nas substâncias.

Figura 3.3 – Aparelho de espectrometria de fluorescência de raios X.

3.1.1.5 Difração por raios X

As composições cristalinas do cimento, sílica ativa e volastonita foram determinadas por difração de raios X. O equipamento utilizado foi o difratômetro da BRUKER, modelo D8 FOCUS, com radiação de cobre (Cukα, λ = 1,5418 Å), operando a 40 kV e 40 mA do LabEst/COPPE/UFRJ (Figura 3.4). Este tipo de análise nos permite estabelecer a composição mineralógica dos materiais, através de seus sólidos cristalinos presentes em sua composição. Na grande parte dos sólidos os átomos se ordenam em planos cristalinos, separados entre si por distâncias na mesma ordem de grandeza do comprimento de onda dos raios X. Assim, quando um sólido cristalino é incidido por raios X a difração do raio terá um determinado ângulo característico. Utilizando a lei de Braggs (equação 3.1), pode-se prever o ângulo de difração de um determinado cristal.

$$2Dsen\theta = n\lambda \qquad \textbf{(3.1)}$$

Onde D é à distância interplanar; θ é o ângulo de espalhamento dos raios X; n é um número inteiro, que representa a ordem de reflexão e λ é o comprimento de onda.

Para a determinação das fases cristalinas foram realizadas varreduras com velocidade angular de 0,02º/s e intervalo de medida entre os ângulos de Bragg (2θ) de 10º e 70º.

Figura 3.4 – Difratômetro BRUKER modelo D8 FOCUS.

3.1.1.6 Análises térmicas

As análises térmicas do cimento, sílica ativa, polímero e volastonita foram realizadas no aparelho SDT Q600 (Figura 3.5). O aparelho mede o fluxo de calor e mudanças no peso do material associados às reações e transições sofridas pelo material, desde a temperatura 27 °C até 1000 °C. Para isso, aproximadamente 10 mg de amostra foram ensaiados em atmosfera inerte em cadinho de platina. Uma rampa de temperatura de 10 °C/min com fluxo máximo de nitrogênio de 100 ml/mim foi empregada, sendo que nos primeiros 60 min da análise a temperatura foi mantida a 35 °C. Este procedimento permitiu eliminar a água livre presente nos materiais.

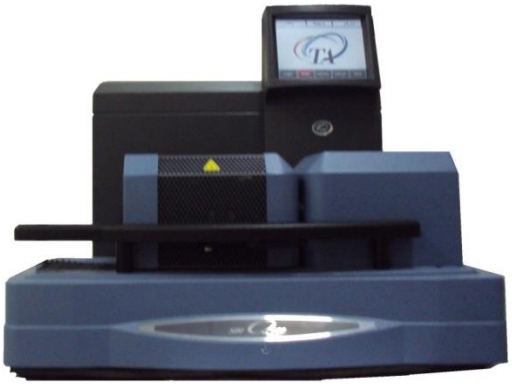

Figura 3.5 – Aparelho de análises térmicas SDT Q600 .

3.1.1.7 Determinação do conteúdo de água livre da pasta de cimento

A determinação do conteúdo de água livre do cimento (Figura 3.6) foi realizada de acordo com o recomendado pela norma ABNT NBR 9831 (2006). O ensaio foi realizado da seguinte forma:

- A pasta de cimento com fator a/c 0,44 foi preparada e homogeneizada a temperatura de 27 °C;
- Em seguida, 760 g de pasta de cimento homogeneizada foram colocadas em um Erlenmeyer. O valor da massa foi aferido em balança de precisão;
- Após, a boca do Erlenmeyer foi vedada com filme plástico e colocada em repouso sobre superfície plana de espuma de poliuretano (isento de vibrações), por período de 2 horas;
- Após este período, a água sobrenadante foi coletada com auxílio de uma pipeta, transferida para proveta e registrou-se o volume coletado.

A equação 3.2 foi utilizada para calcular o conteúdo de água livre.

$$Al = \frac{Val \cdot \rho}{mp} \cdot 100 \qquad \textbf{(3.2)}$$

Onde *Al* é o conteúdo de água livre; *Val* é o volume de água sobrenadante coletado em ml; *mp* é a massa inicial pesada em gramas e ρ é a densidade da pasta em g/cm^3.

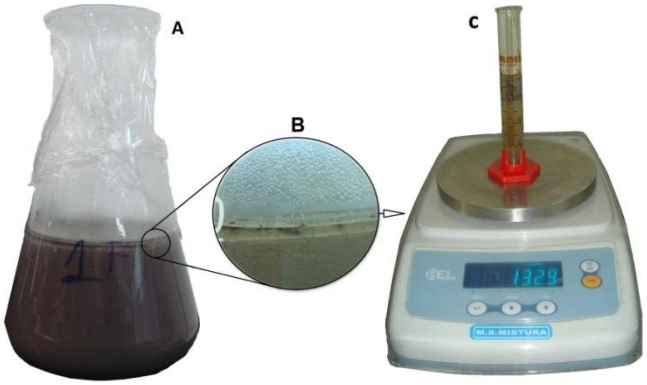

Figura 3.6 – Ensaio de água livre ambiente: A- pasta em repouso; B- água sobrenadante e C- obtenção da massa de água sobrenadante.

3.1.1.8 Determinação da resistência à compressão da pasta de cimento endurecida

Para a caracterização do cimento, foram realizados ensaios de resistência à compressão de acordo com a ABNT NBR 9831 (2006). Foi utilizada uma máquina de

ensaios universais da SHIMADZU de 100KN (Figura 3.7). A pasta de cimento foi curada por um período de 8 horas em banho térmico, sob duas temperaturas distintas (38 °C e 60 °C). Foram utilizados moldes cúbicos de 50,8 mm de aresta. Antes do ensaio, os corpos de prova foram secos com papel toalha e medidos com paquímetro. Para os corpos de prova que apresentaram resistência à compressão abaixo de 3,45 MPa, aplicou-se a carga de compressão a uma taxa de 6,9 MPa/min. Para corpos de prova com resistências maiores, aplicou-se a taxa de 27,6 MPa/min.

A resistência à compressão de cada corpo de prova foi calculada dividindo-se a carga de ruptura pela área da seção transversal. O resultado foi expresso em MPa.

Figura 3.7 – maquína de ensaios universais da SHIMADZU modelo EMIC 100KN

3.1.1.9 Determinação das propriedades reológicas da pasta de cimento

O limite de escoamento e a viscosidade plástica do cimento G foram determinados assumindo o modelo reológico de Bingham. Os ensaios foram realizados conforme procedimentos prescritos na ABNT NBR 9831 (2006) nas temperaturas de 27 e 52 °C. Foi utilizado o viscosímetro de cilindros coaxiais de leituras diretas da Chandler Engineering, modelo 3506 (Figura 3.8). O equipamento possui rotor fator R1 com diâmetro de 3,68 cm e 5,84 cm de comprimento útil e Bob fator B1 com diâmetro de 3,45 cm e comprimento útil de 3,80 cm. A distância entre as paredes do rotor e do Bob (gap) é de 1,17 mm. A pasta foi misturada e homogeneizada, conforme

recomendações da norma ABNT NBR 9831 (2006), em seguida vertida no copo do viscosímetro na temperatura de ensaio. O copo foi levantado até a altura do cilindro do viscosímetro o qual permaneceu a uma taxa de cisalhamento de 511 s^{-1} por 60 segundos. Ao fim foi anotado o valor da deflexão angular. Após, aplicou-se taxas de cisalhamento descendentes em intervalos de 20 segundos de 340 s^{-1} e 170 s^{-1}. A deflexão máxima foi anotada ao final de cada intervalo de 20 segundos. O gel inicial foi obtido após recondicionamento da pasta por 60 segundos a 511 s^{-1} e posterior repouso de 10 segundos. Ao fim aplicou-se uma taxa de cisalhamento de 5,1 s^{-1} e anotou-se a deflexão máxima alcançada. O gel final foi aferido após submeter a pasta a 10 minutos de repouso, subsequente a leitura do gel inicial. Decorrido este período, aplicou-se a taxa cisalhante de 5,1 s^{-1} e anotou-se a deflexão máxima alcançada.

Para a determinação dos parâmetros reológicos, calculou-se a taxa de deformação (γ) e a tensão de cisalhamento (τ) das pastas de acordo com as equações 3.3 e 3.5.

$$\gamma = \frac{2\omega R_0^2}{R_0^2 - R_1^2} \quad \textbf{(3.3)}$$

Onde γ é a taxa de deformação (s^{-1}); R_0 é o raio interno do rotor (cm); R_1 é o raio externo do “Bob” (cm) e ω é a velocidade angular (s^{-1}) dado pela equação 3.4:

$$\omega = \frac{2\pi\Omega}{60} \quad \textbf{(3.4)}$$

Onde Ω é a velocidade de rotação do viscosímetro (rpm).

$$\tau = F_\tau F_m \theta \quad \textbf{(3.5)}$$

Onde τ é a tensão de cisalhamento (Pa); F_τ é o fator de tensão de cisalhamento do viscosímetro para uma dada combinação “rotor-bob”; F_m é o coeficiente da mola de torção do instrumento e θ é a leitura do viscosímetro em graus nas velocidades de ensaio.

O limite de escoamento e a viscosidade plástica foram calculados conforme o modelo reológico de Bingham dado pela equação 3.6:

$$\tau = \tau_0 + \mu\gamma \quad \textbf{(3.6)}$$

Onde τ_0 é o limite de escoamento, referente ao coeficiente linear da reta do modelo (pa); e μ é a viscosidade plástica (Pa/s), referente ao coeficiente angular da reta do modelo de Bingham.

Tabela 3.1 – Fatores de tensão cisalhante e constante da mola do viscosímetro.

Bob	F_τ **(lbf/100 pés^2)**	F_τ **(Pa)**	F_m	***Tipo de mola***
B1	*1,07*	*0,51*	*1*	*F1*

Figura 3.8 – Viscosímetro Chandler Engineering, modelo 3506.

3.1.1.10 Determinação do tempo de espessamento da pasta de cimento

A determinação do tempo de espessamento do cimento foi realizada no consistômetro pressurizado da Chandler Engineering, modelo 7222 (Figura 3.9), do Centro de Pesquisas e Desenvolvimento Leopoldo Américo Miguez de Mello (CENPES). Este ensaio é realizado para prever o tempo necessário para o cimento atinja a consistência de 100 unidades Bearden (U_c), referente ao tempo de espessamento. Determina-se também o tempo de bombeabilidade (50 U_c). O ensaio foi realizado conforme a NBR 9831 (2006), como descrito a seguir:

- A pasta de cimento foi colocada na célula do consistômetro e uma rampa de temperatura e pressão foi feita, de acordo com a Tabela 3.2;

- O tempo gasto desde o início do ensaio até a amostra atingir a consistência de 100 U_c foi determinado como o tempo de espessamento;
- Também foram aferidas as unidades de consistência inicial, a 25, 50 e 75 % do tempo de espessamento;
- Foi aferida a consistência máxima, no período de 15 a 30 minutos, o qual não deveria ultrapassar 30 U_c.

Tabela 3.2 – Progressão de pressão e temperatura para o ensaio de tempo de espessamentode (NBR 9831, 2006)

Tempo (min)	Pressão (Mpa [psi])	Temperatura (°C)
0	6,9 [1000]	27
2	9,0 [1300]	28
4	11,0 [1600]	30
6	13,1 [2000]	32
8	15,2 [2200]	34
10	17,3 [2500]	36
12	19,3 [2800]	37
14	21,4 [3100]	39
16	23,4 [3400]	41
18	25,5 [3700]	43
20	27,6 [4000]	44
22	29,6 [4300]	46
24	31,7 [4600]	48
26	33,8 [4900]	50
28	35,6 [5100]	53

Figura 3.9 – Consistômetro pressurizado da Chandler Engineering modelo 7222.

3.1.1.11 Moagem do polímero

Para a moagem do polímero foi utilizado o moinho de bolas rotativo (Figura 3.10) do Laboratório de Tecnologia Mineral (LTM/COPPE/UFRJ). O cilindro de porcelana do moinho (Figura 3.10 B) possui diâmetro interno de 24 cm e capacidade volumétrica de 10 litros. Esferas de alumina (Figura 3.10 C) foram utilizadas como corpos moedores. Para o procedimento de moagem, foram utilizados volumes de: 2,5 l do polímero SBR em pó e 5 l de corpos moedores. Uma rotação de 35 rpm foi empregada e alíquotas ao final de cada tempo de moagem (0, 140 e 220 min.) foram retiradas para análises granulométricas. Posterior peneiramento utilizando a peneira #45 (355 µm) foi necessário para garantir que todas as partículas fossem menores que 1/3 do tamanho do gap do viscosímetro. Este tamanho de partícula é recomendado uma vez que partículas maiores podem acarretar em erros nas leituras do comportamento reológico (SCHRAMM, 2006).

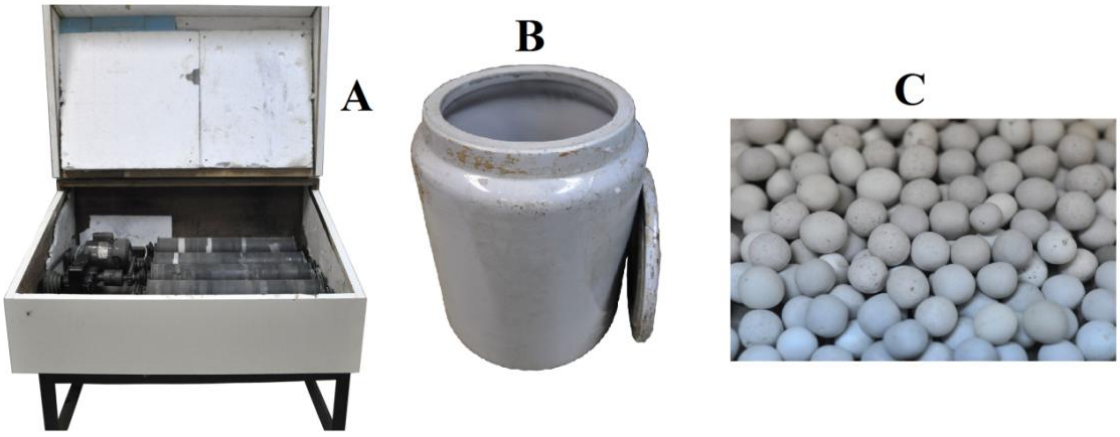

Figura 3.10 – Processos de moagem: A- moinho rotativo; B- cilindro de porcelana e C- corpos moedores de porcelana.

3.2 Dosagem, Processo de Mistura e Cura das Pastas

3.2.1 Dosagem da pasta de referência

A pasta de referência foi dosada visando um material de alto desempenho e que apresentasse estabilidade. Portanto, foi empregado o conceito de maior empacotamento granular seco, proposto por De Larrard *et al.* (1999) através do método de empacotamento compressível. Este conceito, inicialmente aplicado a concretos, atualmente vem sendo empregado na dosagem de pastas de cimentação de

poços petrolíferos, pois este método garante melhor comportamento mecânico, reológico e de durabilidade das pastas (PAIVA, 2008; MIRANDA, 2008; CORREIA, 2009; BALTHAR, 2010).

Foi utilizado o software MEC_COPPE 1.0 para o cálculo do empacotamento das fases granulares. Este simulador numérico foi desenvolvido no Laboratório de Estruturas e Materiais do PEC/COPPE/UFRJ em conjunto com a PETROBRAS (SILVOSO, 2008). O software tem capacidade de determinar as compacidades virtuais e reais das fases granulares a partir de dados intrínsecos das amostras, previamente fornecidos. Inicialmente foi determinado pelo software uma mistura otimizada de sílica ativa e cimento, onde se obteve uma compacidade granular seca de 0,625. Essa mistura tinha uma proporção volumétrica de 43,24 % de cimento: 19,21 % de sílica ativa: 37,55 % de água. O consumo por m^3 [% de massa em relação ao cimento] dos constituintes dessa pasta de compacidade máxima seria: cimento = 1398,74 kg/m^3 [100 %]; sílica ativa = 449,73 kg/m^3 [32,1 %] e água = 375,52 kg/m^3 [26,9 %]. Como o volume de água dessa formulação era suficiente apenas para preencher os vazios existentes entre os grãos dos constituintes sólidos aumentou-se o volume de água da mistura para 0,50 e 0,55 mantendo-se constante a proporção massa de sílica ativa:massa de cimento (igual a 0,32). Uma terceira pasta com compacidade real de volume de água de 0,50, mas com teor de massa de sílica ativa:massa de cimento igual a 0,40, foi também estudada visando avaliar o seu comportamento reológico e mecânico em relação às duas pastas anteriores. Para essas misturas determinou-se o teor ótimo de superplastificante a ser utilizado na formulação de referência, assim como a estabilidade e reologia da mistura. Essas mesmas pastas foram utilizadas por Fagundes (2012) para o estudo da influência da fibra de polipropileno no comportamento de pastas de cimentação.

Na Figura 3.11 apresentam-se as curvas tempo de escoamento x dosagem de superplastificante para as duas misturas estudadas.

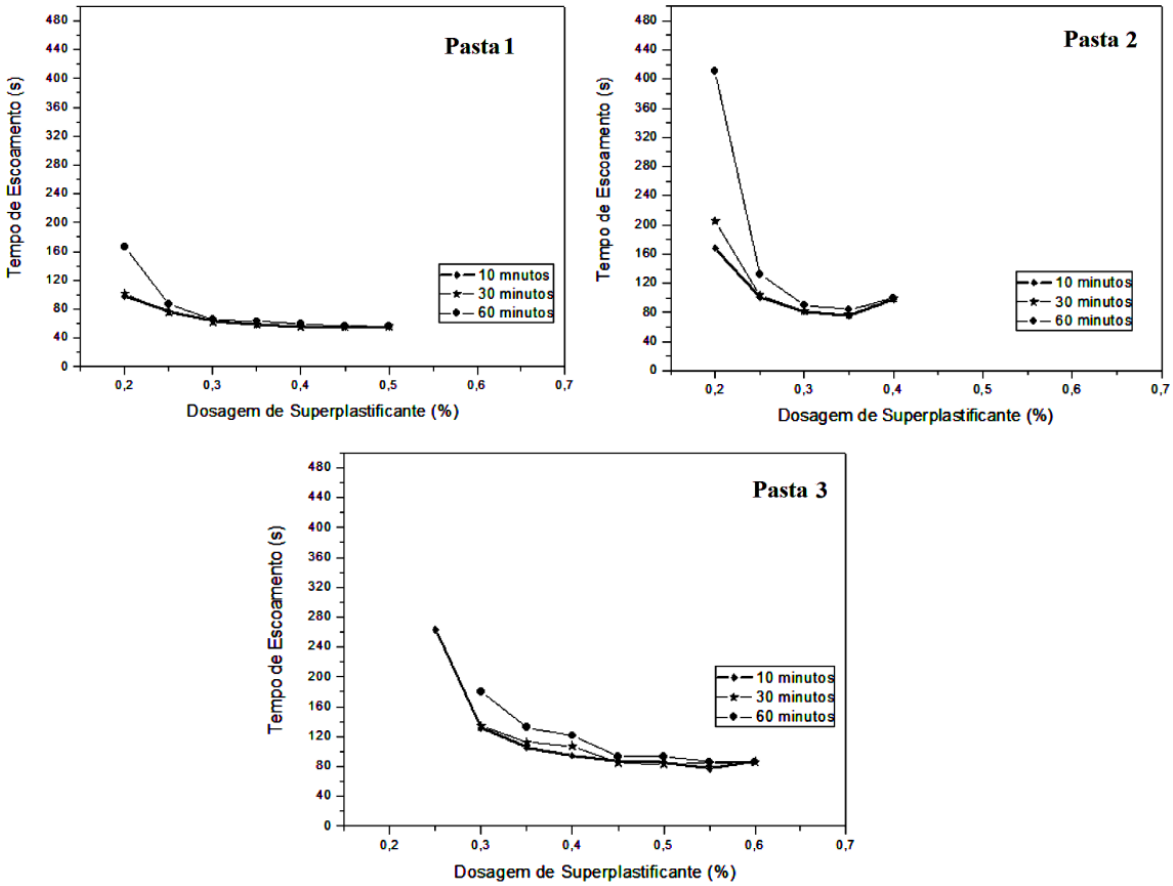

Figura 3.11 – Variação do tempo de escoamento com a dosagem de sólidos de superplastificante (adaptado de Fagundes (2012)).

A análise dos resultados mostra que o teor ótimo de superplastificante (ponto de saturação) para as pastas foi de 0,35 %, em relação à massa de materiais cimentícios. O comportamento reológico destas pastas pode ser observado na Figura 3.12 enquanto que as propriedades mecânicas são apresentadas na Tabela 3.3.

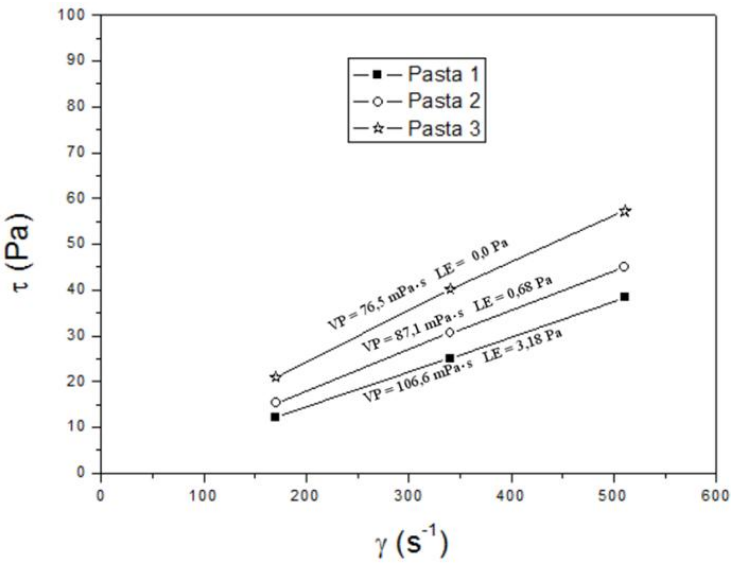

Figura 3.12 – Propriedades reológicas das pastas iniciais propostas (Adaptado de Fagundes 2012).

As propriedades reológicas das três pastas estudadas mostraram-se adequadas e todas elas apresentaram estabilidade. A resistência à compressão da pasta 3 foi 20 % maior que a da pasta 1 e 25 % maior que a da pasta 2. A pasta 3 foi escolhida uma vez que a mesma apresentou reologia similar e maior resistência à compressão.

Tabela 3.3 – Propriedades mecânicas das pastas iniciais propostas. Fagundes (2012).

	f_c (MPa [psi]) - CV (%)	ε_{cAxial} (με) - CV (%)
Pasta 1	*80,9 [11733,5] - 9,9*	*6193,8 - 13,8*
Pasta 2	*75,0 [10877,8] - 6,6*	*6026,6 - 14,0*
Pasta 3	*99,5 [14431,2] - 9,3*	*58,39,0 - 10,5*

Posteriormente, foi inserido um teor de antiespumante de 0,12 % em relação a massa de materiais cimentantes, no intuito de reduzir a quantidade de bolhas formadas no processo de mistura da pasta. Essa pasta de referência foi denominada como pasta PR e sua dosagem é apresentada na Tabela 3.4.

Tabela 3.4 – Dosagem da pasta PR em kg/m^3[% de massa em relação ao cimento].

Material	PR
Cimento	*1015,7 - [100,0]*
Sílica ativa	*406,2 - [40,0]*
*Superplastificante**	*13,3 - [0,5]*
Antiespumante	*1,7 - [0,2]*
Água	*496,2 - [50,0]*

* em relação ao teor de sólidos

3.2.2 Dosagem das pastas com polímero

As pastas com polímero foram dosadas tendo como base a pasta PR. Três teores de polímero foram inseridos na pasta de referência como substituição parcial do volume de materiais cimentantes, os quais foram 6, 10 e 13 % [3,6, 6,3 e 8,4 % em relação à massa de cimento]. Em função dos teores, as pastas com polímero foram denominadas como P6, P10 e P13 respectivamente. No entanto, não foi possível manter o mesmo teor de superplastificante (0,35 % em relação à massa de materiais cimentantes) nas pastas com polímero de forma que estas mantivessem valores aceitáveis no ensaio de estabilidade. Isso ocorreu devido às características físico-químicas do polímero, que tornaram as pastas muito fluidas (Chougnet, 2007). Como consequência ao aumento da fluidez, houve a segregação das fases na pasta. Portanto, o teor de superplastificante teve que ser adequado para manter a fluidez sem danos à estabilidade das pastas. Após a realização de ensaios de reologia e estabilidade, chegou-se aos teores de superplastificante (em relação à massa de materiais cimentícios) de 0,30 % para as pastas P6 e P10 e 0,28 % para a pasta P13. Assim, a dosagem das pastas com polímero utilizadas foi:

Tabela 3.5 – Dosagem das pastas com polímero em kg/m^3[% de massa em relação ao cimento].

Material	**P6**	**P10**	**P13**
Cimento	*954,7 [100,0]*	*914,1 [100,0]*	*883,6 [100,0]*
Sílica ativa	*381,8 [40,0]*	*365,6 [40,0]*	*353,4 [40,0]*
Polímero	*34,4 [3,6]*	*57,4 [6,3]*	*74,6 [8,4]*
*Superplastificante**	*14,2 [0,4]*	*14,2 [0,4]*	*13,3 [0,4]*
Antiespumante	*1,7 [0,2]*	*1,7 [0,2]*	*1,7 [0,2]*
Água	*496,2 [52,0]*	*496,2 [54,3]*	*496,2 [56,2]*

* em relação ao teor de sólidos

3.2.3 Dosagem das pastas com volastonita

A volastonita foi inserida na pasta de referência substituindo parcialmente o volume de pasta em teores de 2,5, 5,0 e 7,5 % [7,3, 15,0 e 23,1 % em relação à massa de cimento]. Assim, as pastas foram denominadas de V2,5, V5 e V7,5. Ao analisar o comportamento reológico destas pastas, verificou-se que estas apresentaram viscosidade muito elevada e os teores de superplastificante foram ajustados para que as pastas atingissem valores aceitáveis. Estudos de dosagem tendo como parâmetros a estabilidade e o comportamento reológico foram realizados e ao fim, verificou-se que

os teores de superplastificante para estas pastas (em relação a massa de materiais cimentícios) foram 0,39 % para a V2,5 e 0,45 % para a V5 e V7,5. Assim, as pastas contendo volastonita apresentaram a seguinte composição:

Tabela 3.6 – Dosagem das pastas com polímero em kg/m^3[% de massa em relação ao cimento].

Material	V2,5	V5	V7,5
Cimento	*990,3 [100,0]*	*964,9 [100]*	*939,5 [100,0]*
Sílica ativa	*369,1 [40,0]*	*385,9 [40,0]*	*375,8 [40,0]*
Volastonita	*72,5 [7,3]*	*145,0 [15,0]*	*217,5 [23,1]*
*Superplastificante**	*17,9 [1,8]*	*20,3 [2,1]*	*19,7 [2,1]*
Antiespumante	*1,6 [0,2]*	*1,6 [0,2]*	*1,5 [0,2]*
Água	*483,8 [50,0]*	*471,3 [50,0]*	*458,9 [50,0]*

* em relação ao teor de sólidos

3.2.4 Processo de mistura e homogeneização das pastas

O procedimento de mistura das pastas seguiu o recomendado pelo manual de cimentação PROCELAB (CAMPOS, 2005). Todos os materiais foram pesados em uma balança de precisão. A fase seca foi homogeneizada manualmente, antes de ser misturada à fase liquida. Para realizar a mistura das formulações foi utilizado tanto o misturador da Chandler Engineering, modelo 30-60, com capacidade para 1 l quanto o misturador da Chandler Engineering, modelo 30-70, com capacidade para 4 l (Figura 3.13 A). Ambos misturadores possuem cronômetro e tacômetro, para o controle preciso do tempo e da velocidade de rotação das hélices do misturador. O PROCELAB (2005) recomenda uma velocidade de mistura de 4000 rpm por 15 s, para um volume de 600 ml de pasta. Neste período a fase seca é adicionada sobre a fase líquida contida no misturador. Em seguida, aumenta-se a velocidade para 12000 rpm, permanecendo assim por mais 35 s. Este processo de mistura aplica sobre as pastas uma energia de mistura por unidade de massa de 5,9 kJ/kg (VORKINN, 1993). No entanto, para garantir a ação do superplastificante de terceira geração utilizado no presente estudo e manter a mesma energia de mistura, foi necessário utilizar um tempo de mistura de 10 minutos e uma velocidade de 2970 rpm. Para ajustar a velocidade de mistura aplicada neste tempo e manter a mesma energia de mistura, foi necessário utilizar a equação 3.7 dada por Vorkinn *et al.* (1993):

$$\frac{E}{M} = \frac{k}{V} \cdot \sum\left[\left(\frac{2\pi\Omega}{60}\right)^2 \cdot t\right] \qquad \textbf{(3.7)}$$

Onde: E/M é a energia de mistura por unidade de massa de pasta (kJ/kg); k é uma constante experimental dada por Vorkinn *et al.* (1993) como $6{,}1\times10^{-8}$; V é o volume de pasta (l); Ω é velocidade das palhetas do misturador (rpm) e t é o tempo de mistura (s).

Rearranjando a equação 3.7, Balthar (2010) obteve a expressão 3.8 para velocidade do misturador:

$$\Omega = \frac{60}{2\pi} \cdot \sqrt{\frac{E}{M} \cdot \frac{V}{kt}} \qquad \textbf{(3.8)}$$

Para os ensaios de estabilidade, reologia e água livre foi utilizado um consistômetro atmosférico (Figura 3.13 B) conforme recomendado pelo PROCELAB (CAMPOS, 2005). As pastas foram vertidas para a célula do consistômetro e colocadas para homogeneizar durante 20 minutos à temperatura ambiente. Após o término deste período, a palheta de homogeneização contida na célula do aparelho foi retirada e uma uniformização da pasta por 5 s com o auxilio de espátula foi realizada.

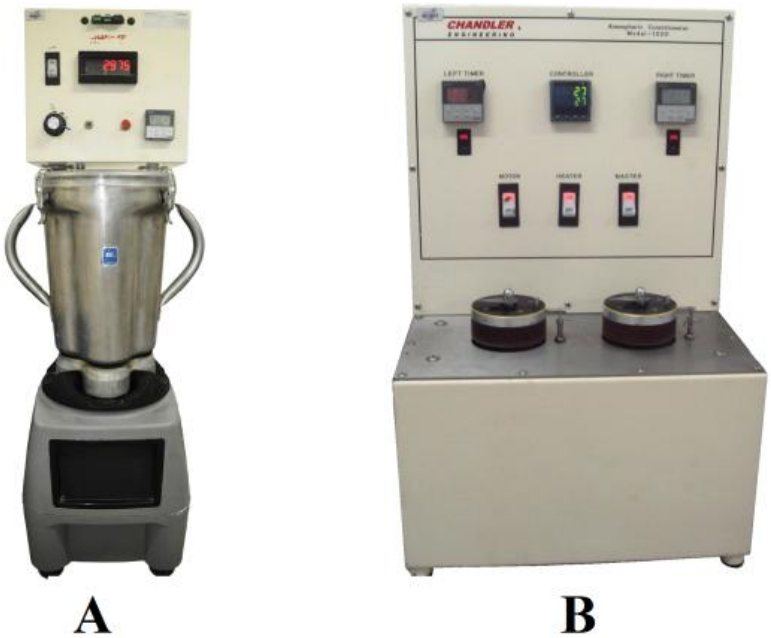

Figura 3.13 – A- Misturador Chandler Engineering, modelo 30-70 de 4 l e B- Consistômetro atmosférico.

3.2.5 Cura das pastas

As formulações, depois de misturadas, foram transferidas para os moldes que foram preenchidos com duas camadas de pasta. Em cada camada foram realizados

movimentos lentos e circulares com o auxilio de um bastão de vidro por 30 segundos. O propósito deste procedimento era eliminar bolhas de ar provenientes do processo de mistura dos materiais. Os moldes com as pastas eram então submetidos à cura por um período de 24 horas à temperatura ambiente. Panos úmidos envolviam os moldes os quais foram colocados em um hack fechado por portas de acrílico (Figura 3.15 A) evitando perda de água dos materiais para o ambiente. Após 24 horas, os corpos de prova foram desmoldados e submetidos à cura em banho térmico (Figura 3.15 B) à 74 °C por um período de oito dias. Foram necessários dois banhos térmicos para realizar a cura dos materiais. O primeiro foi utilizado para realizar a rampa de temperatura de 22 à 74 °C, numa taxa de aquecimento de 0,33 °C/min. Ao fim da rampa de aquecimento, os corpos de prova foram transferidos para o segundo banho. A temperatura deste banho foi mantida constante a 74 °C e os corpos de prova permaneciam neste até o dia do seu ensaio. Duas horas antes dos testes, os corpos de prova eram transferidos para um béquer de 4 l, contendo água a 74 °C onde permaneciam para resfriar naturalmente até a temperatura ambiente.

Esta temperatura (74 °C) foi empregada a fim de simular a condição de um poço vertical com 5900 m de profundidade (incluindo lâmina d´água e com gradiente geotérmico de 2 °C por 100 m de profundidade. Este tempo de cura foi utilizado visando garantir uma resistência a compressão das pastas estudadas acima de 90 %, em relação a um tempo de 26 dias de cura, pois como observado por Correia (2009), que realizou o estudo da resistência à compressão de pastas de cimentação curadas em banho térmico (a 50 °C) ao longo do tempo (26 dias), após 9 dias de cura o material já apresentava mais de 90 % da resistência a compressão apresentada em 26 dias, como pode ser observado no gráfico da Figura 3.14.

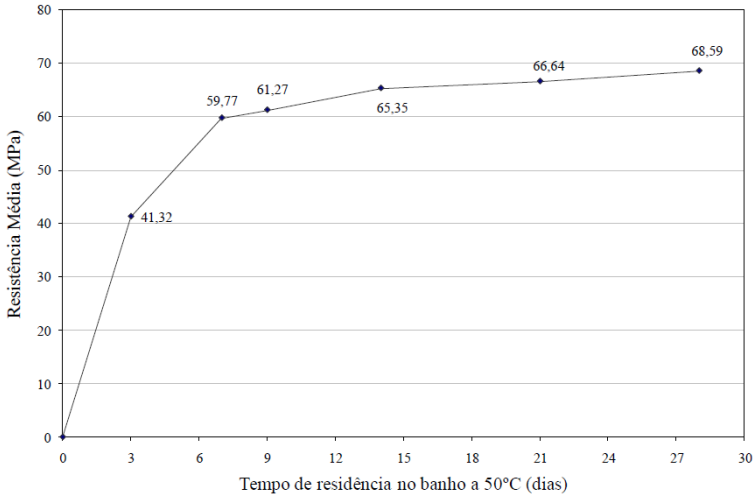

Figura 3.14 - Evolução da resistência da pasta de referência. Modificado de Correia (2009).

Figura 3.15 – A- Hack utilizado para cura dos corpos de prova e B- banho térmico.

3.3 Determinação das Propriedades Reológicas e Tixotrópicas das pastas

As propriedades reológicas das pastas foram determinadas conforme o recomendado pelo manual de cimentação PROCELAB (CAMPOS, 2005) na temperatura de 27 °C. O limite de escoamento e a viscosidade plástica foram determinados assumindo o modelo reológico de Bingham. O grau de tixotropia foi determinado realizando leituras com taxas de cisalhamento ascendentes e descendentes. Para a realização dos ensaios foi utilizado o viscosímetro de cilindros coaxiais de leituras diretas FANN 35 (Figura 3.16) do CENPES. O equipamento possui rotor fator R1 com diâmetro de 3,68 cm por 5,84 cm de comprimento útil. O Bob possuiu fator B1 com diâmetro de 3,45 cm e comprimento útil de 3,80 cm. A distância entre as paredes do rotor e do Bob (gap) foi de 1,17 mm. As pastas foram misturadas e homogeneizadas, conforme item 3.2.4, em seguida vertida para o copo do viscosímetro. O copo foi então levantado até a altura do cilindro, que se encontrava a uma taxa de cisalhamento de 5,1 s^{-1}, a qual foi mantida por 30 segundos. Ao fim foi anotado o valor da deflexão angular. Após, aplicou-se taxas de cisalhamento ascendentes e descendentes em intervalos de 10 segundos de 5, 10, 51, 102, 170, 340 e 511 s^{-1}. A deflexão máxima foi anotada ao final de cada intervalo de 10 segundos.

Os cálculos do limite de escoamento e da viscosidade plástica foram realizados assumindo o modelo reológico de Bingham, conforme descrito no item 3.1.1.9.

Figura 3.16 – Viscosímetro de cilindros coaxiais de leituras diretas FANN 35.

3.3.1 Grau de tixotropia das pastas

Segundo Schramm (2006), a área que compreende o espaço entre as curvas de subida e descida das tensões de cisalhamento numa curva de fluxo é conhecida como curva de histerese (Figura 3.17). A energia tixotrópica, referente à energia necessária para a quebra das estruturas tixotrópicas por volume de pasta foi calculada determinando-se a área destas curvas (ver trecho hachurado na Figura 3.17). A área da curva de histerese foi calculada subtraindo-se as integrais das curvas de subida da de descida. Os resultados foram expressos em J/ml de pasta cisalhada.

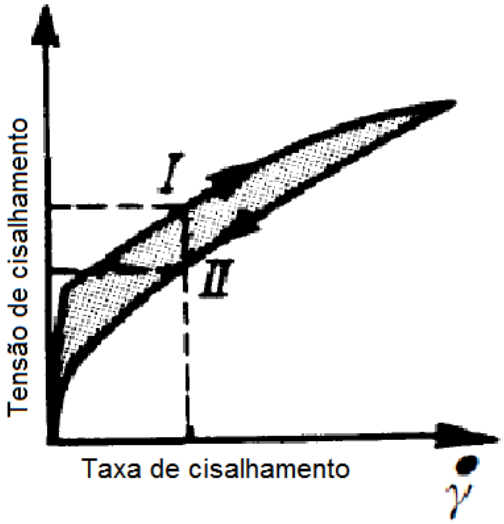

Figura 3.17 – Área de histerese em uma curva de fluxo. Modificado de Schramm (2006).

3.4 Estudo da Hidratação das Pastas

3.4.1 Determinação da cinética de hidratação por pulso ultrassônico

A hidratação das pastas foi estudada utilizando-se o aparelho Ultrasonic Cement Analiser (UCA), da Chandler Engineering, modelo 4262 do LabEst/COPPE/UFRJ (Figura 3.19). Este aparelho possui sensores capazes de determinar continuamente a velocidade que as ondas ultrassônicas atingem ao atravessar as pastas de cimento ao longo do tempo. Fatores como pressão e temperatura são variáveis programáveis as quais podem ser facilmente acompanhadas nos displays do aparelho. Os ensaios foram realizados com uma temperatura de 74 °C e pressão de 20,7 MPa. Esta temperatura foi atingida em duas rampas. A primeira iniciou-se em 23 °C e atingiu 54 °C em 45 minutos e a segunda foi de 54 °C a 74 °C até completar 195 minutos. Estas condições foram empregadas visando simular o ambiente do poço estudado.

A velocidade das ondas ultrassônicas varia de acordo com o estado do material. Em meio líquidos, como a água, ela é dependente da pressão, temperatura e da concentração de íons no meio. Considerando a água pura sob pressão atmosférica e temperatura ambiente, considera-se que a velocidade do som na água é de 1488m/s. No entanto, em meios sólidos o comportamento da velocidade ultrassônica é proporcional ao módulo de elasticidade e ao estado de tensões no material (HALLIDAY, 2007).

A realização desta análise no estado fresco das pastas possibilitou a determinação do patamar de percolação das pastas. Ou seja, o momento em que o meio líquido deixa de ser a fase dominante para que um meio de estruturas complexas formados nas reações de hidratação passa a ser a fase contínua no material. Este novo meio é responsável pelo desenvolvimento das tensões e módulos iniciais, levando a um incremento significativo na velocidade das ondas ultrassônicas.

O cálculo do patamar de percolação e do patamar de estabilização das reações de hidratação das pastas foi realizado conforme Rocha (2012). Para tal foi calculado a interseção das retas traçadas nos trechos lineares das curvas de velocidade do pulso ultrassônico x log do tempo (Figura 3.18). As inclinações das retas também foram obtidas nos cálculos realizados.

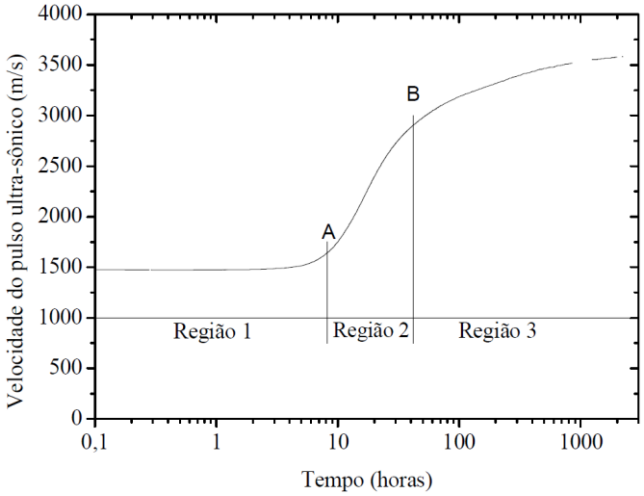

Figura 3.18 - Curva típica da velocidade do pulso ultra-sônica em uma pasta de cimento versus tempo (ROCHA, 2011).

Figura 3.19 – UCA do laboratório de pastas do LabEst.

3.4.2 Difração por raios X

Os produtos de hidratação das pastas foram determinados por difração de raios X. O equipamento utilizado foi o difratômetro da BRUKER, modelo D8 FOCUS, com radiação de cobre (Cukα, λ = 1,5418 Å), operando a 40 kV e 40 mA do LabEst/COPPE/UFRJ (Figura 3.4). As determinações foram feitas aos 1 e 9 dias de cura das pastas. Para isso, corpos de prova cilíndricos com dimensões de 50 mm de diâmetro por 100 mm de altura foram moldados e curados conforme tópico 3.2.5. Alíquotas da parte central dos corpos de prova foram fraturadas nas respectivas datas supracitadas para a realização das análises. Este procedimento foi seguido para evitar a parte exterior dos corpos de prova, mais susceptíveis a processos de carbonatação ou outros tipos de contaminações, que poderiam corromper os resultados da análise. As alíquotas eram então trituradas em almofariz e pistilo de porcelana e em seguida peneiradas em peneira 200# (75 µm) (Figura 3.20), para que se pudessem ter tamanhos uniformes e adequados para os ensaios. As amostras foram então colocas prensadas no porta-amostras do aparelho. Para a determinação das fases cristalinas foram realizadas varreduras com velocidade angular de 0,02º/s e intervalo de medidas entre os ângulos de Bragg (2θ) de 10º e 70º.

Figura 3.20 – Pasta macerada com almofariz e pistilo; e peneira 75 µm.

3.4.3 Análises térmicas

As análises térmicas foram realizadas no aparelho SDT Q600 do LabEst/COPPE/UFRJ (Figura 3.5) para estudar os processos de hidratação das pastas. Buscou-se manter as mesmas condições de ensaio das análises por difração de raios X. Portanto, foram utilizadas amostras das alíquotas utilizadas no ensaio anterior nas mesmas datas de ensaio. As alíquotas foram igualmente trituras e peneiras em um almofariz e pistilo de porcelana e peneira 200# (75 µm) (Figura 3.20). Aproximadamente 10 mg das amostras eram ensaiadas em atmosfera inerte em cadinho de platina. Uma rampa de temperatura de 10 °C/min com fluxo máximo de nitrogênio de 100 ml/mim foi empregada, sendo que nos primeiros 60 minutos de análise a temperatura foi mantida a 35 °C. Este procedimento permitiu eliminar a água livre presente nos materiais. Os resultados das análises foram expressos em termos das porcentagens de massa calcinada do cimento.

Assim como Dweck *et al.* (2009) e Neves Junior *et al*. (2012), os cálculos das fases formadas nas pastas foram realizados com base na massa inicial de cimento. A importância de se ter uma mesma base de comparação entre as pastas está no fato de que a análise dos resultados entre diferentes pastas com base na massa inicial dos materiais pode levar a interpretações errôneas, já que diferentes materiais possuem diferentes composições e diferentes quantidades de água em sua composição inicial (Taylor, 1997).

Sendo assim, e tendo em mente que a 1000 °C as pastas e o cimento apresentam a mesma composição química, converteram-se os dados fornecidos pelo equipamento (em base a massa inicial do material), para a base calcinada dos materiais, de acordo com a equação 3.9:

$$M_{bc} = \frac{M_i}{M_c} \cdot 100 \quad \textbf{(3.9)}$$

Onde: M_{bc} é a porcentagem de massa em uma temperatura *T*, em base a massa calcinada da amostra; M_i é a porcentagem de massa em uma temperatura *T*, em base a massa inicial da amostra e M_c é a porcentagem de massa da amostra calcinada em base a massa inicial da amostra.

Em seguida, os resultados obtidos foram multiplicados pelo percentual de massa calcinada do cimento (equação 3.10), obtendo assim os valores de TG/DTG com base a massa inicial do cimento.

$$M_{mic} = \frac{M_{cc}}{100} \cdot M_{bc} \quad \textbf{(3.10)}$$

A quantidade de Ca(OH) foi obtida com base no equilíbrio de sua equação estequiométrica de decomposição, conforme a equação 3.11 (perda de massa teórica (24,32 %).

$$Ca(OH)_2 \Longleftrightarrow CaO + H_2O \quad \textbf{(3.11)}$$

3.5 Caracterizações Físicas das Pastas

3.5.1 Estabilidade

Os ensaios de estabilidade foram realizados conforme o recomendado no manual de cimentação da Petrobras, PROCELAB (CAMPOS, 2005). Depois de misturadas e homogeneizadas a 27 °C, as pastas foram vertidas para o tubo decantador (Figura 3.21 A). Em seguida, o tubo foi inserido em banho térmico a 27 °C, onde permaneceu por 24 horas. No momento seguinte, o material foi desmoldado e os corpos de prova foram cortados em quatro partes de tamanhos aproximadamente iguais. As frações foram identificadas como T (topo); 1 (intermediário 1); 2 (intermediário 2) e F (fundo) (Figura 3.21 B). Após, as amostras ficaram em repouso imersas em água por pelo menos 30 minutos. Em seguida, foram determinadas as massas das amostras imersas na água (sem tocar o fundo nem as laterais do recipiente) e no ar (imersas na água, apoiadas no fundo do recipiente). Então, através da determinação da massa específica de todas as amostras (equação 3.12), as pastas foram consideradas estáveis quando a maior diferença de massa específica entre as seções ($\Delta\rho$), fosse menor ou igual a 0,06 g/cm^3. O rebaixamento de topo das pastas também foi avaliado, o qual não deveria ser superior a 5 mm. Caso contrário, as pastas eram consideradas instáveis e deveriam ser reformuladas.

$$ME = \frac{M_{ar}}{M_{água}} \qquad \textbf{(3.12)}$$

Onde: *ME* é a massa específica (g/cm^3); M_{ar} é a massa submersa da amostra tocando o fundo do recipiente (g) e $M_{água}$ é a massa submersa da amostra sem tocar o fundo e nem as laterais do recipiente (g).

