



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE ANANINDEUA
FACULDADE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

DIOGO PONTES DE QUEIROZ

**COMPÓSITO DE MATRIZ POLIMÉRICA COM RESÍDUOS
INDUSTRIAIS REFORÇADO COM FIBRAS DE AÇO**

Ananindeua, PA
2019

DIOGO PONTES DE QUEIROZ

**COMPÓSITO DE MATRIZ POLIMÉRICA COM RESÍDUOS
INDUSTRIAIS REFORÇADO COM FIBRAS DE AÇO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado a Faculdade de Engenharia de Materiais, da Universidade Federal do Pará, como requisito para obtenção do Grau de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Deibson Silva da Costa.

Ananindeua, PA
2019

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD
Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Pará
Gerada automaticamente pelo módulo Ficat, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Q3c Queiroz, Diogo Pontes de
Compósito de matriz polimérica com resíduos industriais
reforçado com fibras de aço / Diogo Pontes de Queiroz. — 2019.
82 f. : il. color.

Orientador(a): Prof. Dr. Deibson Silva da Costa
Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Curso de
Engenharia de Materiais, Campus Universitário de Ananindeua,
Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2019.

1. materiais. 2. fibras. 3. resíduos . 4. polímero. I. Título.

CDD 620.11

DIOGO PONTES DE QUEIROZ

**COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA COM RESÍDUOS INDUSTRIAIS
REFORÇADO COM FIBRAS DE AÇO**

Trabalho de conclusão de Curso apresentado a Faculdade de Engenharia de Materiais, da Universidade Federal do Pará, como requisito para obtenção do Grau de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Data da Aprovação: 26/11/2019

Conceito: Excelente

BANCA EXAMINADORA

Deibson Silva da Costa

Prof. Dr. Deibson Silva da Costa
(FEMat / CAMPANIN / UFPA - Orientador)

[Assinatura]

Prof. Dr. Edinaldo José de Sousa Cunha
(FEMat / CAMPANIN / UFPA – Examinador Interno)

Maurício Maia Ribeiro

Prof. Me. Maurício Maia Ribeiro
(TST / IFPA – Examinador Externo)

Dedico este trabalho a Deus e aos meus pais por todo incentivo e ajuda para que isso se tornasse possível.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por me capacitar e fazer com que eu conseguisse concluir mais essa etapa.

Aos meus pais, Luiz Carlos Nunes de Queiroz e Iranir Lima Pontes de Queiroz, que sempre me incentivaram e abdicaram de muitas coisas para me proporcionarem o melhor, e meu irmão Diego Pontes de Queiroz pelo apoio.

Meus familiares, em especial meu tio Antônio Pontes que sempre me incentivou aos estudos e crescimento profissional e meu padrinho Emmanuel Farias por sempre me apoiar.

Aos colegas de classe que me ajudaram direta ou indiretamente e fizeram essa jornada, graduação, ficar mais descontraída. Em especial a Clara, Thiago, Carlos Eduardo, Edinaldo, Higor e Roberto.

Ao amigo de turma Mario Moraes pelas contribuições feitas durante a iniciação científica e período de graduação.

Aos professores da Universidade Federal do Pará, especialmente a Faculdade de Engenharia de Materiais - FEMat que me repassaram conhecimento para a minha formação como Engenheiro de Materiais.

Ao meu orientador Prof. Dr. Deibson Silva da Costa por acreditar e depositar sua confiança desde a iniciação científica até o presente trabalho.

Ao grupo de pesquisa do LAMPS, em especial a Eng. Alice dos Prazeres, Eng. Bruno Mendes e a mestranda Karla Suellen pelas contribuições e disponibilidade.

A Prof. Dra. Raimunda Maia pela paciência e ajuda no período de estágio.

Ao Laboratório de Engenharia Mecânica do Campus de Tucuruí (CAMTUC).

RESUMO

A região amazônica apresenta alto potencial mineralógico a ser explorado, no entanto, quanto maior a frequência dessas atividades, maior será o quantitativo de rejeitos gerados por mineradoras. Com isso, a probabilidade de o espaço físico saturar é grande, dessa forma, possíveis acidentes ou até mesmo descartes impróprios são cogitados. Visando principalmente a questão ambiental e aplicabilidade para esse material, neste trabalho foram produzidos materiais compósitos de matriz poliéster isoftálica com resíduos industriais (lama vermelha, caulim e cobre) com granulometria inferior a 100 mesh e com finalidade de aumentar a resistência mecânica inseriu-se 5 % de fibra metálica em forma de manta. Os compósitos foram confeccionados de acordo com o método *hand lay-up*. A matriz utilizada foi a resina poliéster isoftálica, utilizando ativador (1,5 % v/v) e iniciador (1,0 % v/v). Foram realizadas as caracterizações dos resíduos através de Difração de raios-X e as fibras metálicas através da Espectroscopia de Energia Dispersiva - EDS. Os corpos de prova foram submetidos aos ensaios físicos de Absorção de Água, Massa Específica Aparente e Porosidade Aparente (NBR 12766), de flamabilidade (ASTM D 635), ensaios mecânicos de flexão (ASTM D 790) e tração (ASTM D 3039), analisou-se a superfície fraturada de algumas amostras provenientes do ensaio de tração através da microscopia eletrônica de varredura – MEV. Os resultados apresentaram aumento nas propriedades físicas de acordo com aumento de resíduo. Os compósitos apresentaram capacidade de retardo à chama, o compósito de LV 20 % FM 5 % apresentou melhor desempenho com taxa de propagação de 14,99 mm/min. O compósito de FM 5 % apresentou maior resistência a flexão (115,92 MPa) seguido do compósito híbrido CO 5 % FM 5 % (106,53 MPa). O compósito LV 5 % FM 5 % atingiu maior resistência média a tração (38,5 MPa). Os resultados mostraram que houve aumento no limite de resistência a tração dos compósitos com fibra metálica em relação à matriz plena. As análises morfológicas das superfícies de fraturas foram eficientes para a determinação dos mecanismos de falhas e características presentes nos materiais, onde os fenômenos de fibras dispostas transversalmente na direção do carregamento, fibras rompidas e distribuição da fibra e resíduos foram observados. Dessa forma, a partir das caracterizações dos compósitos realizadas, demonstraram viável a confecção desses para futuras aplicações como divisórias de parede, por exemplo, no entanto, há a necessidade de outros tipos de caracterizações para que assim seja realizada uma aferição maior das propriedades do compósito.

Palavras-chave: Materiais; Fibras; Resíduos; Polímero.