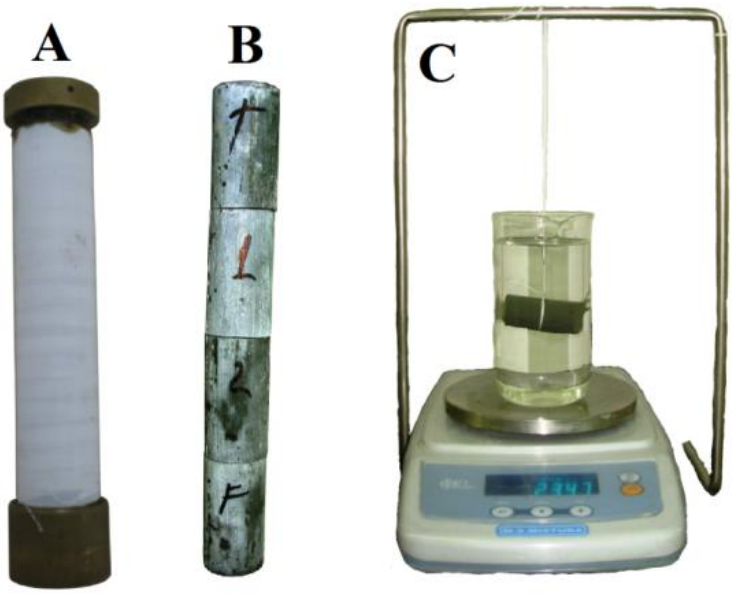

Figura 3.21 – Ensaio de estabilidade: A- Tubo decantador; B- corpo de prova fracionado e C- pesagem do corpo de prova em balança com suporte.

3.5.2 Determinação do conteúdo de água livre

A determinação do conteúdo de água livre foi realizada conforme o PROCELAB (CAMPOS, 2005). O ensaio foi realizado da seguinte maneira: 600 ml de pasta foram misturadas e homogeneizadas a 27 °C. Em seguida, 250 ml de pasta foram vertidos para uma proveta de 250 ml. Em seguida, a boca da proveta foi vedada por filme plástico e colocada em repouso sobre uma superfície plana de espuma de poliuretano isenta de vibrações, por um período de 2 horas. Após este período, a água sobrenadante (se houvesse) foi coletada e aferida com o auxílio de uma pipeta.

O percentual de água livre foi calculado conforme a equação 3.13:

$$Al = \frac{Val}{Vp} \cdot 100 \qquad \textbf{(3.13)}$$

Onde *Al* é o conteúdo de água livre (%); *Val* é o volume de água sobrenadante coletado (ml); *Vp* é o volume inicial de pasta (ml).

Figura 3.22 – Ensaio de determinação do conteúdo de água livre.

3.5.3 Índice de vazios, absorção e massa específica no estado endurecido

Os ensaios de índice de vazios, absorção e massa específica dos materiais, foram determinados de acordo com as recomendações da norma NBR 9778 (2005). Para a determinação destas propriedades, foram utilizados corpos de prova cilíndricos de 50 mm de diâmetro por 100 mm de altura. Depois de misturadas e curadas conforme tópico 3.2.4, as amostras foram levadas à estufa a 40 °C (Figura 3.23 A), onde ficaram durante 5 dias para adquirirem constância de massa. Após este período, a massa de cada amostra foi aferida em balança de precisão e determinada como massa seca constante (m_s). Posteriormente, foram imersas em água durante 72 horas para saturação. Depois de saturados, os corpos de prova foram imersos em água contida em um béquer de vidro com capacidade de 2 l que por sua vez foi colocado para aquecer numa placa de aquecimento. A temperatura da água foi elevada até atingir o ponto de ebulição entre 15 e 30 min. A ebulição foi mantida durante 5 horas. Decorrido este período, o béquer com os corpos de prova foi retirado da placa de aquecimento e deixado para resfriar naturalmente até a temperatura ambiente. Em seguida, a massa

de cada amostra foi aferida individualmente em balança hidrostática (Figura 3.23 B) e determinada como massa imersa (m_i). As amostras foram então secas com papel absorvente e suas massas foram aferidas e determinadas como massa saturada superfície seca (m_{sat}). Os valores de índice de vazios (I_t), absorção (A) e massa específica real (ρ_r) foram obtidos através das equações 3.14, 3.15 e 3.16:

$$I_v = \frac{m_{sat} - m_s}{m_{sat} - m_i} \cdot 100 \quad \textbf{(3.14)}$$

$$A = \frac{m_{sat} - m_s}{m_s} \cdot 100 \quad \textbf{(3.15)}$$

$$\rho_r = \frac{m_s}{m_s - m_i} \quad \textbf{(3.16)}$$

A **B**

Figura 3.23 – Ensaio de absorção de água, índice de vazios e massa específica. A- Estufa e B- balança hidrostática.

3.5.4 Permeabilidade a gás Nitrogênio

Os ensaios de permeabilidade das pastas foram realizados em permeâmetro a gás Nitrogênio (Figura 3.24) proposto por CABRERA & LYNSDALE (1988) do LabEST/COPPE/UFRJ. Corpos de prova com diâmetro de 50 mm por 25 mm de altura foram utilizados no ensaio. A fim de se garantir uma estanqueidade nas bordas dos corpos de prova, para permitir que o fluxo vertical passasse apenas pela amostra, uma fita de alumínio envolveu toda a extensão lateral dos corpos de prova, os quais

foram posicionados em um anel de borracha de silicone, antes de serem posicionados no compartimento de ensaio. Depois de posicionado no compartimento, o sistema foi vedado com uma tampa de aço e preso por um parafuso central. Em seguida, o fluxo de gás Nitrogênio foi empregado com o auxilio de manômetros, onde a pressão foi controlada até atingir 0,2 MPa, a qual foi mantida por 10 minutos, para se estabilização do fluxo. Após o período de estabilização do fluxo, aferiu-se a vazão do gás através da aferição do tempo que uma bolha levava para percorrer 5 ml da pipeta graduada. A permeabilidade do gás foi então calculada através da equação 3.17, modificada da lei de Darcy para fluidos compressíveis.

$$k = \frac{2\eta Q h \cdot P_2}{A\left(P_1^2 - P_2^2\right)} \qquad \textbf{(3.17)}$$

Onde: k é a permeabilidade (m^2); η é a viscosidade do Nitrogênio na temperatura de ensaio (Ns/m^2); Q é a vazão do gás (m^3/s); h é a altura da amostra (cm); P_1 é a pressão aplicada (N/m^2); P_2 é a pressão na qual a vazão é medida, ou seja, neste caso a atmosférica (N/m^2) e A é a área da amostra (m^2).

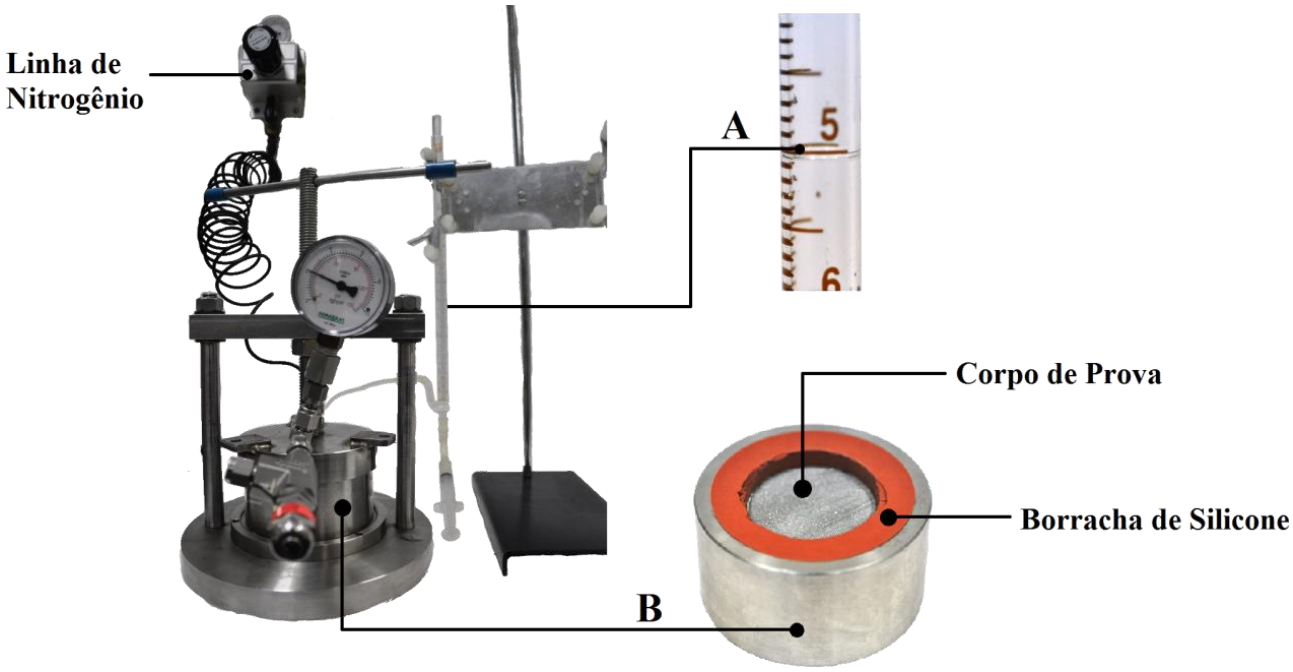

Figura 3.24 – Permeâmetro a gás. Detalhes: A- pipeta com a bolha de nitrogênio e B- compartimento do corpo de prova.

3.6 Caracterizações Mecânicas das Pastas no Estado Endurecido

3.6.1 Determinação do comportamento sob compressão uniaxial

Os ensaios de resistência à compressão uniaxial foram realizados utilizando corpos de prova cilíndricos de 50 mm de diâmetro por 100 mm de altura. Antes da realização de cada ensaio, todos os corpos de prova foram faceados em torno mecânico para planificação, tanto do topo quanto da base. Este procedimento foi realizado para evitar a ruptura dos cilindros por concentração de tensões em algum ponto de suas superfícies. Após este procedimento, a resistência à compressão foi determinada na máquina Shimadzu, modelo UH-F1000 kN do LabEst/COPPE/UFRJ (Figura 3.25 A). Adotou-se uma velocidade de carregamento de 0,05 mm/min. Os deslocamentos axiais foram medidos por dois LVDT, que foram fixados na zona central dos corpos de prova. Os deslocamentos laterais foram aferidos por dois extensômetros elétricos do tipo PA- 06-1000BA-120L da Excel Sensores (detalhe Figura 3.25 B) os quais foram colados diametralmente opostos à meia altura dos corpos de prova. O módulo de elasticidade (E_c) e o coeficiente de Poisson (v) foram calculados a partir das curvas tensão – deformação de acordo com as equações 3.18 e 3.19 recomendados pela norma ASTM C 469 (2010).

$$E_c = \frac{S_2 - S_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad \textbf{(3.18)}$$

$$v = \frac{\varepsilon_{t2} - \varepsilon_{t1}}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad \textbf{(3.19)}$$

Onde: E_c é o módulo de elasticidade (GPa); S_2 é a tensão correspondente a 40 % da tensão máxima (MPa); S_1 é a tensão correspondente a tensão longitudinal ε_1 (MPa); ε_2 é a deformação longitudinal produzida pela tensão S_2 (με), ε_1 é a tensão longitudinal correspondente a $5x10^{-5}$ με, ε_{t2} é a tensão transversal produzida por S_2 (με) e ε_{t1} tensão transversal produzida por S_1 (με).

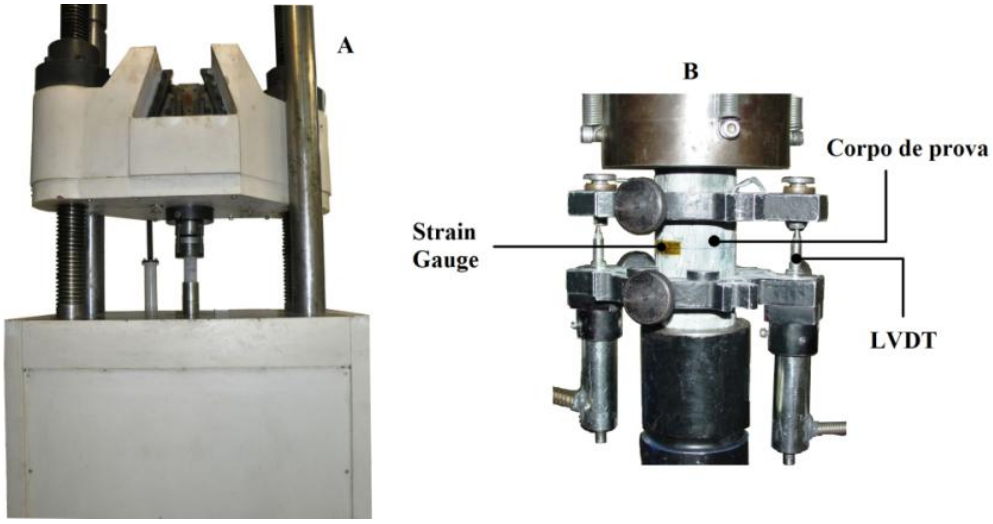

Figura 3.25 – Resistência à compressão uniaxial. A- Máquina de ensaio Shimadzu 1000 KN e B- setup de ensaio.

3.6.2 Determinação do comportamento sob compressão triaxial

Os ensaios de resistência à compressão triaxial foram realizado na prensa de ensaios Wykeham Farrance (Figura 3.26). Sua célula de carga possui uma capacidade de 200 kN e a célula de confinamento capacidade de 14 MPa. Foram utilizados corpos de prova cilíndricos, com dimensões de 25 mm de diâmetro por 50 mm de altura. Antes da realização de cada ensaio, os corpos de prova foram faceados em torno mecânico, para planificação tanto do topo quanto da base. Os corpos de prova foram revestidos por uma membrana de latéx, a fim de se evitar a penetração de óleo da célula de confinamento nos poros do corpo de prova. Os ensaios foram realizados sob uma velocidade de 0,05 mm/min, utilizando pressões de confinamento (σ_3) de 0, 4,14 e 8,27 MPa. As pressões de confinamento de 4,14 MPa e 8,27 MPa foram atingidas em 10 min a uma taxa de 0,41 MPa/min e 0,83 MPa/min respectivamente. A partir deste ensaio foi possível determinar o ângulo de atrito interno (ϕ) e a coesão (S_0) das pastas utilizadas.

Figura 3.26 – Máquina de ensaios Wykeham Farrance.

Na Figura 3.27 estão representados os círculos de Mohr, onde a reta tangente descreve a envoltória de ruptura para qualquer estado de tensões. Esta reta corresponde ao limite onde material virá a falhar em virtude de uma ruptura por cisalhamento. A equação que define esta reta pode ser descrita conforme a equação 3.20:

$$\tau = S_0 + tg(\phi) \cdot \sigma \qquad \textbf{(3.20)}$$

Onde τ é a tensão cisalhante (MPa); S_0 é a coesão (ponto onde a envoltória corta o eixo y) (MPa); ϕ ângulo de atrito interno; e σ é a tensão normal (MPa).

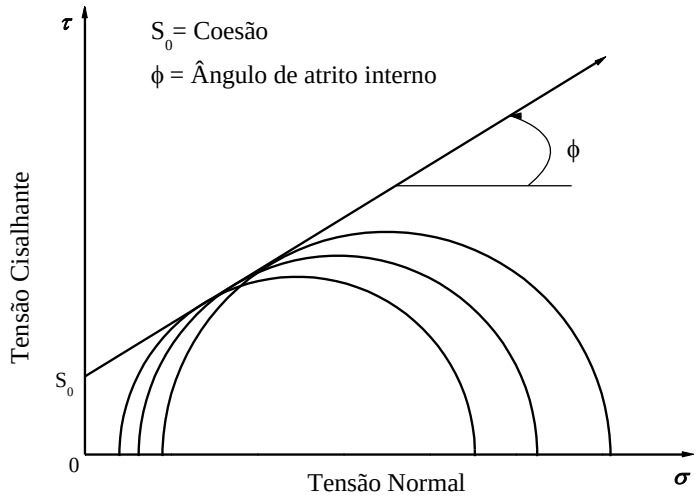

Figura 3.27 – Círculos de Mohr para o critério de ruptura de uma pasta de cimentação típica (adaptado de ROCHA e AZEVEDO, 2007).

3.6.3 Determinação da resistência à tração direta

A resistência à tração direta foi determinada segundo recomendações da RILEM para compósitos têxteis (BRAMESHUBER, 2011), utilizando corpos de prova retangulares com dimensões de 60 x 6 x 500 mm (Figura 3.28) com velocidade de carregamento de 0,10 mm/mim. Os ensaios foram realizados na máquina de ensaios universais da SHIMADZU, modelo EMIC de 100 KN (Figura 3.7). O valore de tensão (f_{td}) (equação 3.21), módulo de elasticidade (E_{td}) e tenacidade (T_{td}) foram calculados conforme segue.

$$f_{td} = \frac{F_r}{A_{cp}} \qquad \textbf{(3.21)}$$

Onde f_{td} é a tensão sob tração direta (MPa); F_r carga de ruptura aplicada (kN) e A_{cp} área de ruptura do corpo de prova (mm^2).

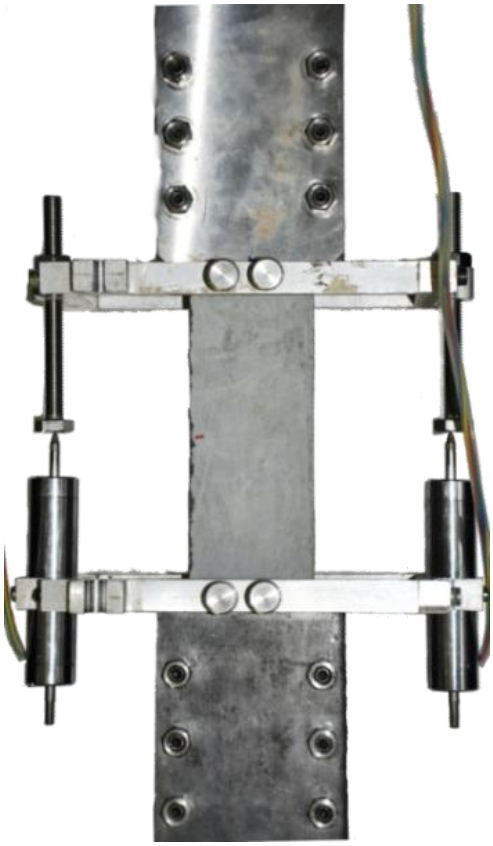

Figura 3.28 – setup do ensaio de resistência à tração direta.

O módulo de elasticidade sob tração direta (E_{td}) foi calculado a partir do coeficiente angular da curva tensão x deformação (Figura 3.29) a partir da deformação de $5x10^{-5}$ $\mu\varepsilon$ até 40 % da tensão de ruptura do material.

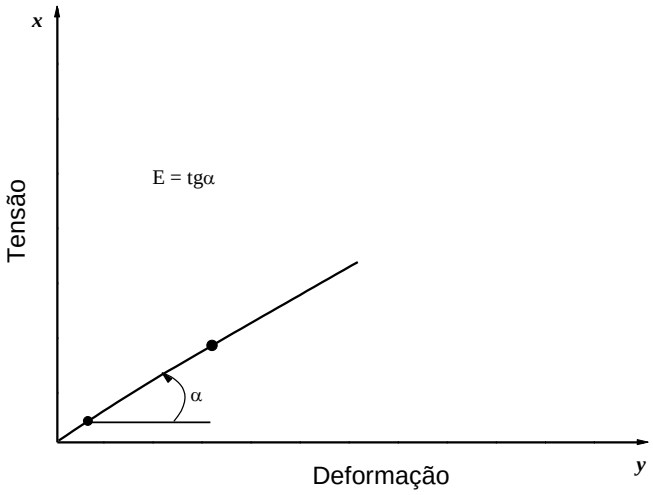

Figura 3.29 – Calculo do módulo de elasticidade sob tração direta

Para calcular a tenacidade sob tração direta foram plotadas curvas de carga (kN) versus deslocamento (mm), obtidas no ensaio de tração direta. A área sob a curva do gráfico (Figura 3.30) desde a origem (ponto A) até a fratura do material (ponto B) foi obtida através da integral da curva. O valor obtido foi expresso em energia por unidade de área (J/mm^2).

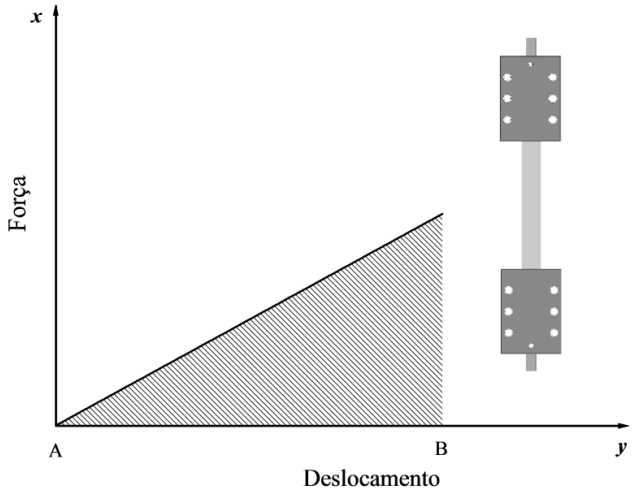

Figura 3.30 – Área sob curva do ensaio de tração direta de pastas de cimento frágeis.

3.6.4 Determinação da resistência à tração na flexão

Os ensaios para determinar o comportamento sob tração na flexão (Figura 3.32), foram realizados na máquina Shimadzu modelo UH-F1000 kN (Figura 3.25 A). Foram moldados corpos de prova prismáticos com dimensões de 50 x 50 x 228 mm, com velocidade de carregamento de 0,015 mm/min. Os deslocamentos foram medidos por transdutores elétricos, os quais foram afixados ao dispositivo e posicionados a meia altura dos corpos de prova. A resistência à tração (f_f) na flexão foi calculada conforme equação 3.22:

$$f_f = \frac{F_r \cdot L}{b \cdot h^2} \qquad \textbf{(3.22)}$$

Onde: f_f é a resistência à tração na flexão (MPa); F_r é a carga de ruptura do corpo de prova (kN); L é a dimensão do vão entre os apoios (180 mm); b é a largura da seção do corpos de provas (mm) e h é a altura da seção do corpo de provas (mm).

Para o cálculo da tenacidade (T_f) foram plotadas curvas de carga versus deslocamento (mm), obtidas no ensaio de flexão. A área sob a curva do gráfico (Figura 3.31) desde a origem (ponto A) até a fratura do material (ponto B) foi determinada como a

tenacidade do material. O valor obtido foi expresso em energia por unidade de área (J/mm^2).

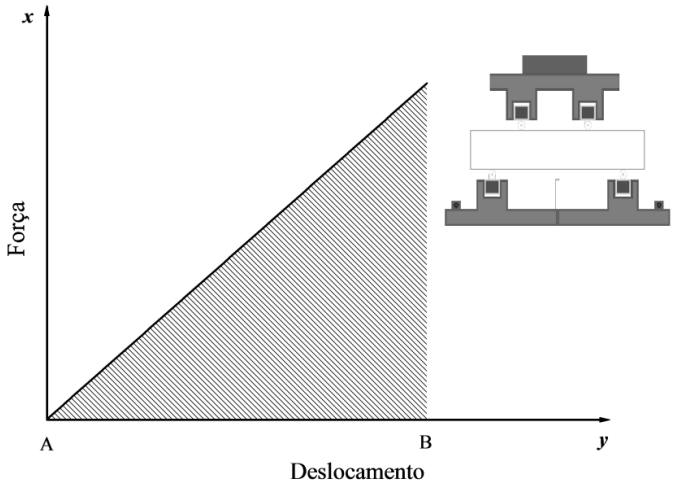

Figura 3.31 – Área sob curva típica de ensaio de tração na flexão de pastas de cimento frágeis.

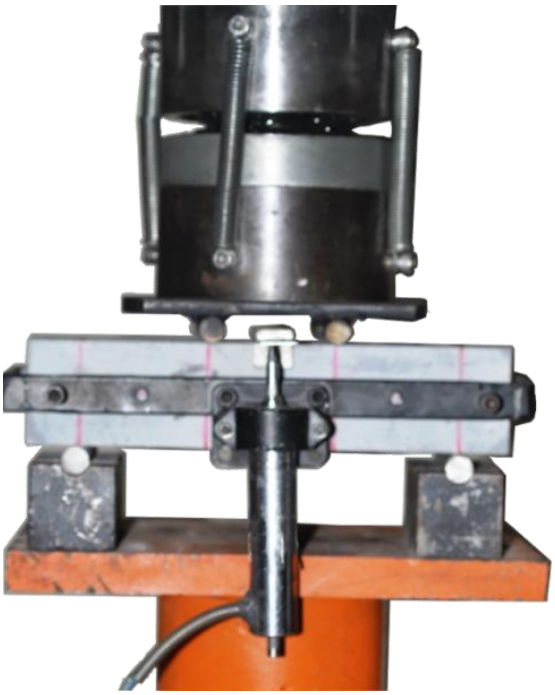

Figura 3.32 – Setup do ensaio de resistência a tração na flexão.

3.6.5 Determinação da resistência à tração por compressão diametral

O ensaio de resistência à tração por compressão diametral (Figura 3.33) foi realizado utilizando corpos de prova com dimensões de 25 mm de espessura por 50 mm de

diâmetro. Os ensaios foram realizados na máquina Wykeham Farrance com célula de carga com capacidade de 200 kN (Figura 3.26). Utilizou-se uma velocidade de carregamento de 0,3 mm/min, conforme a prescrições da ABNT NBR 7222 (1994). A resistência à tração por compressão diametral foi calculada conforme a equação 3.23.

$$f_d = \frac{2 \cdot F_r}{D \cdot L \cdot \pi} \quad \textbf{(3.23)}$$

Onde: f_d é a resistência à tração por compressão diametral (MPa); F_r é a carga de ruptura do corpo de prova (kN); D é o diâmetro do corpo de prova (mm) e L é a espessura do corpo de prova (mm).

Figura 3.33 – Setup do ensaio de resistência à tração por compressão diametral.

3.7 Análises estatísticas dos ensaios de caracterização das pastas

O número de repetições das análises de caracterização das pastas encontra-se disponível no Anexo B, juntamente com as tabelas de análises estatísticas geradas pelo software Origin 8.5. Nas tabelas, o número de repetições encontra-se disponível em: *Descriptive Statistics* → *Sample Size*.

As Análises de Variância (ANOVA) foi empregada nas análises estatísticas dos resultados obtidos dos ensaios de caracterização das pastas. O software Origin Pro 8.5 foi empregado na realização do estudo da variância dos resultados, os quais foram computados ao nível de significância de 10 %, e a *posteriori*, o método de comparação de Tukey foi empregado.

.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Propriedades dos Materiais Utilizados

4.1.1 Cimento Portland classe G

O cimento utilizado apresentou massa específica de 3,25 g/cm^3 [27,12 lbm/gal]. A caracterização química por fluorescência (Tabela 4.1) mostrou que o mesmo é composto por 70% de óxidos de cálcio, 16,1 % de óxidos de silício, 5,58 % de óxido de ferro e 3,2 % de óxido de alumínio. A composição mineralógica (Figura 4.1 A) indicou a presença de fases típicas de silicato como β-C_2S e C_3S e dos aluminatos C_3A e C_4AF. A análise termogravimétrica do cimento anidro apresentou picos referentes à formação de produtos de hidratação (silicatos e aluminatos e hidróxido de cálcio) que puderam ser observados entre 38 e 450 °C na Figura 4.1B. No entanto, a quantificação do teor de água total combinada, apontou um valor inferior a 1 %. Esta pequena pré-hidratação pode ter ocorrido durante o transporte, estocagem e manuseio do material.

Tabela 4.1 – Resultados da análise de fluorescência do cimento Portland classe G.

Composição química do cimento classe G										
Óxidos	*CaO*	*SiO_2*	*Fe_2O_3*	*SO_3*	*Al_2O_3*	*K_2O*	*SrO*	*TiO_2*	*MnO*	*ZnO*
Teor (%)	*70,2*	*16,0*	*5,6*	*3,9*	*3,2*	*0,5*	*0,3*	*0,2*	*0,1*	*0,1*

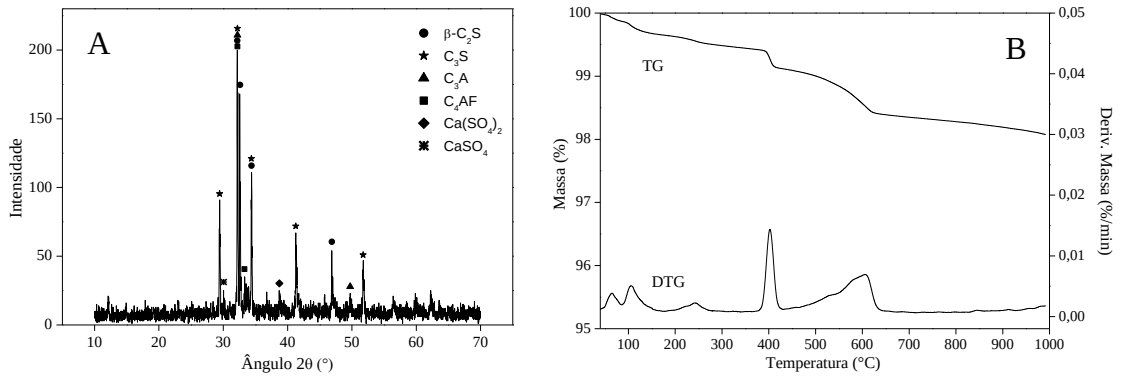

Figura 4.1 – Resultados de difração de raios X (A) e termogravimetria (B) do cimento G.

A distribuição granulométrica (Figura 4.2) mostrou que o tamanho médio (D_{50}) de partículas foi de 15,63 µm e um D_{80} de 31,58 µm. O percentual de água livre do cimento (ensaiado a temperatura ambiente) foi de 3,25 % estando dentro do limite

estabelecido pela NBR 9831. A resistência à compressão média do cimento foi de 4,68 e 10,35 MPa [678,9 e 1501,1 psi], respectivamente, para as amostras curadas a 38 e 60 °C. Os valores de resistência também atendem aos critérios da NBR 9831.

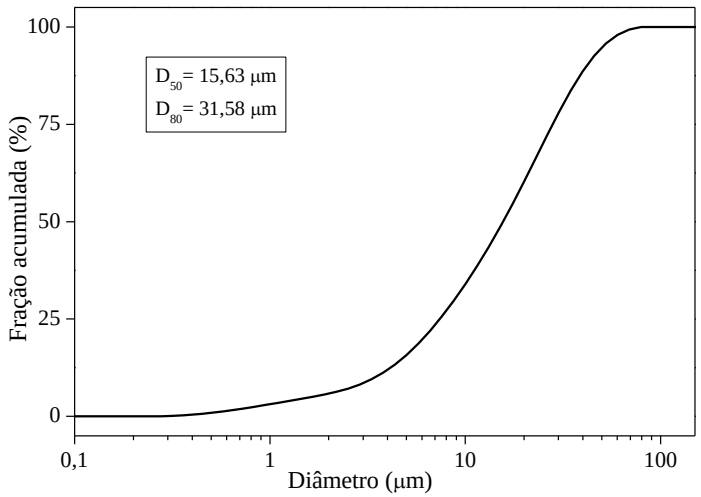

Figura 4.2 – Análise granulométrica do cimento Portland classe G.

As propriedades reológicas, o tempo de espessamento e a consistência do cimento são apresentados nas Tabela 4.2 e Tabela 4.3. Verificou-se que a viscosidade do cimento reduz de 84 para 71 mPa·s [84 para 71 cP] quando a temperatura é aumentada de 27 para 52 °C. O limite de escoamento nas mesmas temperaturas foram de 32,8 e 35,1 Pa [68,5 e 73,3 lbf/100 pés^2], respectivamente. O gel inicial foi de 4,94 Pa [10,3 lbf/100 pés^2] para a temperatura de 27°C e de 5,3 Pa [11,0 lbf/100 pés^2] para a temperatura de 52°C. Os valores de gel final nas mesmas temperaturas atingiu 5,3 e 8,9 Pa [11,0 e 18,6 lbf/100 pés^2], respectivamente. O tempo máximo para atingir 100 Uc foi de 97 min e a consistência máxima no período de 15 a 30 min foi de 30 UC. Os valores obtidos estão de acordo com a norma NBR 9831 .

Tabela 4.2 – Propriedades reológicas do cimento Portland tipo G.

Temperatura	LE (Pa [lbf/100 pés^2]) - CV (%)	VP (mPa·s [cP]) - CV (%)	GI (Pa [lbf/100 pés^2]) - CV (%)	GF (Pa [lbf/100 pés^2]) - CV (%)
27 °C	*32,8 [68,5] - 21,9*	*84,0 [84,0] - 10,4*	*4,9 [10,3] - 18,4*	*5,3 [11,0] - 21,5*
52 °C	*35,1 [73,3] - 1,3*	*71,0 [71,0] - 3,7*	*5,3 [11,0] - 10,7*	*8,9 [18,6] - 9,0*

Tabela 4.3– Determinação das propriedades de bombeamento do cimento Portland classe G.

Tempo para atingir 100 Uc (min)	Tempo para atingir 50 Uc (min)	Concistência (Uc)				Consistência máx (Uc) de 15 à 30 min
		Tempo de espessamento				
		0%	25%	50%	75%	
97	*71*	*54*	*30*	*31*	*53*	*30*

4.1.2 Sílica ativa

A sílica ativa apresentou massa específica de 2,37 g/cm^3 [19,78 lbm/gal]. A composição química mostra que o material é composto de 94,49 % de óxidos de silício (tabela 4.4). O material apresentou alto grau de amorfismo, como pode ser observado pelo halo de amorfização, entre 11 e 35 ° no difratograma da Figura 4.3 A. Pequenos picos de carbeto de silício e quartzo foram também observados. Através da análise térmica (Figura 4.3 B) observou-se uma pequena perda de massa (~0,5 %) entre 40 e 100 °C (provavelmente decorrente de um pequeno ganho de umidade do material durante o transporte manuseio e estocagem). Outra pequena perda de massa (~1,5 %), observada entre 435 e 900 °C pode se atribuída à liberação de CO_2 em virtude da volatilização de materiais carbonáticos, como carbeto o silício, observado na difração de raios X. Resultados semelhantes foram observados por Vereshchagin *et al.* (2004) e Nita (2006). A massa residual da sílica ativa foi de 96,90 %. A distribuição granulométrica da sílica ativa pode ser observada na Figura 4.4. Verificou-se que o tamanho médio de partículas foi de 0,4 μm e o D_{80} foi igual a 2 μm.

Tabela 4.4 – Resultados de análise de fluorescência da sílica ativa.

Composição química da sílica ativa						
Óxidos	SiO_2	Al_2O_3	SO_3	P_2O_5	K_2O	CaO
Teor (%)	*94,5*	*1,2*	*1,8*	*0,9*	*0,8*	*0,6*

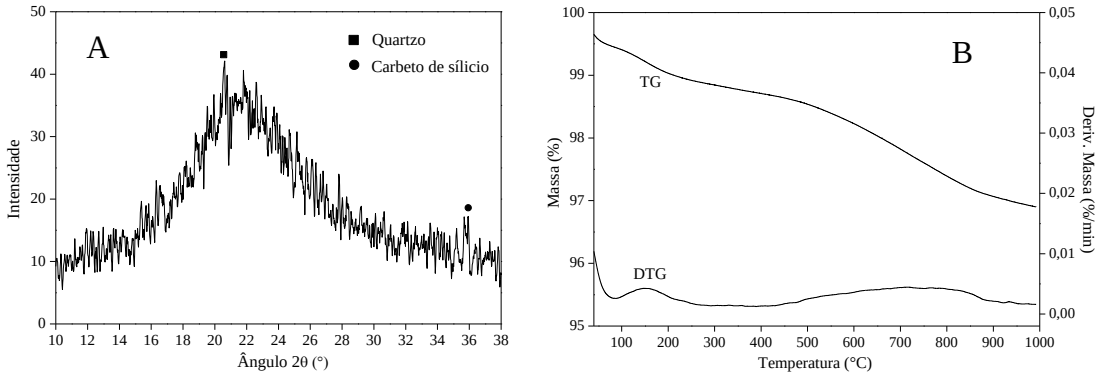

Figura 4.3 – Resultados de difração de raios X (A) e termogravimetria (B) do cimento G.

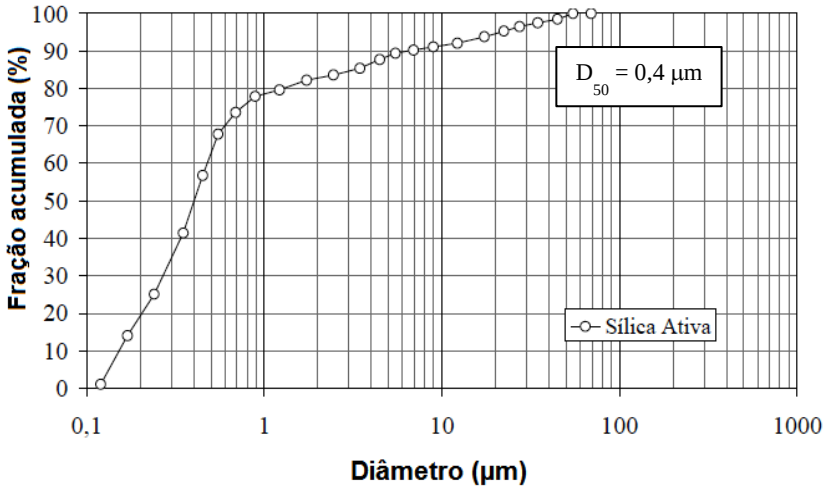

Figura 4.4 - Análise granulométrica do sílica ativa (Balthar 2010).

4.1.3 Polímero SBR

O polímero apresentou massa específica de 1,78 g/cm^3 [14,85 lbm/gal]. A fórmula estrutural e a morfologia são apresentadas na Figura 4.5. A análise térmica, apresentada no gráfico da Figura 4.6, mostra o pico de decomposição simultânea do estireno e do butadieno, com início em torno 310 °C e término em 470 °C, de onde se observa uma massa residual de 3,0 %. A despolimerização da cadeia polibutadiênica observada por Sakar *et al.* (1997) e Dutra *et al.*(2004) para polímeros do mesmo tipo do usado no presente estudo, não foi observada na análise termogravimétrica realizada. Isso ocorre porque o teor de estireno informado pelo fabricante (83 %) é muito maior que o de butadieno (17 %) e as temperaturas de decomposição por serem próximas umas das outras (entre 350 e 470 °C) acabam se sobrepondo.

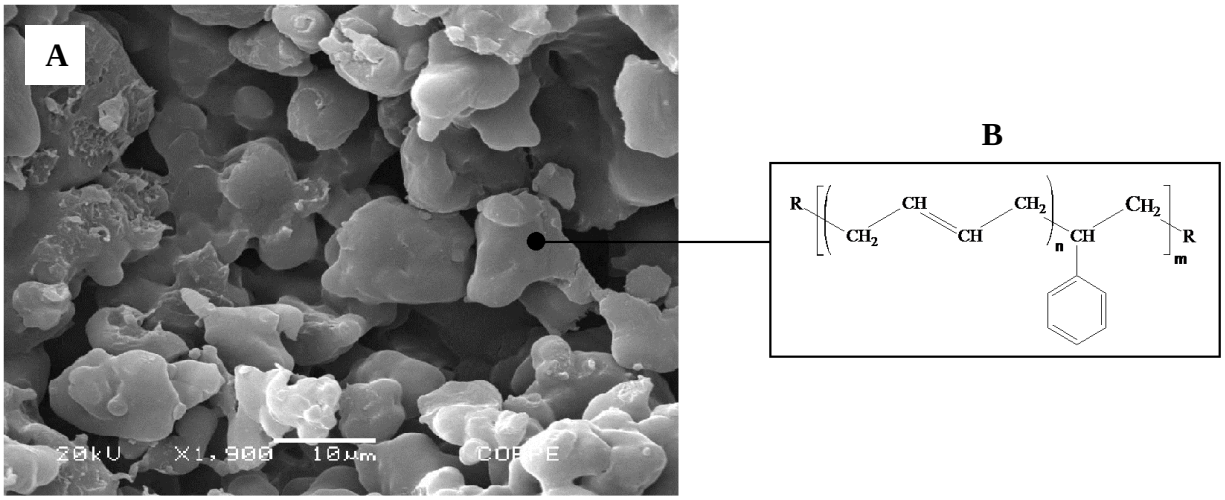

Figura 4.5 – (A) - Polímero SBR em pó observado por microscopia eletrônica de varredura e (B) - estrutura molecular do copolímero .

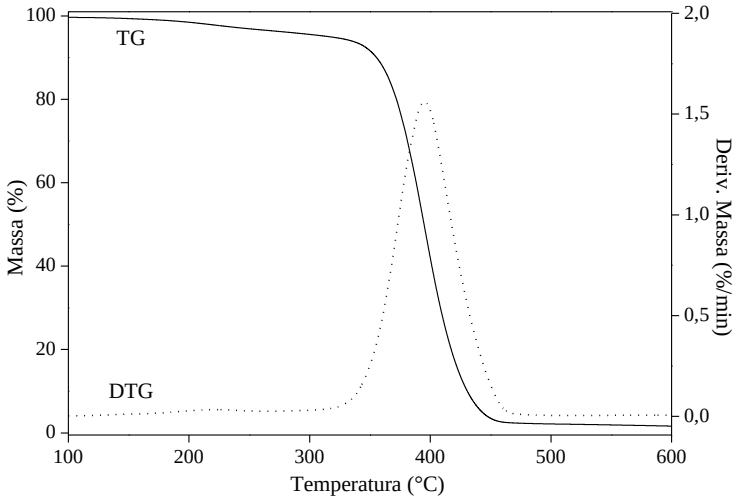

Figura 4.6 – Resultados de térmo-análise do polímero SBR.

As curvas granulométricas apresentadas na Figura 4.7 mostram as mudanças no tamanho de partículas para os diferentes tempos de moagem do polímero. Observou-se que com o aumento do tempo de moagem o tamanho médio de partículas, D_{50}, caiu de 296,2 µm para 210,2 e 141,3 µm. O D_{80}, por sua vez, foi reduzido de 612,6 µm para 411,8 e 324,3 µm, com a moagem por 220 min. A moagem do polímero foi realizada porque a distribuição granulométrica do material original não permitia a realização dos ensaios reológicos já que ocorria o travamento do bob de 3,45 cm de diâmetro, do viscosímetro Fann utilizado. Com o polímero moído por 220 minutos tal problema parou de existir e, então, adotou-se esse tempo de moagem no presente estudo.

Tabela 4.5 – Tamanhos de partículas obtidas nos tempos de moagem do polímero.

Tempo de moagem (min)	Tamanho de partículas (μm)	
	D_{50}	D_{80}
0	*296,2*	*612,6*
140	*210,2*	*411,8*
220	*141,3*	*324,3*

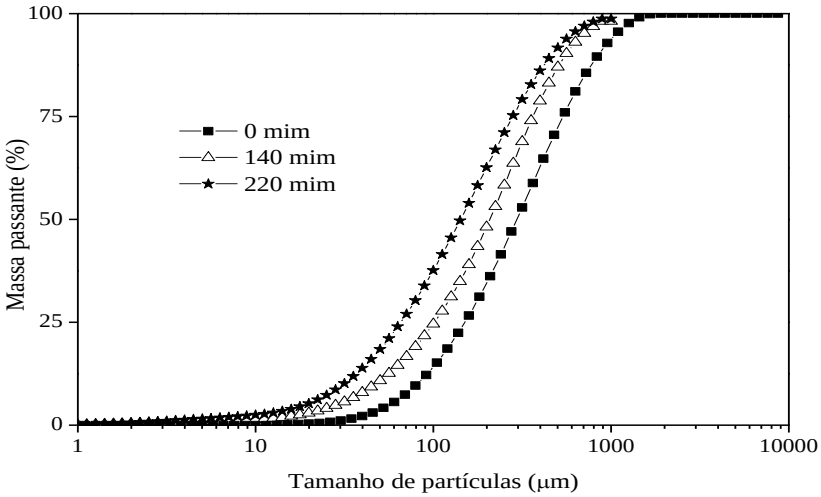

Figura 4.7 – Curvas granulométricas do polímero em diferentes tempos de moagem em moinho de bolas.

Outras especificações fornecidas pelo fornecedor são apresentadas na tabela 4.6.

Tabela 4.6 – Especificação do polímero. Fonte: Nitriflex S/A.

Polímero SBR em Pó	
Razão estireno butadieno	*83 %*
Aparência	*Pó branco levemente amarelado*
Teor de úmidade	*1 %*
Tg	*-48 °C*
Impurezas	*6 %*

4.1.4 Microfibras volastonita

A microfibra de volastonita utilizada apresentava cor branca com morfologia acicular (ver imagens de MEV da Figura 4.8), e massa específica de 3,05 g/cm^3 [25,45 lbm/gal]. É composto basicamente de 54,6 % de óxido de cálcio e 43,6 % de óxido de silício (Tabela 4.7). A composição mineralógica apresentada no difratograma da Figura 4.9 A, mostra as fases típicas da volastonita ($CaO{\cdot}SiO_2$), além da presença de outros minerais como o SiO_2 e CaO. A análise termogravimétrica (Figura 4.9 B) mostrou uma discreta perda de massa (1,0 %) em torno de 650 °C, a qual pode ser

atribuída à dissociação do $CaCO_3$. Outras características físicas da volastonita são apresentadas na Tabela 4.8.

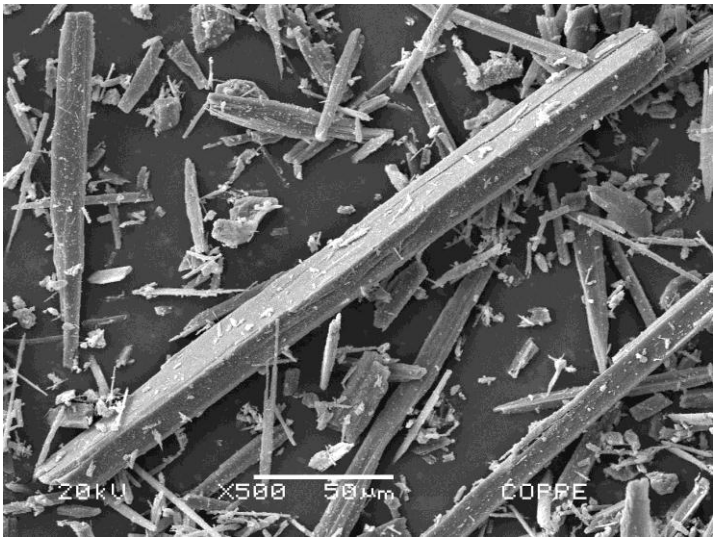

Figura 4.8 – Microfibras de volastonita observadas por microscopia eletrônica de varredura.

Tabela 4.7 – Resultados de análise de fluorescência das microfibras de volastonita.

Composição química da volastonita										
Óxidos	CaO	SiO_2	Fe_2O_3	SO_3	Al_2O_3	K_2O	SrO	TiO_2	MnO	ZnO
Teor (%)	70,2	16,0	5,6	3,9	3,2	0,5	0,3	0,2	0,1	0,1

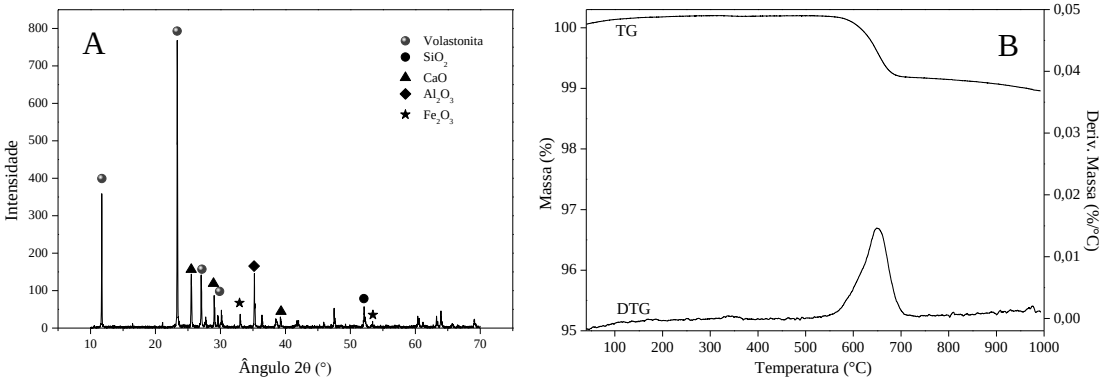

Figura 4.9 – Resultados de difração de raios X (A) e termogravimetria (B) do volastonita.

Tabela 4.8 – Características físicas das microfibras de volastonita. Fonte Silva (1999) apud Formagini (2005).

Características Físicas	
pH (10 % diluída)	*9,9*
Coeficiente de expansão térmica (mm/mm/°C)	*$6,5 \times 10^{-6}$*
Ponto de fusão (°C)	*1540*
Relação de aspecto (l/d)	*15*
Módulo de elasticidade (Gpa [ksi])	*120 [17404,5]*

4.1.5 Superplastificante e anti-espumante

Conforme dados fornecidos pelos fornecedores, o superplastificante utilizado de terceira geração a base de éter carboxílico, apresenta-se em forma de solução aquosa, com teor de sólidos de 29,8 % e massa específica de 1,07 g/cm^3 [8,93 lbm/gal]. O agente antiespumante é apresentado no estado líquido com concentrações de silicone inferiores a 60 % e massa específica de 1,00g/cm^3 [8,34 lbm/gal].

4.2 Propriedades Reológicas e Tixotropia das Pastas

4.2.1.1 Pastas com polímero

O gráfico da Figura 4.10 apresenta as curvas de fluxo, plotadas a partir das médias das leituras ascendentes e descendentes das pastas com diferentes teores de polímero. Foram realizados uma média de 4 ensaios por pasta. Os gráficos das leituras ascendentes e descendentes e a área de histerese estão apresentados no anexo A item 7.1. A análise estatística dos resultados esta apresenta no anexo B item 8.1.1.

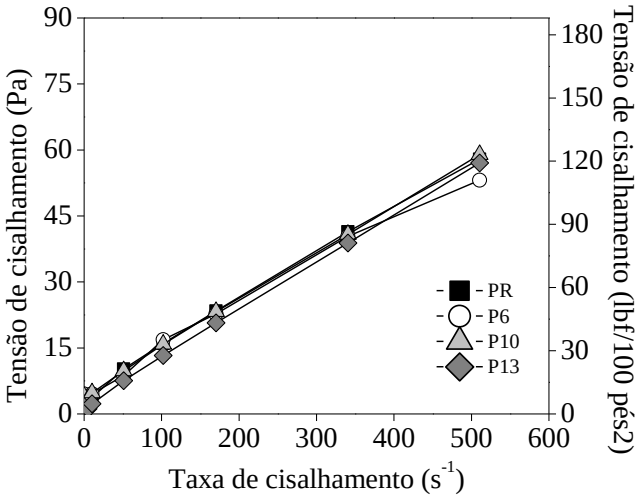

Figura 4.10 – Curva de fluxo das pastas com diferentes teores de polímero.

Os resultados indicam que todas as pastas apresentaram comportamento pseudoplástico com limite de escoamento. Percebe-se ainda que houve pouca variação das tensões de cisalhamento com o aumento da taxa de cisalhamento, para todas as pastas estudadas. O limite de escoamento e a viscosidade plástica das pastas com diferentes teores de polímero e os respectivos desvios padrão são apresentados na Tabela 4.9.

Tabela 4.9 - Limite de escoamento e viscosidade plástica das pastas com polímero.

Pasta	LE (Pa [lbf/100 pés^2]) - CV (%)	VP (mPa·s [cP]) - CV (%)
PR	*3,8 [7,9] - 8,1*	*108,3 [108,3] - 7,9*
P6	*5,6 [11,7] - 17*	*105,1 [105,1] - 8,9*
P10	*3,9 [8,1] - 23,2*	*108,4 [108,4] - 3,0*
P13	*1,5 [3,1] - 55,4*	*109,4 [109,4] - 4,2*

O aumento no teor de polímero não levou a alterações significativas da viscosidade plástica das pastas. Os valores obtidos neste parâmetro variaram entre 105,1 e 109,4 mPa·s [105,1 e 109,4 cP] para as misturas estudadas.

Mesmo apresentando menores teores de superplastificante em sua composição (ver formulações apresentadas na Tabela 3.5), o aumento no teor de polímero permitiu que as pastas com polímero alcançassem valores de tensão de cisalhamento e viscosidade plástica semelhantes aos observados na pasta de referência. Este comportamento está relacionado físico-quimicamente com a morfologia arredondada e pelas moléculas com características hidrofóbicas dos polímeros (ver Figura 4.5). Estas características facilitam o rolamento das partículas e reduzem a quantidade de água aprisionada no material na fase fresca (OHAMA, 1995; CHOUGNET, 2007).

A tixotropia das pastas com diferentes teores de polímero, e os respectivos desvios padrão, pode ser observada a partir da medida de energia de cisalhamento apresentada no gráfico da Figura 4.11. Apesar de não existir diferença estatística entre as várias formulações (já que o desvio padrão foi muito alto), a análise do gráfico mostrou uma tendência na tixotropia com o aumento no teor de polímero.

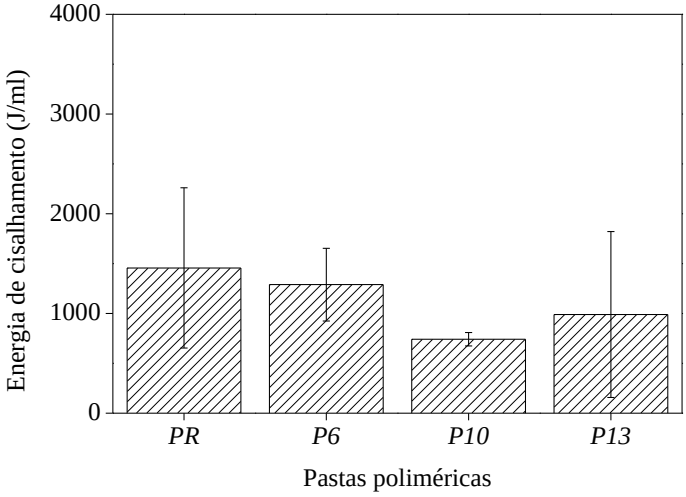

Figura 4.11 – Grau de tixotropia das pastas com diferentes teores de polímero.

4.2.1.2 Pastas com volastonita

A Figura 4.12 apresenta as curvas de fluxo, plotadas a partir das médias das leituras ascendentes e descendentes, das pastas com diferentes teores de microfibras de volastonita. A Tabela 4.10 expressa os valores obtidos para limite de escoamento (LE) e viscosidade plástica (VP) das pastas com diferentes teores de microfibras de

volastonita e os respectivos desvios padrão. Foram realizados uma média de 4 ensaios por pasta. Os gráficos das leituras ascendentes e descendentes e a área de histerese estão apresentados no anexo A item 7.1. A análise estatística dos resultados esta apresenta no anexo B item 8.1.1.

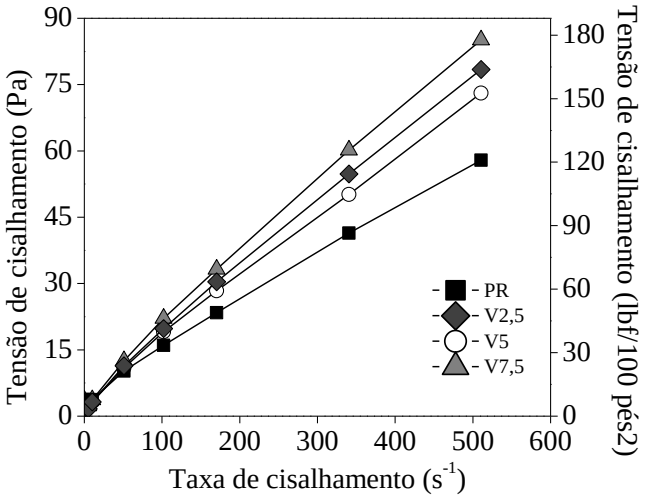

Figura 4.12 – Curva de fluxo das pastas com diferentes teores de volastonita.

Tabela 4.10 – Limite de escoamento e viscosidade plástica das pastasc om volastonita.

Pasta	LE (Pa [lbf/100 pés^2]) - CV (%)	VP (mPa·s [cP]) - CV (%)
PR	*3,8 [7,9] - 8,1*	*108,3 [108,3] - 7,9*
V2,5	*3,0 [6,3] - 16,2*	*152,5 [152,5] - 2,9*
V5	*3,2 [6,7] - 8,6*	*138,3 [138,3] - 2,5*
V7,5	*3,6 [7,5] - 4,0*	*162,9 [162,9] - 6,4*

Os valores do LE variaram entre 3,0 e 3,8 Pa [6,3 e 7,9 lbf/100 pés^2] e esses valores não são estatisticamente diferentes. A adição de volastonita levou ao aumento da viscosidade plástica da pasta de referência. Para o teor de volastonita de 7,5 % o aumento na VP atingiu 50,4 %. Resultados semelhantes foram obtidos por Balthar (2010) que também verificou comportamento reológico similar de pastas de cimentação leves reforçadas com diferentes teores de volastonita.

O grau de tixotropia das pastas com diferentes teores de volastonita e os respectivos desvios padrão pode ser observado no gráfico da Figura 4.13. Apesar de não apresentarem diferenças estatísticas significativas entre si (dada a grande dispersão dos resultados), houve uma tendência de se aumentar o grau de tixotropia das pastas como aumento no teor de volastonita. Isso pode ser justificado devido a um possível aumento das interações inter-partículas promovido pela presença do reforço fibroso.

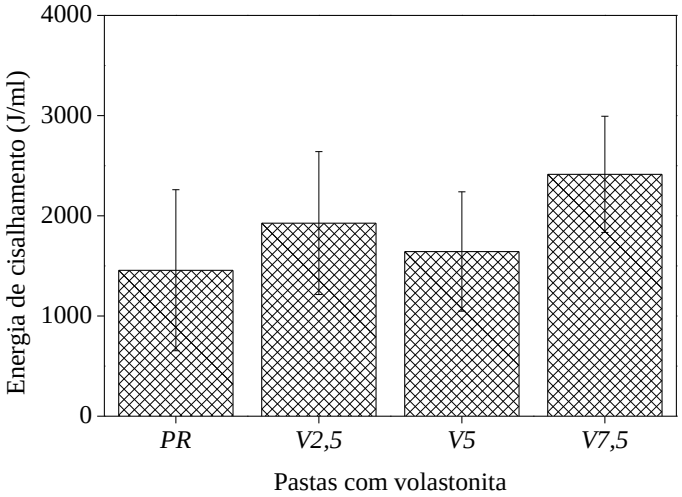

Figura 4.13 – Grau de tixotropia das pastas com diferentes teores de volastonita.

4.3 Estudo da Hidratação das Pastas

4.3.1.1 Determinação de patamar de percolação e da cinética de hidratação por pulso ultrassônico

4.3.1.2 Pastas com polímero

A Figura 4.14 apresenta a variação da velocidade do pulso ultrassônico com o tempo de cura das pastas PR, P6, P10 e P13. As pastas foram curadas a uma temperatura de 74,0 °C e pressão de 20,7 MPa [3000 psi] por 216 horas.

Com a cura verificaram-se as mudanças na velocidade do pulso ultrassônico referentes aos diferentes períodos de hidratação das pastas. Estes períodos são indicados na Figura 4.14 e estão relacionados aos períodos de indução, aceleração e pós-aceleração apresentados por Odler (1998) para a hidratação do cimento. Estágio similares foram definidos por Wei *et al*. (2010) para pastas de cimento e por Rocha (2011) para pastas de cimentação.

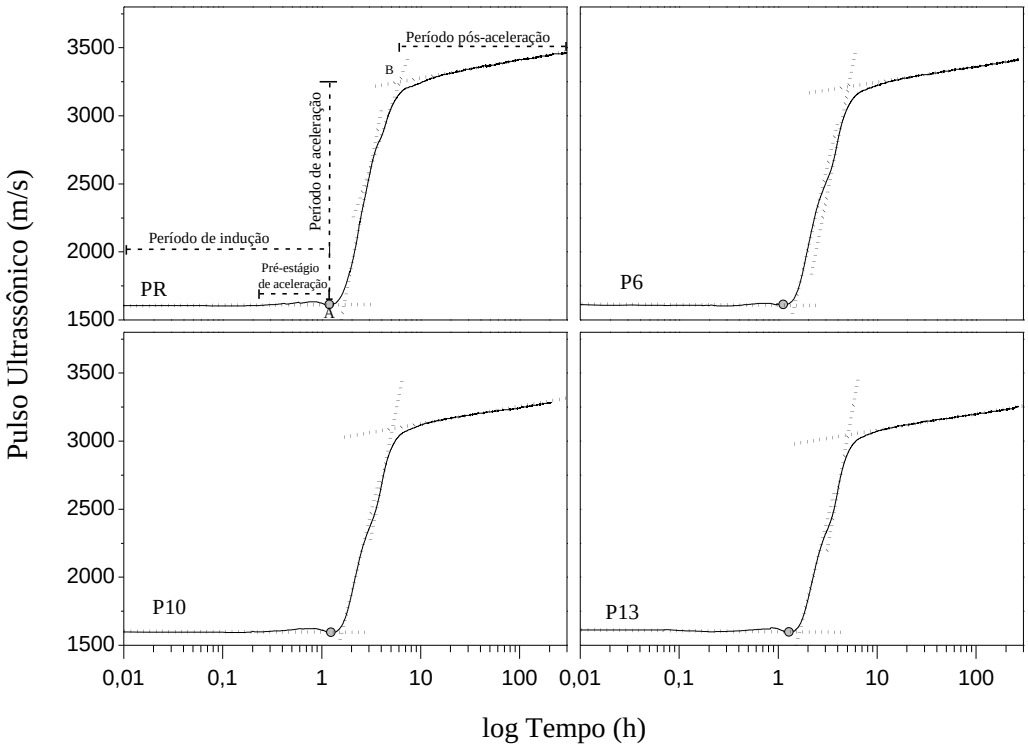

Figura 4.14 – Velocidade do pulso ultrassônico versus tempo de cura das pastas com diferentes teores de polímero (T = 74 °C e P = 20,7 MPa [3000 psi]).

O período de indução, que se caracteriza pelo estágio inicial de hidratação das pastas, vai desde o tempo 0 até o ponto A. Neste período, observa-se que a velocidade do pulso ultrassônico mantêm-se constante, exceto pela região denominada de pré-

estágio de aceleração. Odler (1998), utilizando resultados de calorimetria, sugere que neste estágio ocorre a hidratação prematura do C_3S e do C_3A e o pulso atinge um pequeno máximo e depois volta a cair até o ponto A (patamar de percolação). O patamar de percolação marca o fim do período de indução e o início do período de aceleração das reações de hidratação.

No período de aceleração observa-se um aumento na velocidade do pulso ultrassônico, em virtude do aumento da quantidade de produtos de hidratação (hidratação do C_3S e formação das fases C-S-H e CH). Após essa região, inicia-se o período de pós-aceleração (ponto B), onde a velocidade do pulso ultrassônico reduz gradualmente com o tempo.

Rocha (2011) sugere que o período de aceleração possa ser representado por duas retas (reta 1 e reta 2), e que a inclinação destas retas indicam alterações na cinética de hidratação das pastas. Na Tabela 4.11 são apresentados valores para os pontos A, B e para a inclinação das retas 1 e 2 representativas do processo de hidratação das pastas com polímero.

Pequenos incrementos no tempo correspondente ao ponto A são observados para as pastas P10 e P13 (aumento de 3,5 e 7,0 %, respectivamente). O aumento no teor de polímero reduziu, por sua vez, o tempo para que as pastas atingissem o ponto B em até 11,7 %. No entanto, a inclinação da reta 2 aumenta com o aumento do teor de polímero. O retardo no ponto A e a menor velocidade de hidratação observada na reta 1 podem estar associadas ao recobrimento dos grãos anidros pelo SBR. Com o processo de hidratação do cimento, a afinidade do polímero SBR pelo CH pode resultar na maior taxa da reta 2.

Observa-se que a velocidade final atingida na fase pós-aceleração (Tabela 4.11), obteve decréscimos com o aumento no teor de polímero. O decréscimo na velocidade do pulso ultrassônico pode ser correlacionado com a diminuição da resistência à compressão, do módulo de elasticidade e da densidade das pastas com polímero (Figura 4.15).

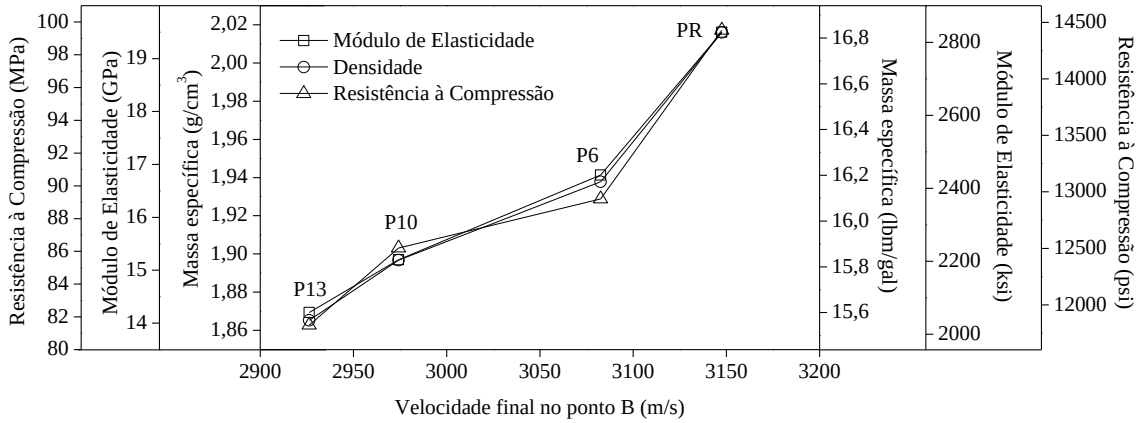

Figura 4.15 – Relação entre a velocidade final atingida no ponto B versus resistência à compressão, módulo de elasticisdade e massa específica das pastas com diferentes teores de polímero.

Tabela 4.11 – Pontos A e B, definem o início e o fim do período intermediário das reações de hidratação das pastas com diferentes teores de polímero. Inclinação das retas obtidas durante a regressão linear na mesma região.

Pastas	***Ponto (h)***		***Velocidade final no ponto B (m/s)***	***Inclinação***	
	A	***B***		***Reta 1***	***Reta 2***
PR	*1,19*	*5,83*	*3147,5*	*3600,00*	*2227,00*
P6	*1,13*	*5,17*	*3082,5*	*3388,00*	*3298,00*
P10	*1,23*	5,23	2974,2	*3193,00*	*3481,00*
P13	*1,28*	5,15	2926,3	*3130,00*	*3557,00*

4.3.1.3 Pastas com volastonita

A Figura 4.16 apresenta a variação da velocidade do pulso ultrassônico com o tempo de cura das pastas PR, V2,5, V5 e V7,5 curadas a uma temperatura de 74,0 °C e pressão de 20,7 MPa [3000 psi] por aproximadamente 216 horas. A Tabela 4.12 apresenta os tempos que as pastas levaram para atingir o ponto A e B, além das inclinações observadas no período de aceleração.

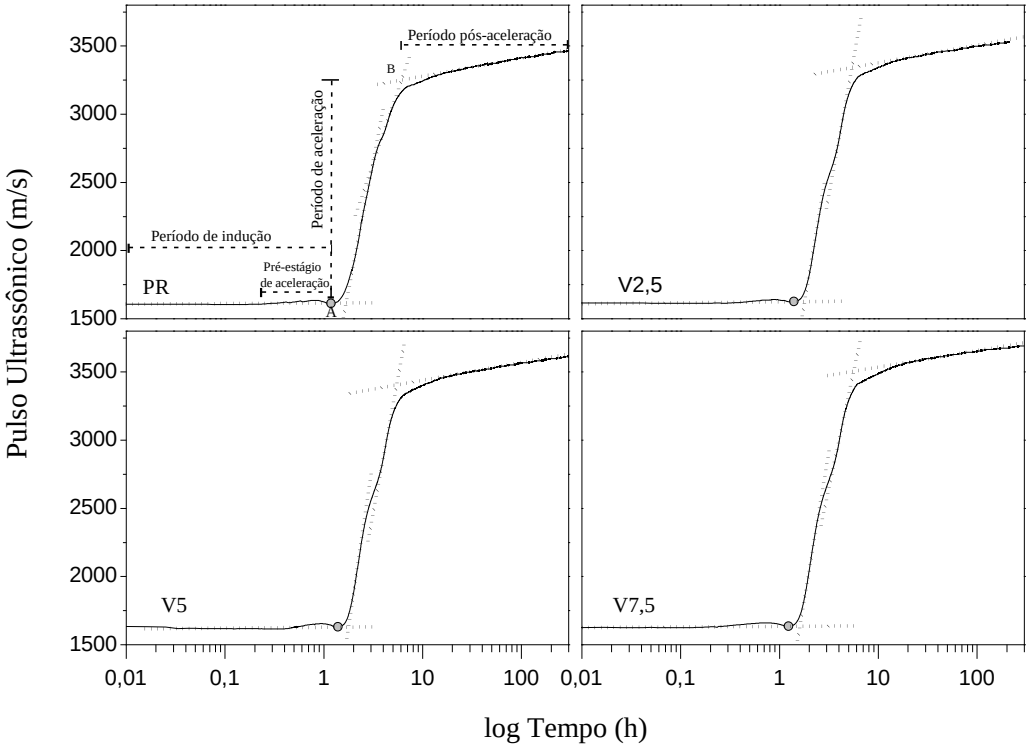

Figura 4.16 – Velocidade do tempo do pulso ultrassônico versus tempo de cura das pastas com diferentes teores de volastonita (T = 74 °C e P = 20,7 MPa [3000 psi]).

Assim como observado no item 4.3.1.2, observaram-se os diferentes estágios de hidratação das pastas com volastonita.

Foi observado que a adição de volastonita nos teores de 2,5 e 5,0 % reduziu em 18,2 e 16,8 % respectivamente, o tempo necessário para que as pastas atingissem o patamar de percolação.

Verificou-se que o aumento no teor de volastonita levou a incrementos na inclinação das retas 1 e 2. Para o maior teor de volastonita, verificou-se incrementos nas retas 1 e 2 de 25,3 e 74,6 % respectivamente. Em relação à pasta PR, o tempo necessário para que as pastas com volastonita atingissem o ponto B reduziu em até 9,7 %.

Observa-se que a velocidade final, atingida na fase pós-aceleração, obteve acréscimos com o aumento no teor de volastonita. O acréscimo na velocidade do pulso ultrassônico pode ser relacionado com o aumento da resistência à compressão, do módulo e da densidade das pastas com volastonita (Figura 4.17).

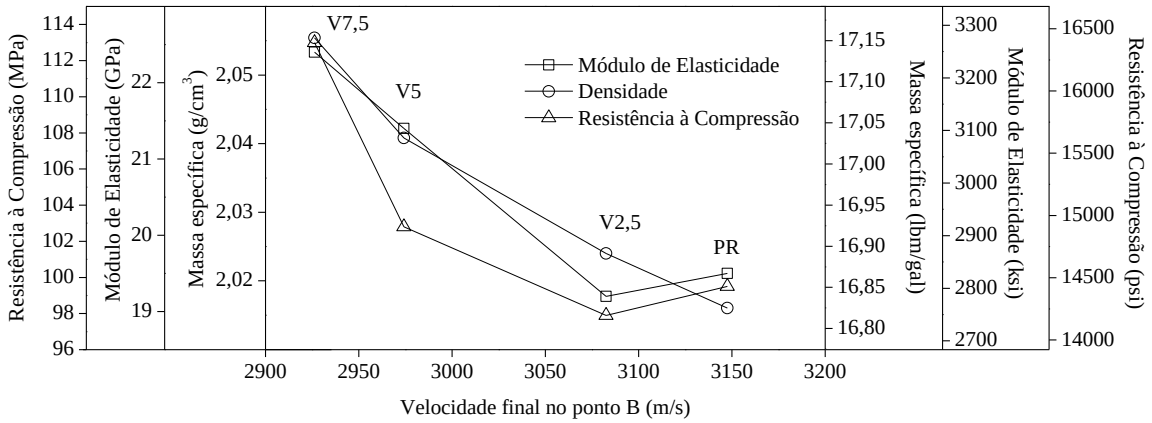

Figura 4.17 – Relação entre a velocidade final atingida no ponto B versus resistência à compressão, módulo de elasticisdade e massa específica das pastas com diferentes teores de volastonita.

Tabela 4.12 – Pontos A e B, definem o início e o fim do período intermediário das reações de hidratação das pastas com diferentes teores de polímero. Inclinação das retas obtidas durante a regressão linear na mesma região.

Pastas	***Ponto (h)***		***Inclinação***	
	A	***B***	***Reta 1***	***Reta 2***
PR	*1,19*	*5,83*	*3600,00*	*2227,00*
V2,5	*1,41*	*5,31*	*4295,00*	*3814,00*
V5	*1,39*	*5,27*	*4227,00*	*3887,00*
V7,5	*1,24*	*5,27*	*4512,00*	*3889,00*

4.3.2 Difração de raios X

4.3.2.1 Pastas com polímero

As Figura 4.18 e Figura 4.19 apresentam os difratogramas das pastas com diferentes teores de polimero analisadas com 1 e 9 dias de cura.

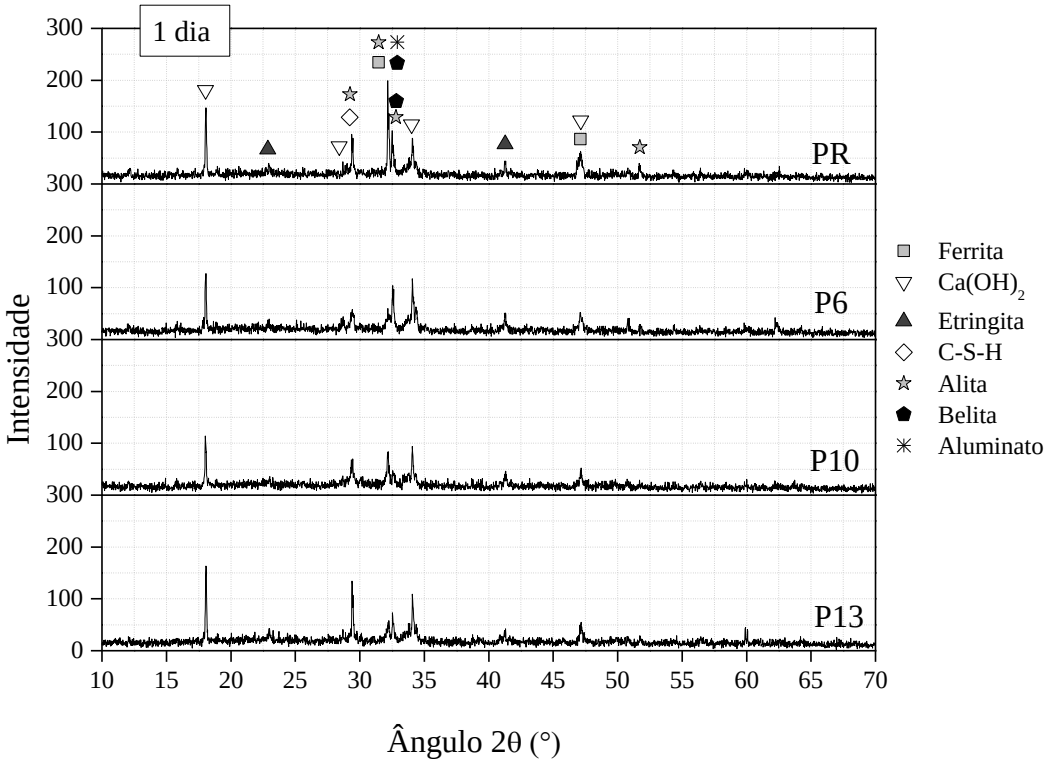

Figura 4.18 – Difratogramas de raios X das pastas com diferentes teores de polímero com 1 dia de cura à temperatura de 27 °C.

A análise do difratograma das pastas com 1 dia de cura permite a visualização das fases típicas das pastas de cimento convencionais. Dentre eles, as fases de produtos não hidratados como a Alita, Belita, Ferrita e aluminatos. Observa-se também a presença dos produtos derivados da hidratação do cimento Portland, como a Portlandita ($Ca(OH)_2$) e Etringita, além da C-S-H, que devido a sua baixa cristalinidade (TAYLOR, 1997) e sua proximidade ao pico da Alita, acaba tornanado um pouco complexa a sua visualização. Quanto à presença do polímero, não se observa a formação de novas fases em nenhum dos teores estudados, apresentando as mesmas fases encontradas na pasta de referência.

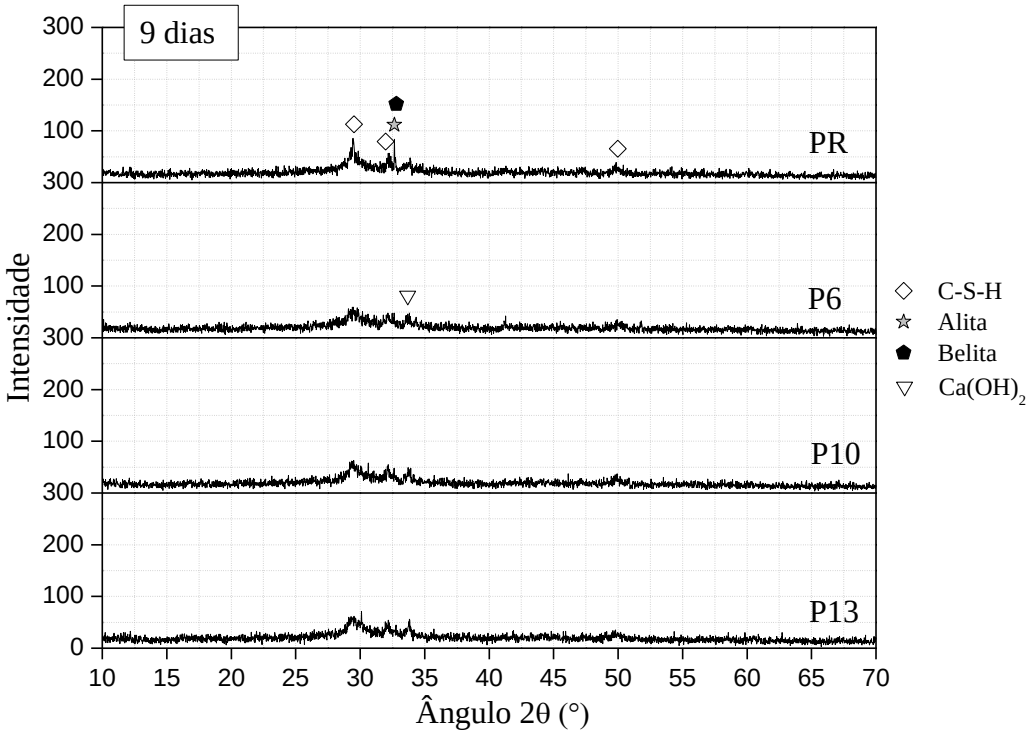

Figura 4.19 – Difratogramas de raios X das pastas com diferentes teores de polímero com 9 dias de cura à temperatura de 74 °C.

Com 9 dias de cura pode ser observado a redução de todos picos observados com 1 dia de cura em virtude do maior grau de hidratação das pastas. Na pasta PR, é possível ainda observar que, em virtude das reações pozolânicas, o $Ca(OH)_2$ foi inteiramente convertido em silicatos de cálcio hidratados. Contudo, ao se analisar os difratogramas das pastas com polímero, observa-se um discreto pico no ângulo de 33,8 °, o qual se acredita pertencer ao hidróxido de cálcio, menos cristalino. Modificações na estrutura cristalina do hidróxido de cálcio já foram reportadas por Afridi *et al*. (1989). Estes resultados indicam que o polímero favoreceu a formação desta fase no material. Acredita-se que este comportamento ocorra em virtude do revestimento das moléculas de hidróxido de cálcio pelas partículas poliméricas, o que dificultou que estas fossem consumidas pelas reações pozolânicas. A afinidade das partículas poliméricas pelos íons do hidróxido de cálcio foi observada nos estudos de Ray *et al* (1996), Afridi *et al.* (1998), Bezerra (2006), Chougnet *et al.* (2006) e Wang *et al*. (2006).

4.3.2.2 Pastas com volastonita

As Figura 4.20 e Figura 4.21 apresetam os difratogramas das pastas com diferentes teores de volastonita, com 1 e 9 dias de cura respectivamente.

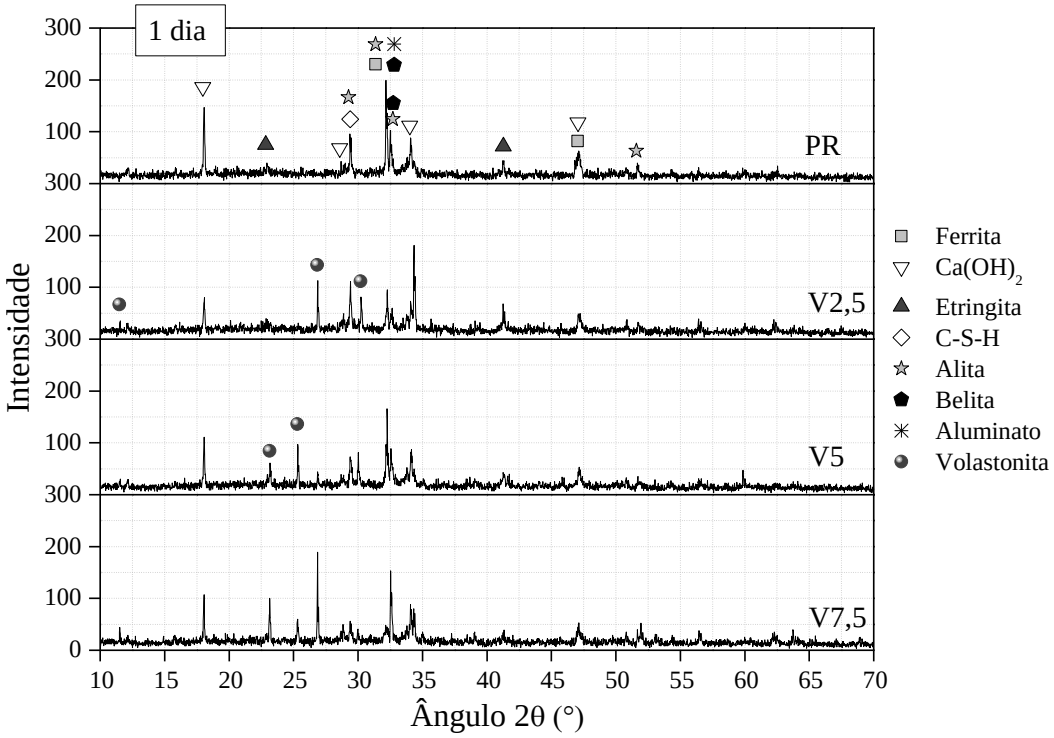

Figura 4.20 - Difratogramas de raios X das pastas com diferentes teores de volastonita com 1 dia de cura à temperatura de 27 °C.

A análise dos difratogramas referentes as pastas com volastonita, com 1 dia de cura, mostra a presença das fases típicas da hidratação de pastas de cimento, como a Portlandita ($Ca(OH)_2$), C-S-H e Etringita. Observa-se também as fases dos produtos não hidratados, como a Alita, Belita, Ferrita e aluminatos. Além destas fases, é possível observar a presença dos picos referentes a fase da volastonita em seus picos principais em 11,6, e 23,4 °.

Após 9 dias de cura não se observa os picos referentes aos produtos não hidratados e nem os de produtos de hidratação como hidróxido de cálcio e Etringita, em virtude do avançado grau de hidratação das pastas e das reações pozolânicas, responsáveis por converter o hidróxido de cálcio em silicatos de cálcio hidratados.

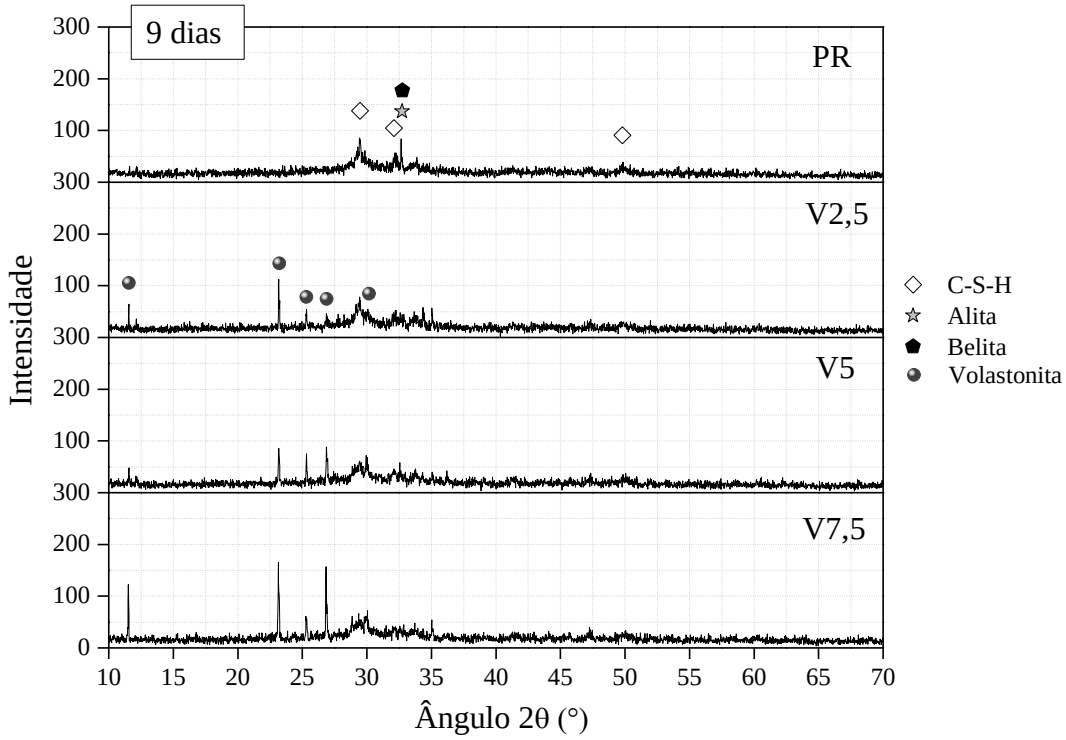

Figura 4.21 – Difratogramas de raios X das pastas com diferentes teores de volastonita com 9 dias de cura.

Nas pastas com volastonita, ainda é possível observar os picos referentes à volastonita. A presença dos picos de volastonita nesta idade indica que o mineral permanece inerte na matriz, ou seja, não sofreu interações químicas com os produtos presentes no meio, que pudesse converte este material em outra fase qualquer; o que corrobora com os resultados obtidos por Low *et al*. (1994) e Mathur *et al*. (2007).

4.3.3 Análise térmica

4.3.3.1 Pastas com polímero

Os gráficos das Figura 4.22 e *Figura 4.23* apresentam os resutados de TG e DTG em relação à base inicial de cimento das pastas com diferentes teores de polímero, com 1 e 9 dias de cura respectivamente. A Tabela 4.13 apresenta as quantidades de H_2O combinado com C-S-H e etringita, H_2O total e quantidade de hidróxido de cálcio $(Ca(OH))_2$ presentes nas pastas em relação a massa inicial de cimento.

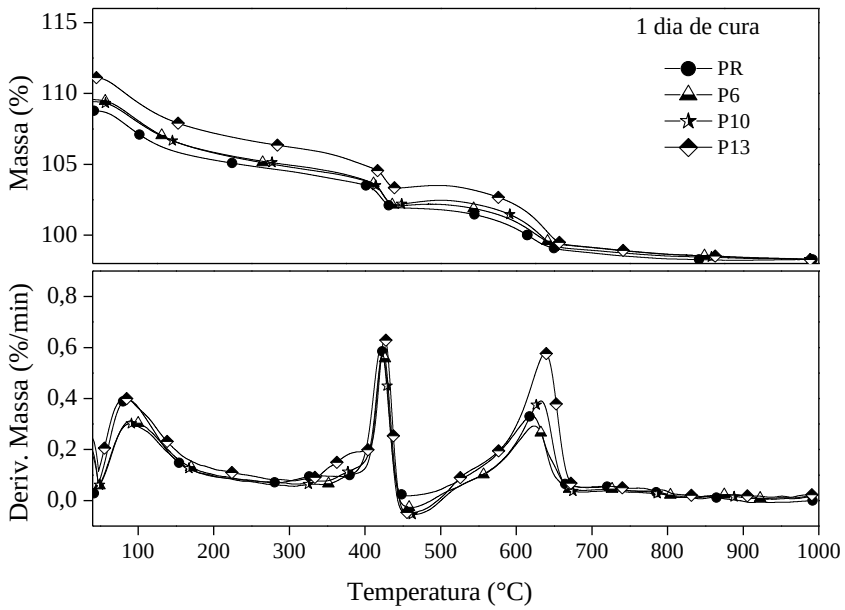

Figura 4.22 – TG/DTG das pastas polímericas com 1 dia de cura.

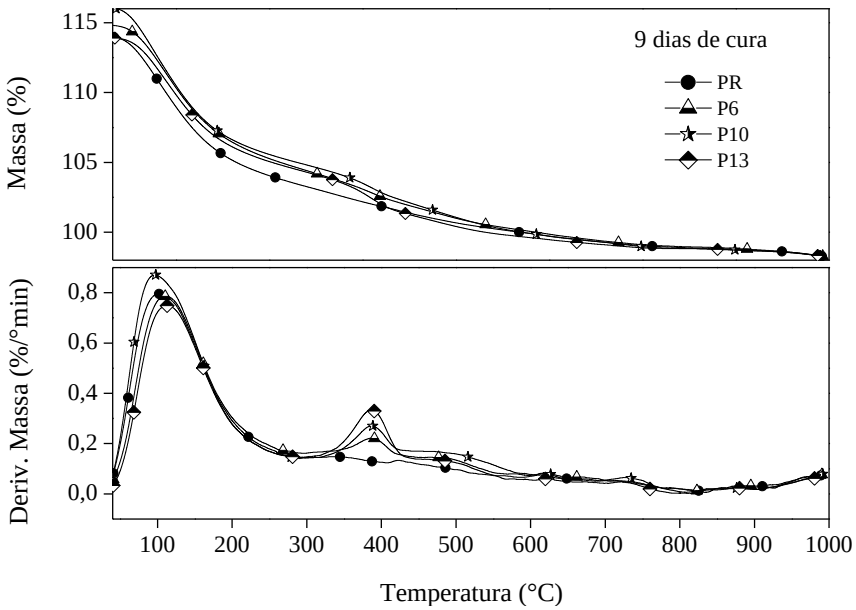

Figura 4.23 – TG/DTG das pastas com polímero com 9 dias de cura.

Os resultados das pastas com 1 dia de cura mostraram uma pequena tendência no aumento da quantidade de C-S-H e etringita formados com o aumento no teor de polímero. A pasta PR alcançou um teor de água combinada a C-S-H e a etringita de 5,8 %, enquanto que na pasta com o maior teor de polímero foi de 7,3 %.

A quantidade de $Ca(OH)_2$ presente nas pasta foi bastante influenciada pelo aumento do teor de polímero nas pastas, como pode ser visualizado nos picos entre 370 e 480

°C. Comparados aos valores da PR, incrementos na quantidade de $Ca(OH)_2$ de 25,0, 27,4 e 52,8 % são observados para as pastas P6, P10 e P13, respectivamente.

Tabela 4.13 – Teores de água da C-S-H e total e quantidade de hidróxido formados nas pastas com polímero com 1 e 9 dias de cura.

Pasta	H_2O combinado a C-S-H e Etringita		$Ca(OH)_2$ total (%)		H_2O total combinado (%)	
	1 dia	9 dias	1 dia	9 dias	1 dia	9 dias
PR	*5,8*	*14,6*	*12,9*	*0,0*	*11,4*	*21,3*
P6	*6,5*	*14,5*	*16,2*	*9,1*	*12,9*	*22,4*
P10	*6,4*	*16,3*	*16,5*	*13,5*	*12,8*	*24,5*
P13	*7,3*	*14,3*	*19,8*	*16,8*	*14,3*	*23,2*

A maior quantidade de $Ca(OH)_2$ nas pastas com polímero, pode ser atribuído à afinidade que o grupamento carboxílico do polímero (COO^-), possui pelos íons Ca^{2+}, presentes no meio e na superfície do hidróxido de cálcio como sugerem os estudos de Ohama (1995), Ray *et al* (1996), Afridi *et al.* (1998), Bezerra (2006), Chougnet *et al.* (2006) e Wang *et al*. (2006). Esta afinidade faz com que o polímero envelope as moléculas de $Ca(OH)_2$, formadas nas reações de hidratação do cimento e prenda as mesmas na mistura. A presença do $Ca(OH)_2$ nas pastas com polímero, também foi observado nas análises de difração por raios X (capítulo 4.3.1.1). Afridi *et al.* (1989) e Wang *et al.*(2006), que estudaram a hidratação de pastas cimentícias contendo diferentes teores de polímero SBR, também verificaram que até um teor limite havia incrementos na quantidade de $Ca(OH)_2$ formado na pasta mas que após este limite ocorriam quedas neste valor. Outros autores verificaram quedas na quantidade de $Ca(OH)_2$ utilizando diferentes tipos de polímero em matrizes cimentícias (Ohama, 1995; Ray, 1996; Afridi, 1989).

Com o avanço do tempo de cura não houve mudança significativa no teor de etringita + C-S-H das pastas com polímero que é praticamente igual ao da pasta de referência. O teor de $Ca(OH)_2$ da pasta de referência cai, por sua vez, para zero já que o mesmo é totalmente consumido pela sílica ativa, para formar silicatos de cálcio hidratados através da reação pozolânica.

Uma mudança na forma e temperatura do pico correspondente ao hidróxido de cálcio é observada para as misturas contendo SBR (ver *Figura 4.23*). Observando-se os termogramas as seguintes principais mudanças são observadas: redução na intensidade do pico correspondente a decomposição do CH, achatamento do mesmo e deslocamento na direção de menor temperatura. Segundo Chandra et al. (1982) apud

Afridi (1989) o polímero pode atuar como agente de ligação entre as partículas de CH, alterar a sua morfologia e orientação e a quantidade de energia para dissociá-lo. Observe que diferentemente do ocorrido na pasta de referência, o consumo de hidróxido de cálcio nas pastas com polímero não foi total. Isso se deve, provavelmente, à maior dificuldade da reação pozolânica entre a sílica ativa e o CH modificado pelo polímero SBR. Os resultados de quantidade de H_2O total combinada mostra que esse valor é um pouco maior para as pastas contendo polímero (ver valores na Tabela 4.13).

4.3.3.2 Pastas com volastonita

Os gráficos das Figura 4.24 e Figura 4.25 apresentam os resutados de TG e DTG em relação a base inicial de cimento, das pastas com diferentes teores de volastonita, com 1 e 9 dias de cura, respectivamente. A Tabela 4.14 apresenta os resultados de H_2O combinado com C-S-H e etringita, H_2O total e teor de hidróxido de cálcio $(Ca(OH))_2$ nas pastas.