ABSTRACT

The Amazon region has high mineralogical potential to be explored, however, the higher the frequency of these activities, the greater the amount of tailings generated by mining companies. Thus, the probability of the physical space being saturated is great, so possible accidents or even improper disposal are considered. Aiming mainly at the environmental issue and applicability for this material, this work produced composite materials of isophthalic polyester matrix with industrial wastes (red mud, kaolin and copper) with a particle size of less than 100 mesh and with the purpose of increasing the mechanical resistance. 5 % of blanket-shaped metal fiber. The composites were made according to the hand lay-up method. The matrix used was isophthalic polyester resin, using activator (1.5 % v/v) and initiator (1.0 % v/v). Waste characterization was performed by X-ray diffraction and metallic fibers by Dispersive Energy Spectroscopy - EDS. The specimens were subjected to the physical tests of Water Absorption, Apparent Specific Mass and Apparent Porosity (NBR 12766), flammability (ASTM D 635), flexure (ASTM D 790) and tensile (ASTM D 3039) mechanical tests. The fractured surface of some samples from the tensile test by scanning electron microscopy - SEM. The results showed increase in physical properties according to increase of waste. The composites presented flame retardancy, the LV 20 % FM 5 % composite presented better performance with propagation rate of 14.99 mm/min. The FM 5 % composite showed higher flexure strength (115.92 MPa) followed by the CO 5 % FM 5 % hybrid composite (106.53 MPa). The LV 5 % FM 5 % composite achieved higher average tensile strength (38.5 MPa). The results showed that there was an increase in the tensile strength limit of metal fiber composites in relation to the full matrix. The morphological analyzes of the fracture surfaces were efficient to determine the failure mechanisms and characteristics present in the materials, where the phenomena of fibers arranged transversely in the direction of loading, ruptured fibers and fiber distribution and wastes were observed. Thus, from the characterization of the composites performed, demonstrated the feasibility of making them for future applications as wall partitions, for example, however, there is a need for other types of characterizations to make a greater measurement of the properties of the composite.

Keywords: Materials; Fibers; Wastes; Polymer.

LISTA DE ILUSTRAÇÃO

Figura 2.1 – Fluxograma dos tipos de compósitos e suas fases	18
Figura 2.2 – Principais estruturas químicas das resinas poliésteres insaturadas. (a) poliéster ortoftálica, (b) poliéster tereftálica, (c) poliéster isoftálica e (d) poliéster bisfenólica	21
Figura 2.3 – Esquema do processo de obtenção e cura de uma resina poliéster insaturada	22
Figura 2.4 – Bacias de disposição de lama vermelha	26
Figura 2.5 – Fluxograma do processo Bayer.....	28
Figura 2.6 – Estrutura do caulim	29
Figura 2.7 – Resíduo de caulim	31
Figura 2.8 – Minério de cobre	32
Figura 2.9 – Teste de flexão de três pontos.....	34
Figura 2.10 – Curva tensão deformação	36
Figura 2.11 – Comportamento tensão deformação de compósitos formados por matriz termofixas.....	37
Figura 3.1 – Equipamentos: a) prensa hidráulica; b) estufa; balança analítica; c) molde metálico e e) máquina de corte	39
Figura 3.2 – Materiais: a) resina poliéster insaturada; b) acelerador de cobalto; c) iniciador peróxido de etil-metil cetona.....	40
Figura 3.3 – Fluxograma do processo.....	41
Figura 3.4 – Resíduos industriais de a) lama vermelha (LV), b) caulim (CA) e c) cobre (CO)	42
Figura 3.5 – Fluxograma de produção dos compósitos	43
Figura 3.6 – Mistura homogeneizada a) lama vermelha (LV), b) caulim (CA) e c) cobre (CO)	44
Figura 3.7 – Fibra disposta no molde metálico	44
Figura 3.8 – Ensaios físicos: a) amostras preparadas e b) balança analítica.....	45
Figura 3.9 – Ensaio de flamabilidade	46
Figura 3.10 – Dimensões a) corpo de prova de flexão e b) corpo de prova para ensaio de flexão	47
Figura 3.11 – Máquina universal para ensaio de flexão	47
Figura 3.12 – Dimensões a) corpo de prova de tração e b) corpo de prova para ensaio de tração	48
Figura 3.13 – Máquina de ensaio de tração.....	49
Figura 3.14 – Amostras para imagem no MEV.....	50
Figura 3.15 – Equipamento de MEV e EDS	50
Figura 4.1 – Difratograma da lama vermelha.....	51

Figura 4.2 – Difratoograma do resíduo de cobre.....	52
Figura 4.3 – Difratoograma do resíduo de caulim.....	52
Figura 4.4 – Análise da fibra metálica	53
Figura 4.5 – Micrografia da fibra metálica	54
Figura 4.6 – Comportamento de resistência a flexão dos compósitos.....	62
Figura 4.7 – Comparativo de desempenho a flexão dos compósitos com resíduo de lama vermelha com respectivos grupos Tukey.....	63
Figura 4.8 – Comparativo de desempenho a flexão dos compósitos com resíduo de caulim com respectivos grupos Tukey.....	64
Figura 4.9 – Comparativo de desempenho a flexão dos compósitos com resíduo de cobre com respectivos grupos Tukey.....	65
Figura 4.10 – Comportamento de resistência a tração dos compósitos	67
Figura 4.11 – Gráfico força x deslocamento para os compósitos contendo resíduo de lama vermelha.....	68
Figura 4.12 – Comparativo de desempenho a tração dos compósitos com resíduo de lama vermelha com respectivos grupos Tukey.....	69
Figura 4.13 – Micrografia das superfícies fraturadas do compósito híbrido contendo resíduo de lama vermelha.....	70
Figura 4.14 – Gráfico força x deslocamento para os compósitos contendo resíduo de caulim	71
Figura 4.15 – Comparativo de desempenho a tração dos compósitos com resíduo de caulim com respectivos grupos Tukey.....	71
Figura 4.16 – Micrografia das superfícies fraturadas do compósito híbrido contendo resíduo de caulim.....	72
Figura 4.17 – Gráfico força x deslocamento para os compósitos contendo resíduo de cobre .	73
Figura 4.18 – Comparativo de desempenho a tração dos compósitos com resíduo de cobre com respectivos grupos Tukey.....	74
Figura 4.19 – Micrografia das superfícies fraturadas do compósito híbrido contendo resíduo de cobre.....	75

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Tipos de resinas poliméricas	23
Tabela 2.2 – Principais minerais de importância comercial.....	32
Tabela 3.1 – Formulações utilizadas.....	42
Tabela 4.1 – Elementos identificados na fibra metálica	54
Tabela 4.2 – Resultados dos ensaios físicos para os compósitos híbridos de LV e FM	55
Tabela 4.3 – Resultados dos ensaios físicos para os compósitos híbridos de CO e FM.....	56
Tabela 4.4 – Resultados dos ensaios físicos para os compósitos híbridos de CA e FM.....	57
Tabela 4.5 – Resultados dos ensaios de flamabilidade	58
Tabela 4.6 – Comparação dos resultados obtidos com as normas.....	59
Tabela 4.7 – Resultados do ensaio de flexão.....	60
Tabela 4.8 – Dados gerados pela “ANOVA: unico fator” para ensaio de flexão dos compósitos contendo resíduo de LV	63
Tabela 4.9 – Dados gerados pela “ANOVA: unico fator” para ensaio de flexão dos compósitos contendo resíduo de CA.....	64
Tabela 4.10 – Dados gerados pela “ANOVA: unico fator” para ensaio de flexão dos compósitos contendo resíduo de CO.....	65
Tabela 4.11 – Resultados do ensaio de tração	66
Tabela 4.12 – Dados gerados pela “ANOVA: unico fator” para ensaio de tração dos compósitos contendo resíduo de LV	69
Tabela 4.13 – Dados gerados pela “ANOVA: unico fator” para ensaio de tração dos compósitos contendo resíduo de CA.....	72
Tabela 4.14 – Dados gerados pela “ANOVA: unico fator” para ensaio de tração dos compósitos contendo resíduo de CO	74