A análise dos resultados mostrou que para as primeiras 24 horas de cura, a quantidade de H_2O combinado a C-S-H + etringita das pastas com volastonita são um pouco menores (cerca de 10 %) do que o da pasta de referência PR. A quantidade de Ca(OH)2 também é um pouco menor (10 – 11 %) nessa idade. Como consequência, o teor de água total combinada após 24 horas de cura das pastas com volastonita foi um pouco menor que a da pasta PR (redução de cerca de 10 %, referente ao maior teor de volastonita utilizado). Teores mais altos de carbonatos de cálcio foram observados nas misturas com volastonita (ver picos de decomposição do $CaCO_3$ entre 500 e 700 °C).

A diminuição da quantidade de H_2O total combinado pode ser atribuída à densificação provida pelos cristais de volastonita (ver capítulo 4.4.2.2), o qual reduz a velocidade de migração de água entre os poros, diminuindo a quantidade de produtos hidratados no material. Estes resultados estão em consonância com os resultados de Low *et al*. (1992), Low *et al*. (1994) e Mathur *et al*. (2007) que também estudaram matrizes cimentícias reforçadas com volastonita.

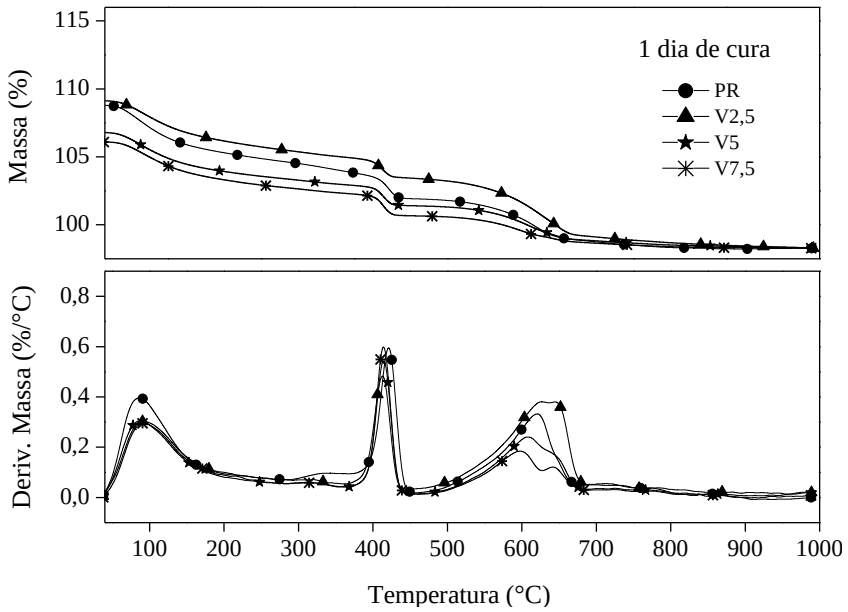

Figura 4.24 – TG/DTG das pastas com volastonita com 1 dia de cura.

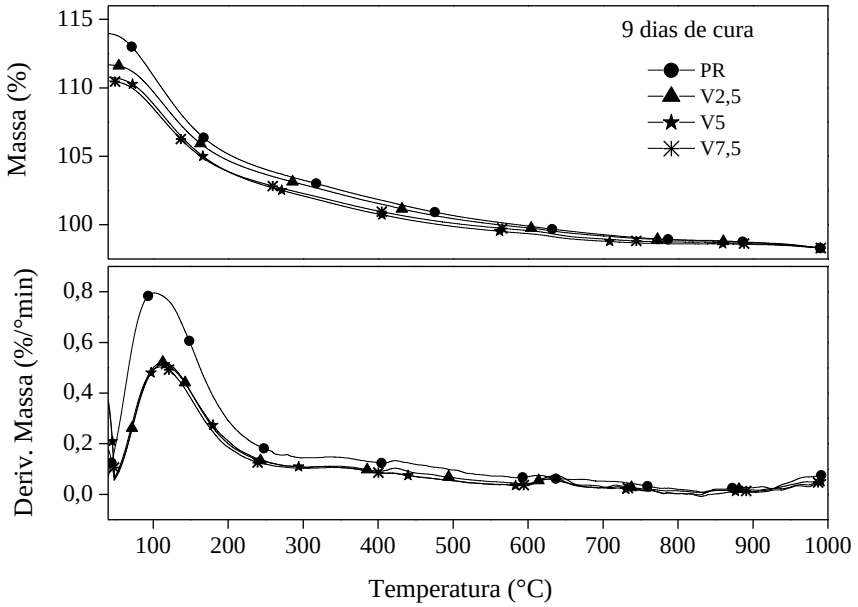

Figura 4.25 – TG/DTG das pastas polímericas com 9 dias de cura.

Tabela 4.14 – Teores de água da C-S-H e total e quantidade de hidróxido formados nas pastas com volastonita com 1 e 9 dias de cura.

Pasta	H_2O combinado a C-S-H e Etringita		$Ca(OH)_2$ total (%)		H_2O total combinado (%)	
	1 dia	9 dias	1 dia	9 dias	1 dia	9 dias
PR	*5,8*	*14,6*	*12,9*	*0,0*	*11,4*	*21,3*
V2,5	*5,1*	*12,1*	*10,6*	*0,0*	*9,8*	*19,1*
V5	*5,2*	*12,4*	*11,2*	*0,0*	*9,7*	*19,5*
V7,5	*5,3*	*12,5*	*12,7*	*0,0*	*10,3*	*19,4*

Após 9 dias de cura, todas as misturas apresentaram consumo total de hidróxido de cálcio, indicando que a presença da volastonita não afetou a reação pozolânica. A quantidade total de H_2O combinada a etringita + C-S-H das pastas com volastonita é cerca de 25 % menor que a da pasta de referência.

Observa-se que, em relação à pasta PR, a adição de volastonita em teores de 2,5, 5 e 7,5 % na pasta referencial, com 9 dias de cura, reduziu a quantidade de água total combinada em 10,5, 8,8 e 8,9 % respectivamente.

4.4 Caracterizações Físicas das Pastas

4.4.1 Estabilidade e água livre das pastas à temperatura ambiente

4.4.1.1 Pastas com polímero

Os valores médios obtidos nas análises de estabilidade das pastas reforçadas com diferentes teores de polímero, bem como seus respectivos coeficientes de variação, são apresentados na Tabela 4.15.

Tabela 4.15 – Resultados de estabilidade das pastas com diferentes teores de polímero.

Pastas poliméricas						
Pasta	***Rebaixamento (mm)***	***ρ_T (g/cm^3 [lbm/gal]) - CV (%)***	***ρ_{MI} (g/cm^3 [lbm/gal]) - CV (%)***	***ρ_{MII} (g/cm^3 [lbm/gal]) - CV (%)***	***ρ_B (g/cm^3 [lbm/gal]) - CV (%)***	***$\Delta\rho_{T-B}$ (g/cm^3 [lbm/gal])***
PR	*0*	*1,915 [15,98] - 0,4*	*1,914 [15,97] - 1,0*	*1,904 [15,89] - 1,1*	*1,905 [15,90] - 0,7*	*0,01 [0,08]*
P6	*0*	*1,886 [15,74] - 0,0*	*1,879 [15,68] - 0,3*	*1,858 [15,51] - 0,2*	*1,860 [15,52] - 0,6*	*0,03 [0,25]*
P10	*0*	*1,843 [15,38] - 0,4*	*1,837 [15,33] - 1,0*	*1,826 [15,24] - 0,5*	*1,825 [15,23] - 1,2*	*0,02 [0,17]*
P13	*0*	*1,781 [14,86] - 0,9*	*1,789 [14,93] - 0,6*	*1,793 [14,96] - 0,7*	*1,801 [15,03] - 1,4*	*0,02 [0,17]*

A partir da análise das diferenças de densidade entre o topo e a base das pastas constatou-se que todas as pastas estavam dentro do limite máximo de 0,06 g/cm^3 [0,5 lbm/gal] estabelecido no procedimento do PROCELAB (2005). Além disso, não foram observados rebaixamentos de topo em nenhuma das pastas ensaiadas. Nos ensaios de água livre ambiente, não foram notados água sobrenadante em nenhuma das pastas ensaiadas.

4.4.1.2 Pastas com volastonita

Os valores médios das análises de estabilidade das pastas reforçadas com diferentes teores de volastonita, bem como seus coeficientes de variação, são apresentados na Tabela 4.16.

Tabela 4.16 – Resultados de estabilidade das pastas com diferentes teores de volastonita.

Pastas com volastonita						
Pasta	***Rebaixamento (mm)***	***ρ_T (g/cm^3 [lbm/gal]) - CV (%)***	***ρ_{MI} (g/cm^3 [lbm/gal]) - CV (%)***	***ρ_{MII} (g/cm^3 [lbm/gal]) - CV (%)***	***ρ_B (g/cm^3 [lbm/gal]) - CV (%)***	***$\Delta\rho_{T-B}$ (g/cm^3 [lbm/gal])***
PR	*0*	*1,915 [15,98] - 0,4*	*1,914 [15,97] - 1,0*	*1,904 [15,89] - 1,1*	*1,905 [15,90] - 0,7*	*0,01 [0,08]*
V2,5	*0*	*1,923 [16,05] - 0,8*	*1,936 [16,16] - 1,7*	*1,940 [16,19] - 1,3*	*1,958 [16,34] - 2,5*	*0,03 [0,25]*
V5	*0*	*1,966 [16,41] - 0,5*	*1,989 [16,60] - 0,4*	*1,996 [16,65] - 0,5*	*2,003 [16,72] - 0,6*	*0,04 [0,33]*
V7,5	*0*	*2,009 [16,77] - 0,2*	*2,013 [16,80] - 0,4*	*2,012 [16,79] - 0,4*	*2,021 [16,87] - 0,7*	*0,01 [0,08]*

Assim como observado para as pastas contendo polímero, as análises das diferenças de densidade, entre o topo e a base das pastas contendo volastonita, estavam dentro do limite máximo de 0,06 g/cm^3 [0,5 lbm/gal], estabelecido no procedimento do PROCELAB (2005). Além disso, não foram observados rebaixamento de topo em nenhuma das pastas ensaiadas. Nos ensaios de água livre ambiente, não foram notados água sobrenadante em nenhuma das pastas ensaiadas.

4.4.2 Porosidade, absorção e massa específica

4.4.2.1 Pastas com polímero

O gráfico da Figura 4.26 apresenta os resultados de massa específica, índice de vazios, absorção total e seus respectivos desvios padrão, para as pastas com diferentes frações de polímero. Foram realizados uma média de 3 ensaios por pasta. A análise estatística dos resultados esta apresenta no anexo A item 8.1.2.1.

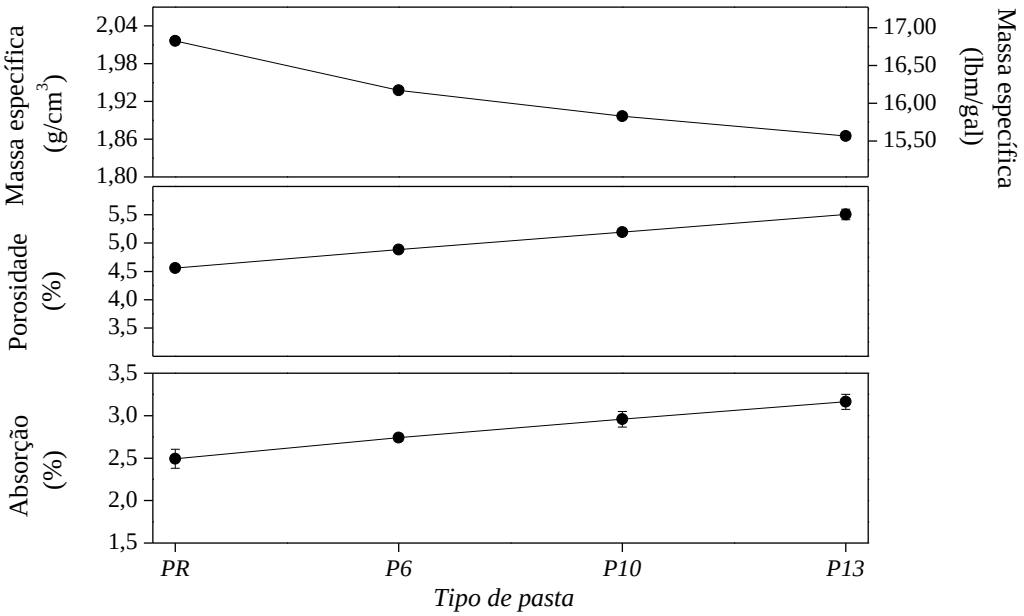

Figura 4.26 – Evolução da massa específica, indice de vazios e absorção total com o aumento no teor de polímero.

A análise dos resultados mostraram que a substuição parcial de material cimentício por polímero levou a significativas reduções na densidade das pastas estudadas. Comparadas à pasta PR, as pastas P6, P10 e P13 apresentaram reduções de 3,9, 5,9 e 7,5 %, respectivamente, na sua massa específica.

A pasta PR possui porosidade de 4,6 % e o aumento na fração de polimero levou a acrécimos nessa porosidade (acrécimos de 7,2, 14,0 e 20,8 % para as pastas P6, P10 e

P13, respectivamente). A pasta de referência apresentou uma absorção de 2,5 %. As pastas P6, P10 e P13 tiveram ganhos neste parametro de 10,0, 18,7 e 26,9 %, respectivamente. Os resultados disponíveis na literatura (OHAMA 1995; CORREIA, 2009) estão em consonância com os resultados obtidos no presente estudo.

Deve-se destacar, que todas as pastas apresentaram baixos valores de absorção de água (inferior a 3,5 %) e porosidade total (inferior a 6 %).

4.4.2.2 Pastas com volastonita

O gráfico da Figura 4.27 mostra os resultados de massa específica, porosidade total, absorção de água e seus respectivos desvios padrão para as pastas com diferentes teores de volastonita. Foram realizados uma média de 3 ensaios por pasta. A análise estatística dos resultados esta apresenta no anexo A item 8.1.2.1.

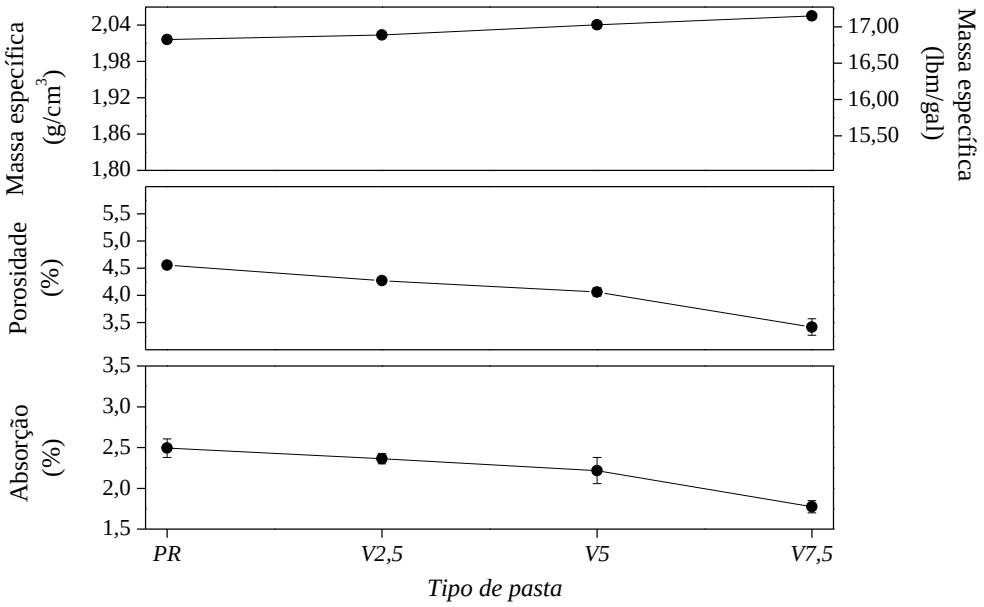

Figura 4.27 – Evolução da massa específica, porosidade e absorção total com o aumento no teor de microfibras de volastonita.

A análise do gráfico permite concluir que o aumento no teor de volastonita acarretou em aumento da massa específica da pasta de referência. A porosidade e a absorção de água apresentaram, por sua vez, redução a medida que se aumentava o teor de volastonita na mistura de referência. Com 90 % de confiança, a análise estatística dos resultados mostrou que todos os resultados deste parâmetro foram significativamente diferentes entre si. Pesquisas anteriores também indicam que a adição de volastonita à

matrizes cimentícias leva a melhoramentos na estrutura de poros do material (NORMAN, 1993; VERESHCHAGIN, 2004; RANSINCHUNG, 2010).

Deve-se destacar, que se a pasta de referencia já apresentava baixos valores de absorção de água (3,5 %) e porosidade total (4,5 %), a adição de 7,5 % de volastonita permitiu que se obtivesse uma mistura com absorção total de água inferior a 2 %, e porosidade total menor que 3,5 %.

4.4.3 Permeabilidade a gás nitrogênio

4.4.3.1 Pastas com polímero

Os valores médios de permeabilidade e os respectivos desvios padrão das pastas com diferentes teores de polímero podem ser observados no gráfico da Figura 4.28. Foram realizados uma média de 10 ensaios por pasta. A análise estatística dos resultados esta apresenta no anexo A item 8.1.2.2.

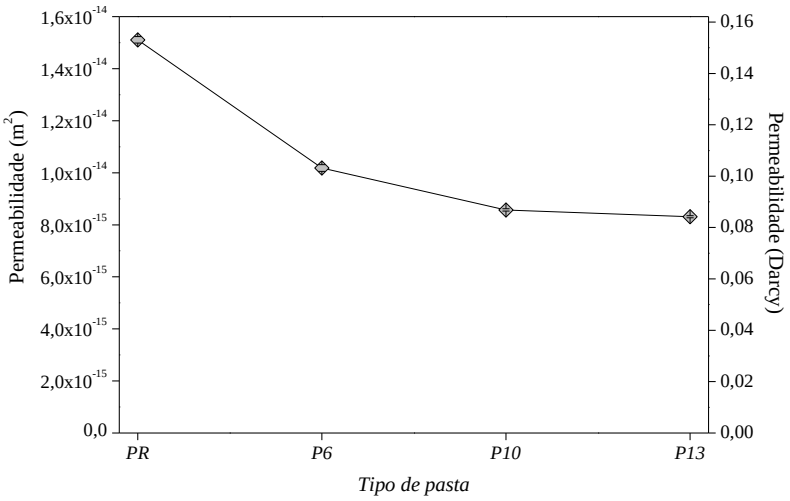

Figura 4.28 – Influência do teor de polímero na permeabilidade a gás das pastas.

A análise do gráfico mostra a tendência na diminuição da permeabilidade dos materiais com o aumento na fração de SBR. Os decréscimos nos valores de permeabilidade são estatísticamente diferentes entre si e o aumento na fração de polímero para 13 % levou a uma queda na permeabilidade de 45,0 %. Apesar da porosidade total da pasta de referência ter aumentado com o aumento na fração de polímero, os resultados mostraram um efeito inverso no caso da permeabilidade, onde o aumento no teor de SBR levou a diminuições deste parâmetro. Isso indica que o polímero refinou (e desconectou) os poros do material, provavelmente em virtude de

sua coalescência em regiões da matriz de cimento. Reduções na permeabilidade de pastas com polímero também foram observados por Ramli *et al.* (2012).

4.4.3.2 Pastas com volastonita

A Figura 4.29 apresenta a variação da permeabilidade com diferentes teores de volastonita e suas respectivas barras de desvios padrão. Foram realizados uma média de 10 ensaios por pasta. A análise estatística dos resultados esta apresenta no anexo A item 8.1.2.2.

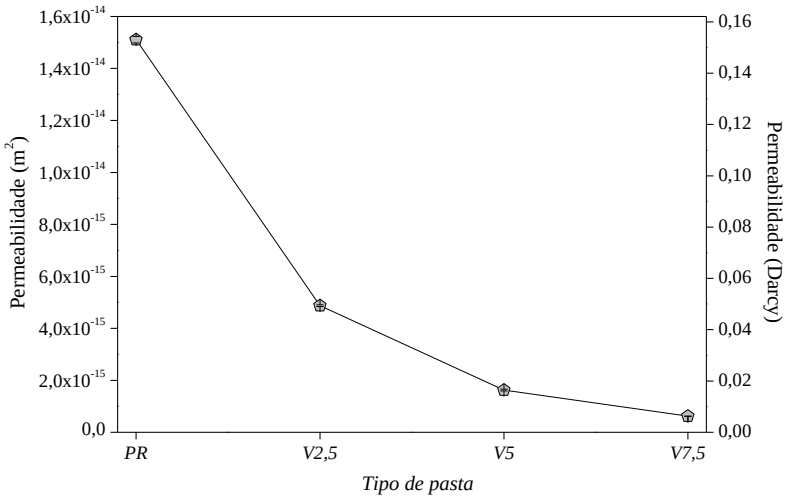

Figura 4.29 – Influência do teor de volastonita na permeabilidade a gás das pastas.

Através do gráfico acima, observa-se a expressiva diminuição da permeabilidade da pasta de referência com o aumento do teor de microfibras de volastonita. Reduções expressivas nos valores deste parâmetro são observadas com o aumento da volastonita na mistura. A ordem de grandeza do resultado obtido para a pasta PR foi de 10^{-15} m^2 enquanto que para as pastas V2,5 e V5 foi de 10^{-15} m^2 e para a pasta V7,5 de 10^{-16} m^2. A diminuição da permeabilidade no material com o aumento no teor de volastonita está correlacionada com a menor porosidade e absorção apresentada por estes materiais e, provavelmente, com o refinamento de poros da matriz.

4.5 Propriedades Mecânicas das Pastas

4.5.1 Comportamento sob compressão uniaxial

4.5.1.1 Pastas com polímero

As curvas típicas tensão *versus* deformação uniaxial, deformação lateral e deformação volumétrica para a pasta de referência e para as pastas contendo polímero são apresentadas na Figura 4.30. Os valores médios de resistência à compressão e deformações uniaxial e lateral correspondentes à tensão de pico (e seus respectivos coeficientes de variação) são apresentados na Tabela 4.17. Os valores de módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson são apresentados na Tabela 4.17 e na Figura 4.31. As curvas tensão *versus* deformação de todos os corpos de prova ensaiados são apresentadas no Anexo A item 7.2.1. Foram realizados pelo menos 4 ensaios por pasta. A análise estatística dos resultados são apresentadas no anexo B item 8.1.3.1.

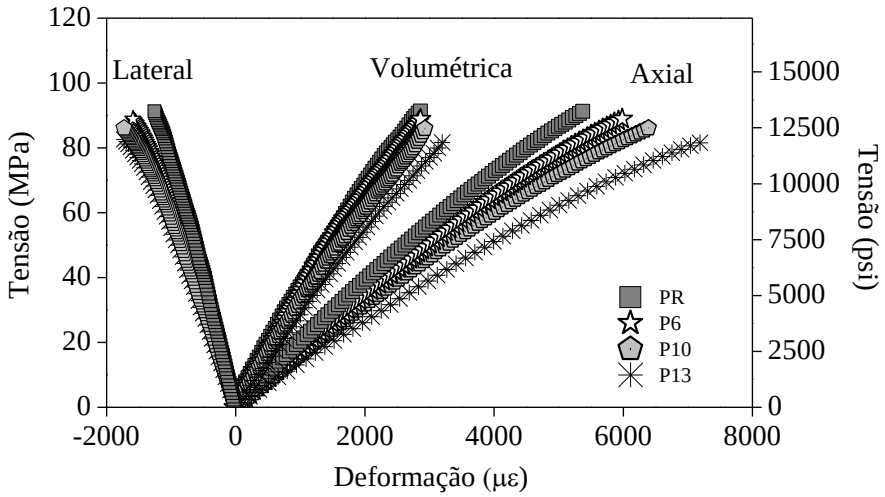

Figura 4.30 – Curvas típicas de tensão x deformação das pastas com diferentes teores de polímero.

A análise estatística dos resultados de resistência à compressão indica que a pasta P6 possui a mesma resistência da pasta PR, enquanto que as pastas P10 e P13 foram, respectivamente, 13,2 e 18,1 % menos resistentes que a pasta PR. A deformação uniaxial na ruptura apresentou, por sua vez, aumentos crescentes com o aumento do teor de polímero nas misturas. Por exemplo, para as pastas com teores de 10 e 13 % de polímero os acréscimos atingiram 19,9 % e 26,0 %, respectivamente.

A deformação lateral da pasta de referência também aumentou com o acréscimo no teor de polímero na mistura. A pasta P13, por exemplo, apresentou capacidade de

deformação lateral 32 % superior à apresentada pela pasta PR. As curvas de deformação volumétrica das pastas também indicam aumento com o aumento no teor de polímero na mistura, principalmente para o teor de polímero de 13 %.

Em virtude da maior deformabilidade das pastas com polímero, o módulo de elasticidade apresentou redução com o aumento do teor de polímero. Por exemplo, a enquanto a pasta PR apresentou um módulo elástico de 19,5 MPa, a mistura contento 13% de SBR apresentou um módulo de 14,2 GPa (redução de 27,5%). O decréscimo nos valores dos módulos com o aumento do teor de polímero são estatisticamente diferentes entre si.

Como tanto a deformação lateral quanto a uniaxial aumentaram quase que igualmente com o teor de polímero, o coeficiente de Poisson não apresentou variações estatísticas com o aumento no teor de polímero. Os valores observados para as pastas variaram entre 0,24 e 0,26, com duas pastas apresentando coeficiente de Poisson médio de 0,25.

Tabela 4.17 – Média das propriedades mecânicas sob compressão uniaxial das pastas com diferentes teores de polímero.

Pasta	f_c (MPa [psi]) - CV (%)	ε_{cAxial} (με) - CV (%)	$\varepsilon_{cLateral}$ (με) - CV (%)	E_c (GPa [ksi]) - CV (%)	ν - CV(%)
PR	*99,5 [14431,2] - 9,3*	*5487,6 - 2,3*	*1420 - 12,7*	*19,5 [2828,2] - 2,2*	*0,24 - 3,9*
P6	*89,2 [12937,3] - 1,4*	*6065,4 - 1,9*	*1623 - 5,8*	*16,8 [2436,6] - 0,4*	*0,26 - 2,6*
P10	*86,2 [12502,2] - 6,7*	*6578,9 - 6,7*	*1730 - 15,3*	*15,2 [2204,5] - 4,1*	*0,25 - 5,3*
P13	*81,5 [11820,5] - 7,0*	*6912,0 - 8,6*	*1874 - 14,0*	*14,2 [2059,5] - 3,9*	*0,25 - 2,2*

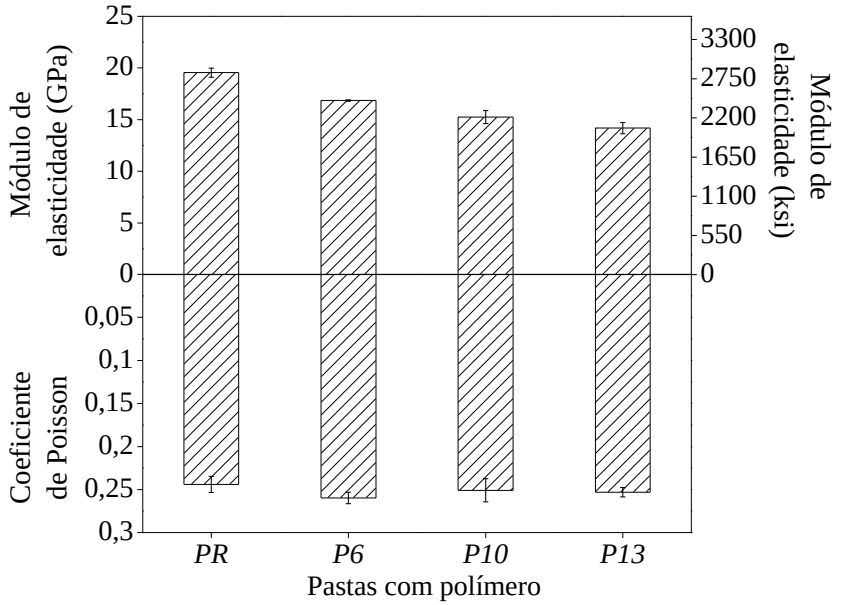

Figura 4.31 – Módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson sob compressão uniaxial das pastas com diferentes teores de polímero.

Na Figura 4.32 apresenta-se a relação entre a tensão de ruptura e a porosidade total das pastas com polímero estudadas. Os resultados indicam que quando se aumenta o teor de polímero na mistura ocorre uma redução na resistência à compressão e um aumento na porosidade total das pastas. O decréscimo de resistência com a porosidade foi maior quando se aumentou o teor de polímero de 0 % para 6 % do que quando se aumentou o teor de polímero de 6 % para 13 %. No primeiro caso a matriz de referência apresentou uma redução de cerca de 10 MPa para um aumento de porosidade de cerca de 0,3% enquanto que no segundo (P6 para P13) a redução de resistência é de carca de 8 MPa e o acréscimo na porosidade é de 0,7 %.

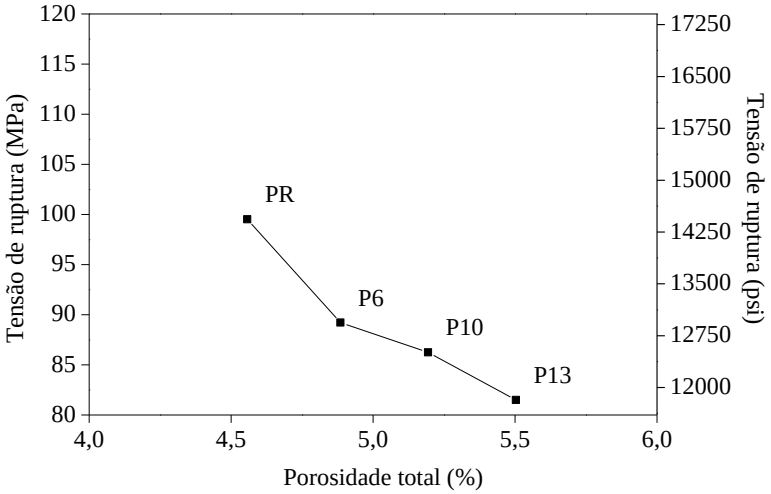

Figura 4.32 – Relação entre tensão de ruptura e porosidade das pastas com diferentes teores de polímero SBR.

Os modos de fratura das pastas com e sem polímero são apresentados na Figura 4.33. Observou-se que tanto a pasta de referência quanto as com polímero apresentaram modo de ruptura cisalhante.

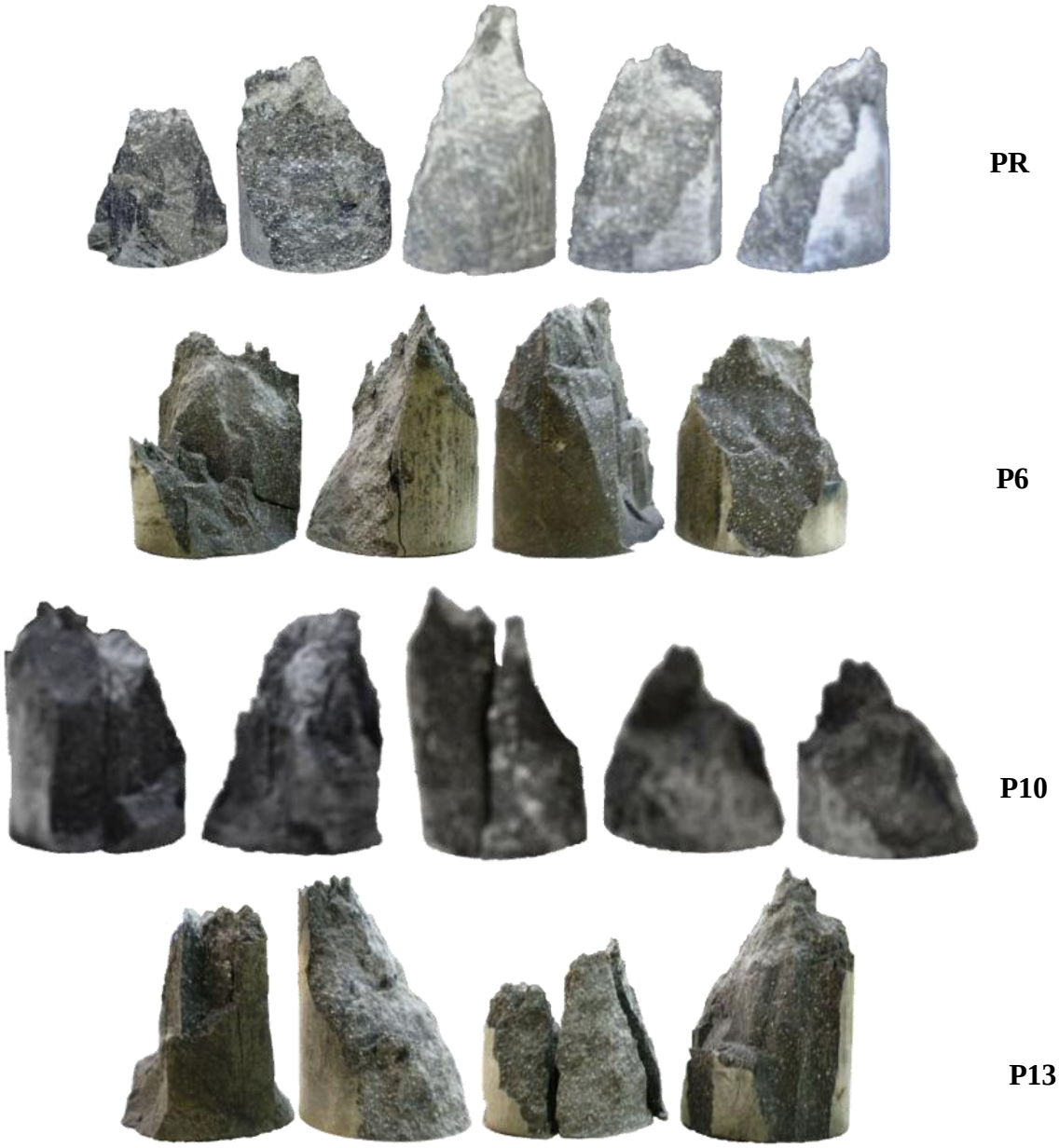

Figura 4.33 – Modo de ruptura das pastas de referência e das pastas com polímero no ensaio de compressão uniaxial.

4.5.1.2 Pastas com Volastonita

No gráfico da Figura 4.34 apresentam-se as curvas típicas de tensão *versus* deformação uniaxial, deformação lateral e deformação volumétrica para a pasta de referência e para as pastas contendo volastonita. Os valores médios de resistência à compressão, deformações uniaxial e lateral correspondentes à tensão de pico (e seus respectivos coeficientes de variação) são apresentados na Tabela 4.18. Os valores de módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson são também apresentados na Tabela 4.18 e na Figura 4.35. As curvas tensão *versus* deformação de todos os corpos de

prova ensaiados são apresentadas no Anexo A item 7.2.1. Foram realizados pelo menos 4 ensaios por pasta. As análises estatísticas dos resultados são apresentadas no anexo B item 8.1.3.1.

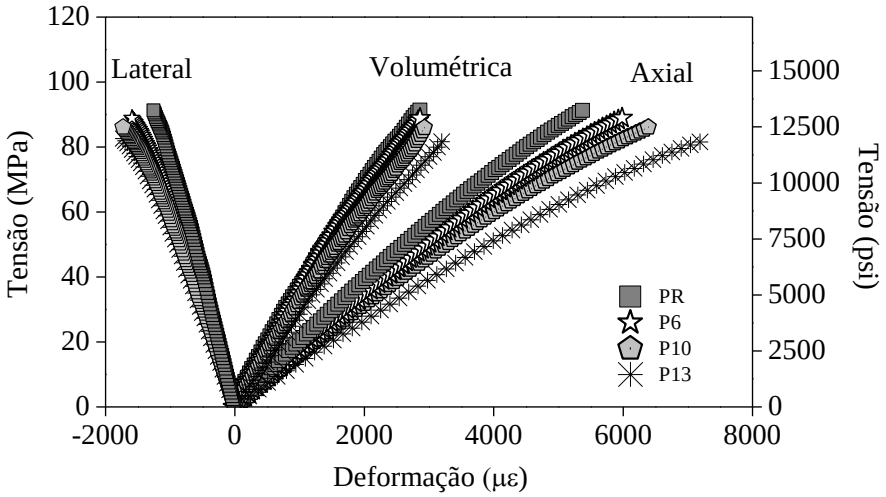

Figura 4.34 – Curvas típicas de tensão x deformação das pastas com diferentes teores de volastonita.

Os resultados indicam uma tendência de se aumentar a resistência à compressão e o módulo de elasticidade com o aumento na fração de volastonita nas pastas. No caso da mistura V7,5 o acréscimo na resistência à compressão foi de 13,5 % e no módulo de elasticidade de 14,8 %.

A análise estatística dos resultados não indicam diferenças estatísticas significativas para os valores de deformação uniaxial, lateral e volumétrica, correspondentes à tensão de pico. O coeficiente de Poisson variou de 0,24 a 0,26, como observado para as pastas contendo polímero.

Tabela 4.18 – Média dos valores da resistência a compressão uniaxial das pastas com diferentes teores de volastonita

Pasta	**f_c (MPa [psi]) - CV (%)**	**ε_{cAxial} (με) - CV (%)**	**$\varepsilon_{cLateral}$ (με) - CV (%)**	**E_c (GPa [ksi]) - CV (%)**	***v* - CV(%)**
PR	*99,5 [14431,2] - 9,3*	*5487,6 - 2,3*	*1420 - 12,7*	*19,5 [2828,2] - 2,2*	*0,24 - 3,9*
V2,5	*97,9 [14199,1] - 4,5*	*5623,2 - 4,7*	*1362 - 9,8*	*19,2 [2784,7] - 2,1*	*0,25 - 3,2*
V5	*102,8 [14909,8] - 4,7*	*5392,5 - 5,6*	*1298 - 9,8*	*21,4 [3103,8] - 0,7*	*0,24 - 10,0*
V7,5	*113,0 [16389,2] - 7,2*	*5696,5 - 9,3*	*1571 - 8,7*	*22,4 [3248,8] - 1,3*	*0,26 - 2,5*

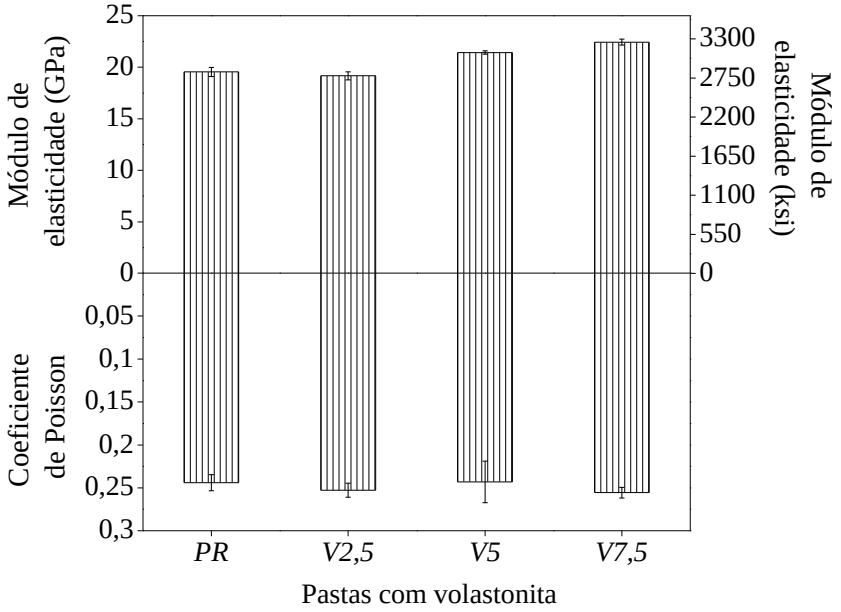

Figura 4.35 – Módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson sob compressão uniaxial das pastas com diferentes teores de volastonita.

Na Figura 4.36 apresenta-se a relação entre a tensão de ruptura e a porosidade total das pastas reforçadas com fibras de volastonita. Os resultados indicam que quando se aumenta o teor de reforço na mistura ocorre um aumento na resistência à compressão e uma redução na porosidade total das pastas. Por exemplo, para o teor de volastonita de 7,5 % a resistência da matriz de referência apresentou um aumento de cerca de 13,5 MPa e uma redução nos poros acessíveis a água de cerca de 1 %.

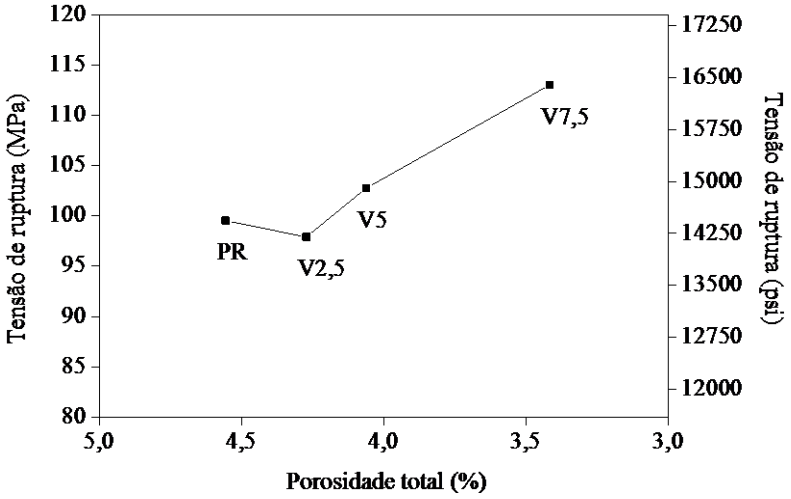

Figura 4.36 – Relação entre tensão de ruptura e porosidade das pastas com diferentes teores de volastonita.

O modo de fratura das pastas com volastonita é apresentado na Figura 4.37. As misturas apresentam modo de ruptura cisalhante.

Figura 4.37 – Modo de ruptura das pastas com volastonita no ensaio de compressão uniaxial.

4.5.2 Comportamento sob compressão triaxial

4.5.2.1 Pastas com polímero

O gráfico da Figura 4.38 apresenta a variação da tensão cisalhante com a tensão confinante, para as pastas com diferentes teores de polímero. As médias dos resultados (e seus referentes coeficientes de variação) são apresentadas na Tabela 4.19. As análises estatísticas dos resultados são apresentadas no anexo B item 8.1.3.2.

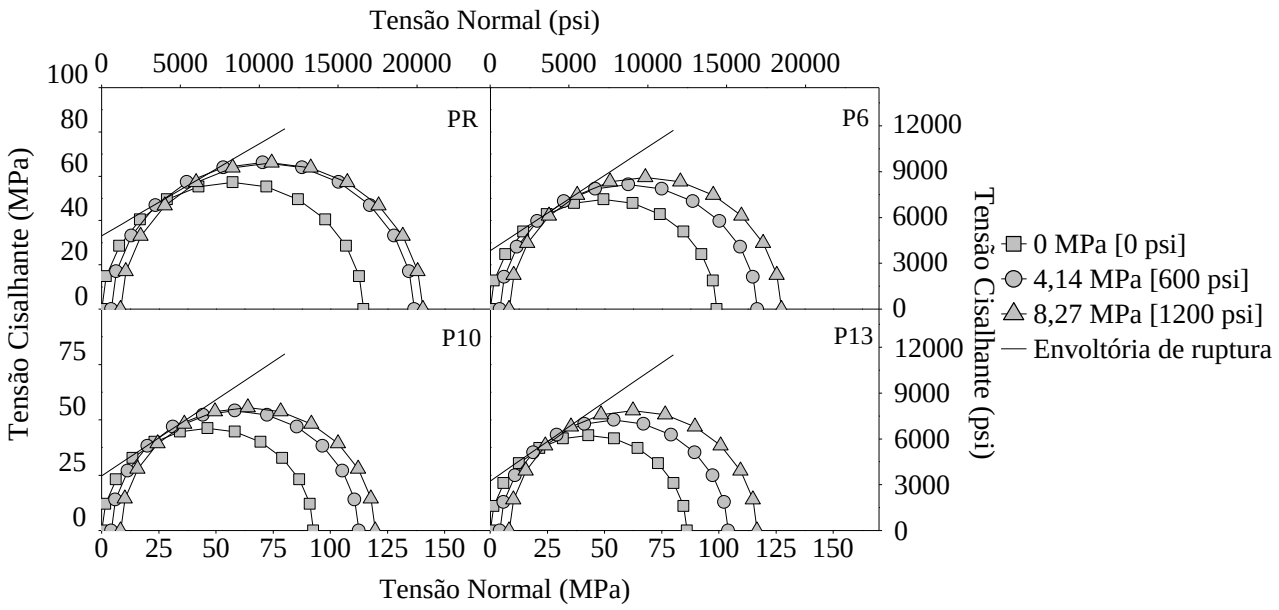

Figura 4.38 – Circulos de Mohr e envoltória de ruptura das pastas com diferentes teores de polímero.

Uma observação inicial deve ser feita em relação aos resultados de resistência não confinada apresentados na Tabela 4.19 já que eles são ligeiramente diferentes dos apresentados no item 4.5.1.1. Deve-se ressaltar, no entanto, que a análise estatística indicou que as diferenças não são significativas (90 % de confiança) para as pastas PR, P10 e P13. Apenas para a pasta P6 observou-se uma diferença de cerca de 7,5 % nos valores médios. Assim, pode-se dizer que o efeito escala não é significativo.

Os resultados apresentados indicam um aumento da tensão principal maior de compressão (σ_1) com o aumento da tensão confinante (ver resultados na Tabela 4.19). A variação da coesão e do ângulo de atrito interno das pastas com o teor de polímero é apresentado na Figura 4.39.

Observa-se que a coesão das pastas diminuiu com o aumento no teor de polímero. A coesão da pasta PR (33,2 MPa [4815,2 psi]), foi reduzida em, respectivamente, 20, 25 e 32 %, com o aumento da fração de SBR. É possível que essa redução esteja associada ao aumento de porosidade observado na mistura com a adição de maiores frações volumétricas de SBR. O ângulo de atrito interno da pasta PR apresentou, por sua vez, um acréscimo de cerca de 10 % quando 6 % de polímero foi utilizado na mistura (Pasta P6). A partir desse teor o acréscimo do ângulo de atrito é marginal. O resultado apresentado indica que a fricção interna entre partículas aumentou com a presença do polímero.

Tabela 4.19 – Média da tensão principal maior de compressão das pastas com polímero.

Pasta		Tensões confinantes (MPa [psi])		
		0 [0]	**4,14 [600]**	**8,27 [1200]**
PR	**Tensão principal maior de compressão (MPa) - CV (%)**	*107,2 [15548,0]- 9,2*	*127,5 [18492,3] - 12,5*	*133,6 [19377,0] - 9,3*
P6		*96,7 [14025,1] - 3,1*	*119,3 [17303,0] - 3,4*	*127,3 [18463,3] - 1,8*
P10		*90,7 [13154,9] - 6,5*	*109,5 [15881,6] - 3,7*	*115,7 [16780,9] - 3,3*
P13		*80,6 [11690,0] - 9,3*	*104,0 [15083,9] - 4,2*	*116,6 [16911,4] - 6,3*

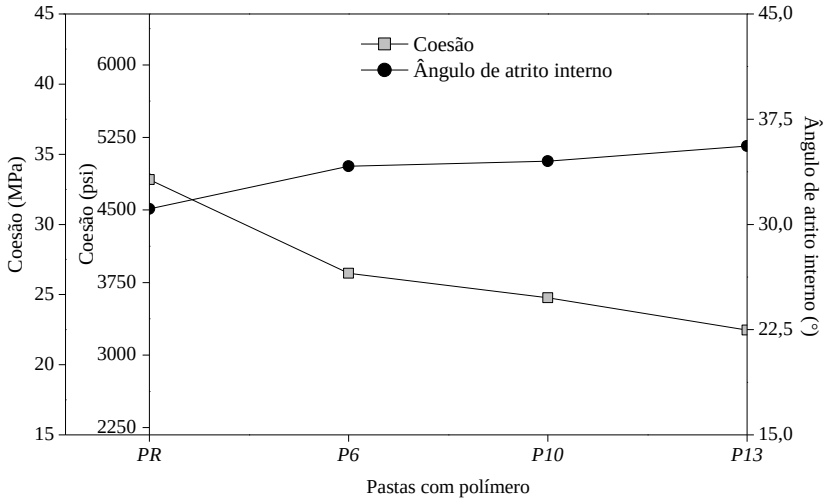

Figura 4.39 – Evolução da coesão e ângulo de atrito com o aumento do teor de polímero.

Os modos de ruptura das pastas podem ser observados nas Figura 4.40, Figura 4.41 e Figura 4.42. É possível observar que o modo de fratura apresentado pelas pastas com diferentes teores de polímero, sob todos os confinamentos estudados, foi do tipo cisalhante.

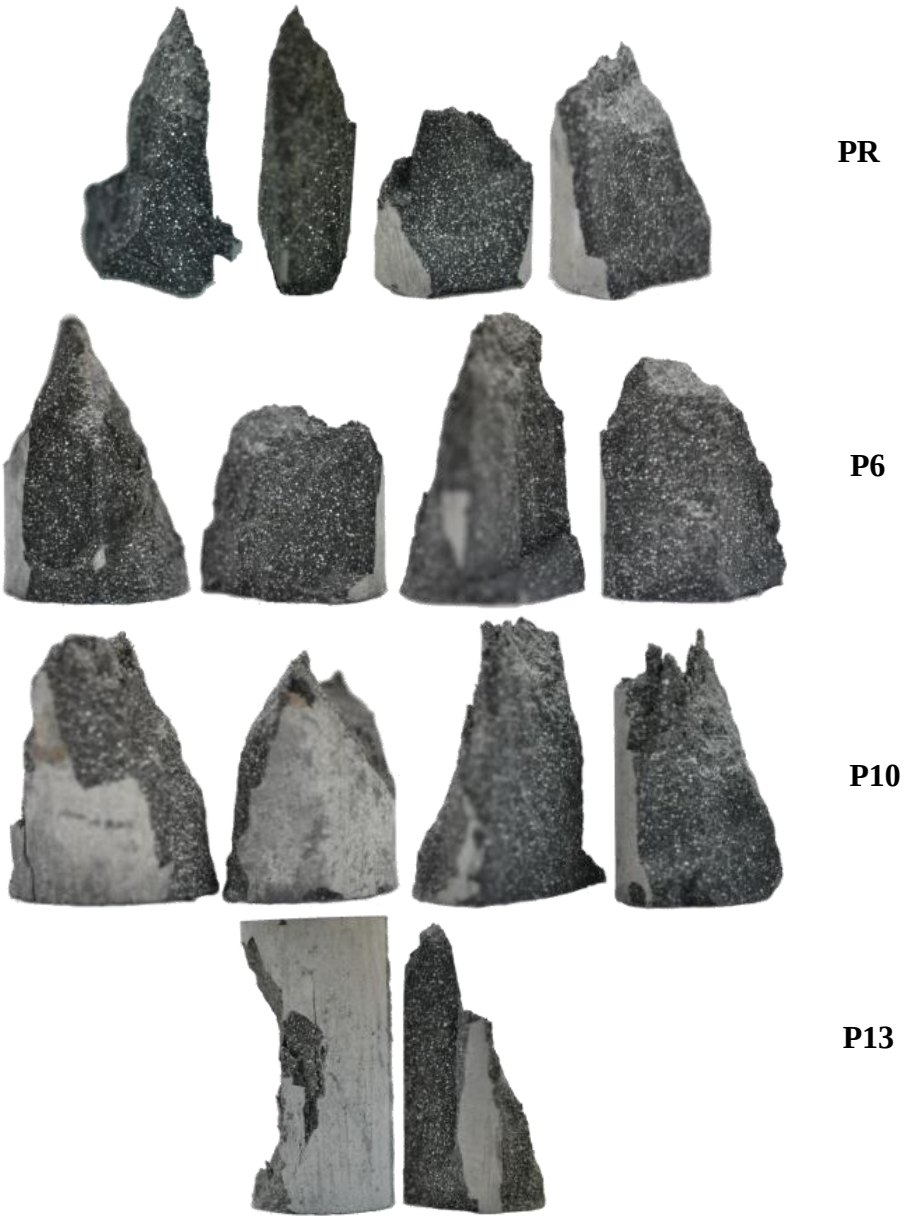

Figura 4.40 – Modo de fratura das pastas PR e pastas com polímero no ensaio triaxial sem confinamento

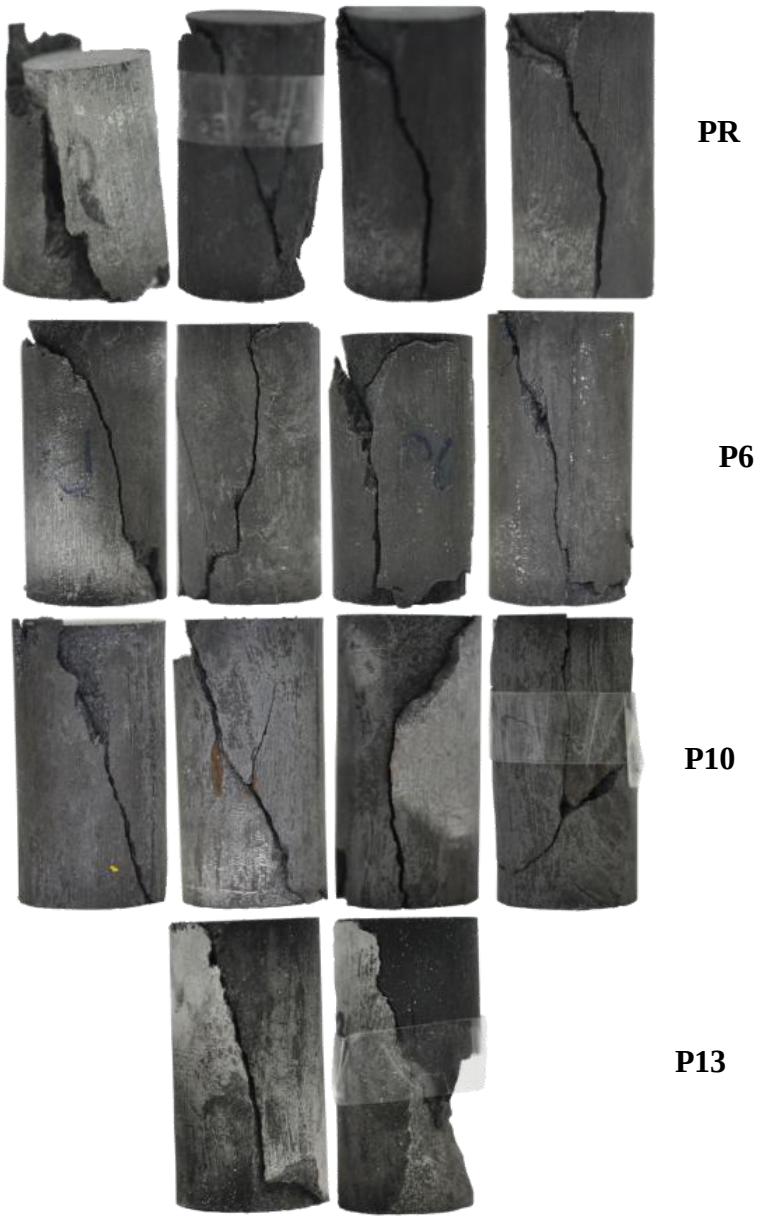

Figura 4.41 – Modo de fratura das pastas PR e das pastas com polímero no ensaio triaxial com 4,14 MPa [600 psi] de confinamento.

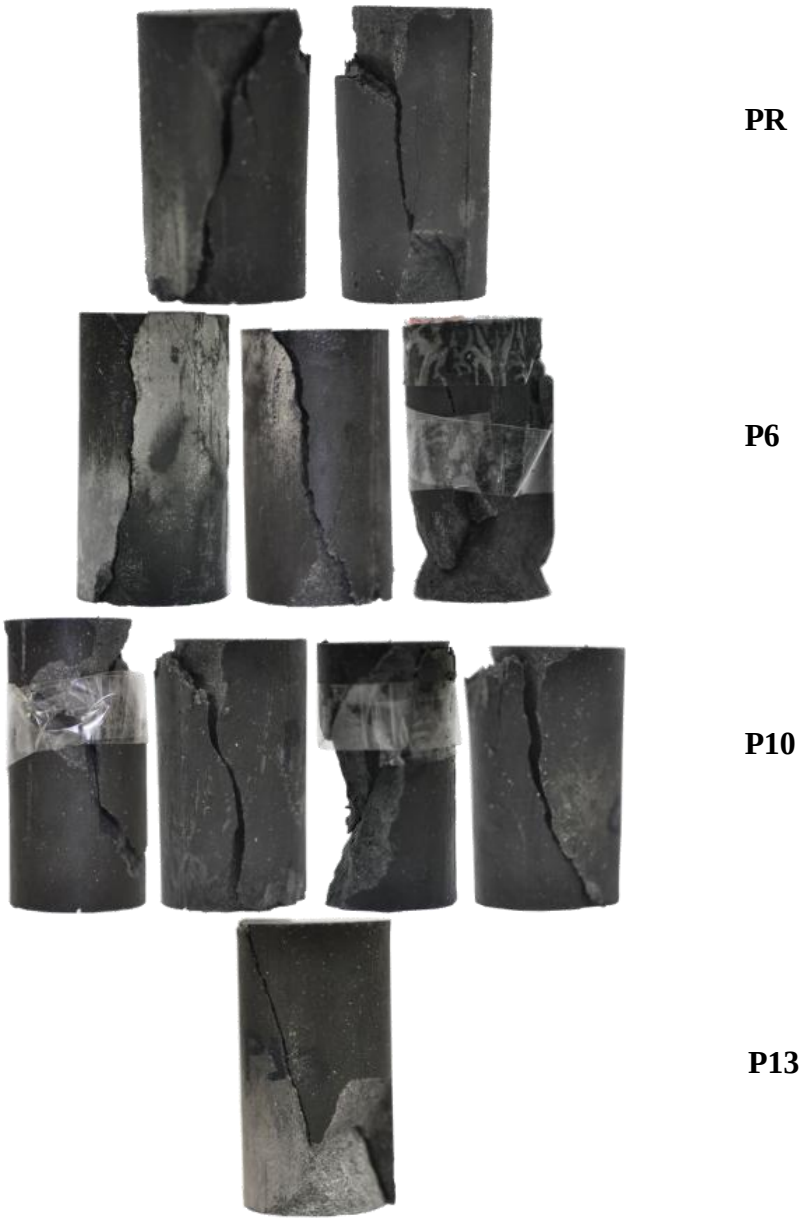

Figura 4.42 – Modo de fratura das pastas PR e das pastas com polímero no ensaio triaxial com 8,27 MPa [1200 psi] de confinamento.

4.5.2.2 Pastas com volastonita

O gráfico da Figura 4.43 apresenta a variação da tensão principal maior com a tensão confinante, para as pastas com diferentes teores de polímero. As médias dos resultados (e seus referentes coeficientes de variação) são apresentadas na Tabela 4.20. As análises estatísticas dos resultados são apresentadas no anexo B item 8.1.3.2.

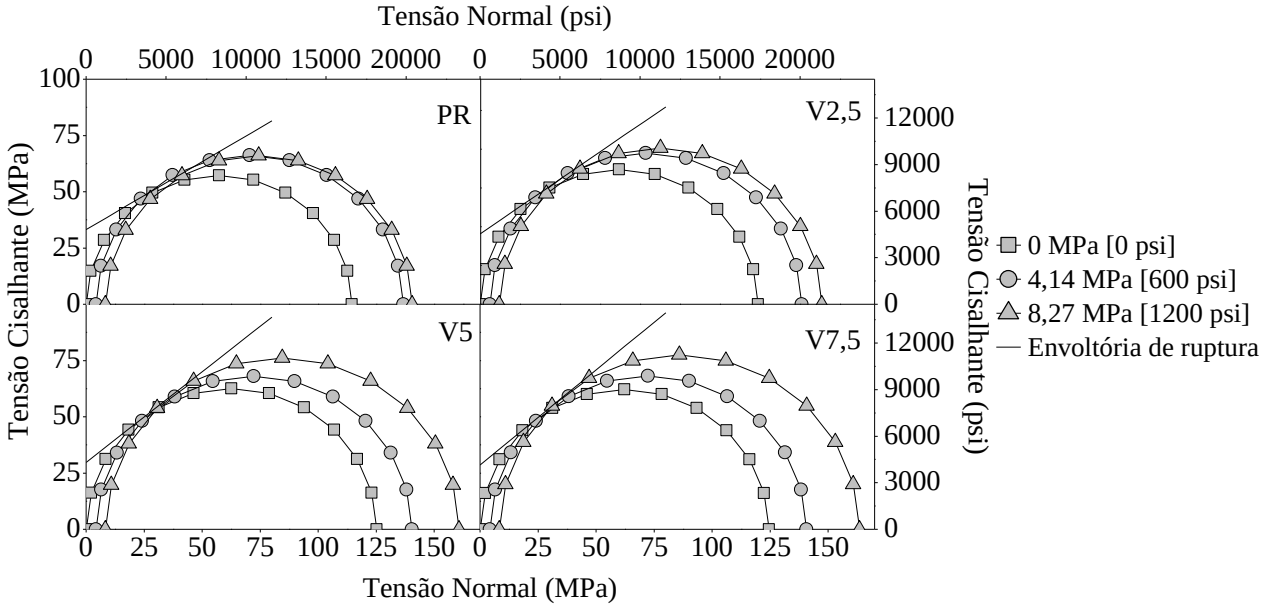

Figura 4.43 – Circulos de Mohr e envoltória de ruptura das pastas com diferentes teores de volastonita.

Os resultados indicam um incremento da tensão principal maior de compressão com o aumento das tensões confinantes (σ_3) das pastas PR, V2,5, V5 e V7,5.

Tabela 4.20 – Média da tensão principal maior de compressão das pastas com diferentes teores de volastonita.

Pasta		**Tensões confinantes (MPa [psi])**		
		0 [0]	**4,14 [600]**	**8,27 [1200]**
PR	**Tensão principal maior de compressão (MPa) - CV (%)**	*107,2 [15548,0]- 9,2*	*127,5 [18492,3] - 12,5*	*133,6 [19377,0] - 9,3*
V2,5		*117,3 [17012,9] - 4,9*	*138,6 [20102,2] - 5,0*	*147,3 [21364,1] - 6,4*
V5		*125,2 [18158,7] - 8,3*	*140,3 [20348,8] - 3,9*	*155,4 [22538,9] - 5,2*
V7,5		*124,5 [18057,2] - 7,2*	*140,6 [20392,3] - 5,1*	*163,5 [23713,7] - 2,9*

Os resultados de resistência à compressão obtidos para σ_3 = 0 MPa [0 psi] são estatisticamente maiores que os observados no item 4.5.1.2 (incrementos de até 17,9 %). Isso ocorre porque as amostras utilizadas no ensaio triaxial são menores que as usadas no ensaio uniaxial, causando assim um efeito escala.

A variação da coesão e o do ângulo de atrito interno das pastas com o teor de volastonita é apresentado na Figura 4.44.

Verifica-se que o incremento no teor de volastonita reduziu pouco a coesão das pastas. A coesão da pasta PR (33,2 MPa [4815,2 psi]), foi reduzida em, respectivamente, 5,8, 10,3 e 13,9 %, com o aumento na fração de volastonita.

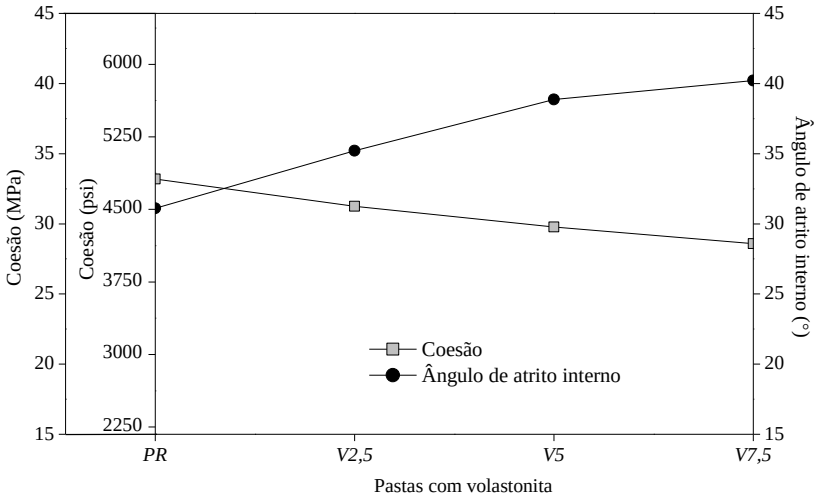

Figura 4.44 – Evolução da coesão e ângulo de atrito com o aumento do teor de volastonita.

O ângulo de atrito interno das pastas apresentou acréscimos com o aumento no teor de volastonita. Em relação ao valor alcançado por PR neste parâmetro (31,1 º), os incrementos obtidos pelas pastas V2,5, V5 e V7,5 foram de 13,2, 24,9 e 29,3 %, respectivamente.

Os modos de ruptura das pastas podem ser observados nas Figura 4.45, Figura 4.46 e Figura 4.47. Assim como para as pastas com polímero, é possível observar que o modo de fratura apresentado pelas pastas com diferentes teores de volastonita, sob todos os confinamentos estudados, foi do tipo cisalhante.

Figura 4.45 – Modo de fratura das pastas com volastonita no ensaio triaxial com 0 MPa [0 psi] de confinamento.

Figura 4.46 – Modo de fratura das pastas com volastonita no ensaio triaxial com 4,14 MPa [600 psi] de confinamento.

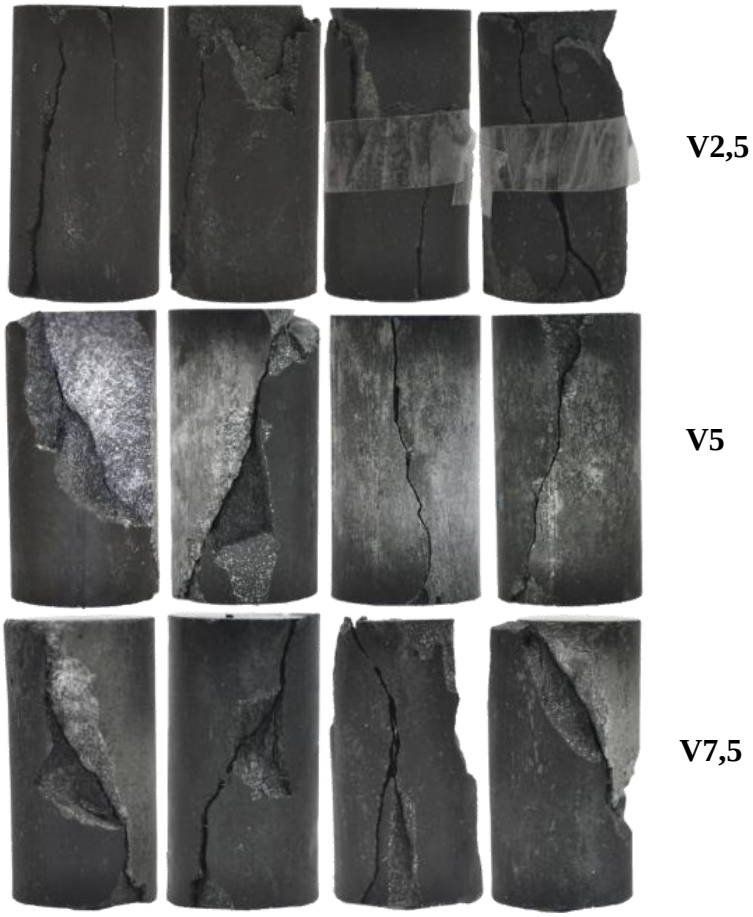

Figura 4.47 – Modo de fratura das pastas com volastonita no ensaio triaxial com 8,27 MPa [1200 psi] de confinamento.

4.5.3 Resistência à tração direta

4.5.3.1 Pastas com polímero

O gráfico da Figura 4.48 apresenta as curvas tensão *versus* deformação na tração direta, de cada corpo de prova (CP) ensaiado para as pastas PR, P6, P10 e P13. As médias e seus respectivos coeficientes de variação da tensão e deformação de ruptura são apresentados na Tabela 4.21, assim como a média e o coeficiente de variação do módulo de elasticidade e da tenacidade na tração direta.

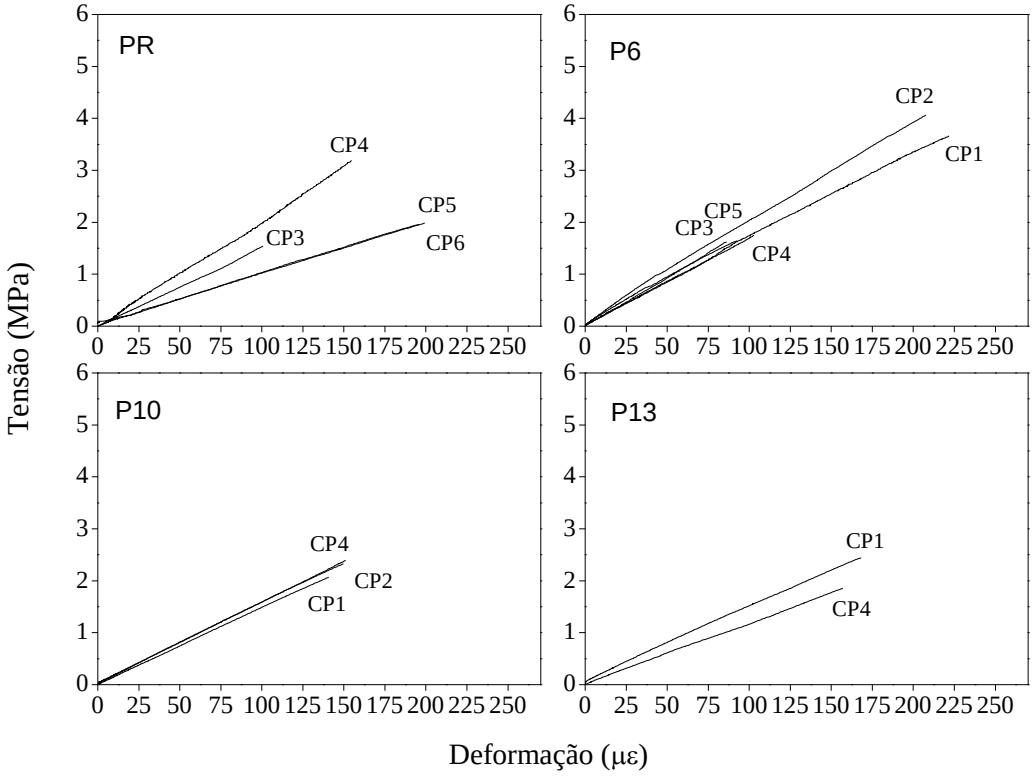

Figura 4.48 – Curvas tensão versus deformação na tração direta das pastas com diferentes teores de polímero.

Os resultados mostram que com o aumento no teor de polímero ocorre uma redução no módulo de elasticidade da pasta de referência. As reduções atingiram cerca de 15-17 % para as pastas P10 e P13. Verificou-se ainda que o incremento no teor de polímero nas pastas, pouco alterou os valores de resistência à tração direta, deformação de pico e tenacidade.

Tabela 4.21 – Média dos valores de resistência a tração direta das pastas com diferentes teores de polímero.

Pastas	f_{td} **(Mpa [psi]) - CV (%)**	ε_{td} **(με) - CV (%)**	E_{td} **(GPa [ksi])**	T_{td} ***(J)***
PR	*2,1 [304,6] - 32,7*	*162,6 - 28,2*	*16,1 [2335,1] - 33,7*	*0,0363 - 49,8*
P6	*2,5 [362,6] - 47,5*	*142,2 - 46,8*	*17,8 [2581,7] - 5,9*	*0,0424 - 89,7*
P10	*2,3 [333,6] - 7,5*	*147,2 - 3,8*	*15,6 [2262,6] - 4,1*	*0,0301 - 17,3*
P13	*2,1 [304,6] - 19,2*	*162,6 - 4,8*	*13,4 [1943,5] - 15,0*	*0,0307 - 21,2*

A Figura 4.49 apresenta o modo de fratura das pastas com diferentes teores de polímero sob tração direta. Apenas uma fissura é observada nas amostras ensaiadas.

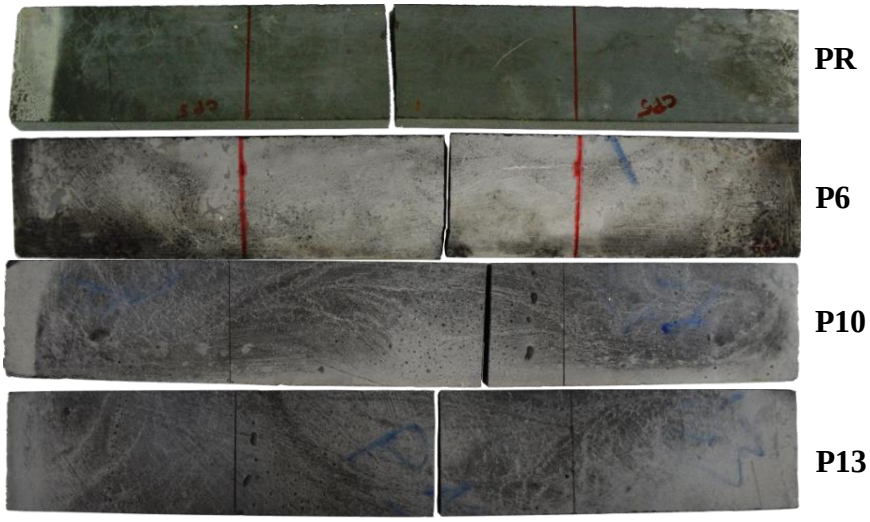

Figura 4.49 – Modo de fratura típico das pastas com diferentes teores de polímero no ensaio de tração direta.

4.5.3.2 Pastas com volastonita

O gráfico da Figura 4.50 apresenta as curvas tensão *versus* deformação na tração direta, de cada corpo de prova (CP) ensaiado para as pastas PR, V2,5, V5 e V7,5. As médias e seus respectivos coeficientes de variação da tensão e deformação de ruptura são apresentados na Tabela 4.22.

O aumento no teor de volastonita proporcionou aumentos na tensão e deformação de pico, módulo de elasticidade e tenacidade das pastas fibrosas. Em relação à pasta PR, os incrementos no módulo variaram de 15 a 30 %, sendo o maior acréscimo obtido para a mistura reforçada com 7,5 % de volastonita. Os aumentos na tenacidade variaram de 33 a 137,0 %, enquanto que a resistência à tração apresentou acréscimos de 43,0 a 85 %.

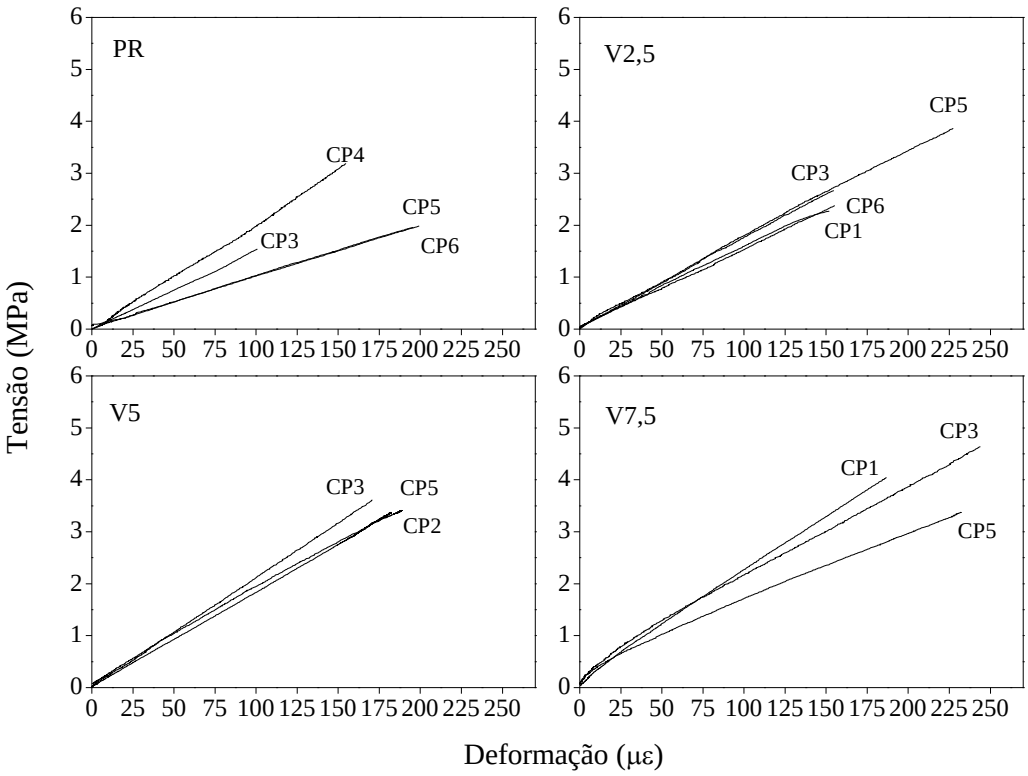

Figura 4.50 – Curvas tensão - deformação na tração direta das pastas com diferentes teores de volastonita.

Tabela 4.22 – Média dos valores de resistência a tração direta das pastas com diferentes teores de polímero.

Pastas	f_{td} (Mpa [psi]) - CV (%)	ε_{td} (με) - CV (%)	E_{td} (GPa [ksi])	T_{td} (J)
PR	*2,1 [304,6] - 32,7*	*162,6 - 28,2*	*16,1 [2335,1] - 33,7*	*0,0363 - 49,8*
V2,5	*3,1 [449,6] - 30,3*	*178,2 - 19,3*	*18,6 [2697,7] - 15,0*	*0,0483 - 49,7*
V5	*3,4 [493,1] - 4,2*	*179,6 - 4,3*	*19,9 [2886,2] - 9,8*	*0,0549 - 3,5*
V7,5	*4,0 [580,1] - 15,8*	*220,5 - 13,7*	*20,9 [3031,3] - 12,1*	*0,0859 - 34,0*

A Figura 4.51 apresenta o modo de fratura das pastas com diferentes teores de volastonita sob tração direta. Também nesse caso apenas uma fissura foi observada.

Figura 4.51 – Modo de fratura típico das pastas com diferentes teores de volastonita no ensaio de tração direta.

É importante ressaltar que como a dispersão observada nesse ensaio foi bastante alta, mais ensaios precisam ser executados para se confirmar as tendências observadas. Um maior controle no torque que prende as amostras ao sistema de placas metálicas para aplicação de carga também deve ser estudado para se garantir que concentrações de tensões não ocorram no ensaio.

4.5.4 Resistência à tração na flexão

4.5.4.1 Pastas com polímero

O gráfico da Figura 4.52 apresenta as curvas típicas carga *versus* deflexão obtidas do ensaio de tração na flexão das pastas com diferentes teores de polímero. As médias e seus respectivos coeficientes de variação de carga, tensão e deflexão na ruptura, podem ser observados na Tabela 4.23. A média e o coeficiente de variação do módulo de elasticidade e da tenacidade também podem ser observados na Tabela 4.23. As curvas carga versus deflexão de todos os corpos de prova ensaiados são apresentadas no Anexo A item 7.2.2. Foram realizados uma média de 3 ensaios por pasta. A análise estatística dos resultados é apresentada no anexo B item 8.1.3.4.

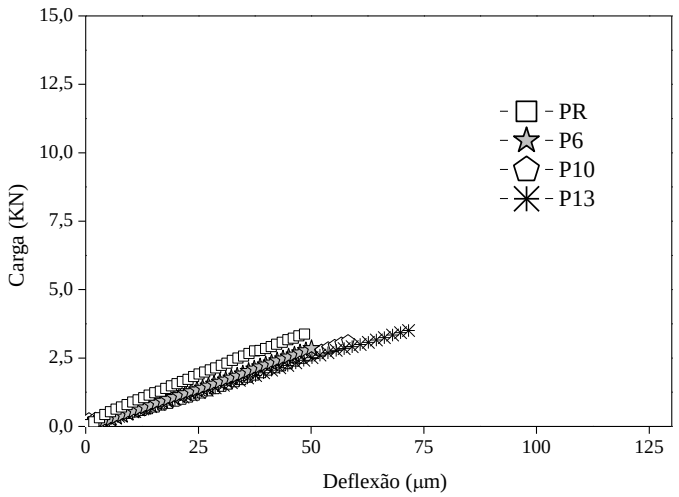

Figura 4.52 – Curvas carga versus deslocamento das pastas com dirferentes teores de polímero.

Os resultados indicam uma tendência de aumento na capacidade de deflexão das pastas apenas para o teor de polímero de 13 %. Nesse caso verificou-se incremento na deflexão de pico de cerca de 28,5 %. A tenacidade na flexão (T_f) das pastas com polímero também só foi aumentada para essa pasta (de 0,108 para 0,135 J). A tensão de ruptura das pastas não variou expressivamente embora uma pequena tendência de redução seja observada com a presença do polímero SBR. A inclinação da curva carga-deslocamento mostra uma redução à medida que aumenta o teor de polímero na mistura, indicando assim a redução na rigidez na matriz de referência.

Tabela 4.23 – Médias dos parâmetros obtidos no ensaio de tração na flexão das pastas com diferentes teores de polímero.

Pastas	**Carga (KN) - CV (%)**	**f_f(MPa [psi]) - CV (%)**	**δ_f (mm) - CV (%)**	**T_f (J) - CV (%)**
PR	*3,7 - 7,7*	*5,4 [783,2] - 7,6*	*0,056 - 11,2*	*0,108 - 15,2*
P6	*3,1 - 10,7*	*4,4 [638,2] - 10,1*	*0,058 - 16,9*	*0,082 - 19,2*
P10	*3,2 - 5,8*	*4,5 [652,7] - 5,9*	*0,057 - 5,3*	*0,087 - 3,7*
P13	*3,6 - 6,1*	*5,2 [754,2] - 5,8*	*0,072 - 1,1*	*0,135 - 7,8*

A Figura 4.53 apresenta o modo de fratura das pastas ensaiadas sob cargas de flexão. Foi observado que todas as pastas apresentaram apenas a formação de uma fissura durante o ensaio.

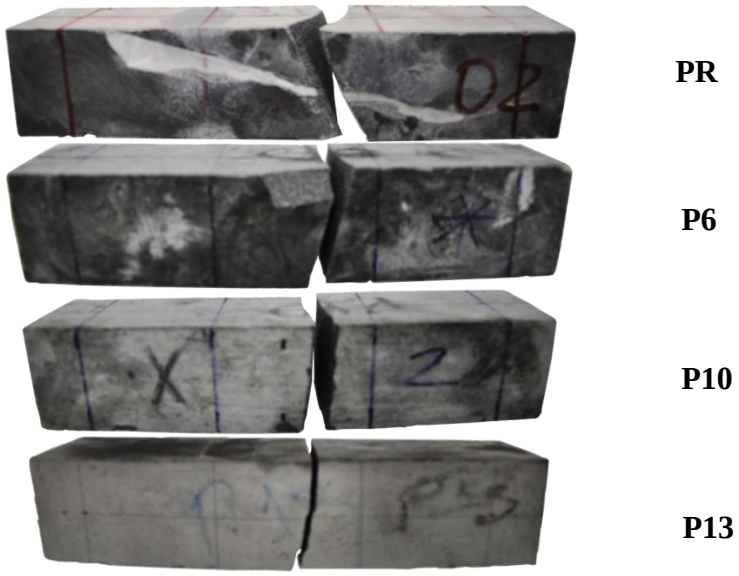

Figura 4.53 – Modo de fratura típico das pastas com diferentes teores de polímero SBR no ensaio de tração na flexão.

4.5.4.2 Pastas com volastonita

O gráfico da Figura 4.54 apresenta as curvas típicas carga *versus* deflexão das pastas reforçadas com volastonita. As médias e seus respectivos coeficientes de variação da carga, tensão e deflexão na ruptura, podem ser observados na Tabela 4.24. A média e o coeficiente de variação do módulo de elasticidade e da tenacidade também podem ser observados na Tabela 4.23. As curvas carga versus deflexão de todos os corpos de prova ensaiados são apresentadas no Anexo A item 7.2.2. Foram realizados uma média de 3 ensaios por pasta. A análise estatística dos resultados é apresentada no anexo B item Tabela 4.24.

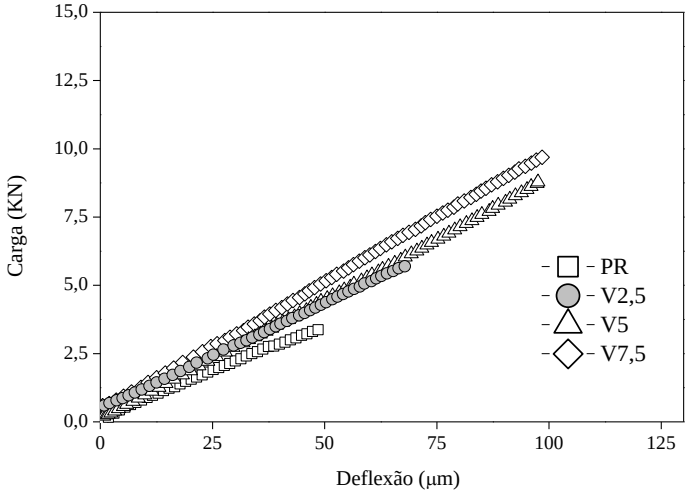

Figura 4.54 – Curvas carga versus deslocamento das pastas com dirferentes teores de volastonita.

Os resultados mostram que ocorre um aumento na capacidade de carga e de deflexão, assim como da rigidez e da capacidade de absorver energia das pastas com o aumento de polímero nas misturas. A análise dos resultados mostra, por exemplo, que as pastas V5 e V7,5 apresentaram aumentos de resistência de 127 e 152 %, respectivamente. Os resultados de deflexão na ruptura das pastas V5 e V7,5 foram 65 % maiores que os da pasta PR.

Tabela 4.24 – Médias dos parâmetros obtidos o ensaio de tração na flexão das pastas com diferentes teores de volastonita.

Pastas	**Carga (KN) - CV (%)**	**f_f(MPa [psi]) - CV (%)**	**δ_f (mm) - CV (%)**	**T_f (J) - CV (%)**
PR	*3,7 - 7,7*	*5,4 [783,2] - 7,6*	*0,056 - 11,2*	*0,108 - 15,2*
V2,5	*4,8 - 26,1*	*7,0 [1015,3] - 25,5*	*0,060 - 15,5*	*0,652 - 13,2*
V5	*8,5 - 5,6*	*12,2 [1769,5] - 5,5*	*0,093 - 8,9*	*1,237 - 14,1*
V7,5	*9,4 - 6,2*	*13,6 [1972,5] - 6,2*	*0,092 - 30,0*	*1,498 - 19,4*

Assim como sugerem os resultados obtidos sob tração direta, observou-se que o aumento na fração de volastonita levou a incrementos nos valores de tenacidade das pastas sob flexão. O maior teor de volastonita promoveu acréscimos neste parâmetro de até 14,9 vezes o valor obtido pela pasta PR.

A Figura 4.55 apresenta o modo de fratura típico das pastas com diferentes teores de volastonita no ensaio de resistência à tração na flexão. Foi observado que todas as pastas apresentaram apenas uma fissura durante o ensaio.

Figura 4.55 – Modo de fratura típico das pastas com diferentes teores de volastonita no ensaio de tração na flexão.

4.5.5 Resistência a tração por compressão diametral

4.5.5.1 Pastas com polímero

A Figura 4.56 apresenta os resultados de resistência à tração por compressão diametral média (e desvio padrão) das pastas com diferentes teores de polímero. Foram realizados uma média de 6 ensaios por pasta. A análise estatística dos resultados é apresentada no anexo B item 8.1.3.5.

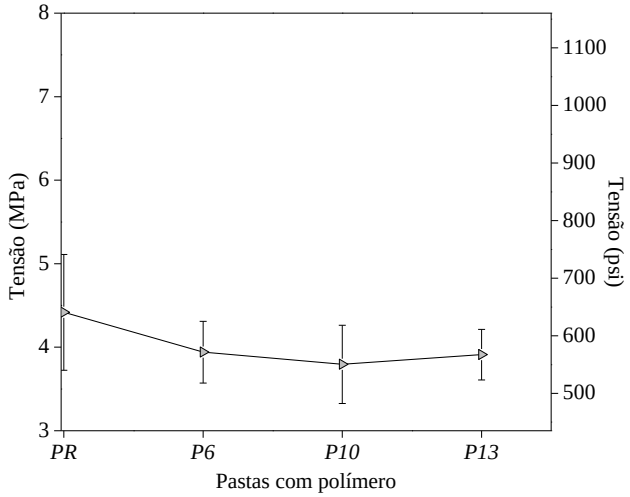

Figura 4.56 – Influência do teor de polímero na resistência a tração por compressão diametral.

A análise do gráfico sugere uma queda da resistência à tração por compressão diametral com o aumento do teor de polímeros nas pastas. Contudo, a análise estatística dos resultados não mostrou diferenças significativas nestes resultados. A Figura 4.57 apresenta o modo de fratura das pastas com diferentes teores de polímero.

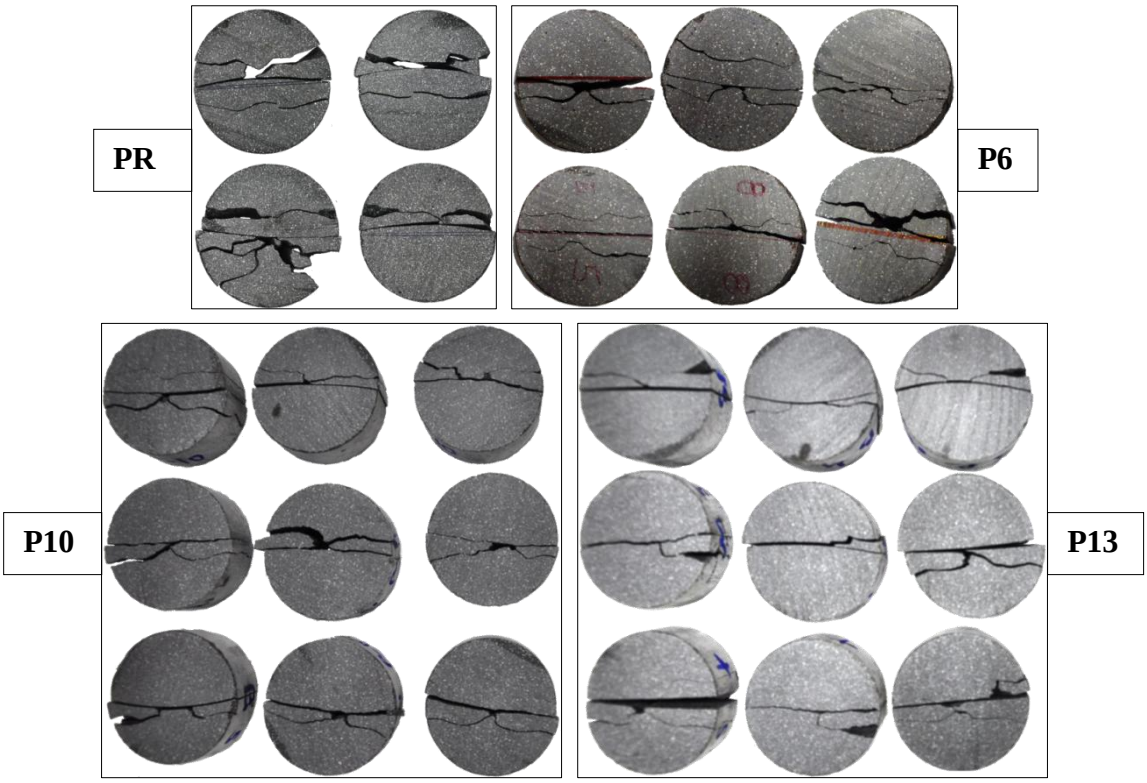

Figura 4.57 – Modo de fratura típico das pastas com diferentes teores de polímero no ensaio tração por compressão diametral.

4.5.5.2 Pastas com volastonita

O gráfico da Figura 4.58 apresenta os resultados de resistência à tração por compressão diametral média (e desvio padrão) das pastas reforçadas com diferentes teores de volastonita. Foram realizados uma média de 6 ensaios por pasta. A análise estatística dos resultados é apresentada no anexo B item 8.1.3.5.

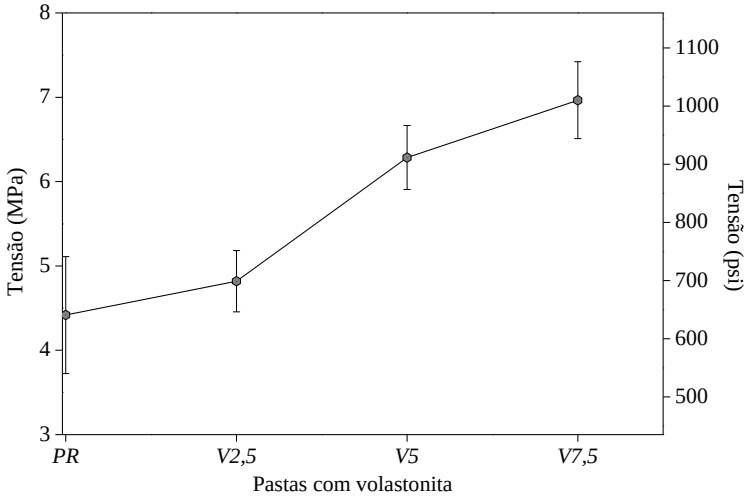

Figura 4.58 – Influência do teor de volastonita na resistência à tração por compressão diametral.

As análises dos resultados mostram que o aumento no teor de volastonita levou a aumentos significativos na resistência à tração por compressão diametral. Em relação a PR, as pastas V2,5, V5 e V7,5 alcançaram incrementos neste parâmetro de 9,1, 42,3 e 57,6 % respectivamente. A Figura 4.59 apresenta a modo de fratura das pastas com diferentes teores de volastonita.