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

LV	Lama Vermelha
CA	Caulim
CO	Cobre
FM	Fibra Metálica
MP	Matriz Plena
AA	Absorção de Água
MEA	Massa Específica Aparente
PA	Porosidade Aparente
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
DRX	Difração de Raios-X
CMP	Compósito de Matriz Polimérica
CPRF	Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras
RTM	Resin Transfer Molding
RIM	Resin Injection Molding
R-RIM	Reinforced RIM
HB	Horizontal Burning
Si	Silício
Al	Alumínio
Cu	Cobre
ASTM	American Society Testing Materials
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora
PDF	Powder Diffraction File
LEQ	Laboratório de Engenharia Química
ISO	International Organization for Standardization
USIMAT	Usina de Materiais
CP	Corpo de Prova
MATCAM	Laboratório de Caracterização de Materiais na Mineração, Metalurgia e Siderurgia
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva
CONTRAN	Conselho Nacional de Trânsito
TSD	Tukey Significant Difference

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	14
1.1 Objetivos.....	15
1.1.1 Geral	15
1.1.2 Específicos	15
1.2 Composição do Trabalho	16
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
2.1 Materiais Compósitos.....	17
2.2 Compósito com Matriz Polimérica (PMC – <i>polymer-matrix composites</i>)	18
2.3 Processos de Fabricação dos Compósitos	19
2.4 Matriz (Fase Contínua).....	20
2.4.1 Resina Poliéster	20
2.5 Fase Dispersa	23
2.5.1 Carregamento	23
2.5.2 Reforço por Fibra	24
2.6 Fibras.....	24
2.6.1 Fibras de Aço	25
2.7 Resíduos Industriais.....	26
2.7.1 Resíduo de Lama Vermelha.....	26
2.7.2 Resíduo de Caulim	28
2.7.3 Resíduo de Cobre	31
2.8 Fractografia.....	33
2.9 Ensaio Mecânicos.....	34
2.9.1 Ensaio de Flexão	34
2.9.2 Ensaio de Tração	35
2.10 Flamabilidade.....	37
2.11 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	38
3 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	39
3.1 Equipamentos Utilizados	39
3.2 Materiais.....	40
3.2.1 Matriz Polimérica.....	40
3.2.2 Fibra Metálica	40
3.2.3 Resíduos Industriais	41
3.3 Procedimentos Experimentais	41

3.3.1	Preparação da Matéria Prima	42
3.3.2	Composição	42
3.3.3	Confecção dos Compósitos.....	43
3.3.4	Ensaio Físicos.....	44
3.3.5	Ensaio de Flamabilidade.....	46
3.3.6	Ensaio Mecânicos	46
3.3.6.1	Ensaio de Flexão	46
3.3.6.2	Ensaio de Tração	48
3.3.7	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	49
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	51
4.1	Caracterização dos Materiais	51
4.1.1	Difração de Raios-X dos Resíduos	51
4.1.2	Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) da Fibra Metálica.....	53
4.2	Ensaio Físicos.....	55
4.3	Ensaio de Flamabilidade	57
4.4	Ensaio Mecânicos.....	60
4.4.1	Ensaio de Flexão	60
4.4.2	Ensaio de Tração	65
5	CONCLUSÃO	76
5.1	Proposta para Trabalhos Futuros	76
	REFERÊNCIAS.....	77

1 INTRODUÇÃO

Ao decorrer dos anos as políticas de conscientização ambiental foram ganhando força em todos os âmbitos, passando pela agricultura até as indústrias. Atualmente, o Brasil comporta várias empresas multinacionais, incluindo grandes mineradoras, as quais geram diversos tipos de resíduos, e se descartados indevidamente no ambiente acarretam diversos tipos de problemas, em alguns casos a extinção de espécies, dessa maneira, a importância de projetos preventivos para evitar acidentes é fundamental para que não haja surpresas negativas (ANDRÉA MECCHI; DJALMA SANCHES, 2010).

Os compósitos surgem para suprir algumas lacunas que outros materiais apresentam, e dispõem de propriedades que são interessantes para a evolução de um projeto, a exemplo da confecção de uma lancha que requer resistência a esforços dinâmicos e multidirecionais. Um dos pontos positivos na confecção de determinados materiais de baixo custo, é que as matérias primas podem ser encontradas na natureza, a exemplo das fibras vegetais, em grandes mineradoras que produzem um montante considerável de rejeitos, entre outros (MARTINS, 2016).

Os resíduos da mineração se acumulam a taxas mais altas, consequência do aumento do consumo de metais e a crescente exploração de depósitos minerais. Sua disposição gera várias situações ambientais. Ocorrem problemas especiais relacionados a resíduos que contêm íons de metais pesados, ácidos, etc., que podem afetar qualidade da água superficial e subterrânea. Um dos resíduos, conhecido como lama vermelha, contém uma quantidade significativa de óxidos, como óxido de ferro, cálcio, titânio, sódio, entre outros, que são os principais constituintes, além de oligoelementos como Ga, V, Sr, Zr, Y, Th, U, etc. esses compostos estão originalmente presentes na bauxita e outros são adicionados durante o processo Bayer para a produção de alumina (por exemplo, NaO) (HILDEBRANDO *et al.*, 2013; ZHANG *et al.*, 2011).

As fibras ganharam espaço no meio dos materiais compósitos por possuírem diversas propriedades atraentes para algumas aplicações. Entretanto, estudos foram realizados e indicam que as fibras naturais tem algumas limitações, porém algumas delas em comparação com a fibra de vidro, fibra sintética, por exemplo, apresenta boa qualidade na absorção de som, são leves, não tem danificações expressivas em casos de acidentes etc (MOTA, 2016).

Devido as limitações apresentadas pelas fibras naturais, e diversos fatores que somam para afetar as suas propriedades como a geometria, comprimento, superfície e conteúdo, acarretando com que as propriedades oscilem (MACÊDO NETO, 2016).

Por diversos fatores, as fibras sintéticas tem capacidade para suprir essas necessidades que as fibras naturais apresentam. Dessa forma, quando há maiores exigências mecanicamente as fibras sintéticas se enquadram para preencher esse requisito. As fibras metálicas, um dos tipos de fibras sintéticas, são utilizadas no âmbito da construção civil aplicadas no concreto para que dificulte as propagações de fissuras e trincas devido ao seu bom módulo de deformação (MACÊDO NETO, 2016).

Dessa forma, visando a alta geração de rejeitos pelas mineradoras, a fim de diminuir o quantitativo de particulados em benefício ao ambiente, ocorreu a confecção dos compósitos de matriz polimérica, com cargas de resíduos industriais de lama vermelha, caulim e cobre, usando como reforço fibras metálicas de aço, fabricados pelo processo *hand lay-Up* e caracterizados através de ensaios físicos, flamabilidade e mecânicos de flexão e tração e, avaliação das fraturas provenientes do ensaio de tração, com finalidade de produzir um material com possível aplicabilidade como divisórias de parede, revestimento de parede, forros entre outros.

1.1 Objetivos

1.1.1 Geral

Confeccionar compósitos de matriz polimérica pelo processo *hand lay-Up*, com cargas de resíduos industriais de lama vermelha, caulim e cobre, usando como reforço fibras metálicas de aço, para então caracterizá-los, visando a aplicação desse material.

1.1.2 Específicos

- Confeção dos compósitos para caracterização através dos ensaios;
- Ensaios físicos (AA, MEA e PA) para avaliação dessas propriedades no material;
- Ensaio de flamabilidade ocorreu com finalidade de determinar a taxa de queima do material, verificando se houve o comportamento como retardante de chama;
- Verificar o comportamento entre fibra metálica, resíduos e matriz polimérica em relação a deformação nos ensaios mecânicos de tração e flexão.
- Análise da fratura das amostras de interesse provenientes do ensaio de tração das quatro formulações através de Microscopia Eletrônica de varredura (MEV) para verificação da adesão entre os materiais e dos possíveis defeitos ocasionados como trincas, vazios etc.

1.2 Composição do Trabalho

A secção 1 apresenta uma breve introdução acerca do trabalho e os objetivos geral e os objetivos específicos do trabalho.

A secção 2 apresenta o embasamento teórico para as atividades desenvolvidas envolvendo os materiais compósitos, processo de fabricação e técnicas de caracterização do material.

A secção 3 apresenta os materiais e métodos experimentais utilizados para o desenvolvimento do trabalho, com detalhes e representações esquemáticas.

A secção 4 apresenta os resultados obtidos através da metodologia aplicada e do tratamento dos dados obtidos, disponibilizando sempre que necessário, representações gráficas.

A secção 5 apresenta as conclusões que explicam os resultados obtidos no trabalho. De forma objetiva, é apresentado a conclusão do trabalho em resposta aos objetivos traçados. A partir dos resultados obtidos, a secção apresenta propostas para trabalhos futuros.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Materiais Compósitos

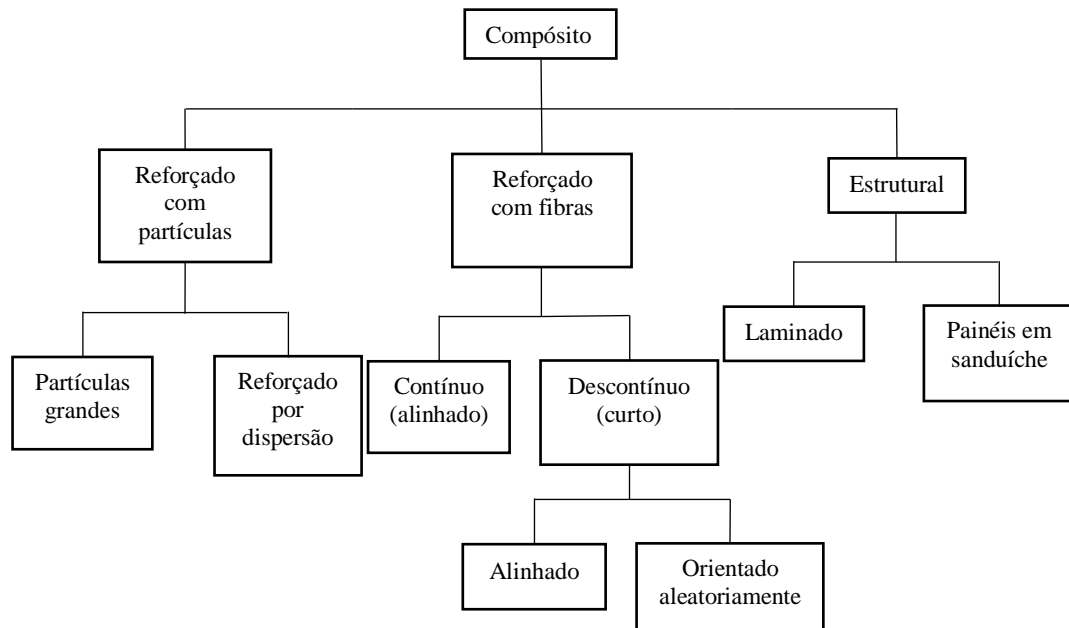
Compósitos são materiais multifásicos que exibem uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases constituintes, tal que é obtida melhor combinação de propriedades. É composto por uma fase contínua podendo ser de cerâmica, metálica ou polimérica e uma fase dispersante podendo ser fibras ou partículas (CALLISTER, 2012).

Os materiais são divididos em quatro vertentes: metais, polímeros, cerâmicos e compósitos. Os compósitos agregam uma gama de materiais heterogêneos e multifásicos, em que a fase descontínua dá a principal resistência ao esforço, e a fase contínua sofre o primeiro esforço, no entanto há a transferência para fase descontínua. Assim os compósitos são materiais multifásicos arranjados com as propriedades das suas fases (MANO; MENDES, 2000; SHELDON, 1982).

Os compósitos são divididos em artificiais e naturais. Geralmente os reforços/cargas em compósitos podem ser particulados ou fibroso. Quando for particulado existem duas formas de distribuição, com partículas grandes ou por dispersão. As partículas grandes agem como cargas e modificam ou melhoram as propriedades do material e/ou substituem uma parte do volume do polímero por ser um material menos oneroso. Os reforçados por dispersão podem aumentar a resistência e endurecer os metais e suas ligas metálicas pela dispersão uniforme de quantidades volumétricas de partículas finas de um material inerte e duro (CALLISTER, 2012; LEVY NETO; PARDINI, 2006).

Quando o reforço for em forma de fibras, existem alguns tipos de distribuição, multiaxial, camada única e multicamadas, podendo ser contínuas (alinhadas) ou descontínuas (curtas). Compósitos multicamadas podem ser em formato de laminas, nas quais podem ter mais de uma orientação. Compósitos híbridos são caracterizados por dois ou mais tipos de fibras ou o compósito é produzido com laminas metálicas alternando com laminas de compósitos, as fibras curtas podem ser também alinhadas ou orientadas aleatoriamente, os compósitos fabricados com fibras contínuas expõem reforço unidirecional ou bidirecional (MANTOVANI, 2017). A Figura 2.1 expõe os tipos de reforços em compósitos de forma simplificada.

Figura 2.1 – Fluxograma dos tipos de compósitos e suas fases



Fonte: Adaptado de Levy Neto e Pardini (2006).

2.2 Compósito com Matriz Polimérica (PMC – *polymer-matrix composites*)

As matrizes poliméricas são as mais comuns empregadas na confecção de compósitos, todavia, em relação a aplicações estruturais os polímeros são impróprios e sua resistência e dureza são menores do que os metais e cerâmicas. Ainda assim, quando incorporado a fase dispersa, geralmente as fibras agem como reforço, ocasionando aumento dessas propriedades no compósito elevando o interesse nesse produto (ALMEIDA; MONTEIRO, 1998).

A fase contínua dos compósitos com matriz polimérica, constitui-se de uma resina polimérica, e a fase dispersa é formada por cargas, aditivos especiais e por fibras que podem ser contínuas ou descontínuas. Esses materiais tem vasta utilização devido as suas propriedades em temperatura ambiente, fácil trabalhabilidade e baixo custo. Contudo, há várias classificações de Compósitos de Matriz Poliméricas (CMPs), para cada tipo de reforço, tipo de matriz e com a geometria ou forma dos reforços presentes denomina-se uma classe, as mais conhecidas são reforços com fibras de vidro, fibras de carbono e com fibras de aramidas (CHAWLA, 2012).

Compósitos poliméricos reforçados com fibras são utilizados em larga escala em aplicações que exigem desse tipo de material desempenho moderado a elevado. Em situações onde a resistência química e mecânica, a durabilidade, a densidade e a integridade estrutural são requisitos essenciais. Os Compósitos poliméricos Reforçados com Fibras (CPRF),

conseguem atender as demandas de mercado com ótimos resultados. Além disso, são uma alternativa quando comparado ao uso de materiais convencionais (MALLICK, 2007; ROSATO, 2005).