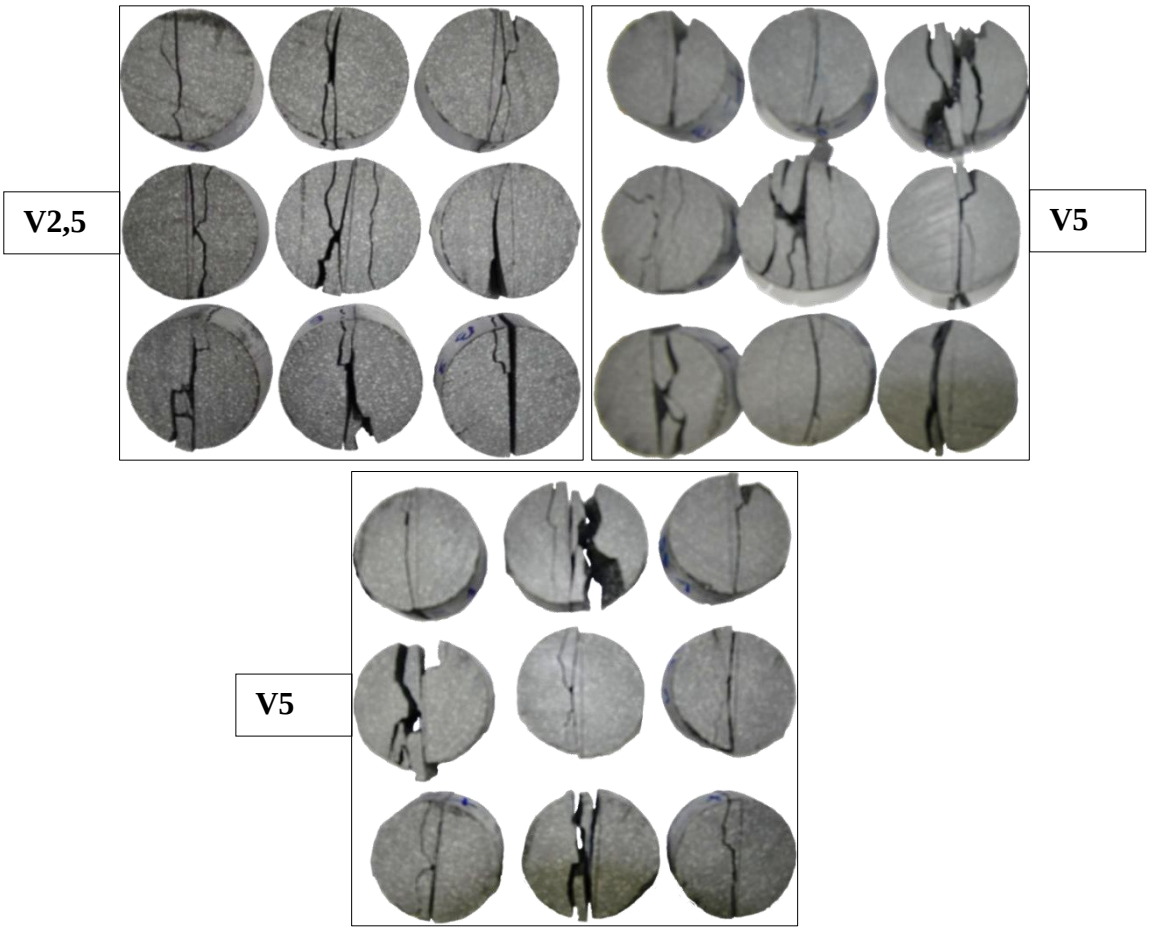

Figura 4.59 – Modo de fratura típico das pastas com diferentes teores de volastonita no ensaio tração por compressão diametral.

5 CONCLUSÃO

5.1 Pastas com Polímero

5.1.1 Propriedades reológicas e tixotropia

Foi verificado que as pastas apresentaram comportamento pseudoplástico com limite de escoamento. O limite de escoamento obteve tanto acréscimos (caso da pasta P6) quanto reduções (caso da pasta P13), ou até mesmo manteve-se invariável (caso da pasta PR). Não foram observadas diferenças significativas na viscosidade plástica das pastas estudadas. Nota-se que houve uma tendência na queda do grau de tixotropia das pastas estudadas.

5.1.2 Processos de hidratação

Foi observado que o aumento do teor de polímero na pasta de referência levou a acréscimos no tempo que as pastas levaram para atingir o patamar de percolação, no entanto, reduziu o tempo necessário para atingir o período pós-aceleração. Verificou-se ainda que a afinidade do polímero SBR pelos grãos anidro do cimento e pelo $Ca(OH)_2$, afetou a cinética de hidratação das pastas. Verificou-se que o aumento do teor de polímero levou a reduções da inclinação da reta 1 e o incrementos na inclinação da reta 2.

Com 1 dia de cura, os resultados de difração de raios X mostraram a presença das fases típicas de pastas de cimento hidratadas. No entanto, com 9 dias observou-se a redução dos picos de produtos não hidratados, em virtude do maior grau de hidratação; na pasta PR, é possível observar que, devido as reações pozolânicas, o $Ca(OH)_2$ foi inteiramente convertido em C-S-H, exceto para as pastas com polímero, onde foi observado um pico discreto no ângulo de 33,8 °, o qual se acredita pertencer ao hidróxido de cálcio, menos cristalino.

As análises térmicas mostraram que com 1 dia de cura, o aumento no teor de polímero levou a uma tendência no aumento de etringita, C-S-H e hidróxido de cálcio formado. Com 9 dias, o aumento no teor de polímero não influenciou significativamente a quantidade de etringita e C-S-H formados na pasta. No entanto, ao contrário do

observado da pasta referência, o aumento no teor de polímero dificultou que o hidróxido de cálcio fosse consumido pela reação pozolânicas com a sílica ativa.

5.1.3 Caracterização física

A pasta de referência e as pastas com polímero apresentaram estabilidade e não foi verificada ocorrência de fase sobrenadante nos ensaios de água livre à temperatura ambiente. Com o aumento no teor de polímero observou-se a redução da massa específica das pastas estudadas, além de um aumento na porosidade e absorção de água nas pastas. Verificou-se ainda que a adição de polímero reduziu, a permeabilidade das pastas, atingindo valores até 45 % menores, em relação a PR.

5.1.4 Propriedades mecânicas

O aumento do teor de polímero na pasta de referência acarretou em decréscimos na resistência à compressão de até 18,1 %. No entanto, houve ganhos na capacidade de deformação uniaxial e lateral de até 26 e 32 % respectivamente. Como consequência ao aumento na deformabilidade e queda na resistência, verificaram-se reduções no módulo de elasticidade destas pastas, também verificado nos ensaios de tração direta.

Nos ensaios triaxiais, verificou-se um aumento da resistência à compressão com o aumento da tensão confinante. Observa-se que a coesão das pastas diminuiu com o aumento no teor de polímero em até 32 % e o ângulo de atrito aumentou em até 14,1 %.

No ensaio de tração direta verificou-se que o aumento no teor de polímero pouco influenciou a resistência à tração, a deformação de pico e a tenacidade das pastas, porém, tendências na redução do módulo de elasticidade foram observadas.

Nos ensaios de resistência à tração na flexão, notou-se que o maior teor de polímero levou ao aumento na capacidade de deflexão das pastas, aumentos de tenacidade, tendências na queda da resistência e diminuição da rigidez.

O ensaio de tração sob compressão diametral sugere quedas na resistência deste parâmetro com o aumento do teor de polímero.

5.2 Pastas com Volastonita

5.2.1 Propriedades reológicas e tixotropia

Foi verificado que as pastas apresentaram comportamento pseudoplástico com limite de escoamento. Verificou-se que o limite de escoamento das pastas com volastonita foram semelhantes ao encontrado da pasta de referência. Os maiores teores de volastonita levaram a acréscimos na viscosidade plástica e uma tendência no aumento do grau de tixotropia das pastas.

5.2.2 Processos de hidratação

Verificou-se que o tempo necessário para que as pastas atingissem o patamar de percolação foi maior para as pastas com volastonita, contudo, o tempo para atingirem o período pós-aceleração foi reduzido em até 9,7 %. As pastas com volastonita atingiram maiores taxas de hidratação que as observadas da pasta de referência.

Na difração por raios X, com 1 dia de cura, observou-se os picos referentes as fases típicas da hidratação de pastas cimentícias, dentre elas, a Portlandita ($Ca(OH)_2$), C-S-H e Etringita. Picos referentes aos produtos não hidratados, como a Alita, Belita, Ferrita e aluminatos também foram observados, além dos picos referentes à fase da volastonita. No entanto, os picos observados com 1 dia de cura não foram observados aos 9 dias, em virtude do avançado grau de hidratação e das reações pozolânicas, responsáveis por converter o hidróxido de cálcio em silicatos de cálcio hidratados. Ainda assim, é possivel observar os picos referentes a volastonita, indicando que o material permanece inerte na matriz cimentícia, ou seja, não sofreu interações químicas que pudessem convertê-la em outra fase qualquer.

Os resultados de análises térmicas indicam que, com 1 dia de cura, a quantidade de etringita, C-S-H e hidróxido de cálcio formados nas pastas com volastonita foram de 10 a 11 % menores do que o observado da pasta referencial. Aos 9 dias de cura observou-se o consumo de todo o hidróxido de cálcio, em virtude da reação pozolânica, em todas as pastas estudadas. As pastas com volastonita apresentaram menor quantidade de água total combinada que o observado na pasta de referencia, indicando um menor grau de hidratação deste material.

5.2.3 Caracterizações físicas

As pastas com volastonita se apresentaram estáveis e também não apresentaram água livre à temperatura ambiente. O aumento na fração de volastonita levou à densificação das pastas, com consequente redução da porosidade e da absorção de água.

A permeabilidade foi expressivamente reduzida com o aumento no teor de volastonita, atingindo quedas de até 2 (duas) ordens de grandeza a menos que da pasta de referência.

5.2.4 Propriedades mecânicas

A adição de volastonita à pasta de referência levou a incrementos na resistência à compressão uniaxial e no módulo de elasticidade de até 13,5 e 14,8 %, para a pasta com o maior teor de fibras. O modo de fratura destas pastas foi cisalhante.

Sob compressão triaxial, notou-se que o aumento na fração de volastonita levou a quedas na coesão das pastas. Inversamente, o ângulo de atrito aumentou com o aumento no teor de volastonita.

Sob tração direta, observou-se tendências no aumento da tensão e deformação de pico com o aumento no teor de volastonita. O módulo de elasticidade e a tenacidade também obtiveram ganhos com o incremento neste teor. Em relação à pasta PR, os incrementos no módulo variaram entre 15 e 30 %, sendo o maior acréscimo obtido para a mistura reforçada com 7,5 % de volastonita. Os aumentos na tenacidade variaram de 33 a 137,0 %, enquanto que a resistência à tração apresentou acréscimos de 43,0 a 85 %.

A resistência à tração sob flexão mostrou que o aumento no teor de volastonita levou a incrementos na carga de ruptura dos materiais em até 152 %, para a pasta com o maior teor de volastonita. A maior capacidade de deflexão foi apresentada pela pasta V5, a qual atingiu 65,5 %, comparada a PR; O aumento no teor de volastonita provocou aumentos da tenacidade de até 14,6 vezes o observado da pasta de referência.

Sob compressão diametral, verificou-se que adição de volastonita levou a incrementos neste parâmetro de 9,1, 42,3 e 57,6 % referentes às pastas com 2,5, 5,0 e 7,5 % de volastonita.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AFRIDI, M. U. K.; OHAMA, Y., Zafar, I., DEMURA, K. "Behavior of Ca(OH)2 in polymer modified mortars", **International journal of cement composites and lightweight concrete** v. 11, n 4, 1989.

AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2005, **Recommended Practice for Testing Well Cements**: API RP 10B-2. U.S.A.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 1997, **Standard Test Method for Flexural Toughness and First-Crack Strength of Fibre Reinforced Concrete (using beam with third point-loading)**: ASTM C 1018. U.S.A.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 1994, **Standard Test Method for Static Modulus of Elasticity and Poisson's Ratio of Concrete in Compression**: ASTM C 469 – 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, **Argamassa e concreto – Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos**: NBR 7222. Rio de Janeiro, RJ. 1994.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, **Cimento Portland destinado à cimentação de poços petrolíferos – Determinação das propriedades reológicas**: NBR 9830. Rio de Janeiro. 1993.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, **Cimento Portland destinado à cimentação de poços petrolíferos – Requisitos e métodos de ensaio**: NBR 9831. Rio de Janeiro. 2006.

BALTHAR, V.K.C.B.L.M., 2010, **Caracterização físico-química e mecânica de pastas de cimento leves e fibrosas para poços de petróleo**. Tese de D.Sc. PEC/COPPE/UFRJ, Rio de janeiro, RJ, Brasil.

BARLUENGA, G., HERNÁNDEZ-OLIVARES, F., "SBR latex modified mortar rheology and mechanical behaviour". **Cement and Concrete Research**, v 34, pp. 527-537, 2004.

BENTUR, A., MINDESS, S., **Fibre Reinforced Cementitious Composites**. 2 ed. Londres e Nova York, Taylor & Francis, 2007.

BEZERRA, U. T., 2006, **Compósitos Portland-Biopolímero para Cimentação de Poços de Petróleo**. Tese de D.Sc., Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN, Brasil.

BRAMESHUBER W. et al., 2011, "Uniaxial tensile test – Test method to determine the load bearing behavior of tensile specimens made of textile reinforced concrete". **Technical Committee TDT - Test methods and design of textile reinforced concrete**. Documento não publicado.

BURDYLO, L., BIRCH, G., 1990, "Primary Cementing Techniques". In: **Well Cementing**, 1 ed. Houston, Schlumberger Educational Services, pp. 12/1 – 12/27.

CABRERA, J. G., LYNSDALE, C. J. "A new gas permeameter for measuring the permeability of mortar and concrete". **Magazine of Concrete Research**, v. 40, n. 144, setembro, 1998.

CAMPOS, G. et al., 2005, PROCELAB – **Procedimentos e Métodos de Laboratório destinados à Cimentação de Poços Petrolíferos**, Rio de Janeiro: PETROBRAS/Schlumberger/Halliburton/BJ Services.

CHANDRA, S., FOLDIN, P. AND BERNTSSON, L. "Interaction between calcium hydroxide and styrenemethacrylate polymer dispersion", Polymers in Concrete, Proceedings of the **Third International Congress on Polymers in Concrete**, v. 1, College of Engineering, Nihon University, Koriyama, Japan, fevereiro de 1982, pp. 141-6.

CHOUGNET, A., AUDIBERT, A., LECOLIER, E., MOAN, M., GUICHARD, B., MAZARD, C., VALENTI, A. "Polymer Powder/Cement Composites". **SPE Annual Technical Conference and Exhibition**, n. 102173, San Antonio, Texas, USA, 24-27 Setembro de 2006.

CHOUGNET, A., AUDIBERT, A., MOAN, M. “Linear and non-linear rheological behaviour of cement and silica suspensions. Effect of polymer addition”. **Rheologica Acta**, v. 46, n. 6, pp. 793 – 802, 2007.

CHOUGNET, A., AUDIBERT, A., MOAN, M., LECOLIER, E., GUICHARD, B. “Cement-Polymer Composites for Oilwell Cementing”. **Oil & Gas Science and Technology**, v. 64, n. 5, pp. 583 – 595, 2009.

CORREIA, R. F., 2009, **Avaliação mecânica e estrutural de pastas cimentícias para poços de petróleo submetidos à injeção de vapor**. Dissertação de M.Sc., PEC/COPPE/UFRJ, Rio de janeiro, RJ, Brasil.

CRESSON, L., Patente britânica 191, 474. 12/01/1923

DEAN, G. D., TORRES, R, S., “Novel cement system for improved zonal isolation insteam injection wells”. **SPE 78995**. 2002

DE LARRARD, F., **Concrete Mixture Proportioning A scientific approach**. 1 ed. Nova York, Routledge, 1999.

DWECK, J., CUNHA, A. L.C, PINTO, C. A., GONÇALVES, J. P., BÜCHLER, P. M., “Thermogravimetry on calcined mass basis – hydrated cement phases and pozzolanic activity quantitative analysis”. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 97 n. 1, pp 85 – 89, 2009.

DUTRA, R.C.L., DINIZ, M.F., RIBEIRO, A.P., LOURENÇO, V.L., CASSU, S.N., AZEVEDO, M.F.P., “Determinação do Teor de NR/SBR em Misturas: Associação de Dados DTG e FT-IR”. Polímeros: **Ciência e Tecnologia**, v. 14, n. 5, pp 334 – 338, 2004.

FAGUNDES, J.L.L., **Caracterização Mecânica de Pastas de Cimento Reforçadas com Fibras de polipropileno.** Trabalho de Conclusão de Curso, POLI/UFRJ, Rio de Janeiro.

FORD, R.E., TURCICH, T.A., PIERSON, R.A., RAMSEY, L.K., DIVAN, D.J. “Obtaining Quality Primary Cement Jobs in the Williston Basin”. **SPE Rocky**

Mountain Regional Meeting, 10874-MS, Billings, Montana, E.U.A, 12 -19 de Maio de 1982.

GOMES, C.E.M., FERREIRA, O.P., "Influência das adições do copolímero VA/VEOVA e fibras sintéticas nas propriedades da pasta de cimento Portland". **Revista Iberoamericana de Polímeros** v. 7, n. 3, pp. 162-173, Ago. 2006

GOODWIN, K. J., CROOK, R. J., "Cement sheath stress failure". **SPEDE**, pp.291-296, 1992.

GU, P., XU, Z., XIE, P., BEAUDOIN, J.J., LOW, N.M.P., "Impedance studies of wollastonite micro-fibre-reinforced cement paste systems". **Advances in Cement Research**, v. 18, n. 5, pp 97 – 92, 1993.

HALLIDAY, D.; RESNICK, R.; KRANE, K. S. **Física**. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, v. 2, 2007.

HEINOLD, T., DILLENBECK, R.L., BRAY, W.S., ROGERS, M.J. "Analysis of Tensile Strength Test Methodologies For Evaluating Oil and Gas Well Cement Systems". **SPE Annual Technical Conference and Exhibition**, n. 84565-MS, Denver, Colorado, 5-8 de Outubro de 2003.

HEINOLD, T., DILLENBECK, R.L., ROGERS, M.J. "The Effect of Key Cement Additives on the Mechanical Properties of Normal Density Oil and Gas Well Cement Systems". **SPE Asia Pacific Oil and Gas Conference and Exhibition**, n. 77867-MS, Melbourne, Austrália, 8-10 Outubro de 2002.

INFANTE, E.F., CHENEVERT, M.E. "Stability of Boreholes Drilled Through Salt Formations Displaying Plastic Behavior", **Journal of SPE Drilling Engineering** v. 4, n. 1, pp. 57–65, Mar. 1989.

JAPAN CONCRETE INSTITUTE, 1983, **Method of test for flexural strength and flexural toughness of fibre reinforced concrete**: JCI-SF4, JCI Standards for test methods of fibre reinforced, Japan.

LEFEBURE, V., Patente britânica 217, 279. 05/06/1924

LOW, N.M.P., BEAUDOIN, J.J., “Mechanical properties of high performance cement binders reinforced with wollastonite micro-fibres”. **Cement and Concrete Research**, v. 22, pp 981 – 989, 1992.

LOW, N.M.P., BEAUDOIN, J.J., “Stability of portland cement-based binders reinforced with natural wollastonite micro-fibres”. **Cement and Concrete Research**, v. 24, n. 5, pp 874 – 884, 1994.

MAIA, A. C., POIATE, E. J., FALCÃO, J. L., COELHO, L.F.M. “Triaxial Creep Tests in Salt Applied in Drilling Through Thick Salt Layers in Campos Basin-Brazil”. **SPE/IADC Drilling Conference**, n. SPE/IADC 92629, Amsterdam, Holanda, 23-25 de Fevereiro de 2005.

MARCA, C., 1990, “Remedial Cementing”. In: **Well Cementing**, 1 ed. Houston, Schlumberger Educational Services, pp. 13/1 – 13/28.

MATHUR, R., MISRA, A.K., GOEL, P., “Influence of wollastonite on mechanical properties of concrete”. **Journal of scientific & Industrial Research**, v. 66, pp. 1029 – 1034, 2007.

MIRANDA, C. R., 2008, **Pastas de cimento de alta compacidade para poços de petróleo – Processo de formulação, propriedades reológicas, resistência mecânica e química**, Tese de Doutorado, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

NAAMAN, A.E. “Engineered Steel Fibers with Optimal Properties for Reinforcement of Cement Composites”, **Journal of Advanced Concrete Technology** v. 1, n. 3, pp. 241-252, Nov. 2003.

Neves Junior, A., Toledo Filho, R.D., Fairbairn, E.M.R., Dweck. J., “Early stages hydration of high initial strength Portland cement Part I. thermogravimetric analysis on calcined mass basis”. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 108, DOI 10.1007/s10973-012-2256-z, pp 725 – 731, 2012.

NITA, C., 2006, **Utilidazação de pozolanas em compósitos de cimento reforçados com fibras de celulose e PVA**. Dissertação de M.Sc., Escola Politécnica da Escola de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil.

ODLER, I., 1998, “Hydration, setting and hardening of Portland cement”. In: Hewlett, P. C. (ed), **Lea’s chemistry of cement and concrete**, 4 ed. New York: J. Wiley, pp. 241-297.

OHAMA, Y. “Polymer-based Admixtures”, **Journal of cement and concrete composites** v. 20, pp. 189 – 212, 1998.

OHAMA, Y., **Handbook of polymer-modified concrete and mortars. Properties and process technology**. 1 ed. New Jersey, Noyes Publications, 1995.

PEDERSEN, R. O., SCHEIE, A., JOHNSON, C., HOYOS, J. C., THEROND, E. “Cementing of an offshore disposal well using a novel sealant that withstands pressure and temperature cycles”. **SPE 98891**. 2006.

RAMLI, M., TABASSI, A.A., “Effects of polymer modification on the permeability of cement mortars under different curing conditions: A correlational study that includes pore distributions, water absorption and compressive strength”, **Construction and Building Materials** v. 28, pp 561 – 570, 2012

RANSINCHUNG, G.D., KUMAR, B., “Investigations on pastes and mortars of ordinary portland cement admixed with wollastonite and microsilica”. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 22, n. 4, pp 305 – 314, 2010.

RAY, I., GUPTA, A.P., BISWAS, M., “Physicochemical Studies on Single and Combined Effects of Latex and Superplasticiser on Portland Cement Mortar”. **Cement and Concrete Composites**, v. 18, pp 343-355, 1996.

ROCHA, C.A.A., 2011, **Influência dos cloretos de sódio e de potássio e da pressão e temperatura de cura no comportamento físico-químico e mecânico de pastas para cimentação de poços de petróleo.** Exame de qualificação ao doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de janeiro, RJ, Brasil.

ROCHA, L. A.; AZEVEDO, C. T. **Projetos de poços de petróleo: geopressões e assentamento de colunas de revestimentos**. Rio de Janeiro: Interciência/Petrobrás, 2007.

ROSSIGNOLO, J.A., AGNESINI, M.V.C. “Mechanical properties of polymer-modified lightweight aggregate concrete”, **Cement and concrete research** v. 32, pp. 329 – 334, 2002.

SAKAR, M., MUKUNDA, P.G., DE, P.P., BHOWIMICK, A.K., “Degradation of hydrogenated styrene-butadiene rubber at high temperature”. **Rubber Chemistry and Technology,** v. 70, n. 5, pp 855 – 870, 1997.

SCHRAMM, G., HAAKE, G., **Reologia e reometria.** Tradução, 2 ed. Rio de Janeiro, ed. Artliber, São Paulo, 2006.

SCHULZE, J. “Influence of water-cement ratio and cement content on the properties of polymer-modified mortars”, **Cement and concrete research** v. 29, pp. 909 – 915, 1999.

SCHULZE, J., KILLERMANN, O. “Long-term performance of redispersible poder in mortars”, **Cement and Concrete Research** v. 31, pp. 357 – 362, 2001.

SILVA, W. J., **Uso das Fibras de Wollastonita como Reforço em Pastas de Cimento Portland**. Trabalho da Disciplina de Materiais Compósitos.- Professor Romildo D. T. Filho. PEC/LABEST, COPPE/UFRJ, 2° trimestre de 1999, 22p.

SILVA, D.A., MONTEIRO, P.J.M. “The influence of polymers on the hydration of Portland cement phases analyzed by soft X-ray transmission microscopy”, **Cement and concrete research** v. 36, pp. 1501 – 1507, 2006.

SILVOSO, M. M., 2008, **Manual de utilização do programa MEC-COPPE 1.0 – Simulador de compacidade de misturas granulares secas através do Método de Empacotamento Compressível (MEC)**, Rio de Janeiro.

SMITH, D.K., **Cementing**. 2 ed. Nova York, Halliburton services, 1990.

SU, Z., SUJATA, K., BIJEN, M.J.M., JENNINGS, H.M., FRAAIJ, A.L.A. “The Evolution of the Microstructure in Styrene Acrylate Polymer-Modified Cement Pastes at the Early Stage of Cement Hydration”, **Advanced Cement Based Materials** v. 3, pp. 87-93, 1996.

STILES, D., “Effects of long-term exposure to ultrahigh temperature on the mechanical parameters of cement”. **SPE 98896**. 2006

SUMAN, G.O. JR., ELLIS, A., **World Oil's Cementing oil and gaswells**. 1 ed. Houston, Texas, Gulf publishing Company, 1977.

TAYLOR, H.F.W., **Cement chemistry**. 2 ed. Londres, Thomas Telford, 1997.

THIERCELIN, M.J., DARGAUD, B., BARET, J.F., RODRIQUEZ, W.J. “Cement Design Based on Cement Mechanical Response”, **Journal of SPE Drilling & Completion** v. 13, n. 4, pp. 266-273, Dez. 1998.

VERESHCHAGIN, V.I., SMIRENSKAYA, V.N., ANTIPINA, S.A., KOSTYREV, Y.P., KALUGIN, V.G. “Thermosilicate materials based on lime-silica binder and native wollastonite”. **Refractories and Industrial Ceramics**, v. 46, n. 1, pp. 58 – 62, 2005.

VITORINO, F.C., TOLEDO FILHO, R.D. “Rheological Characterization and Mechanical Behavior of Polymer Powder Modified-Cement Pastes and Wollastonite Fibers Reinforced Cement Pastes”. **ASME 31st International Conference on Ocean, Offshore and Arctic Engineering,** OMAE2012-84208, Rio de Janeiro, Brasil, 1 – 6 de julho de 2012

VORKINN, P. B., SANDERS, G. S., 1993, “Cement Slurry Qualification, Field Mixing, and Quality Assurance Procedures for Coiled-Tubing Squeeze Operations in Prudhoe Bay, Alaska”, **SPE Western Regional Meeting**,SPE 26089, Anchorage, Alaska, U.S.A., 26 – 28 de maio de 1993.

WANG, R., LI, X., WANG, P. “Influence of polymer on hydration in SBR-modified cement pastes”, **Cement and concrete research** v. 36, pp. 1744 – 1751, 2006.

WANG, R., LI, X., WANG, P. “Physical and mechanical properties of styrene-butadiene rubber emulsion modified cement mortars”, **Cement and concret research** v. 35, pp. 900 – 906, 2005.

WANG, R., WANG, P. “Formation of hydrates of calcium aluminates in cement pastes with different dosages of SBR powder”, **Construction and Building Materials**, v. 25, pp 736 – 741, 2011.

WEI, C., ZHONGHE, S., YUAN, L. “Early Age Hydration of Cement Paste Monitored with Ultrasonic Velocity and Numerical Simulation”, **Journal of Wuhan University of Technology-Mater**, v. 25, n. 4, pp. 704 – 708, 2010.

WHISONANT, B.J., RAE, P.J., RAMSEY, L.K. “New Materials Improve the Cementation of Salt Formations in the Williston Basin”. **SPE Rocky Mountain Regional Meeting**, SPE 17512, Casper, Wyoming, E.U.A, 11-13 de Maio de 1988.

WRAY, B., BEDFORD, D., HUNTER, B. “The Application of High-Density Elastic Cements to Solve HPHT Challenges in South Texas: The Success Story”. **SPE Annual Technical Conference and Exhibition**, SPE 122762, Nova Orleans, Louisiana, E.U.A., 4–7 de Outubro de 2009.

ZHONG, S., CHEN, Z. “Properties of latex and its modified cement mortars”, **Cement and concrete research** v. 32, pp. 1515 – 1524, 2002.

7 ANEXO A

7.1 Comportamento reológico e tixotropia das pastas

As figuras a seguir apresentam as leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese (área hachurada) de cada ensaio realizado para todas as pastas estudadas no comportamento reológico.

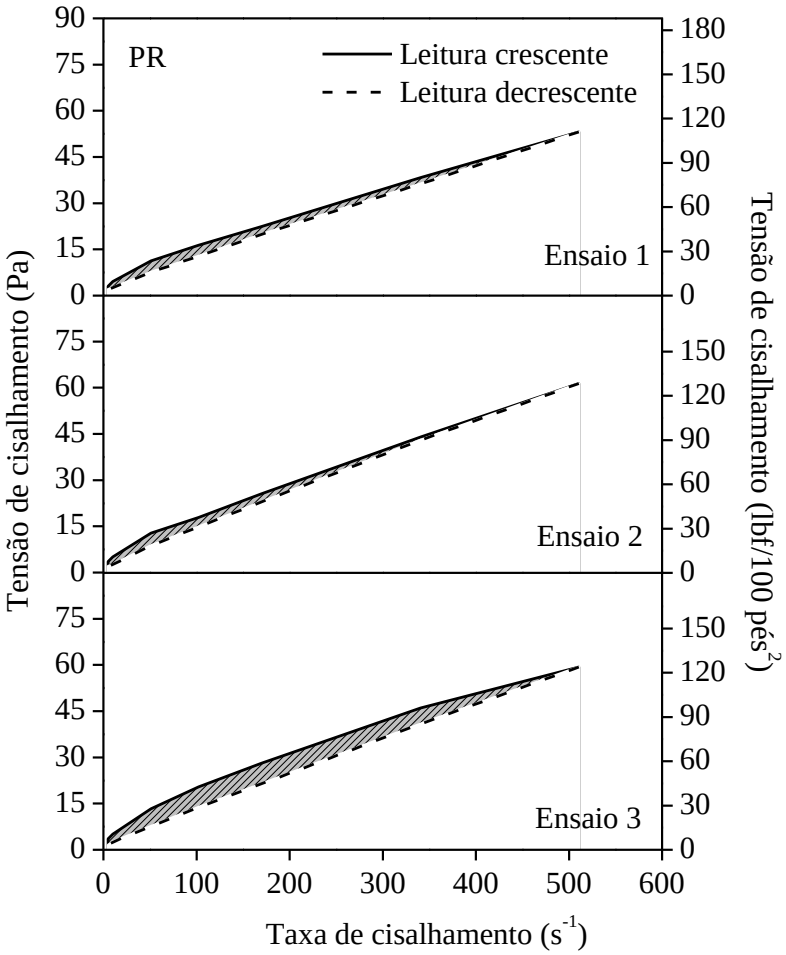

Figura 7.1 - Leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese da pasta PR.

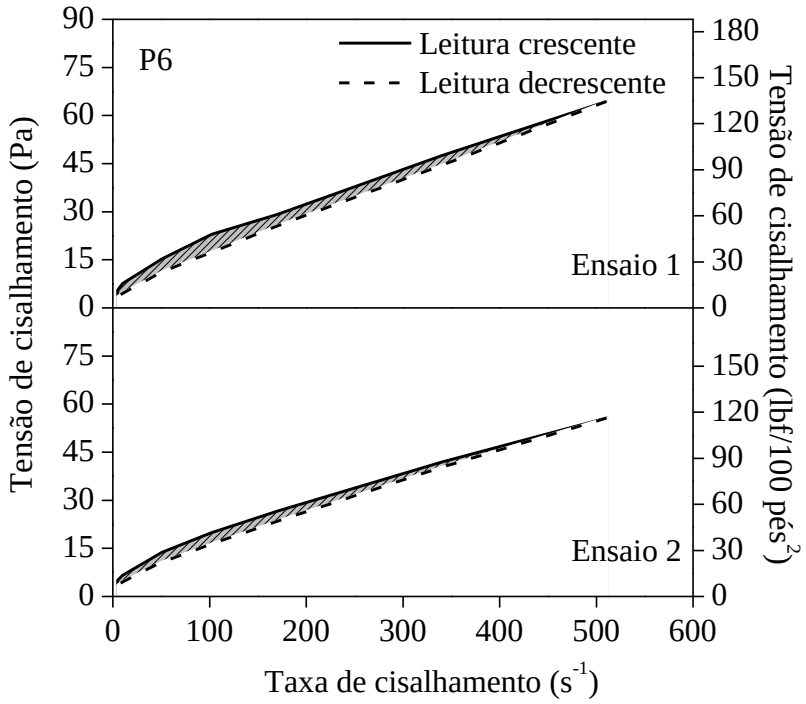

Figura 7.2 – Leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese da pasta P6.

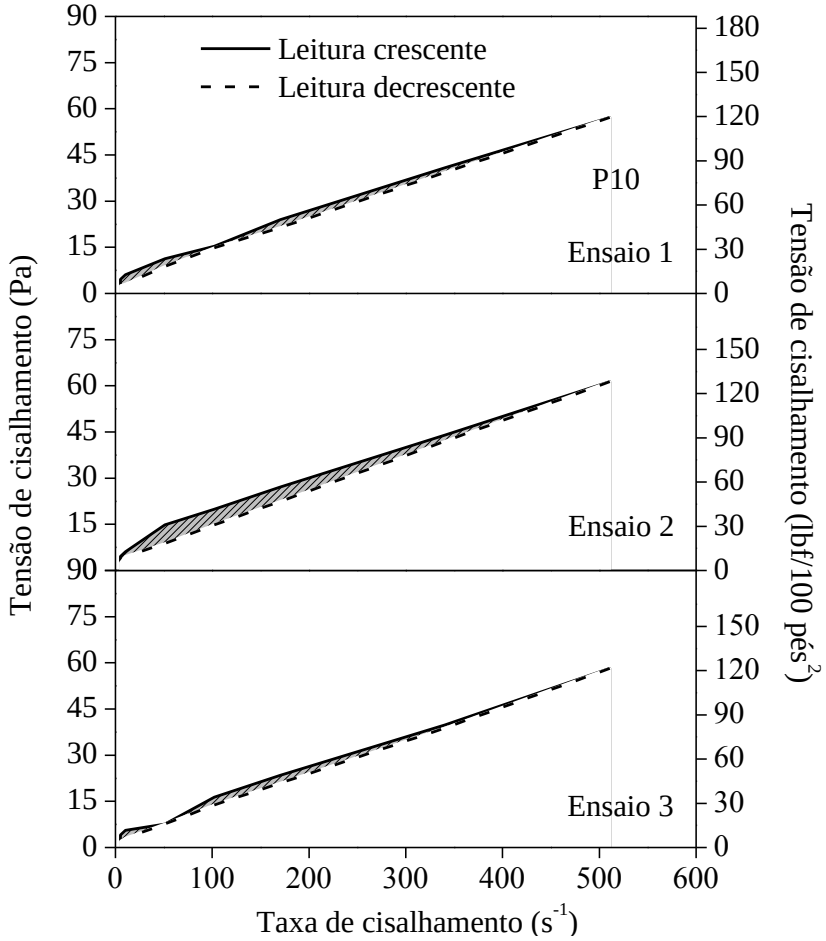

Figura 7.3 – Leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese da pasta P10.

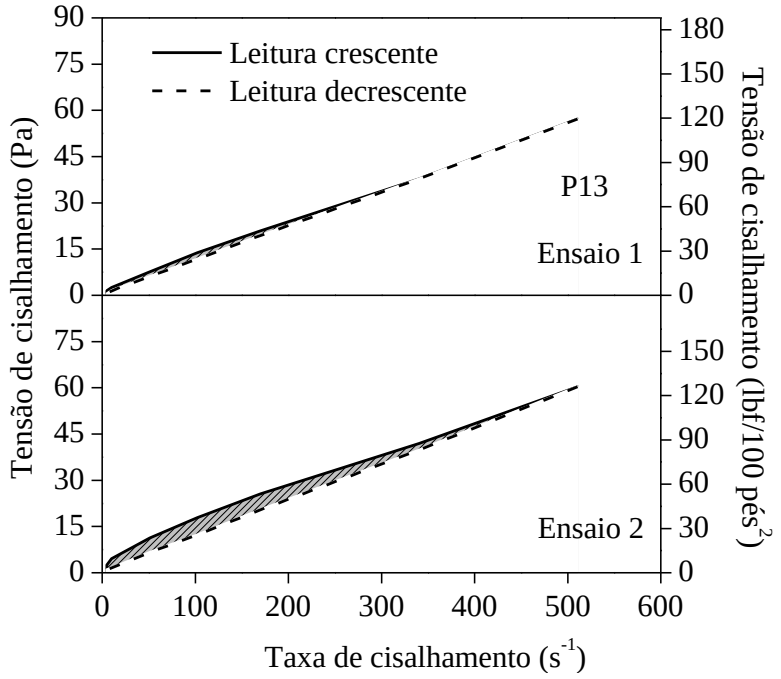

Figura 7.4 – Leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese da pasta P13.

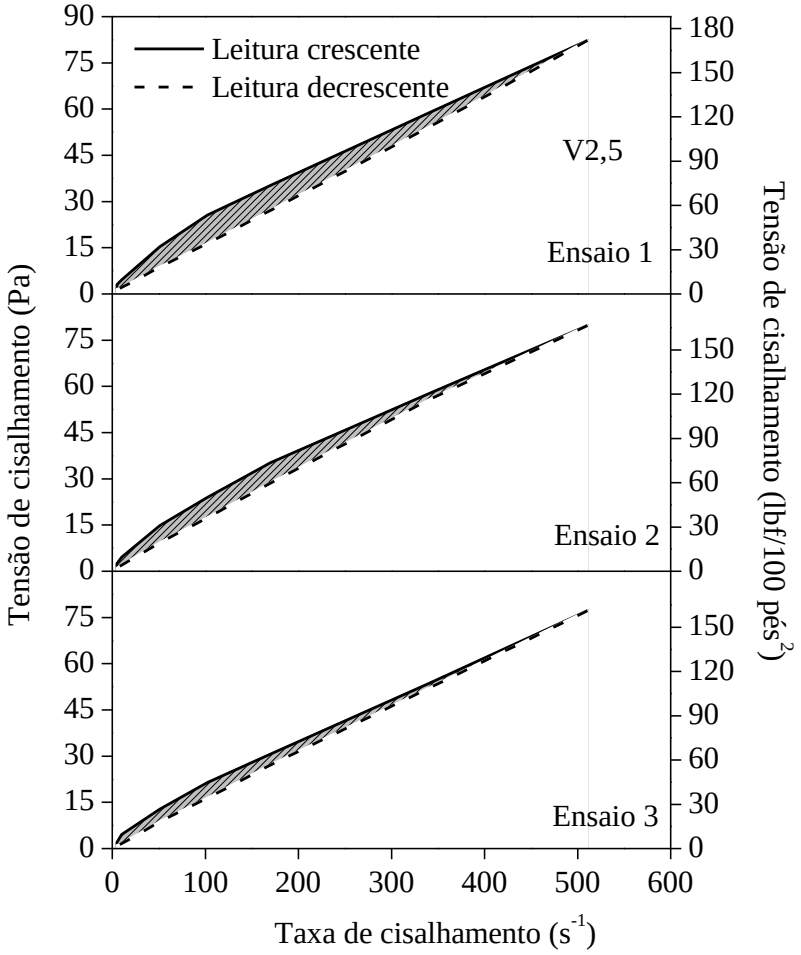

Figura 7.5 – Leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese da pasta V2,5.

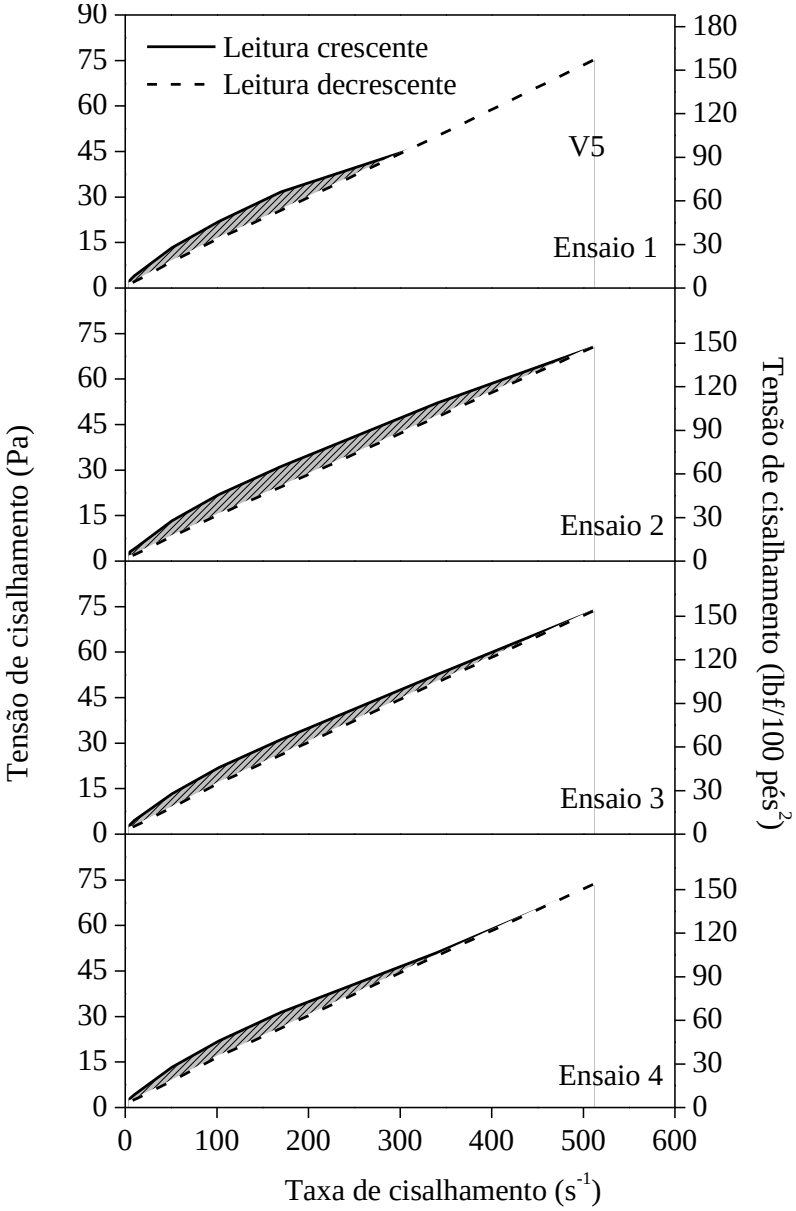

Figura 7.6 – Leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese da pasta V5.

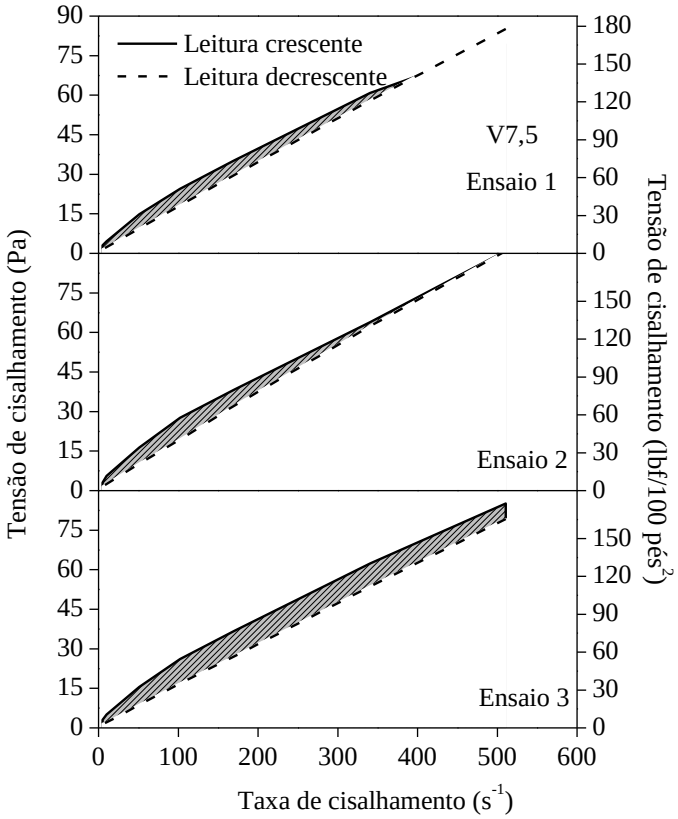

Figura 7.7 – Leituras ascendentes e descendentes, e área da curva de histerese da pasta V7,5.

7.2 Propriedades Mecânicas das Pastas

7.2.1 Comportamento sob compressão uniaxial

As curvas de tensão *versus* deformação uniaxial, deformação lateral e deformação volumétrica, de cada corpo de provas (CP) das pastas referencial, com polímero e com volastonita, utilizados nos ensaio de comportamento sob compressão uniaxial, podem ser observados nos gráficos a seguir.

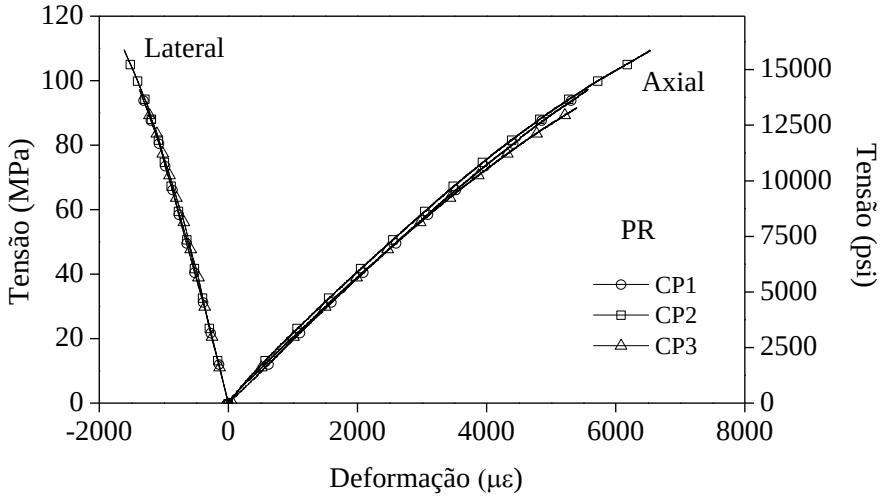

Figura 7.8 – Curvas tensão versus deformação uniaxil e deformação lateral de cada corpo de provas ensaiado para a pasta PR.

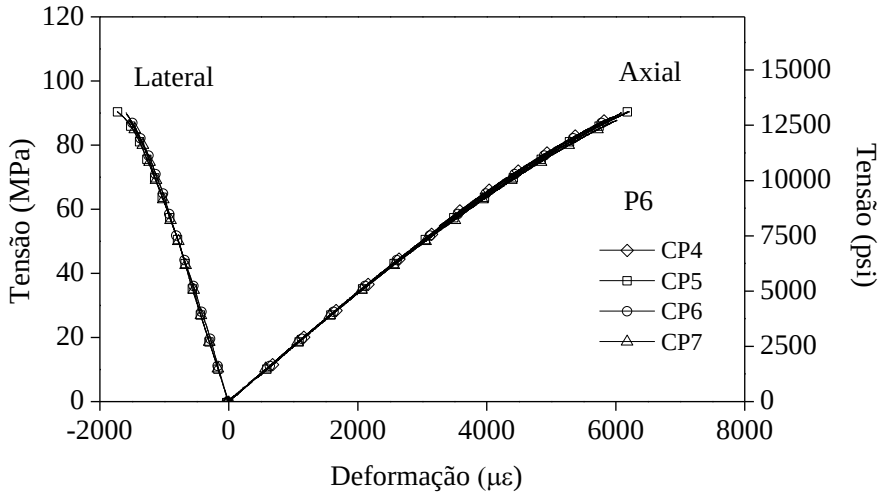

Figura 7.9 – Curvas tensão versus deformação uniaxil e deformação lateral de cada corpo de provas ensaiado para a pasta P6.

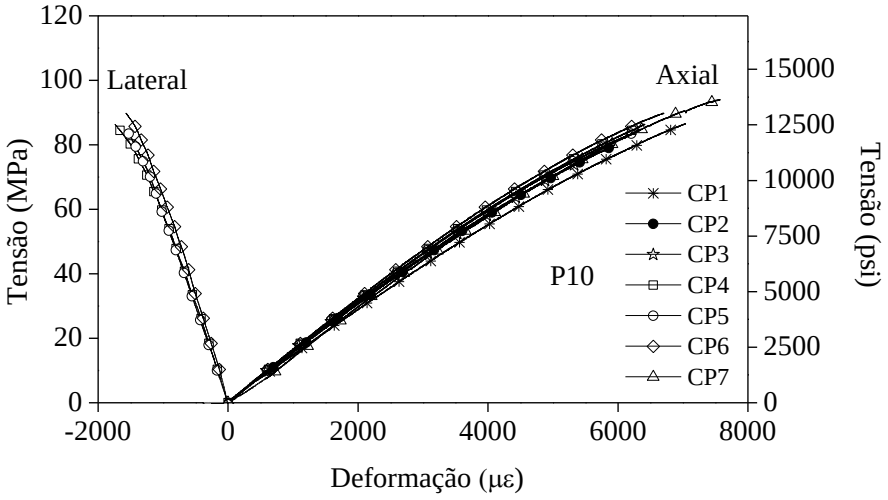

Figura 7.10 – Curvas tensão versus deformação uniaxil e deformação lateral de cada corpo de provas ensaiado para a pasta P10.

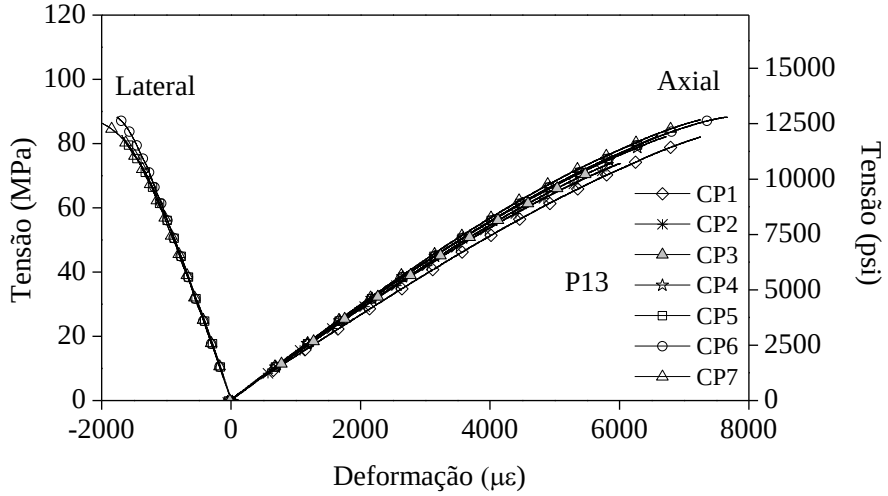

Figura 7.11 – Curvas tensão versus deformação uniaxil e deformação lateral de cada corpo de provas ensaiado para a pasta P13.

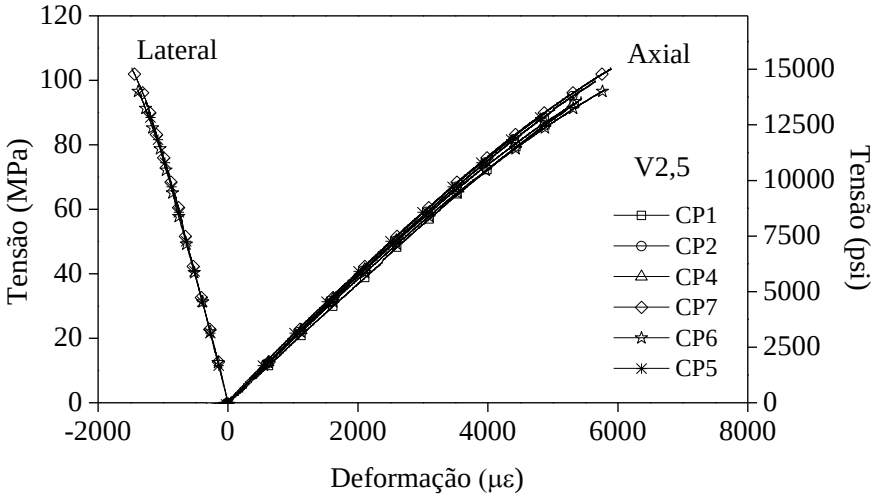

Figura 7.12 – Curvas tensão versus deformação uniaxil e deformação lateral de cada corpo de provas ensaiado para a pasta V2,5.

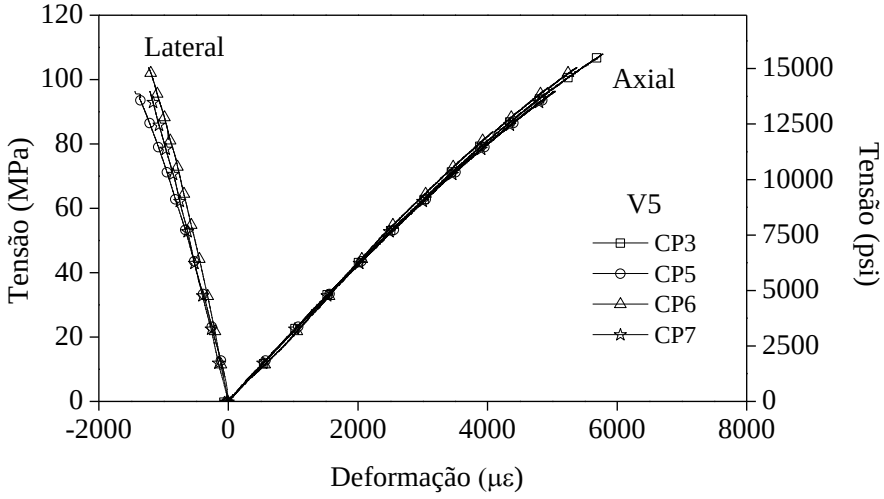

Figura 7.13 – Curvas tensão versus deformação uniaxil e deformação lateral de cada corpo de provas ensaiado para a pasta V5.

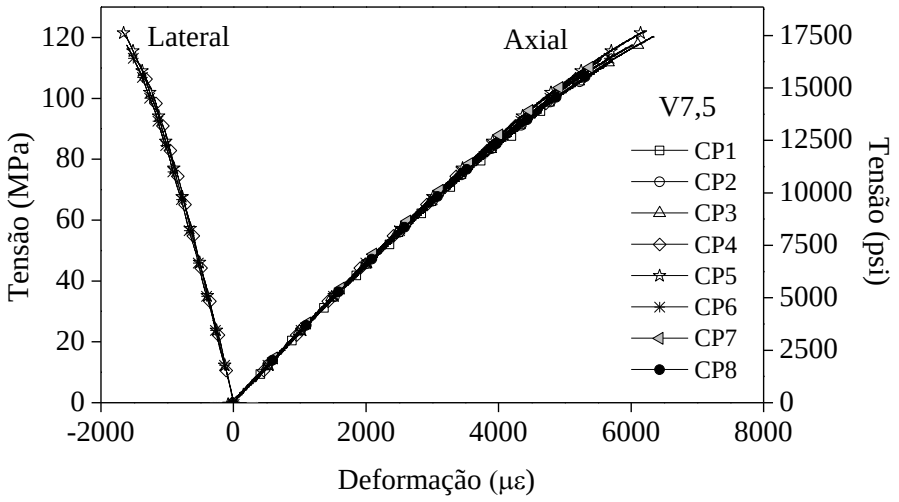

Figura 7.14 – Curvas tensão versus deformação uniaxil e deformação lateral de cada corpo de provas ensaiado para a pasta V7,5.

7.2.2 Resistência à tração na flexão

Os gráficos a seguir apresentam as curvas carga *versus* deflexão obtidas do ensaio de tração na flexão de cada corpo de provas da pasta de referencia, das pastas com polímero e das pastas com volastonita.

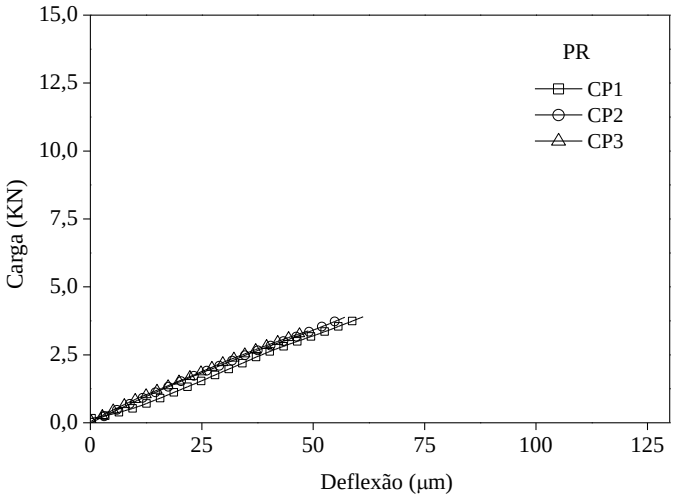

Figura 7.15 – Curvas carga versus *deflexão de cada corpo de provas ensaiado para a pasta PR.*

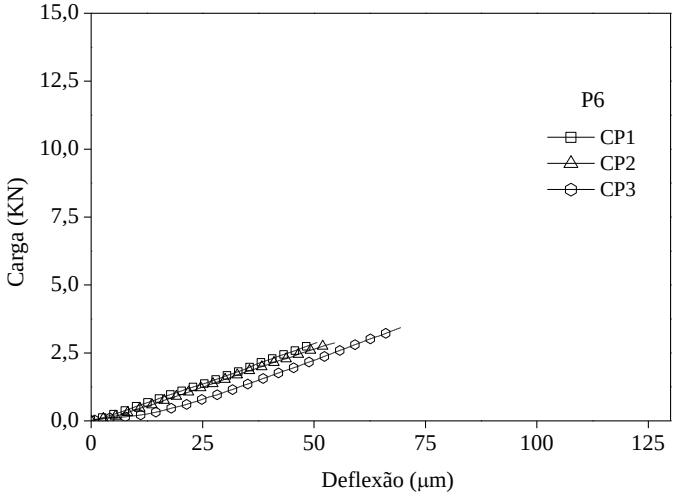

Figura 7.16 – Curvas carga versus *deflexão de cada corpo de provas ensaiado para a pasta P6.*

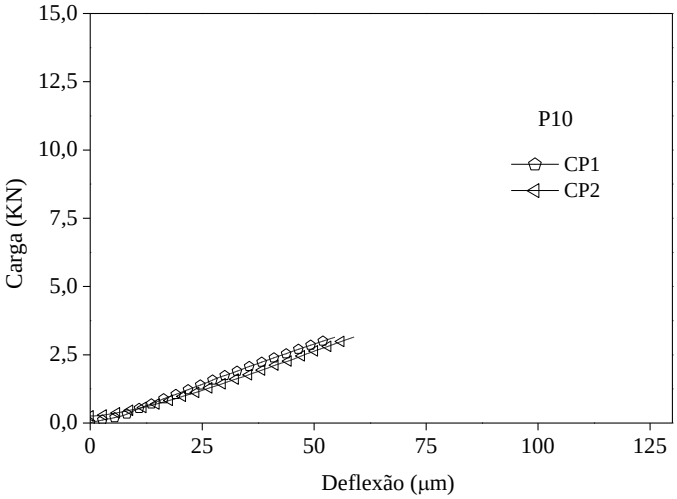

Figura 7.17 – Curvas carga versus *deflexão de cada corpo de provas ensaiado para a pasta P10.*

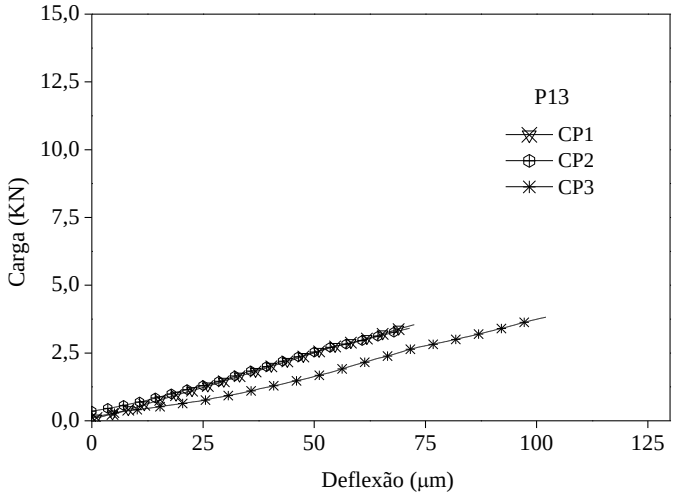

Figura 7.18 – Curvas carga versus *deflexão de cada corpo de provas ensaiado para a pasta P13.*

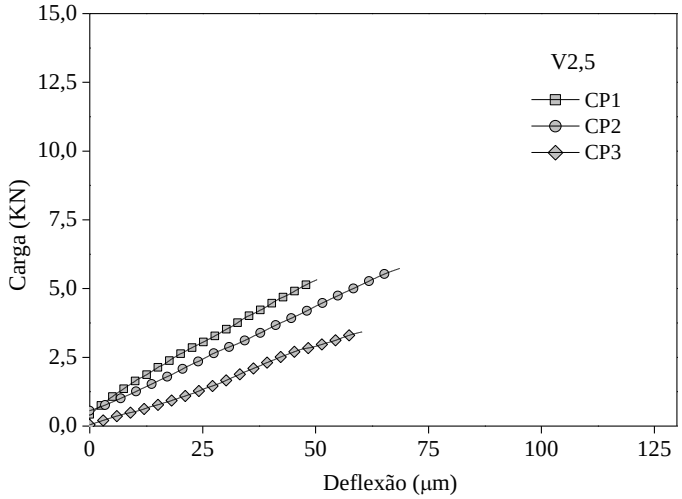

Figura 7.19 – Curvas carga versus *deflexão de cada corpo de provas ensaiado para a pasta V2,5.*

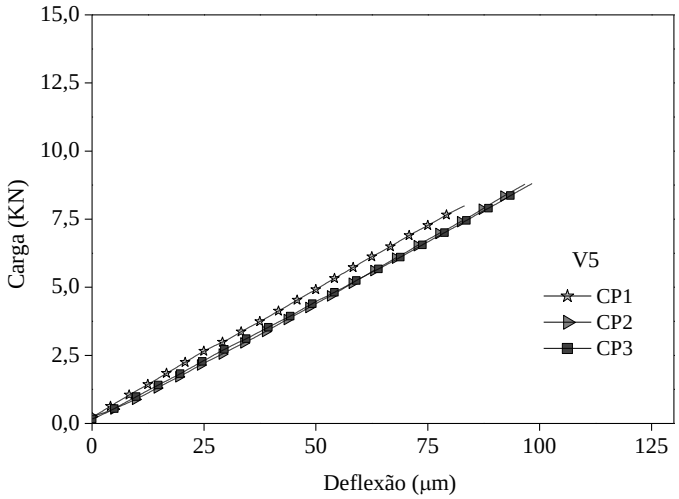

Figura 7.20 – Curvas carga versus *deflexão de cada corpo de provas ensaiado para a pasta V5.*

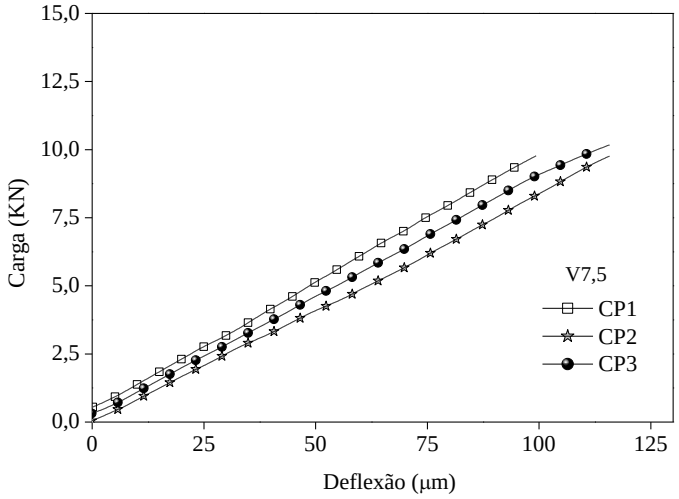

Figura 7.21 – Curvas carga versus *deflexão de cada corpo de provas ensaiado para a pasta V7,5.*

8 ANEXO B

8.1 Análises de Variância

Para efeito, as comparações realizadas pelo software Origin 8.5 das pastas com polímero *versus* as pastas com volastonita não foram consideradas no presente trabalho.

No campo Sig o valor 1 significa que o resultado de comparação foi significativamente diferente e 0 significa que o resultado não foi significativamente diferente.

8.1.1 Comportamento reológico e tixotropia das pastas

A seguir seguem os resultados de ANOVA para os parâmetros de limite de escoamento, viscosidade plástica, gel inicial, gel final e grau de tixotropia das pastas.

Tabela 8.1 – Análise de variância do parâmetro de limite de escoamento das pastas.

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	1,88563	0,52904	5,04058	0,03825	0,1	1	0,28936	3,48191
P10 PR	0,19187	0,52904	0,51289	0,99975	0,1	0	-1,40441	1,78814
P10 P6	-1,69377	0,52904	4,52769	0,07279	0,1	1	-3,29004	-0,09749
P13 PR	-2,2465	0,52904	6,00523	0,01108	0,1	1	-3,84278	-0,65022
P13 P6	-4,13213	0,52904	11,04581	2,94777E-5	0,1	1	-5,72841	-2,53586
P13 P10	-2,43837	0,52904	6,51812	0,00573	0,1	1	-4,03464	-0,84209
V2,5 PR	-0,76113	0,52904	2,03462	0,77353	0,1	0	-2,35741	0,83514
V2,5 P6	-2,64677	0,52904	7,0752	0,00283	0,1	1	-4,24304	-1,05049
V2,5 P10	-0,953	0,52904	2,54751	0,56754	0,1	0	-2,54928	0,64328
V2,5 P13	1,48537	0,52904	3,97061	0,14193	0,1	0	-0,11091	3,08164
V5 PR	-0,57117	0,52904	1,52681	0,9242	0,1	0	-2,16744	1,02511
V5 P6	-2,4568	0,52904	6,56739	0,00538	0,1	1	-4,05308	-0,86052
V5 P10	-0,76303	0,52904	2,0397	0,77165	0,1	0	-2,35931	0,83324
V5 P13	1,67533	0,52904	4,47842	0,07734	0,1	1	0,07906	3,27161
V5 V2,5	0,18997	0,52904	0,50781	0,99976	0,1	0	-1,40631	1,78624
V7,5 PR	-0,1825	0,52904	0,48785	0,99981	0,1	0	-1,77878	1,41378
V7,5 P6	-2,06813	0,52904	5,52843	0,02048	0,1	1	-3,66441	-0,47186
V7,5 P10	-0,37437	0,52904	1,00074	0,98985	0,1	0	-1,97064	1,22191
V7,5 P13	2,064	0,52904	5,51738	0,02077	0,1	1	0,46772	3,66028
V7,5 V2,5	0,57863	0,52904	1,54677	0,91991	0,1	0	-1,01764	2,17491
V7,5 V5	0,38867	0,52904	1,03896	0,98769	0,1	0	-1,20761	1,98494

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	3,7826	0,30757	0,17758
P6	3	5,66823	0,96357	0,55632
P10	3	3,97447	0,92268	0,53271
P13 refor	3	1,5361	0,85235	0,4921
V2,5 Refor	3	3,02147	0,49082	0,28338
V5	3	3,21143	0,27516	0,15887
V7,5	3	3,6001	0,1459	0,08424

Tabela 8.2 – Análise de variância do parâmetro de viscosidade plástica das pastas.

Overall ANOVA

	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	6	10662,05238	1777,00873	37,3579	7,86011E-8
Error	14	665,94	47,56714		
Total	20	11327,99238			

Null Hypothesis: The means of all levels are equal.
Alternative Hypothesis: The means of one or more levels are different.
At the 0.1 level, the population means are significantly different.

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-3,23333	5,63129	0,812	0,99665	0,1	0	-20,22456	13,75789
P10 PR	0,1	5,63129	0,02511	1	0,1	0	-16,89122	17,09122
P10 P6	3,33333	5,63129	0,83712	0,99605	0,1	0	-13,65789	20,32456
P13 PR	1,1	5,63129	0,27625	0,99999	0,1	0	-15,89122	18,09122
P13 P6	4,33333	5,63129	1,08825	0,98443	0,1	0	-12,65789	21,32456
P13 P10	1	5,63129	0,25113	1	0,1	0	-15,99122	17,99122
V2,5 PR	44,2	5,63129	11,10016	2,78635E-5	0,1	1	27,20878	61,19122
V2,5 P6	47,43333	5,63129	11,91217	1,22863E-5	0,1	1	30,44211	64,42456
V2,5 P10	44,1	5,63129	11,07505	2,85943E-5	0,1	1	27,10878	61,09122
V2,5 P13	43,1	5,63129	10,82391	3,7124E-5	0,1	1	26,10878	60,09122
V5 PR	30,03333	5,63129	7,54242	0,00158	0,1	1	13,04211	47,02456
V5 P6	33,26667	5,63129	8,35442	5,88135E-4	0,1	1	16,27544	50,25789
V5 P10	29,93333	5,63129	7,51731	0,00163	0,1	1	12,94211	46,92456
V5 P13	28,93333	5,63129	7,26617	0,00222	0,1	1	11,94211	45,92456
V5 V2,5	-14,16667	5,63129	3,55774	0,22509	0,1	0	-31,15789	2,82456
V7,5 PR	54,63333	5,63129	13,72034	2,21122E-6	0,1	1	37,64211	71,62456
V7,5 P6	57,86667	5,63129	14,53234	1,05931E-6	0,1	1	40,87544	74,85789
V7,5 P10	54,53333	5,63129	13,69522	2,26269E-6	0,1	1	37,54211	71,52456
V7,5 P13	53,53333	5,63129	13,44409	2,85056E-6	0,1	1	36,54211	70,52456
V7,5 V2,5	10,43333	5,63129	2,62017	0,5378	0,1	0	-6,55789	27,42456
V7,5 V5	24,6	5,63129	6,17792	0,00887	0,1	1	7,60878	41,59122

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.3 – Análise de variância do parâmetro de gel inicial das pastas

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	1,87367	0,29503	0,17033
P6	3	3,74733	0,59005	0,34067
P10	3	2,89567	0,29503	0,17033
P13	3	1,19233	0,29503	0,17033
V2,5	3	1,36267	0,29503	0,17033
V5	3	1,52433	0,00751	0,00433
V7,5	3	2,044	0,511	0,29503

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	1,87367	0,30198	8,77471	3,58157E-4	0,1	1	0,96251	2,78482
P10 PR	1,022	0,30198	4,7862	0,05276	0,1	1	0,11085	1,93315
P10 P6	-0,85167	0,30198	3,9885	0,13902	0,1	0	-1,76282	0,05949
P13 PR	-0,68133	0,30198	3,1908	0,3276	0,1	0	-1,59249	0,22982
P13 P6	-2,555	0,30198	11,96551	1,16566E-5	0,1	1	-3,46615	-1,64385
P13 P10	-1,70333	0,30198	7,97701	9,26247E-4	0,1	1	-2,61449	-0,79218
V2,5 PR	-0,511	0,30198	2,3931	0,63131	0,1	0	-1,42215	0,40015
V2,5 P6	-2,38467	0,30198	11,16781	2,59911E-5	0,1	1	-3,29582	-1,47351
V2,5 P10	-1,533	0,30198	7,17931	0,00248	0,1	1	-2,44415	-0,62185
V2,5 P13	0,17033	0,30198	0,7977	0,99696	0,1	0	-0,74082	1,08149
V5 PR	-0,34933	0,30198	1,63599	0,89896	0,1	0	-1,26049	0,56182
V5 P6	-2,223	0,30198	10,41069	5,74684E-5	0,1	1	-3,13415	-1,31185
V5 P10	-1,37133	0,30198	6,42219	0,00648	0,1	1	-2,28249	-0,46018
V5 P13	0,332	0,30198	1,55481	0,91814	0,1	0	-0,57915	1,24315
V5 V2,5	0,16167	0,30198	0,75711	0,99771	0,1	0	-0,74949	1,07282
V7,5 PR	0,17033	0,30198	0,7977	0,99696	0,1	0	-0,74082	1,08149
V7,5 P6	-1,70333	0,30198	7,97701	9,26247E-4	0,1	1	-2,61449	-0,79218
V7,5 P10	-0,85167	0,30198	3,9885	0,13902	0,1	0	-1,76282	0,05949
V7,5 P13	0,85167	0,30198	3,9885	0,13902	0,1	0	-0,05949	1,76282
V7,5 V2,5	0,68133	0,30198	3,1908	0,3276	0,1	0	-0,22982	1,59249
V7,5 V5	0,51967	0,30198	2,43369	0,61454	0,1	0	-0,39149	1,43082

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.4 – Análise de variância do parâmetro de gel final das pastas.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	18,05533	1,28599	0,74247
P6	3	22,995	3,99104	2,30423
P10	3	17,71467	0,29503	0,17033
P13	3	11,58267	0,29503	0,17033
V2,5	3	12,60467	0,78057	0,45066
V5	3	14,98933	0,78057	0,45066
V7,5	3	15,15967	0,29503	0,17033

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	4,93967	1,34737	5,18472	0,03183	0,1	1	0,87426	9,00508
P10 PR	-0,34067	1,34737	0,35757	0,99997	0,1	0	-4,40608	3,72474
P10 P6	-5,28033	1,34737	5,54228	0,02012	0,1	1	-9,34574	-1,21492
P13 PR	-6,47267	1,34737	6,79377	0,00403	0,1	1	-10,53808	-2,40726
P13 P6	-11,41233	1,34737	11,97848	1,15087E-5	0,1	1	-15,47774	-7,34692
P13 P10	-6,132	1,34737	6,4362	0,00637	0,1	1	-10,19741	-2,06659
V2,5 PR	-5,45067	1,34737	5,72107	0,01598	0,1	1	-9,51608	-1,38526
V2,5 P6	-10,39033	1,34737	10,90578	3,40849E-5	0,1	1	-14,45574	-6,32492
V2,5 P10	-5,11	1,34737	5,3635	0,02532	0,1	1	-9,17541	-1,04459
V2,5 P13	1,022	1,34737	1,0727	0,98552	0,1	0	-3,04341	5,08741
V5 PR	-3,066	1,34737	3,2181	0,31901	0,1	0	-7,13141	0,99941
V5 P6	-8,00567	1,34737	8,40282	5,55185E-4	0,1	1	-12,07108	-3,94026
V5 P10	-2,72533	1,34737	2,86053	0,44303	0,1	0	-6,79074	1,34008
V5 P13	3,40667	1,34737	3,57567	0,2208	0,1	0	-0,65874	7,47208
V5 V2,5	2,38467	1,34737	2,50297	0,5859	0,1	0	-1,68074	6,45008
V7,5 PR	-2,89567	1,34737	3,03932	0,37802	0,1	0	-6,96108	1,16974
V7,5 P6	-7,83533	1,34737	8,22403	6,87434E-4	0,1	1	-11,90074	-3,76992
V7,5 P10	-2,555	1,34737	2,68175	0,5129	0,1	0	-6,62041	1,51041
V7,5 P13	3,577	1,34737	3,75445	0,18149	0,1	0	-0,48841	7,64241
V7,5 V2,5	2,555	1,34737	2,68175	0,5129	0,1	0	-1,51041	6,62041
V7,5 V5	0,17033	1,34737	0,17878	1	0,1	0	-3,89508	4,23574

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.5 – Análise de variância do parâmetro grau de tixotropia das pastas.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	1456,89615	803,4336	463,86261
P6	3	925,6923	679,89065	392,53505
P10	3	1002,09635	453,33337	261,73214
P13 refor	3	639,50332	844,41869	487,52536
V2,5 Refor	3	1927,35371	712,91274	411,60036
V5	3	1643,62938	595,95553	344,07509
V7,5	3	2414,12143	579,11948	334,35479

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-531,20385	554,21311	1,3555	0,95522	0,1	0	-2203,42447	1141,01677
P10 PR	-454,7998	554,21311	1,16054	0,97857	0,1	0	-2127,02042	1217,42082
P10 P6	76,40405	554,21311	0,19496	1	0,1	0	-1595,81658	1748,62467
P13 PR	-817,39282	554,21311	2,08578	0,75437	0,1	0	-2489,61345	854,8278
P13 P6	-286,18897	554,21311	0,73028	0,99813	0,1	0	-1958,4096	1386,03165
P13 P10	-362,59302	554,21311	0,92525	0,99326	0,1	0	-2034,81364	1309,6276
V2,5 PR	470,45756	554,21311	1,20049	0,97473	0,1	0	-1201,76306	2142,67818
V2,5 P6	1001,66141	554,21311	2,55599	0,56405	0,1	0	-670,55921	2673,88203
V2,5 P10	925,25736	554,21311	2,36103	0,64454	0,1	0	-746,96326	2597,47798
V2,5 P13	1287,85038	554,21311	3,28627	0,29822	0,1	0	-384,37024	2960,071
V5 PR	186,73323	554,21311	0,4765	0,99983	0,1	0	-1485,48739	1858,95385
V5 P6	717,93708	554,21311	1,832	0,84325	0,1	0	-954,28354	2390,1577
V5 P10	641,53303	554,21311	1,63703	0,89869	0,1	0	-1030,68759	2313,75366
V5 P13	1004,12605	554,21311	2,56228	0,56147	0,1	0	-668,09457	2676,34668
V5 V2,5	-283,72433	554,21311	0,72399	0,99821	0,1	0	-1955,94495	1388,4963
V7,5 PR	957,22528	554,21311	2,4426	0,61086	0,1	0	-714,99534	2629,4459
V7,5 P6	1488,42913	554,21311	3,7981	0,17283	0,1	0	-183,79149	3160,64975
V7,5 P10	1412,02508	554,21311	3,60314	0,21435	0,1	0	-260,19554	3084,2457
V7,5 P13	1774,6181	554,21311	4,52838	0,07273	0,1	1	102,39748	3446,83872
V7,5 V2,5	486,76772	554,21311	1,24211	0,97023	0,1	0	-1185,4529	2158,98834
V7,5 V5	770,49205	554,21311	1,9661	0,79829	0,1	0	-901,72858	2442,71267

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

8.1.2 Caracterização física das pastas

A seguir os resultados de ANOVA para massa específica, porosidade e absorção.

8.1.2.1 Porosidade, absorção e massa específica

Tabela 8.6 – Análise de variância do parâmetro massa específica das pastas.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	2,01604	0,00375	0,00217
P6	3	1,9378	0,00238	0,00137
P10	3	1,89671	5,62888E-4	3,24984E-4
P13	3	1,86527	0,00522	0,00301
V2,5	3	2,02399	0,00158	9,11964E-4
V5	3	2,04081	0,00551	0,00318
V7,5	3	2,05542	0,00225	0,0013

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-0,07824	0,00285	38,83609	0	0,05	1	-0,08797	-0,06851
P10 PR	-0,11933	0,00285	59,23115	0	0,05	1	-0,12906	-0,1096
P10 P6	-0,04109	0,00285	20,39506	1,19841E-7	0,05	1	-0,05082	-0,03136
P13 PR	-0,15078	0,00285	74,83757	0	0,05	1	-0,1605	-0,14105
P13 P6	-0,07253	0,00285	36,00148	0	0,05	1	-0,08226	-0,0628
P13 P10	-0,03144	0,00285	15,60643	4,0374E-7	0,05	1	-0,04117	-0,02171
V2,5 PR	0,00794	0,00285	3,94267	0,14659	0,05	0	-0,00179	0,01767
V2,5 P6	0,08619	0,00285	42,77876	0	0,05	1	0,07646	0,09592
V2,5 P10	0,12728	0,00285	63,17382	0	0,05	1	0,11755	0,13701
V2,5 P13	0,15872	0,00285	78,78025	0	0,05	1	0,14899	0,16845
V5 PR	0,02477	0,00285	12,29459	8,45202E-6	0,05	1	0,01504	0,0345
V5 P6	0,10301	0,00285	51,13068	0	0,05	1	0,09328	0,11274
V5 P10	0,1441	0,00285	71,52574	0	0,05	1	0,13437	0,15383
V5 P13	0,17555	0,00285	87,13216	0	0,05	1	0,16582	0,18527
V5 V2,5	0,01683	0,00285	8,35192	5,89893E-4	0,05	1	0,0071	0,02656
V7,5 PR	0,03938	0,00285	19,54627	4,69281E-8	0,05	1	0,02965	0,04911
V7,5 P6	0,11762	0,00285	58,38236	0	0,05	1	0,10789	0,12735
V7,5 P10	0,15871	0,00285	78,77741	0	0,05	1	0,14898	0,16844
V7,5 P13	0,19016	0,00285	94,38384	0	0,05	1	0,18043	0,19988
V7,5 V2,5	0,03144	0,00285	15,60359	4,04771E-7	0,05	1	0,02171	0,04117
V7,5 V5	0,01461	0,00285	7,25168	0,00227	0,05	1	0,00488	0,02434

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0.05 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0.05 level.

Tabela 8.7 – Análise de variância do parâmetro massa específica das pastas.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	4,557	0,00173	1E-3
P6	3	4,88533	0,00208	0,0012
P10	3	5,19367	0,00252	0,00145
P13	3	5,50333	0,09349	0,05398
V2,5	3	4,27333	0,00252	0,00145
V5	3	4,06267	0,07736	0,04466
V7,5	3	3,418	0,15136	0,08739

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	0,32833	0,05988	7,75391	0,00122	0,1	1	0,14765	0,50902
P10 PR	0,63667	0,05988	15,03551	6,74231E-7	0,1	1	0,45598	0,81735
P10 P6	0,30833	0,05988	7,28159	0,00218	0,1	1	0,12765	0,48902
P13 PR	0,94633	0,05988	22,34859	3,42051E-7	0,1	1	0,76565	1,12702
P13 P6	0,618	0,05988	14,59468	9,99013E-7	0,1	1	0,43731	0,79869
P13 P10	0,30967	0,05988	7,31308	0,0021	0,1	1	0,12898	0,49035
V2,5 PR	-0,28367	0,05988	6,69907	0,00455	0,1	1	-0,46435	-0,10298
V2,5 P6	-0,612	0,05988	14,45298	1,13776E-6	0,1	1	-0,79269	-0,43131
V2,5 P10	-0,92033	0,05988	21,73458	1,28594E-7	0,1	1	-1,10102	-0,73965
V2,5 P13	-1,23	0,05988	29,04766	3,98671E-8	0,1	1	-1,41069	-1,04931
V5 PR	-0,49433	0,05988	11,67417	1,55632E-5	0,1	1	-0,67502	-0,31365
V5 P6	-0,82267	0,05988	19,42808	4,7798E-8	0,1	1	-1,00335	-0,64198
V5 P10	-1,131	0,05988	26,70968	4,18986E-8	0,1	1	-1,31169	-0,95031
V5 P13	-1,44067	0,05988	34,02276	0	0,1	1	-1,62135	-1,25998
V5 V2,5	-0,21067	0,05988	4,9751	0,04157	0,1	1	-0,39135	-0,02998
V7,5 PR	-1,139	0,05988	26,8986	4,17359E-8	0,1	1	-1,31969	-0,95831
V7,5 P6	-1,46733	0,05988	34,65252	0	0,1	1	-1,64802	-1,28665
V7,5 P10	-1,77567	0,05988	41,93411	0	0,1	1	-1,95635	-1,59498
V7,5 P13	-2,08533	0,05988	49,24719	0	0,1	1	-2,26602	-1,90465
V7,5 V2,5	-0,85533	0,05988	20,19954	1,18423E-7	0,1	1	-1,03602	-0,67465
V7,5 V5	-0,64467	0,05988	15,22444	5,69117E-7	0,1	1	-0,82535	-0,46398

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

8.1.2.2 Permeabilidade à gás Nitrogênio

Tabela 8.8 – Análise de variância do parâmetro de permeabilidade à gás Nitrogênio.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PR	10	1,51079E-14	1,27998E-16	4,04765E-17
P6	10	1,0182E-14	1,27424E-16	4,02949E-17
P10	10	8,56991E-15	4,53482E-17	1,43404E-17
P13	10	8,31332E-15	3,97302E-17	1,25638E-17
V2,5	13	4,87618E-15	3,23825E-17	8,98129E-18
V5	10	1,62731E-15	3,14505E-17	9,94552E-18
V7,5	10	6,19679E-16	2,85873E-18	9,04009E-19

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-4,92596E-15	3,2467E-17	214,56717	0	0,1	1	-5,01553E-15	-4,83639E-15
P10 PR	-6,53804E-15	3,2467E-17	284,7867	0	0,1	1	-6,62761E-15	-6,44847E-15
P10 P6	-1,61208E-15	3,2467E-17	70,21953	2,73279E-8	0,1	1	-1,70165E-15	-1,52251E-15
P13 PR	-6,79463E-15	3,2467E-17	295,96327	0	0,1	1	-6,8842E-15	-6,70506E-15
P13 P6	-1,86866E-15	3,2467E-17	81,3961	0	0,1	1	-1,95823E-15	-1,7791E-15
P13 P10	-2,56588E-16	3,2467E-17	11,17657	1,09796E-9	0,1	1	-3,46157E-16	-1,67019E-16
V2,5 PR	-1,02318E-14	3,05366E-17	473,855	0	0,1	1	-1,0316E-14	-1,01475E-14
V2,5 P6	-5,3058E-15	3,05366E-17	245,72309	0	0,1	1	-5,39005E-15	-5,22156E-15
V2,5 P10	-3,69372E-15	3,05366E-17	171,06435	0	0,1	1	-3,77797E-15	-3,60948E-15
V2,5 P13	-3,43714E-15	3,05366E-17	159,18121	0	0,1	1	-3,52138E-15	-3,35289E-15
V5 PR	-1,34806E-14	3,2467E-17	587,19554	0	0,1	1	-1,35702E-14	-1,33911E-14
V5 P6	-8,55468E-15	3,2467E-17	372,62837	0	0,1	1	-8,64425E-15	-8,46511E-15
V5 P10	-6,9426E-15	3,2467E-17	302,40884	0	0,1	1	-7,03217E-15	-6,85303E-15
V5 P13	-6,68601E-15	3,2467E-17	291,23228	0	0,1	1	-6,77558E-15	-6,59644E-15
V5 V2,5	-3,24888E-15	3,05366E-17	150,4625	0	0,1	1	-3,33312E-15	-3,16463E-15
V7,5 PR	-1,44883E-14	3,2467E-17	631,08623	0	0,1	1	-1,45778E-14	-1,43987E-14
V7,5 P6	-9,56231E-15	3,2467E-17	416,51906	0	0,1	1	-9,65188E-15	-9,47274E-15
V7,5 P10	-7,95023E-15	3,2467E-17	346,29953	0	0,1	1	-8,0398E-15	-7,86066E-15
V7,5 P13	-7,69364E-15	3,2467E-17	335,12296	0	0,1	1	-7,78321E-15	-7,60407E-15
V7,5 V2,5	-4,2565E-15	3,05366E-17	197,12791	0	0,1	1	-4,34075E-15	-4,17226E-15
V7,5 V5	-1,00763E-15	3,2467E-17	43,89069	0	0,1	1	-1,0972E-15	-9,18058E-16

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.

8.1.3 Propriedades mecânicas das pastas

8.1.3.1 Comportamento sob compressão uniaxial

A seguir seguem os resultados de ANOVA para os parâmetros de resistência a compressão (f_c), deformação uniaxial (ε_{cAxial}), deformação lateral ($\varepsilon_{cLateral}$), deformação volumétrica ($\varepsilon_{cVolumétrica}$), módulo de elasticidade (E_c) e coeficiente de Poisson (v).

Tabela 8.9 – Análise de variância do parâmetro resistência à compressão uniaxial.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	99,52623	9,22505	5,32609
P6	4	89,21574	1,24173	0,62087
P10	7	86,25296	5,76343	2,17837
P13	7	81,50807	5,7372	2,16846
V2,5	5	97,89583	4,39657	1,96621
V5	4	102,75955	4,78593	2,39297
V7,5	8	112,98714	8,10923	2,86705

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-10,31049	4,7081	3,09705	0,32948	0,1	0	-23,65847	3,03749
P10 PR	-13,27327	4,25381	4,41281	0,05348	0,1	1	-25,33327	-1,21326
P10 P6	-2,96278	3,86371	1,08445	0,98651	0,1	0	-13,91682	7,99126
P13 PR	-18,01816	4,25381	5,99028	0,00322	0,1	1	-30,07816	-5,95816
P13 P6	-7,70767	3,86371	2,8212	0,43782	0,1	0	-18,66171	3,24637
P13 P10	-4,74489	3,29499	2,03652	0,77626	0,1	0	-14,08653	4,59675
V2,5 PR	-1,6304	4,50181	0,51218	0,99979	0,1	0	-14,39351	11,13271
V2,5 P6	8,68009	4,13517	2,96856	0,37801	0,1	0	-3,04357	20,40375
V2,5 P10	11,64287	3,60948	4,56174	0,04193	0,1	1	1,40962	21,87612
V2,5 P13	16,38776	3,60948	6,42082	0,00141	0,1	1	6,15451	26,62101
V5 PR	3,23332	4,7081	0,97122	0,99243	0,1	0	-10,11466	16,58129
V5 P6	13,54381	4,35886	4,39423	0,0551	0,1	1	1,18598	25,90163
V5 P10	16,50658	3,86371	6,04181	0,00292	0,1	1	5,55254	27,46062
V5 P13	21,25147	3,86371	7,77856	9,61919E-5	0,1	1	10,29743	32,20552
V5 V2,5	4,86371	4,13517	1,66337	0,89775	0,1	0	-6,85995	16,58738
V7,5 PR	13,46091	4,17329	4,56154	0,04195	0,1	1	1,62919	25,29263
V7,5 P6	23,7714	3,77488	8,90567	1,02063E-5	0,1	1	13,06921	34,47359
V7,5 P10	26,73418	3,19036	11,85066	4,45076E-8	0,1	1	17,68918	35,77918
V7,5 P13	31,47907	3,19036	13,95397	0	0,1	1	22,43407	40,52407
V7,5 V2,5	15,09131	3,51422	6,07313	0,00275	0,1	1	5,12811	25,05451
V7,5 V5	10,2276	3,77488	3,83165	0,12954	0,1	0	-0,47459	20,92979

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.10 – Análise de variância do parâmetro deformação uniaxial.