2.3 Processos de Fabricação dos Compósitos

O desenvolvimento e a maneira com que os diferentes componentes dos compósitos são combinados estão intimamente relacionados com seus métodos e processos de fabricação. O processo a ser utilizado na fabricação de um compósito depende do que se deseja como produto final (formato da peça, dimensão e acabamento) e a escala de produção necessária na fabricação. Segundo Kelly e Mileiko (1983), a classificação dos tipos de processos mais usados nos plásticos reforçados em função do tipo de molde a ser utilizado: molde aberto ou fechado está exemplificado a seguir.

Processos em molde aberto utilizam, em geral, baixa tecnologia e baixa escala de produção. São eles:

- **Laminação manual (Hand Lay Up):** Feltros de fibras enrolados, mechas trancadas, mantas e outros tecidos de fibras são colocados sobre o molde e impregna-se com resina utilizando-se um pincel. Para melhorar o processo de impregnação, são usados rolos como objetivo de eliminar bolhas. O processo continua com a colocação das camadas até a obtenção da espessura (ou configuração) desejada para a peça. O moldado é curado sem calor nem pressão.

- **Laminação à pistola (Spray Up):** Fios cortados e resina são projetados simultaneamente em um molde preparado e um rolo é passado para melhorar o processo de impregnação (diminuindo a presença de bolhas) e antes que a resina endureça.

- **Centrifugação:** Misturas de fibras e resina são introduzidas em um molde rotatório e curadas "in situ".

- **Enrolamento (Filament Winding):** A modelagem é feita através de enrolamento das fibras contínuas (*roving*) sobre molde rotatório. Também podem ser utilizadas mantas ou tecidos intercalados as etapas de enrolamento do *roving*. Este processo é bastante utilizado na fabricação de peças cilíndricas e tubulações.

Os processos em molde fechado são caracterizados pela presença de molde e contramolde, bem como pelo uso de alta tecnologia e produção em média e alta escala. São eles:

- **Moldagem por compressão:** Processo utilizando o pré-impregnado (preg-preg - SMC,

BMC, HMC, etc.), ou seja, semiprodutos acabados, onde as fibras já se encontram previamente impregnadas pela resina ao serem colocadas no molde aquecido.

- **Pultrusão:** Neste processo fibras impregnadas com resinas são tracionadas através de moldes aquecidos, produzindo assim a polimerização da resina. É o processo utilizado na obtenção de perfis.

2.4 Matriz (Fase Contínua)

A matriz em um material compósito pode ser de três tipos, polimérica, metálica e cerâmica, as quais se caracterizam pela fase contínua no compósito. Comumente são usadas matrizes metálicas e poliméricas, pois se almeja alguma ductilidade, entretanto, nos compósitos com matriz cerâmica, o reforço atua buscando atender melhoria na tenacidade a fratura (CALLISTER, 2012).

A fase matriz efetua algumas funções dentro do compósito, levando em consideração os compósitos reforçados com fibras, ocorre duas principais funções da matriz, a fase contínua tem função de unir essas fibras e sofre o primeiro contato com as tensões externas comportando-se como meio de transferência para as fibras. Dessa forma, o total da carga sofrida pelo compósito, uma pequena porcentagem é suportada pela matriz, por isso a necessidade de ser dúctil, e é imprescindível que o módulo de elasticidade da fibra seja maior que o da matriz. A segunda função é de proteger as fibras individualmente evitando quaisquer tipos de danos superficiais por abrasão mecânica e reação com ambiente (ASKELAND, 2014; MANO, 1991).

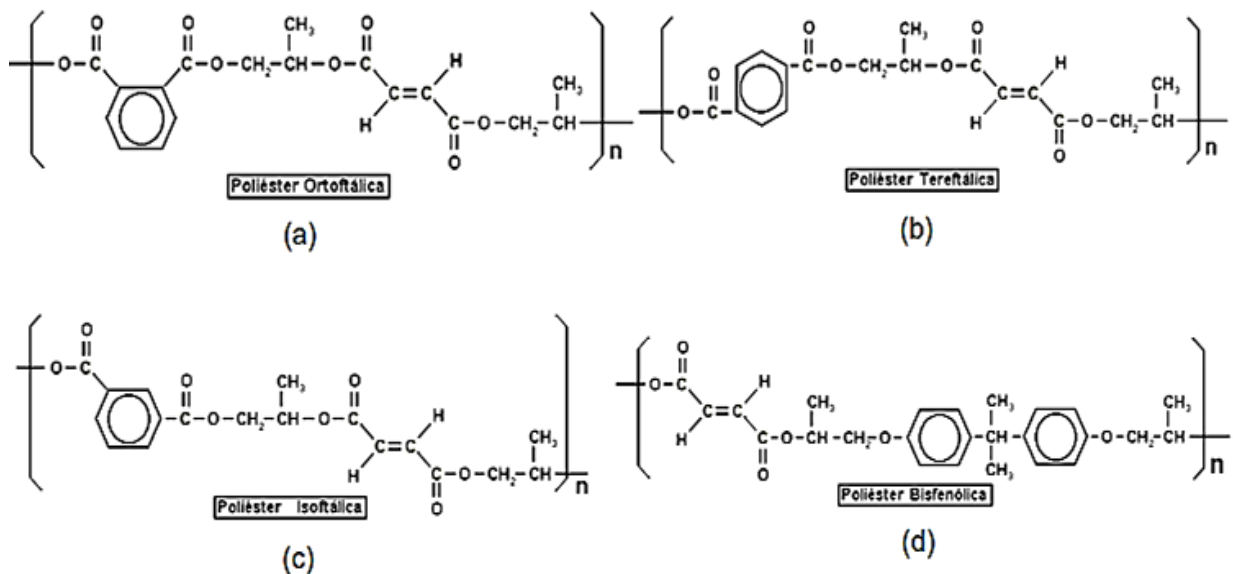
2.4.1 Resina Poliéster

As resinas poliméricas têm se destacado na utilização como matriz em compósitos, podem ser formadas por moléculas (curtas ou longas), compostas por uma rede de entidades estruturais simples denominadas meros. Essas cadeias moleculares podem combinar-se entre si, com outras moléculas semelhantes, ou outros compostos (MILANI, 2015).

Dentre as matrizes termorrígidas utilizadas atualmente, as resinas poliésteres insaturadas são as mais empregadas nos diferentes processos de fabricação de compósitos poliméricos reforçados com fibras. Estas resinas poliméricas apresentam boas propriedades mecânicas, químicas e elétricas, boa estabilidade dimensional, são fáceis de serem processadas e apresentam baixo custo em comparação com as demais resinas termorrígidas (ROSATO, 2005).

Resinas poliésteres insaturadas são produzidas a partir da reação de polimerização por condensação de ácidos orgânicos dicarboxílicos (anidrido maleico, ftálico ou fumárico) e glicóis (etileno ou propileno). O produto resultante da reação de poliesterificação é a formação de um conjunto de cadeias poliméricas insaturadas de baixo peso molecular e água como subproduto (ODIAN, 2004). As estruturas químicas básicas obtidas por este processo estão apresentadas na Figura 2.2.

Figura 2.2 – Principais estruturas químicas das resinas poliésteres insaturadas. (a) poliéster ortoftálica, (b) poliéster tereftálica, (c) poliéster isoftálica e (d) poliéster bisfenólica



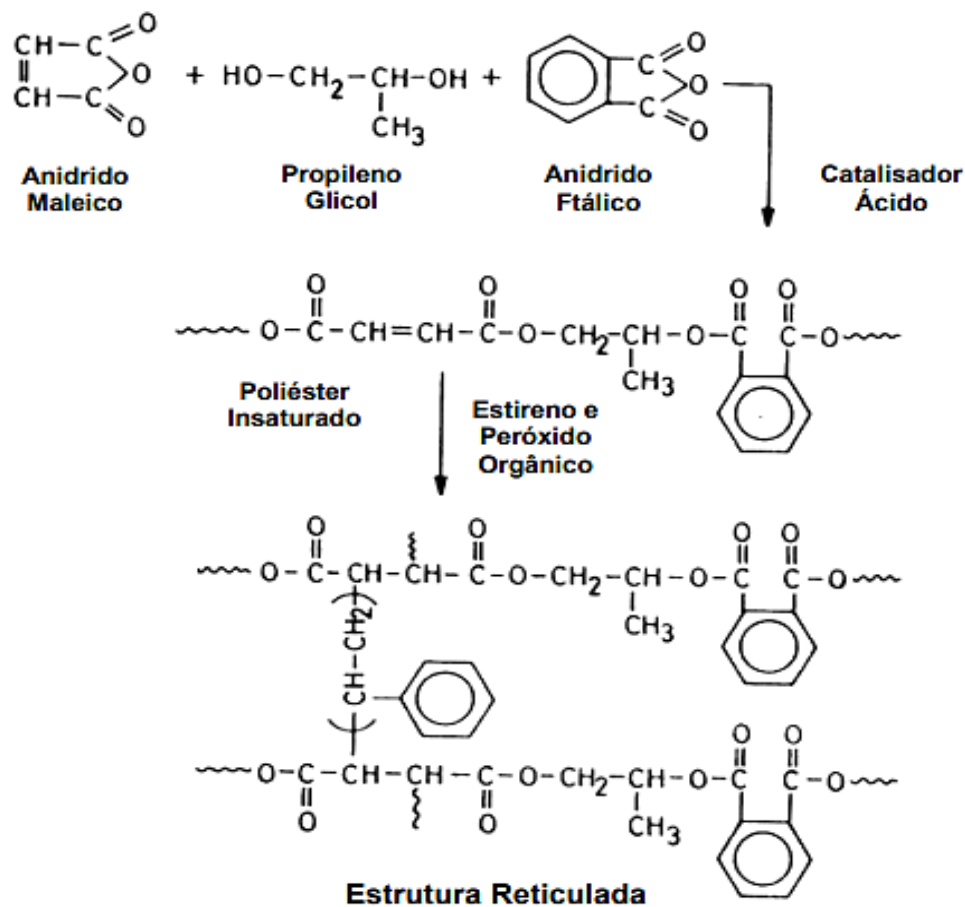
Fonte: Odian (2004).

Ainda segundo Odian (2004), o tipo de ácido e do glicol utilizado irá produzir diferentes tipos de resinas poliésteres insaturadas com propriedades distintas. Ao final do processo de polimerização e com a retirada da água do sistema, o polímero é então dissolvido em monômero de estireno ou em algum outro monômero que contenha ligações vinílicas.

No andamento do processo, a resina polimérica muda inicialmente do estado líquido para o estado gel (gelificação) emancipando energia em forma de calor. A velocidade em que esta reação ocorre depende da temperatura, da composição da resina e da quantidade e reatividade dos iniciadores. No estado gel, a resina passa a ser formada por um conjunto de moléculas poliméricas de baixo peso molecular que foram ligadas entre si por meio de ligações cruzadas, formando uma macromolécula de peso molecular médio que é insolúvel em qualquer solvente mesmo a temperaturas elevadas (ODIAN, 2004).

A Figura 2.3 apresenta a reação de cura ou de reticulação destas resinas que ocorre através de um iniciador que pode ser ativado pela temperatura ou por radiação.

Figura 2.3 – Esquema do processo de obtenção e cura de uma resina poliéster insaturada



Fonte: Odian (2004).

Imediatamente após a gelificação, a resina passa por outra transformação, estado gel para o estado sólido. Neste ponto, ocorre a formação de uma rede polimérica insolúvel, sólida e irreversível que pode ser detectada experimentalmente por um aumento súbito da viscosidade do sistema em pouco tempo e também pela diminuição na liberação de calor do sistema. O processo de formação das ligações cruzadas e em rede envolve a copolimerização do monômero de estireno com a ligação dupla da resina poliéster insaturada na presença de um peróxido, que irá dissociar-se para formar um radical altamente reativo e reagir com as espécies presentes para unir as cadeias poliméricas (ODIAN, 2004).

A Tabela 2.1 apresenta os tipos de resinas poliméricas e algumas características.

Tabela 2.1 – Tipos de resinas poliméricas

Tipos	Comentários
Ortoftálica	Resina mais comum, de menor custo, para uso básico.
Tereftálica	Possui resistência física um pouco superior a ortoftálica, porém baixa resistência a UV.
Isoftálica	Melhores características mecânicas, químicas e térmicas que as anteriores.
Isoftálica c/NPG	O NPG melhora a resistência a hidrólise.
Bisfenólica	Possui as melhores características químicas e térmicas.

Fonte: Silva e Figueiredo (2010).

As resinas poliésteres apresentam algumas vantagens, entre elas: boa estabilidade dimensional; ótima resistência a ambientes quimicamente agressivos; excelentes propriedades elétricas; fácil pigmentação; cura a frio e utilização de moldes simples. Com isso, as resinas poliésteres insaturadas podem ser utilizadas em diferentes processos de fabricação de compósitos poliméricos. A escolha do processo de fabricação depende da complexidade e das dimensões da peça que será produzida (BORGES, 2016).

2.5 Fase Dispersa

2.5.1 Carregamento

Matrizes poliméricas termofixas podem ser acordadas com pequenas partículas inorgânica (carbonatos, silicatos, talco, caulim etc.) ou orgânicas (negro de fumo, grafite etc.). Esses materiais são usados como cargas, cujo as funções são reduzir os custos, aumentar a rigidez e dureza superficial, controlar a viscosidade do meio em que está inserido e decrescer a contração da resina após a cura (HAIDER; HUBERT; LESSARD, 2007).

A característica química, tamanho, geometria, peso, área e energia superficial das partículas e principalmente a adesão com a matriz polimérica são o que define a eficiência da carga (ABU-JDAYIL; AL-MALAH; SAWALHA, 2002; ANTUNES; RAMALHO; CARRILHO, 2014). Assim, quando é adicionada ao sistema, é importante que ocorra boa dispersão e distribuição das partículas na matriz. Essa condição criará uma forte interação entre a fase contínua e dispersa que resultará em melhorias nas propriedades dos compósitos

(LEWIN; MAROM; FRANK, 2005; MANERO *et al.*, 2015).

É essencial saber escolher a carga a ser utilizado. Contaminantes na forma de íons metálicos ativos tem a tendência de acelerar as reações de degradação da matriz. Cargas higroscópicas causam degradações hidrolíticas durante o processamento de alguns polímeros dificultando o processamento e intervindo na qualidade do compósito. Quando abrasivas provocam desgastes nas matrizes de processamento (MURPHY, 2001; BORGES, 2016).