Input Data

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	2	5487,64676	125,06306	88,43294
P6	4	6065,36092	117,98673	58,99336
P10	5	6578,93587	441,32393	197,36606
P13	6	6912,01343	591,71111	241,56505
V2,5	5	5623,19022	263,43675	117,8125
V5	4	5392,47838	302,12486	151,06243
V7,5	8	5696,45527	530,14045	187,43295

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	577,71416	376,60239	2,16943	0,72272	0,1	0	-498,1502	1653,57852
P10 PR	1091,28911	363,83248	4,24183	0,07422	0,1	1	51,9054	2130,67283
P10 P6	513,57495	291,71496	2,48978	0,58395	0,1	0	-319,78599	1346,9359
P13 PR	1424,36667	355,06414	5,67322	0,00691	0,1	1	410,03202	2438,70131
P13 P6	846,65251	280,70285	4,26553	0,07161	0,1	1	44,75056	1648,55445
P13 P10	333,07755	263,32261	1,78884	0,86158	0,1	0	-419,17315	1085,32826
V2,5 PR	135,54346	363,83248	0,52686	0,99975	0,1	0	-903,84025	1174,92718
V2,5 P6	-442,1707	291,71496	2,14361	0,73332	0,1	0	-1275,53164	391,19025
V2,5 P10	-955,74565	275,0315	4,91445	0,0255	0,1	1	-1741,44588	-170,04541
V2,5 P13	-1288,8232	263,32261	6,92182	7,14927E-4	0,1	1	-2041,07391	-536,5725
V5 PR	-95,16838	376,60239	0,35738	0,99997	0,1	0	-1171,03274	980,69598
V5 P6	-672,88254	307,49457	3,09469	0,33416	0,1	0	-1551,32211	205,55703
V5 P10	-1186,45749	291,71496	5,75186	0,00601	0,1	1	-2019,81844	-353,09655
V5 P13	-1519,53505	280,70285	7,65559	1,83658E-4	0,1	1	-2321,43699	-717,6331
V5 V2,5	-230,71184	291,71496	1,11847	0,98393	0,1	0	-1064,07279	602,6491
V7,5 PR	208,80851	343,78938	0,85896	0,99602	0,1	0	-773,31679	1190,9338
V7,5 P6	-368,90565	266,29811	1,95913	0,80463	0,1	0	-1129,65664	391,84533
V7,5 P10	-882,48061	247,91004	5,03415	0,02087	0,1	1	-1590,70123	-174,25999
V7,5 P13	-1215,55816	234,85285	7,31973	3,42297E-4	0,1	1	-1886,47746	-544,63886
V7,5 V2,5	73,26504	247,91004	0,41794	0,99993	0,1	0	-634,95558	781,48566
V7,5 V5	303,97689	266,29811	1,61431	0,90923	0,1	0	-456,7741	1064,72787

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.11 – Análise de variância do parâmetro deformação lateral.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	1419,84293	180,6996	104,32696
P6	3	1622,96435	94,03467	54,29094
P10	3	1729,91481	264,52906	152,72592
P13	3	1874,19393	263,10707	151,90494
V2,5	3	1362,04856	133,9132	77,31482
V5	3	1298,11977	126,84228	73,23242
V7,5	3	1571,47247	137,12226	79,16757

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	203,12142	149,13083	1,92621	0,81218	0,1	0	-246,84925	653,09209
P10 PR	310,07188	149,13083	2,94042	0,4133	0,1	0	-139,89879	760,04255
P10 P6	106,95046	149,13083	1,01422	0,98912	0,1	0	-343,02021	556,92113
P13 PR	454,351	149,13083	4,30863	0,09512	0,1	1	4,38033	904,32166
P13 P6	251,22958	149,13083	2,38242	0,63572	0,1	0	-198,74109	701,20024
P13 P10	144,27912	149,13083	1,3682	0,95327	0,1	0	-305,69155	594,24979
V2,5 PR	-57,79437	149,13083	0,54807	0,99963	0,1	0	-507,76503	392,1763
V2,5 P6	-260,91579	149,13083	2,47427	0,59776	0,1	0	-710,88646	189,05488
V2,5 P10	-367,86625	149,13083	3,48849	0,24229	0,1	0	-817,83691	82,10442
V2,5 P13	-512,14536	149,13083	4,85669	0,04828	0,1	1	-962,11603	-62,1747
V5 PR	-121,72316	149,13083	1,15431	0,97913	0,1	0	-571,69383	328,24751
V5 P6	-324,84458	149,13083	3,08051	0,36386	0,1	0	-774,81525	125,12608
V5 P10	-431,79504	149,13083	4,09473	0,12278	0,1	0	-881,76571	18,17563
V5 P13	-576,07416	149,13083	5,46293	0,02228	0,1	1	-1026,04483	-126,10349
V5 V2,5	-63,9288	149,13083	0,60624	0,99934	0,1	0	-513,89946	386,04187
V7,5 PR	151,62954	149,13083	1,43791	0,94159	0,1	0	-298,34113	601,60021
V7,5 P6	-51,49188	149,13083	0,4883	0,99981	0,1	0	-501,46255	398,47879
V7,5 P10	-158,44234	149,13083	1,50251	0,92924	0,1	0	-608,41301	291,52833
V7,5 P13	-302,72146	149,13083	2,87072	0,43918	0,1	0	-752,69212	147,24921
V7,5 V2,5	209,42391	149,13083	1,98598	0,79122	0,1	0	-240,54676	659,39458
V7,5 V5	273,3527	149,13083	2,59221	0,5492	0,1	0	-176,61796	723,32337

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.12 – Análise de variância do parâmetro deformação volumétrica.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	1419,84293	180,6996	104,32696
P6	3	1622,96435	94,03467	54,29094
P10	3	1729,91481	264,52906	152,72592
P13	3	1874,19393	263,10707	151,90494
V2,5	3	1362,04856	133,9132	77,31482
V5	3	1298,11977	126,84228	73,23242
V7,5	3	1571,47247	137,12226	79,16757

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	203,12142	149,13083	1,92621	0,81218	0,1	0	-246,84925	653,09209
P10 PR	310,07188	149,13083	2,94042	0,4133	0,1	0	-139,89879	760,04255
P10 P6	106,95046	149,13083	1,01422	0,98912	0,1	0	-343,02021	556,92113
P13 PR	454,351	149,13083	4,30863	0,09512	0,1	1	4,38033	904,32166
P13 P6	251,22958	149,13083	2,38242	0,63572	0,1	0	-198,74109	701,20024
P13 P10	144,27912	149,13083	1,3682	0,95327	0,1	0	-305,69155	594,24979
V2,5 PR	-57,79437	149,13083	0,54807	0,99963	0,1	0	-507,76503	392,1763
V2,5 P6	-260,91579	149,13083	2,47427	0,59776	0,1	0	-710,88646	189,05488
V2,5 P10	-367,86625	149,13083	3,48849	0,24229	0,1	0	-817,83691	82,10442
V2,5 P13	-512,14536	149,13083	4,85669	0,04828	0,1	1	-962,11603	-62,1747
V5 PR	-121,72316	149,13083	1,15431	0,97913	0,1	0	-571,69383	328,24751
V5 P6	-324,84458	149,13083	3,08051	0,36386	0,1	0	-774,81525	125,12608
V5 P10	-431,79504	149,13083	4,09473	0,12278	0,1	0	-881,76571	18,17563
V5 P13	-576,07416	149,13083	5,46293	0,02228	0,1	1	-1026,04483	-126,10349
V5 V2,5	-63,9288	149,13083	0,60624	0,99934	0,1	0	-513,89946	386,04187
V7,5 PR	151,62954	149,13083	1,43791	0,94159	0,1	0	-298,34113	601,60021
V7,5 P6	-51,49188	149,13083	0,4883	0,99981	0,1	0	-501,46255	398,47879
V7,5 P10	-158,44234	149,13083	1,50251	0,92924	0,1	0	-608,41301	291,52833
V7,5 P13	-302,72146	149,13083	2,87072	0,43918	0,1	0	-752,69212	147,24921
V7,5 V2,5	209,42391	149,13083	1,98598	0,79122	0,1	0	-240,54676	659,39458
V7,5 V5	273,3527	149,13083	2,59221	0,5492	0,1	0	-176,61796	723,32337

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.13 – Análise de variância do parâmetro módulo de elasticidade na compressão uniaxial.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	19,54816	0,438	0,25288
P6	4	16,85516	0,06272	0,03136
P10	7	15,2464	0,62146	0,23489
P13	7	14,17731	0,55059	0,20811
V2,5	4	19,16942	0,39778	0,19889
V5	4	21,42634	0,15983	0,07991
V7,5	8	22,43961	0,29271	0,10349

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-2,693	0,33241	11,45707	1,05765E-7	0,1	1	-3,63704	-1,74896
P10 PR	-4,30176	0,30034	20,2559	1,06427E-8	0,1	1	-5,15471	-3,44881
P10 P6	-1,60876	0,2728	8,34008	3,53476E-5	0,1	1	-2,38349	-0,83403
P13 PR	-5,37085	0,30034	25,28998	1,27562E-7	0,1	1	-6,2238	-4,5179
P13 P6	-2,67785	0,2728	13,88241	3,11765E-8	0,1	1	-3,45258	-1,90312
P13 P10	-1,06909	0,23264	6,49897	0,00128	0,1	1	-1,72978	-0,4084
V2,5 PR	-0,37874	0,33241	1,6113	0,91051	0,1	0	-1,32278	0,5653
V2,5 P6	2,31426	0,30775	10,63464	5,47824E-7	0,1	1	1,44025	3,18827
V2,5 P10	3,92302	0,2728	20,33757	1,04102E-8	0,1	1	3,14829	4,69775
V2,5 P13	4,99211	0,2728	25,87991	1,30953E-7	0,1	1	4,21738	5,76684
V5 PR	1,87818	0,33241	7,9905	7,00687E-5	0,1	1	0,93414	2,82222
V5 P6	4,57117	0,30775	21,00577	8,53074E-9	0,1	1	3,69716	5,44519
V5 P10	6,17993	0,2728	32,03779	3,99262E-9	0,1	1	5,40521	6,95466
V5 P13	7,24902	0,2728	37,58012	6,29626E-9	0,1	1	6,4743	8,02375
V5 V2,5	2,25692	0,30775	10,37113	8,19878E-7	0,1	1	1,3829	3,13093
V7,5 PR	2,89145	0,29465	13,8778	3,12127E-8	0,1	1	2,05465	3,72825
V7,5 P6	5,58445	0,26652	29,63196	3,25452E-8	0,1	1	4,82753	6,34136
V7,5 P10	7,19321	0,22525	45,16134	0	0,1	1	6,5535	7,83292
V7,5 P13	8,2623	0,22525	51,87345	0	0,1	1	7,62259	8,90201
V7,5 V2,5	3,27019	0,26652	17,35214	1,93658E-8	0,1	1	2,51327	4,0271
V7,5 V5	1,01327	0,26652	5,37658	0,01045	0,1	1	0,25636	1,77019

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.14 – Análise de variância do parâmetro coeficiente de Poisson.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	0,24393	0,00943	0,00545
P6	3	0,25971	0,00665	0,00384
P10	3	0,25087	0,0134	0,00774
P13	3	0,25301	0,00549	0,00317
V2,5	3	0,25285	0,00816	0,00471
V5	3	0,24313	0,02428	0,01402
V7,5	3	0,25561	0,00629	0,00363

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	0,01578	0,00995	2,24338	0,69253	0,1	0	-0,01423	0,04578
P10 PR	0,00693	0,00995	0,98574	0,99061	0,1	0	-0,02308	0,03694
P10 P6	-0,00884	0,00995	1,25764	0,96842	0,1	0	-0,03885	0,02116
P13 PR	0,00907	0,00995	1,29035	0,96435	0,1	0	-0,02093	0,03908
P13 P6	-0,0067	0,00995	0,95303	0,99212	0,1	0	-0,03671	0,02331
P13 P10	0,00214	0,00995	0,30461	0,99999	0,1	0	-0,02787	0,03215
V2,5 PR	0,00892	0,00995	1,26777	0,96719	0,1	0	-0,02109	0,03892
V2,5 P6	-0,00686	0,00995	0,97561	0,9911	0,1	0	-0,03687	0,02315
V2,5 P10	0,00198	0,00995	0,28203	0,99999	0,1	0	-0,02802	0,03199
V2,5 P13	-1,58786E-4	0,00995	0,02258	1	0,1	0	-0,03017	0,02985
V5 PR	-7,99472E-4	0,00995	0,11368	1	0,1	0	-0,03081	0,02921
V5 P6	-0,01658	0,00995	2,35706	0,64617	0,1	0	-0,04658	0,01343
V5 P10	-0,00773	0,00995	1,09943	0,98361	0,1	0	-0,03774	0,02228
V5 P13	-0,00987	0,00995	1,40403	0,94748	0,1	0	-0,03988	0,02013
V5 V2,5	-0,00972	0,00995	1,38145	0,95118	0,1	0	-0,03972	0,02029
V7,5 PR	0,01167	0,00995	1,65999	0,89284	0,1	0	-0,01833	0,04168
V7,5 P6	-0,0041	0,00995	0,58339	0,99947	0,1	0	-0,03411	0,02591
V7,5 P10	0,00474	0,00995	0,67424	0,9988	0,1	0	-0,02527	0,03475
V7,5 P13	0,0026	0,00995	0,36964	0,99996	0,1	0	-0,02741	0,03261
V7,5 V2,5	0,00276	0,00995	0,39222	0,99995	0,1	0	-0,02725	0,03277
V7,5 V5	0,01247	0,00995	1,77367	0,86116	0,1	0	-0,01753	0,04248

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

8.1.3.2 Comportamento sob compressão triaxial

A seguir os resultados de ANOVA das tensões desviatórias nas diferentes tensões de confinamento, obtidos através dos ensaios de compressão triaxial com diferentes teores de polímeros e diferentes teores de volastonita.

Tabela 8.15 – Análise de variância para a influência do aumento da tensão confinante na tensão principal maior de compressão para as pastas PR, P6, P10 e P13.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	4	107,20984	9,20079	4,60039
	3	127,4676	15,99549	9,235
	3	133,55853	12,45877	7,19308

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
PR 4,14 MPa PR 0 MPa	20,25775	9,46976	3,02529	0,1511	0,1	0	-2,85169	43,36719
PR 8,27 MPa PR 0 MPa	26,34869	9,46976	3,93491	0,06245	0,1	1	3,23925	49,45813
PR 8,27 MPa PR 4,14 MPa	6,09094	10,1236	0,85087	0,82372	0,1	0	-18,61409	30,79597

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
P6	4	96,66704	3,10006	1,55003
	4	119,26352	4,08631	2,04316
	3	127,35245	2,32928	1,34481

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 4,14 MPa P6 0 MPa	22,59648	2,36876	13,49073	3,14605E-5	0,1	1	16,94521	28,24775
P6 8,27 MPa P6 0 MPa	30,68541	2,55855	16,96107	5,59009E-6	0,1	1	24,58134	36,78948
P6 8,27 MPa P6 4,14 MPa	8,08893	2,55855	4,47108	0,03205	0,1	1	1,98486	14,193

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
P10	4	90,71917	6,50527	3,25263
	4	109,53364	4,01291	2,00645
	4	115,74739	4,7868	2,3934

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P10 4,14 MPa P10 0 MPa	18,81446	3,68183	7,22674	0,00165	0,1	1	10,18206	27,44687
P10 8,27 MPa P10 0 MPa	25,02821	3,68183	9,61348	2,09087E-4	0,1	1	16,39581	33,66062
P10 8,27 MPa P10 4,14 MPa	6,21375	3,68183	2,38674	0,26161	0,1	0	-2,41865	14,84615

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
P13	3	80,62078	9,35045	5,39848
	4	104,00786	4,39458	2,19729
	3	116,65233	7,36758	4,25367

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P13 4,14 MPa P13 0 MPa	23,38708	5,33355	6,20118	0,00786	0,1	1	10,37141	36,40276
P13 8,27 MPa P13 0 MPa	36,03156	5,7018	8,93687	9,955E-4	0,1	1	22,11721	49,9459
P13 8,27 MPa P13 4,14 MPa	12,64448	5,33355	3,35274	0,11005	0,1	0	-0,3712	25,66015

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.16– Análise de variância para a influência do aumento da tensão confinante na tensão principal maior de compressão para as pastas V2,5, V5 e V7,5.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
V2,5	4	117,32941	4,86327	2,43163
	2	138,58976	6,9836	4,93815
	4	147,28486	9,41232	4,70616

One Way ANOVA
Overall ANOVA
Fit Statistics
Means Comparisons
Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
V2,5 4,14 MPa V2,5 0 MPa	21,26035	6,42679	4,67834	0,03066	0,1	1	5,5768	36,94389
V2,5 8,27 MPa V2,5 0 MPa	29,95544	5,24745	8,07314	0,00182	0,1	1	17,14988	42,761
V2,5 8,27 MPa V2,5 4,14 MPa	8,6951	6,42679	1,91335	0,41321	0,1	0	-6,98845	24,37864

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
V5	4	125,17612	8,31463	4,15731
	3	140,33553	5,42212	3,13046
	4	155,36226	11,0071	5,50355

One Way ANOVA
Overall ANOVA
Fit Statistics
Means Comparisons
Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
V5 4,14 MPa V5 0 MPa	15,15941	6,77593	3,16394	0,12412	0,1	0	-1,00629	31,32511
V5 8,27 MPa V5 0 MPa	30,18614	6,27329	6,80499	0,00337	0,1	1	15,21961	45,15267
V5 8,27 MPa V5 4,14 MPa	15,02673	6,77593	3,13625	0,12768	0,1	0	-1,13897	31,19243

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
V7,5	3	124,45585	7,17581	4,14296
	4	140,58534	7,13994	3,56997
	2	163,47009	4,81838	3,40711

One Way ANOVA
Overall ANOVA
Fit Statistics
Means Comparisons
Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
V7,5 4,14 MPa V7,5 0 MPa	16,12949	5,20945	4,37869	0,04831	0,1	1	3,02175	29,23723
V7,5 8,27 MPa V7,5 0 MPa	39,01424	6,22648	8,86125	0,00186	0,1	1	23,34749	54,68099
V7,5 8,27 MPa V7,5 4,14 MPa	22,88475	5,90696	5,47894	0,01927	0,1	1	8,02196	37,74753

Tabela 8.17 – Análise de variância para a influência das frações poliméricas e frações de volastonita na tensão principal maior de compressão a 0 MPa [0 psi] de confinameanto.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	4	107,20984	9,20079	4,60039
P6	4	96,66704	3,10006	1,55003
P10	4	90,71917	6,50527	3,25263
P13	3	80,62078	9,35045	5,39848
V2,5	4	117,32941	4,86327	2,43163
V5	4	125,17612	8,31463	4,15731
V7,5	3	124,45585	7,17581	4,14296

One Way ANOVA
Overall ANOVA
Fit Statistics
Means Comparisons
Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-10,5428	5,0418	2,95723	0,3959	0,1	0	-25,30778	4,22217
P10 PR	-16,49067	5,0418	4,6256	0,0514	0,1	1	-31,25564	-1,7257
P10 P6	-5,94786	5,0418	1,66836	0,89333	0,1	0	-20,71284	8,81711
P13 PR	-26,58906	5,44576	6,90493	0,00167	0,1	1	-42,53706	-10,64107
P13 P6	-16,04626	5,44576	4,16706	0,09666	0,1	1	-31,99425	-0,09827
P13 P10	-10,0984	5,44576	2,62246	0,53081	0,1	0	-26,04639	5,8496
V2,5 PR	10,11957	5,0418	2,83852	0,44189	0,1	0	-4,6454	24,88454
V2,5 P6	20,66238	5,0418	5,79575	0,00911	0,1	1	5,8974	35,42735
V2,5 P10	26,61024	5,0418	7,46411	7,12909E-4	0,1	1	11,84527	41,37521
V2,5 P13	36,70864	5,44576	9,53289	3,41826E-5	0,1	1	20,76064	52,65663
V5 PR	17,96628	5,0418	5,0395	0,02828	0,1	1	3,20131	32,73125
V5 P6	28,50908	5,0418	7,99674	3,19737E-4	0,1	1	13,74411	43,27405
V5 P10	34,45694	5,0418	9,6651	2,83712E-5	0,1	1	19,69197	49,22192
V5 P13	44,55534	5,44576	11,5706	2,13124E-6	0,1	1	28,60735	60,50333
V5 V2,5	7,84671	5,0418	2,20098	0,70949	0,1	0	-6,91827	22,61168
V7,5 PR	17,246	5,44576	4,47862	0,06318	0,1	1	1,29801	33,194
V7,5 P6	27,78881	5,44576	7,21649	0,00104	0,1	1	11,84081	43,7368
V7,5 P10	33,73667	5,44576	8,76109	1,03464E-4	0,1	1	17,78868	49,68466
V7,5 P13	43,83507	5,82177	10,64834	7,29668E-6	0,1	1	26,78595	60,88419
V7,5 V2,5	7,12643	5,44576	1,85067	0,83978	0,1	0	-8,82156	23,07442
V7,5 V5	-0,72027	5,44576	0,18705	1	0,1	0	-16,66827	15,22772

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.18 – Análise de variância para a influência das frações poliméricas e frações de volastonita na na tensão principal maior de compressão a 4,14 MPa [600 psi] de confinameanto.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	127,4676	15,99549	9,235
P6	4	119,26352	4,08631	2,04316
P10	4	109,53364	4,01291	2,00645
P13	4	104,00786	4,39458	2,19729
V2,5	2	138,58976	6,9836	4,93815
V5	3	140,33553	5,42212	3,13046
V7,5	4	140,58534	7,13994	3,56997

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-8,20407	5,64467	2,05545	0,76668	0,1	0	-24,89803	8,48988
P10 PR	-17,93396	5,64467	4,49317	0,06653	0,1	1	-34,62791	-1,24
P10 P6	-9,72988	5,22595	2,63304	0,52844	0,1	0	-25,18548	5,72572
P13 PR	-23,45974	5,64467	5,8776	0,00957	0,1	1	-40,15369	-6,76578
P13 P6	-15,25566	5,22595	4,12839	0,10717	0,1	0	-30,71126	0,19994
P13 P10	-5,52578	5,22595	1,49535	0,93223	0,1	0	-20,98138	9,92982
V2,5 PR	11,12216	6,74667	2,33139	0,65562	0,1	0	-8,83093	31,07526
V2,5 P6	19,32624	6,40045	4,27023	0,08927	0,1	1	0,39707	38,25541
V2,5 P10	29,05612	6,40045	6,4201	0,00438	0,1	1	10,12696	47,98529
V2,5 P13	34,5819	6,40045	7,64105	7,68583E-4	0,1	1	15,65274	53,51107
V5 PR	12,86793	6,0344	3,01571	0,37829	0,1	0	-4,97866	30,71452
V5 P6	21,07201	5,64467	5,27937	0,02248	0,1	1	4,37805	37,76596
V5 P10	30,80189	5,64467	7,7171	6,90775E-4	0,1	1	14,10793	47,49585
V5 P13	36,32767	5,64467	9,10152	1,04169E-4	0,1	1	19,63371	53,02163
V5 V2,5	1,74577	6,74667	0,36594	0,99997	0,1	0	-18,20733	21,69886
V7,5 PR	13,11774	5,64467	3,28652	0,28815	0,1	0	-3,57621	29,8117
V7,5 P6	21,32182	5,22595	5,76998	0,01117	0,1	1	5,86622	36,77742
V7,5 P10	31,0517	5,22595	8,40302	2,67088E-4	0,1	1	15,5961	46,5073
V7,5 P13	36,57748	5,22595	9,89837	3,68296E-5	0,1	1	21,12188	52,03308
V7,5 V2,5	1,99558	6,40045	0,44093	0,9999	0,1	0	-16,93359	20,92475
V7,5 V5	0,24981	5,64467	0,06259	1	0,1	0	-16,44414	16,94377

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.19 – Análise de variância para a influência das frações poliméricas e frações de volastonita na tensão principal maior de compressão a 8,27 MPa [1200 psi] de confinameanto.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	133,55853	12,45877	7,19308
P6	3	127,35245	2,32928	1,34481
P10	4	115,74739	4,7868	2,3934
P13	3	116,65233	7,36758	4,25367
V2,5	4	147,28486	9,41232	4,70616
V5	4	155,36226	11,0071	5,50355
V7,5	2	163,47009	4,81838	3,40711

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-6,20608	6,92537	1,26733	0,96796	0,1	0	-26,80765	14,39549
P10 PR	-17,81114	6,47809	3,8883	0,14805	0,1	0	-37,08215	1,45986
P10 P6	-11,60507	6,47809	2,53347	0,57115	0,1	0	-30,87607	7,66594
P13 PR	-16,9062	6,92537	3,45238	0,24406	0,1	0	-37,50777	3,69538
P13 P6	-10,70012	6,92537	2,18505	0,71589	0,1	0	-31,30169	9,90145
P13 P10	0,90495	6,47809	0,19756	1	0,1	0	-18,36606	20,17595
V2,5 PR	13,72633	6,47809	2,99656	0,38757	0,1	0	-5,54468	32,99733
V2,5 P6	19,9324	6,47809	4,35139	0,08322	0,1	1	0,6614	39,20341
V2,5 P10	31,53747	5,99754	7,4365	0,00122	0,1	1	13,69598	49,37896
V2,5 P13	30,63252	6,47809	6,6873	0,00342	0,1	1	11,36152	49,90353
V5 PR	21,80373	6,47809	4,75991	0,04873	0,1	1	2,53272	41,07473
V5 P6	28,00981	6,47809	6,11474	0,00758	0,1	1	8,7388	47,28081
V5 P10	39,61487	5,99754	9,34114	1,0084E-4	0,1	1	21,77338	57,45636
V5 P13	38,70992	6,47809	8,45066	3,15863E-4	0,1	1	19,43892	57,98093
V5 V2,5	8,0774	5,99754	1,90464	0,82057	0,1	0	-9,76409	25,91889
V7,5 PR	29,91155	7,7428	5,46331	0,01871	0,1	1	6,87829	52,94481
V7,5 P6	36,11763	7,7428	6,59685	0,00388	0,1	1	13,08437	59,15089
V7,5 P10	47,7227	7,34546	9,188	1,22321E-4	0,1	1	25,87143	69,57397
V7,5 P13	46,81775	7,7428	8,55121	2,76967E-4	0,1	1	23,78449	69,85101
V7,5 V2,5	16,18523	7,34546	3,11612	0,34569	0,1	0	-5,66604	38,0365
V7,5 V5	8,10783	7,34546	1,56099	0,91793	0,1	0	-13,74344	29,9591

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

8.1.3.3 Resistência à tração direta

A seguir os resultados de ANOVA para os parâmetros de resistência a tração direta, deformação, módulo de elasticidade e tenacidade.

Tabela 8.20 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na resistência a tração direta.

Input Data

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PR	4	2,16873	0,70979	0,35489
P6	5	2,54638	1,20976	0,54102
P10	3	2,26079	0,1702	0,09826
P13	2	2,14539	0,41246	0,29165
V2,5	5	3,10323	0,93898	0,41993
V5	3	3,44694	0,14492	0,08367
V7,5	3	4,01891	0,63625	0,36734

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	0,37766	0,54708	0,97625	0,99153	0,1	0	-1,23194	1,98726
P10 PR	0,09206	0,62288	0,20902	1	0,1	0	-1,74055	1,92467
P10 P6	-0,2856	0,59559	0,67814	0,99884	0,1	0	-2,0379	1,46671
P13 PR	-0,02334	0,70628	0,04673	1	0,1	0	-2,10132	2,05465
P13 P6	-0,401	0,68233	0,83111	0,99642	0,1	0	-2,40852	1,60653
P13 P10	-0,1154	0,74448	0,21921	1	0,1	0	-2,30579	2,07499
V2,5 PR	0,93451	0,54708	2,41572	0,61959	0,1	0	-0,67509	2,54411
V2,5 P6	0,55685	0,51579	1,52678	0,92625	0,1	0	-0,96069	2,07439
V2,5 P10	0,84245	0,59559	2,00037	0,78751	0,1	0	-0,90986	2,59475
V2,5 P13	0,95785	0,68233	1,98525	0,79304	0,1	0	-1,04968	2,96537
V5 PR	1,27822	0,62288	2,90212	0,41864	0,1	0	-0,55439	3,11083
V5 P6	0,90056	0,59559	2,13837	0,73468	0,1	0	-0,85175	2,65287
V5 P10	1,18616	0,66589	2,51916	0,57551	0,1	0	-0,77299	3,1453
V5 P13	1,30156	0,74448	2,47242	0,59543	0,1	0	-0,88883	3,49194
V5 V2,5	0,34371	0,59559	0,81614	0,99676	0,1	0	-1,4086	2,09602
V7,5 PR	1,85019	0,62288	4,20075	0,0949	0,1	1	0,01758	3,6828
V7,5 P6	1,47253	0,59559	3,4965	0,22636	0,1	0	-0,27978	3,22484
V7,5 P10	1,75813	0,66589	3,73392	0,17128	0,1	0	-0,20102	3,71727
V7,5 P13	1,87353	0,74448	3,55893	0,2107	0,1	0	-0,31686	4,06391
V7,5 V2,5	0,91568	0,59559	2,17427	0,72031	0,1	0	-0,83663	2,66799
V7,5 V5	0,57197	0,66589	1,21475	0,97435	0,1	0	-1,38717	2,53111

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.21 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na deformação sob tração direta.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PR	4	162,61738	45,87532	22,93766
P6	5	142,25367	66,63333	29,79933
P10	3	147,25204	5,60898	3,23835
P13	2	162,65553	7,78006	5,50133
V2,5	5	178,23584	34,40488	15,38633
V5	3	179,56718	7,85341	4,53417
V7,5	3	220,58318	30,31505	17,5024

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-20,36372	27,79084	1,03626	0,98845	0,1	0	-102,12865	61,40122
P10 PR	-15,36535	31,64126	0,68676	0,99875	0,1	0	-108,45882	77,72813
P10 P6	4,99837	30,25483	0,23364	1	0,1	0	-84,01601	94,01276
P13 PR	0,03815	35,87782	0,0015	1	0,1	0	-105,51993	105,59623
P13 P6	20,40187	34,66126	0,83242	0,99639	0,1	0	-81,57692	122,38066
P13 P10	15,4035	37,81854	0,57601	0,99954	0,1	0	-95,86449	126,67148
V2,5 PR	15,61846	27,79084	0,79479	0,9972	0,1	0	-66,14648	97,38339
V2,5 P6	35,98217	26,20145	1,94212	0,80845	0,1	0	-41,10655	113,07089
V2,5 P10	30,9838	30,25483	1,44829	0,94155	0,1	0	-58,03058	119,99819
V2,5 P13	15,58031	34,66126	0,63569	0,99919	0,1	0	-86,39848	117,5591
V5 PR	16,94979	31,64126	0,75758	0,99785	0,1	0	-76,14368	110,04327
V5 P6	37,31351	30,25483	1,74416	0,87204	0,1	0	-51,70087	126,3279
V5 P10	32,31514	33,82593	1,35105	0,95743	0,1	0	-67,20597	131,83625
V5 P13	16,91164	37,81854	0,63241	0,99922	0,1	0	-94,35634	128,17963
V5 V2,5	1,33134	30,25483	0,06223	1	0,1	0	-87,68305	90,34572
V7,5 PR	57,96579	31,64126	2,59079	0,54512	0,1	0	-35,12768	151,05927
V7,5 P6	78,32951	30,25483	3,66139	0,18683	0,1	0	-10,68487	167,3439
V7,5 P10	73,33114	33,82593	3,06587	0,35818	0,1	0	-26,18997	172,85225
V7,5 P13	57,92764	37,81854	2,16619	0,72356	0,1	0	-53,34034	169,19563
V7,5 V2,5	42,34734	30,25483	1,97946	0,79514	0,1	0	-46,66705	131,36172
V7,5 V5	41,016	33,82593	1,71482	0,88036	0,1	0	-58,50511	140,53711

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.22 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita no módulo de elasticidade sob tração direta.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PR	6	16,08633	5,41409	2,21029
P6	6	17,79167	1,05091	0,42903
P10	4	15,5715	0,63653	0,31827
P13	5	13,3802	2,00936	0,89861
V2,5	3	18,63733	2,80187	1,61766
V5	5	19,9226	1,95904	0,87611
V7,5	5	20,9048	2,52388	1,12871

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	1,70533	1,6703	1,44388	0,94457	0,1	0	-3,06632	6,47698
P10 PR	-0,51483	1,86745	0,38988	0,99996	0,1	0	-5,8497	4,82004
P10 P6	-2,22017	1,86745	1,68132	0,89229	0,1	0	-7,55504	3,1147
P13 PR	-2,70613	1,75182	2,18461	0,71642	0,1	0	-7,71068	2,29842
P13 P6	-4,41147	1,75182	3,56129	0,19245	0,1	0	-9,41602	0,59308
P13 P10	-2,1913	1,94071	1,59682	0,91336	0,1	0	-7,73546	3,35286
V2,5 PR	2,551	2,04569	1,76354	0,86919	0,1	0	-3,29306	8,39506
V2,5 P6	0,84567	2,04569	0,58462	0,99954	0,1	0	-4,99839	6,68972
V2,5 P10	3,06583	2,2096	1,96223	0,80351	0,1	0	-3,24647	9,37813
V2,5 P13	5,25713	2,11278	3,51892	0,20311	0,1	0	-0,77858	11,29285
V5 PR	3,83627	1,75182	3,09694	0,33335	0,1	0	-1,16828	8,84082
V5 P6	2,13093	1,75182	1,72026	0,88167	0,1	0	-2,87362	7,13548
V5 P10	4,3511	1,94071	3,17068	0,30746	0,1	0	-1,19306	9,89526
V5 P13	6,5424	1,82972	5,0567	0,0201	0,1	1	1,31532	11,76948
V5 V2,5	1,28527	2,11278	0,86031	0,99598	0,1	0	-4,75045	7,32098
V7,5 PR	4,81847	1,75182	3,88985	0,12385	0,1	0	-0,18608	9,82302
V7,5 P6	3,11313	1,75182	2,51317	0,57359	0,1	0	-1,89142	8,11768
V7,5 P10	5,3333	1,94071	3,88642	0,12444	0,1	0	-0,21086	10,87746
V7,5 P13	7,5246	1,82972	5,81585	0,00536	0,1	1	2,29752	12,75168
V7,5 V2,5	2,26747	2,11278	1,51775	0,9306	0,1	0	-3,76825	8,30318
V7,5 V5	0,9822	1,82972	0,75915	0,99798	0,1	0	-4,24488	6,20928

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.23 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na tenacidade sob tração direta.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PR	4	0,03627	0,01806	0,00903
P6	5	0,04243	0,03805	0,01702
P10	3	0,03014	0,00333	0,00192
P13	2	0,03067	0,0065	0,0046
V2,5	4	0,04826	0,02399	0,012
V5	3	0,0549	0,0019	0,00109
V7,5	3	0,08595	0,02927	0,0169

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	0,00616	0,0165	0,52801	0,99972	0,1	0	-0,04263	0,05495
P10 PR	-0,00612	0,01878	0,46114	0,99987	0,1	0	-0,06167	0,04942
P10 P6	-0,01228	0,01796	0,96728	0,99184	0,1	0	-0,0654	0,04083
P13 PR	-0,0056	0,0213	0,37171	0,99996	0,1	0	-0,06859	0,05739
P13 P6	-0,01176	0,02058	0,80811	0,99689	0,1	0	-0,07261	0,04909
P13 P10	5,26747E-4	0,02245	0,03318	1	0,1	0	-0,06587	0,06692
V2,5 PR	0,01199	0,01739	0,97509	0,99149	0,1	0	-0,03944	0,06342
V2,5 P6	0,00583	0,0165	0,49983	0,99979	0,1	0	-0,04296	0,05462
V2,5 P10	0,01811	0,01878	1,3639	0,95519	0,1	0	-0,03743	0,07366
V2,5 P13	0,01759	0,0213	1,16787	0,97866	0,1	0	-0,0454	0,08058
V5 PR	0,01863	0,01878	1,40268	0,94906	0,1	0	-0,03692	0,07418
V5 P6	0,01247	0,01796	0,98195	0,99117	0,1	0	-0,04065	0,06559
V5 P10	0,02475	0,02008	1,74344	0,87177	0,1	0	-0,03463	0,08414
V5 P13	0,02423	0,02245	1,5262	0,92594	0,1	0	-0,04217	0,09062
V5 V2,5	0,00664	0,01878	0,49992	0,99979	0,1	0	-0,04891	0,06219
V7,5 PR	0,04968	0,01878	3,74078	0,1729	0,1	0	-0,00587	0,10523
V7,5 P6	0,04352	0,01796	3,42719	0,24764	0,1	0	-0,00959	0,09664
V7,5 P10	0,05581	0,02008	3,93053	0,13738	0,1	0	-0,00358	0,11519
V7,5 P13	0,05528	0,02245	3,48239	0,23295	0,1	0	-0,01111	0,12168
V7,5 V2,5	0,03769	0,01878	2,83802	0,44531	0,1	0	-0,01786	0,09324
V7,5 V5	0,03105	0,02008	2,18709	0,7151	0,1	0	-0,02833	0,09044

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

8.1.3.4 Resistência à tração na flexão

Os resultados de ANOVA obtidos no ensaio de tração na flexão para os parâmetros de resistência, carga e deflexão estão apresentados na tabela a seguir.

Tabela 8.24 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na tensão de ruptura das pastas.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	5,3833	0,41112	0,23736
P6	3	4,42236	0,46703	0,26964
P10	2	8,47266	0,5034	0,35596
P13	3	5,1709	0,29968	0,17302
V2,5	3	6,95801	1,77274	1,02349
V5	3	12,25049	0,67633	0,39048
V7,5	3	13,56299	0,84239	0,48635

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-0,96094	0,70988	1,91437	0,81562	0,1	0	-3,12162	1,19975
P10 PR	3,08936	0,79367	5,50482	0,02334	0,1	1	0,67364	5,50507
P10 P6	4,05029	0,79367	7,21708	0,00289	0,1	1	1,63458	6,46601
P13 PR	-0,2124	0,70988	0,42315	0,99991	0,1	0	-2,37309	1,94828
P13 P6	0,74854	0,70988	1,49122	0,93085	0,1	0	-1,41215	2,90922
P13 P10	-3,30176	0,79367	5,88329	0,01463	0,1	1	-5,71748	-0,88604
V2,5 PR	1,57471	0,70988	3,13711	0,34871	0,1	0	-0,58598	3,73539
V2,5 P6	2,53564	0,70988	5,05148	0,04077	0,1	1	0,37496	4,69633
V2,5 P10	-1,51465	0,79367	2,6989	0,50806	0,1	0	-3,93037	0,90107
V2,5 P13	1,78711	0,70988	3,56026	0,22916	0,1	0	-0,37357	3,94779
V5 PR	6,86719	0,70988	13,68073	4,15483E-6	0,1	1	4,7065	9,02787
V5 P6	7,82813	0,70988	15,59509	9,0891E-7	0,1	1	5,66744	9,98881
V5 P10	3,77783	0,79367	6,73159	0,00518	0,1	1	1,36211	6,19355
V5 P13	7,07959	0,70988	14,10387	2,91981E-6	0,1	1	4,91891	9,24027
V5 V2,5	5,29248	0,70988	10,54361	7,51297E-5	0,1	1	3,1318	7,45316
V7,5 PR	8,17969	0,70988	16,29547	5,29644E-7	0,1	1	6,019	10,34037
V7,5 P6	9,14062	0,70988	18,20984	1,6485E-7	0,1	1	6,97994	11,30131
V7,5 P10	5,09033	0,79367	9,07029	3,49105E-4	0,1	1	2,67461	7,50605
V7,5 P13	8,39209	0,70988	16,71862	3,8329E-7	0,1	1	6,23141	10,55277
V7,5 V2,5	6,60498	0,70988	13,15836	6,54543E-6	0,1	1	4,4443	8,76566
V7,5 V5	1,3125	0,70988	2,61475	0,54167	0,1	0	-0,84818	3,47318

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.25 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na carga de ruptura das pastas.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	3,73739	0,28726	0,16585
P6	3	3,066	0,3286	0,18972
P10	2	5,87769	0,34095	0,24109
P13	3	3,58378	0,2176	0,12563
V2,5	3	4,81771	1,2554	0,72481
V5	3	8,51135	0,4731	0,27315
V7,5	3	9,41874	0,58499	0,33775

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-0,67139	0,50006	1,89875	0,82087	0,1	0	-2,19342	0,85065
P10 PR	2,1403	0,55908	5,41396	0,02611	0,1	1	0,43861	3,84199
P10 P6	2,81169	0,55908	7,11226	0,00327	0,1	1	1,11	4,51338
P13 PR	-0,15361	0,50006	0,43441	0,9999	0,1	0	-1,67564	1,36843
P13 P6	0,51778	0,50006	1,46434	0,93609	0,1	0	-1,00426	2,03982
P13 P10	-2,2939	0,55908	5,80251	0,01616	0,1	1	-3,99559	-0,59221
V2,5 PR	1,08032	0,50006	3,05527	0,37598	0,1	0	-0,44172	2,60236
V2,5 P6	1,75171	0,50006	4,95402	0,04592	0,1	1	0,22967	3,27375
V2,5 P10	-1,05998	0,55908	2,68125	0,51506	0,1	0	-2,76167	0,64171
V2,5 P13	1,23393	0,50006	3,48968	0,24657	0,1	0	-0,28811	2,75597
V5 PR	4,77397	0,50006	13,50129	4,85326E-6	0,1	1	3,25193	6,296
V5 P6	5,44535	0,50006	15,40004	1,05879E-6	0,1	1	3,92332	6,96739
V5 P10	2,63367	0,55908	6,66196	0,00563	0,1	1	0,93198	4,33536
V5 P13	4,92757	0,50006	13,9357	3,3677E-6	0,1	1	3,40553	6,44961
V5 V2,5	3,69364	0,50006	10,44602	8,28526E-5	0,1	1	2,17161	5,21568
V7,5 PR	5,68136	0,50006	16,06748	6,30998E-7	0,1	1	4,15932	7,20339
V7,5 P6	6,35274	0,50006	17,96624	1,86793E-7	0,1	1	4,8307	7,87478
V7,5 P10	3,54106	0,55908	8,95723	3,94878E-4	0,1	1	1,83937	5,24275
V7,5 P13	5,83496	0,50006	16,5019	4,52247E-7	0,1	1	4,31292	7,357
V7,5 V2,5	4,60103	0,50006	13,01222	7,44658E-6	0,1	1	3,079	6,12307
V7,5 V5	0,90739	0,50006	2,56619	0,56131	0,1	0	-0,61465	2,42943

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.26 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na defleão das pastas.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	55,99975	6,29321	3,63339
P6	3	58,06351	9,7953	5,65532
P10	2	103,14936	4,74745	3,35695
P13	3	81,99795	17,42008	10,05749
V2,5	3	59,70893	9,23377	5,33112
V5	3	92,69875	8,25957	4,76867
V7,5	3	92,21209	27,64933	15,96335

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	2,06375	11,84623	0,24637	1	0,1	0	-33,99301	38,12051
P10 PR	47,1496	13,24449	5,03452	0,04162	0,1	1	6,83692	87,46228
P10 P6	45,08585	13,24449	4,81415	0,05444	0,1	1	4,77317	85,39853
P13 PR	25,9982	11,84623	3,10369	0,35969	0,1	0	-10,05856	62,05496
P13 P6	23,93444	11,84623	2,85731	0,44696	0,1	0	-12,12232	59,9912
P13 P10	-21,15141	13,24449	2,25849	0,68665	0,1	0	-61,46409	19,16128
V2,5 PR	3,70918	11,84623	0,4428	0,99989	0,1	0	-32,34758	39,76594
V2,5 P6	1,64543	11,84623	0,19643	1	0,1	0	-34,41133	37,70219
V2,5 P10	-43,44042	13,24449	4,63846	0,0673	0,1	1	-83,7531	-3,12774
V2,5 P13	-22,28902	11,84623	2,66088	0,52317	0,1	0	-58,34578	13,76774
V5 PR	36,699	11,84623	4,38116	0,0914	0,1	1	0,64224	72,75576
V5 P6	34,63524	11,84623	4,13478	0,12173	0,1	0	-1,42152	70,692
V5 P10	-10,45061	13,24449	1,11589	0,98207	0,1	0	-50,76329	29,86208
V5 P13	10,7008	11,84623	1,27747	0,96555	0,1	0	-25,35596	46,75756
V5 V2,5	32,98982	11,84623	3,93835	0,1521	0,1	0	-3,06694	69,04658
V7,5 PR	36,21234	11,84623	4,32306	0,09785	0,1	1	0,15558	72,2691
V7,5 P6	34,14859	11,84623	4,07669	0,1301	0,1	0	-1,90817	70,20535
V7,5 P10	-10,93726	13,24449	1,16785	0,97757	0,1	0	-51,24994	29,37542
V7,5 P13	10,21414	11,84623	1,21937	0,97237	0,1	0	-25,84262	46,2709
V7,5 V2,5	32,50316	11,84623	3,88026	0,16227	0,1	0	-3,5536	68,55992
V7,5 V5	-0,48666	11,84623	0,0581	1	0,1	0	-36,54342	35,5701

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.27 - Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita no módulo de elasticidade pastas.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	37,20769	0,92275	0,53275
P6	3	31,32263	1,09883	0,63441
P10	2	32,27461	1,65699	1,17167
P13	3	25,05647	2,06701	1,19339
V2,5	3	42,99051	7,77004	4,48604
V5	3	49,12121	2,11306	1,21997
V7,5	3	51,25419	6,65398	3,84168

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-5,88506	3,46141	2,40443	0,6274	0,1	0	-16,42067	4,65055
P10 PR	-4,93308	3,86998	1,80271	0,85166	0,1	0	-16,71225	6,84609
P10 P6	0,95198	3,86998	0,34788	0,99997	0,1	0	-10,82719	12,73115
P13 PR	-12,15122	3,46141	4,96457	0,04534	0,1	1	-22,68683	-1,61562
P13 P6	-6,26616	3,46141	2,56014	0,56377	0,1	0	-16,80177	4,26945
P13 P10	-7,21814	3,86998	2,63774	0,53242	0,1	0	-18,99731	4,56102
V2,5 PR	5,78282	3,46141	2,36266	0,64446	0,1	0	-4,75279	16,31843
V2,5 P6	11,66788	3,46141	4,7671	0,05763	0,1	1	1,13228	22,20349
V2,5 P10	10,7159	3,86998	3,91594	0,15596	0,1	0	-1,06327	22,49507
V2,5 P13	17,93405	3,46141	7,32723	0,00253	0,1	1	7,39844	28,46965
V5 PR	11,91352	3,46141	4,86745	0,05103	0,1	1	1,37791	22,44912
V5 P6	17,79858	3,46141	7,27189	0,00271	0,1	1	7,26297	28,33419
V5 P10	16,8466	3,86998	6,15629	0,01045	0,1	1	5,06743	28,62576
V5 P13	24,06474	3,46141	9,83202	1,55279E-4	0,1	1	13,52913	34,60035
V5 V2,5	6,13069	3,46141	2,50479	0,58633	0,1	0	-4,40491	16,6663
V7,5 PR	14,0465	3,46141	5,73892	0,01748	0,1	1	3,51089	24,58211
V7,5 P6	19,93156	3,46141	8,14335	9,80313E-4	0,1	1	9,39595	30,46717
V7,5 P10	18,97958	3,86998	6,93575	0,00404	0,1	1	7,20041	30,75875
V7,5 P13	26,19772	3,46141	10,70349	6,40764E-5	0,1	1	15,66211	36,73333
V7,5 V2,5	8,26368	3,46141	3,37625	0,27666	0,1	0	-2,27193	18,79928
V7,5 V5	2,13298	3,46141	0,87146	0,995	0,1	0	-8,40263	12,66859

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

Tabela 8.28 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na tenacidade das pastas.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	3	0,1078	0,01641	0,00947
P6	3	0,08236	0,01581	0,00913
P10	2	0,08688	0,00324	0,00229
P13	2	0,13472	0,00646	0,00457
V2,5	2	0,6523	0,08626	0,06099
V5	3	1,23691	0,17493	0,10099
V7,5	3	1,49832	0,29031	0,16761

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-0,02543	0,12017	0,2993	0,99999	0,1	0	-0,39943	0,34856
P10 PR	-0,02092	0,13436	0,22015	1	0,1	0	-0,43905	0,39722
P10 P6	0,00452	0,13436	0,04755	1	0,1	0	-0,41362	0,42265
P13 PR	0,02692	0,13436	0,28335	0,99999	0,1	0	-0,39122	0,44506
P13 P6	0,05235	0,13436	0,55105	0,99958	0,1	0	-0,36578	0,47049
P13 P10	0,04784	0,14718	0,45963	0,99985	0,1	0	-0,41021	0,50588
V2,5 PR	0,54451	0,13436	5,73131	0,02278	0,1	1	0,12637	0,96264
V2,5 P6	0,56994	0,13436	5,99901	0,01691	0,1	1	0,1518	0,98808
V2,5 P10	0,56542	0,14718	5,43291	0,03179	0,1	1	0,10738	1,02347
V2,5 P13	0,51759	0,14718	4,97328	0,05315	0,1	1	0,05954	0,97563
V5 PR	1,12912	0,12017	13,28748	2,04444E-5	0,1	1	0,75512	1,50311
V5 P6	1,15455	0,12017	13,58678	1,6429E-5	0,1	1	0,78056	1,52854
V5 P10	1,15003	0,13436	12,10483	5,03386E-5	0,1	1	0,73189	1,56817
V5 P13	1,1022	0,13436	11,60133	7,53519E-5	0,1	1	0,68406	1,52033
V5 V2,5	0,58461	0,13436	6,15338	0,01425	0,1	1	0,16647	1,00274
V7,5 PR	1,39053	0,12017	16,36381	2,48985E-6	0,1	1	1,01654	1,76452
V7,5 P6	1,41596	0,12017	16,66311	2,05505E-6	0,1	1	1,04197	1,78996
V7,5 P10	1,41144	0,13436	14,85639	6,73364E-6	0,1	1	0,99331	1,82958
V7,5 P13	1,36361	0,13436	14,35288	9,52293E-6	0,1	1	0,94547	1,78175
V7,5 V2,5	0,84602	0,13436	8,90493	8,19265E-4	0,1	1	0,42788	1,26416
V7,5 V5	0,26141	0,12017	3,07633	0,37752	0,1	0	-0,11258	0,63541

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.

8.1.3.5 Resistência à tração por compressão diametral

Os resultados de ANOVA obtidos no ensaio de resistência à tração por compressão diametral estão apresentados na tabela a seguir.

Tabela 8.29 – Análise de variância da influência das frações poliméricas e das frações de volastonita na resistência à tração por compressão diametral.

Descriptive Statistics

	Sample Size	Mean	Standard Deviation	SE of Mean
PREF	4	4,72314	0,14311	0,07155
P6	12	3,94049	0,36891	0,1065
P10	10	3,65332	0,36669	0,11596
P13	11	3,91121	0,30222	0,09112
V2,5	4	4,81985	0,36357	0,18178
V5	7	6,28546	0,37953	0,14345
V7,5	9	6,96493	0,45642	0,15214

One Way ANOVA

Overall ANOVA

Fit Statistics

Means Comparisons

Tukey Test

	MeanDiff	SEM	q Value	Prob	Alpha	Sig	LCL	UCL
P6 PR	-0,78265	0,20991	5,27287	0,00835	0,1	1	-1,36625	-0,19905
P10 PR	-1,06981	0,2151	7,03385	1,57697E-4	0,1	1	-1,66783	-0,4718
P10 P6	-0,28716	0,15567	2,60872	0,52538	0,1	0	-0,71998	0,14565
P13 PR	-0,81192	0,21228	5,40897	0,00629	0,1	1	-1,40212	-0,22173
P13 P6	-0,02927	0,15177	0,27277	0,99999	0,1	0	-0,45122	0,39267
P13 P10	0,25789	0,15886	2,29584	0,6682	0,1	0	-0,18377	0,69955
V2,5 PR	0,09671	0,25709	0,53202	0,99975	0,1	0	-0,61805	0,81148
V2,5 P6	0,87937	0,20991	5,92446	0,00206	0,1	1	0,29576	1,46297
V2,5 P10	1,16653	0,2151	7,66973	3,36689E-5	0,1	1	0,56851	1,76454
V2,5 P13	0,90864	0,21228	6,05327	0,00155	0,1	1	0,31844	1,49884
V5 PR	1,56232	0,22788	9,69551	2,67093E-7	0,1	1	0,92875	2,19589
V5 P6	2,34497	0,17292	19,17867	0	0,1	1	1,86422	2,82571
V5 P10	2,63213	0,17917	20,77547	0	0,1	1	2,13399	3,13027
V5 P13	2,37424	0,17579	19,10084	0	0,1	1	1,88551	2,86297
V5 V2,5	1,4656	0,22788	9,09531	1,01367E-6	0,1	1	0,83203	2,09917
V7,5 PR	2,24179	0,21848	14,51087	0	0,1	1	1,63436	2,84923
V7,5 P6	3,02444	0,16032	26,67879	4,99596E-8	0,1	1	2,57871	3,47018
V7,5 P10	3,31161	0,16705	28,03507	5,41988E-8	0,1	1	2,84716	3,77605
V7,5 P13	3,05371	0,16342	26,42711	4,91404E-8	0,1	1	2,59938	3,50805
V7,5 V2,5	2,14508	0,21848	13,88484	5,59102E-8	0,1	1	1,53764	2,75251
V7,5 V5	0,67947	0,18323	5,24447	0,00886	0,1	1	0,17006	1,18888

Sig equals 1 indicates that the means difference is significant at the 0,1 level.
Sig equals 0 indicates that the means difference is not significant at the 0,1 level.