2.5.2 Reforço por Fibra

Um dos principais fatores que regem boas propriedades no compósito é a adesão fibra/matriz, com isso, é importante também que a orientação, a concentração e a distribuição das fibras sejam controladas. Muitas vezes a fase dispersa de um compósito polimérico é composta por fibras na forma de fios contínuos ou descontínuos, mantas de reforço unidirecionais, bidirecionais ou multidirecionais e de véus de superfície. A maior parcela da carga exercida no compósito é suportada pelo reforço, sustentando a matriz polimérica e atribuindo alta resistência mecânica (MALLICK, 2007; ROSATO, 2005).

A fibra de vidro é o reforço mais utilizado na fabricação de compósitos poliméricos reforçados, isso é explicado pela sua disponibilidade, facilidade de utilização em variados processos de fabricação, produz um compósito com resistência específica elevada e quando combinado com alguns plásticos possui uma inércia química que torna o compósito útil em diversos ambientes corrosivos (CALLISTER, 2012).

2.6 Fibras

Existem alguns tipos de fibras, dentre elas as orgânicas (aramida, nylon, carbono, polietileno, juta, linho, cânhamo, sisal, coco etc.) e as inorgânicas (vidro, boro, basalto, óxido de alumínio, aço, amianto etc.). As fibras poliméricas e cerâmicas são caracterizadas por apresentarem pequeno diâmetro filamental, baixa densidade, elevada resistência à tração, alto módulo de elasticidade e pequena deformação elástica. Essas fibras são utilizadas em aplicações que exigem do compósito, um desempenho elevado em relação à resistência mecânica e química. As fibras naturais, por outro lado, são conhecidas por serem biodegradáveis e recicláveis. Além disso, apresentam baixa densidade, pequena abrasividade e baixo custo em comparação com as fibras tradicionais (CHAUDHARY; GOHIL; SHAIKH, 2015; SHAH, 2014).

2.6.1 Fibras de Aço

Devido ao processo de fabricação relativamente acessível financeiramente e outros fatores como: diversos fabricantes, boa aderência fibra/matriz, alto módulo de elasticidade, boa trabalhabilidade, não prejudica à saúde humana e os elevados ganhos de desempenhos estruturais, as fibras de aço vêm conquistando aceitação no mercado global, ou seja, a melhora nas propriedades da matriz, como controle eficiente da fissuração, capacidade de absorção de energia, resistência a impactos etc. (GROSSI, 2006).

As fibras de aço são confeccionadas a partir de arames metálicos com baixo teor de carbono, sua principal comercialização é na forma de esponjas de aço. Indicam proveito sobre os outros tipos de fibras pela sua alta resistência a tração e alta capacidade de aderência a matriz que a envolve. As fibras de aço são as mais utilizadas em elementos estruturais de concreto, pois tem alto módulo de elasticidade e podem ser facilmente deformadas melhorando a capacidade de aderência, cooperando para o crescimento da tenacidade, controle de fissuras, resistência a flexão, resistência ao impacto e fadiga do compósito (MACÊDO NETO, 2016).

Segundo Lopes (2005), alguns vazios na matriz, podem ser explicados pela distribuição heterogênea da fibra, dessa maneira formam aglomerados impedindo a molhabilidade total. A formação de aglomerados em matrizes contendo fibras de aço é função da relação de aspecto, volume de fibras utilizado, granulometria do agregado, geometria das fibras e do procedimento de adição das fibras.

Fabricou-se o primeiro concreto com fibras utilizado estruturalmente em 1971, para a confecção de painéis desmontáveis de 3250 mm² e 65 mm de espessura. O concreto possuía 3 % em fibras de aço estiradas a frio, 0,25 mm de diâmetro e 25 mm de comprimento. Os painéis foram utilizados na garagem do estacionamento do aeroporto de Heathrow, em Londres (MEHTA; MONTEIRO, 2008).

O principal fator a ser atingido com a incorporação de fibras de aço é o comportamento pós-pico (pós-fissuração e tenacidade) do material compósito, e os métodos de projeto usados na engenharia estrutural não consideram, em geral para concreto armado, o comportamento do material a tração. Um requisito importante para o projeto estrutural do concreto reforçado por fibras é que opere a medição dos seus parâmetros de tenacidade e façam parte dos métodos de projeto (MACÊDO NETO, 2016).

Ainda segundo Macêdo Neto (2016), um dos maiores obstáculos para o uso do concreto reforçado com fibras de aço em aplicações estruturais (estado limite e último) é a

ausência de normas nacionais e internacionais aceitas para esse tipo de material. É importante, portanto, que sejam estabelecidas as bases teóricas para o projeto otimizado no estado limite de servicibilidade e estado limite último, de estruturas utilizando concretos fibrosos.

2.7 Resíduos Industriais

2.7.1 Resíduo de Lama Vermelha

Numa das etapas do processo Bayer, clarificação, é gerado um rejeito insolúvel denominado lama vermelha, comumente nas indústrias são construídos depósitos de rejeitos de grandes extensões que comportam esse material, porém grande quantidade desse rejeito não tem finalidade, assim o acúmulo se torna inevitável provocando problemas para a empresa e o meio em que está situada (QUEIROZ *et al.*, 2018). A Figura 2.4 expõe depósitos de rejeitos devidamente projetadas para conter esse resíduo.

Figura 2.4 – Bacias de disposição de lama vermelha



Fonte: Google Earth (2019).

O processo Bayer é utilizado para o refino da bauxita (denominada assim devido à primeira mineração comercial ter corrido no distrito de Les Baux, França) na produção de alumina (Al_2O_3). Foi originalmente desenvolvido para atender uma demanda da indústria têxtil, que utiliza o Al_2O_3 como fixador para o tingimento do algodão. Porém somente com a sua associação ao processo eletrolítico de obtenção do alumínio metálico, processo Hall-Heroult (1886), ganhou importância na metalurgia (SILVA FILHO; ALVES; MOTTA; 2007).

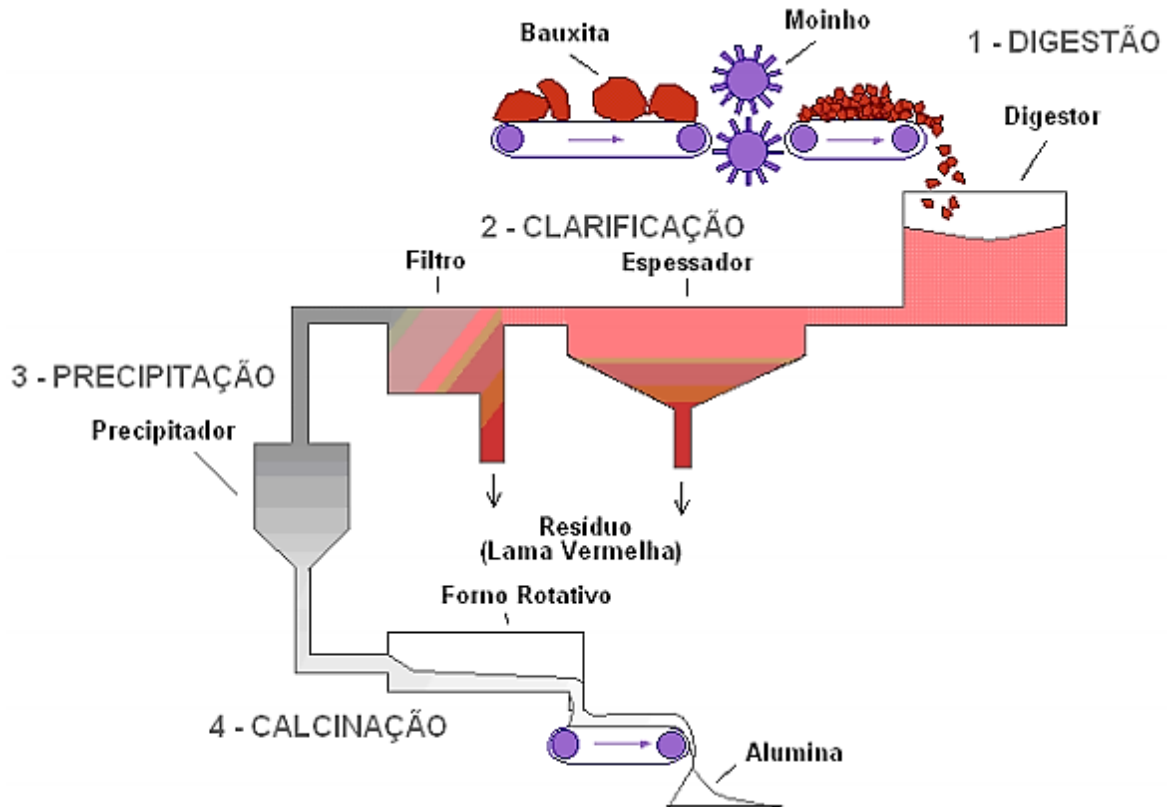
A primeira etapa, digestão, ocorre a moagem da bauxita, seguida pela digestão propriamente dita com uma solução cáustica de hidróxido de sódio (NaOH) relacionando temperatura e pressão. Em determinadas condições a maior parte das espécies possuindo alumínio é dissolvida formando um licor verde (WAO, 2019).

Uma das etapas mais importantes do processo é a clarificação, nela ocorre a separação entre as fases sólida (resíduo insolúvel) e líquida (licor). Normalmente as técnicas empregadas envolvem espessamento seguido de filtração. O espessamento é um processo de decantação, em que o resíduo proveniente da digestão é encaminhado para unidades denominadas de espessadores/lavadores. O objetivo destas unidades é adensar o resíduo, aumentando seu teor de sólidos, para recuperar a maior quantidade de NaOH possível e fornecer um *overflow* para a filtragem (HIND; BHARGAVA; GROCOTT, 1999; GÓIS; LIMA; MELO, 2003).

Em seguida, ocorre a etapa de precipitação, quando se dá o esfriamento do licor verde. Após este esfriamento é feita adição de uma pequena quantidade de cristais de alumina para estimular a precipitação, em uma operação reversa à digestão. A alumina cristalizada é encaminhada para a calcinação e o licor residual contendo NaOH e alguma alumina é recirculada para a etapa de digestão. A calcinação é a etapa final do processo, em que a alumina é lavada para remover qualquer resíduo do licor e posteriormente seca. Em seguida a alumina é calcinada a aproximadamente 1000 °C para desidratar os cristais, formando cristais de alumina puros, de aspecto arenoso e branco (SILVA FILHO; ALVES; MOTTA, 2007).

A produção de alumina através do processo Bayer é apresentada esquematicamente pela Figura 2.5.

Figura 2.5 – Fluxograma do processo Bayer



Fonte: Adaptado de Wao (2019).

Segundo Silva Filho, Alves e Motta (2007), a lama vermelha é composta por óxidos insolúveis de ferro, quartzo, aluminossilicatos de sódio, carbonatos e aluminatos de cálcio e dióxido de titânio (geralmente presente em traços). A lama vermelha sofre uma lavagem, através de um processo de sedimentação com fluxo de água em contracorrente e posterior deságue para a recuperação do NaOH.

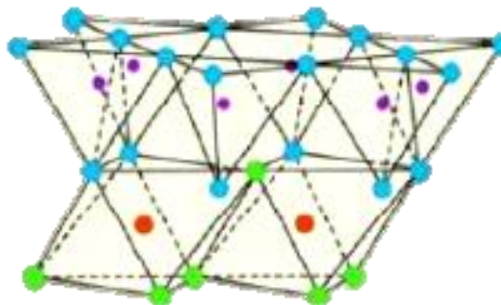
2.7.2 Resíduo de Caulim

O caulim é uma rocha formada por um grupo de silicatos hidratados de alumínio, principalmente caulinita e haloisita. Essa rocha ainda é constituída de outras substâncias na forma de impurezas a exemplo de areia, quartzo, palhetas de mica, grãos de feldspatos, óxidos de ferro e titânio, etc. O caulim é constituído principalmente pelo mineral caulinita, um silicato de alumínio hidratado, cuja sua fórmula é expressa por $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (MÁRTIRES, 2010).

A caulinita é um filossilicato (argilo-mineral) com composição química teórica de 39,50 % de Al_2O_3 , 46,54 % de SiO_2 e 13,96 % de H_2O ; no entanto, podem ser observadas pequenas variações em sua composição. O Caulim apresenta estrutura em camadas, composta por folhas de Si tetraédrico e Al octaédrico com oxigênio comum, com a formação de uma camada 1: 1

como mostra a Figura 2.6 (LUZ *et al.*, 2005; SILVA FILHO, 2014).

Figura 2.6 – Estrutura do caulim



Fonte: Adaptado Silva Filho (2014).

O caulim tem muitas aplicações industriais e novos usos estão sendo constantemente pesquisados e desenvolvidos. É um mineral industrial de características especiais, porque é quimicamente inerte em uma ampla faixa de pH; tem cor branca, apresenta ótimo poder de cobertura quando usado como pigmento ou como extensor em aplicações de cobertura e carga, é macio e pouco abrasivo, possui baixas condutividades de calor e eletricidade e seu custo é mais baixo. Suas principais aplicações são como carregamentos no preparo de papel; como agente de cobertura para papel e na composição das pastas cerâmicas. Em menor escala o caulim é usado na fabricação de materiais refratários, plásticos, borrachas, tintas, adesivos, cimentos, inseticidas, pesticidas, produtos alimentares e farmacêuticos, catalisadores, clarificantes, fertilizantes, gesso, auxiliares de filtração, cosméticos, produtos químicos, detergentes e abrasivos, além de cargas para diversas finalidades (MÁRTIRES, 2010).

Ainda segundo Mártires (2010), as reservas mundiais de caulim são abundantes e de ampla distribuição geográfica. Apenas 4 países detêm 95 % de um total estimado de aproximadamente 15 bilhões de toneladas: Estados Unidos (53 %), Brasil (28 %), Ucrânia (7 %) e Índia (7 %). As reservas brasileiras de caulim são de 24,5 bilhões de toneladas, das quais 9,4 bilhões são medidas. São reservas de altíssima alvura e pureza, e qualidade internacional para uso na indústria de papéis especiais. Os Estados do Pará, Amazonas e Amapá são as Unidades da Federação com maior destaque, participando, respectivamente, com 56 %, 41 % e 2 % do total. Esses depósitos de caulim são do tipo sedimentar, caracterizando-se por grandes reservas com propriedades para diversas aplicações industriais, principalmente em revestimentos de papel.

Na região amazônica localizam-se três principais minas de caulim: uma nas proximidades do Rio Jari no estado do Amapá, sendo atualmente explorada pela empresa

Caulim da Amazônia S. A. (CADAM) e duas na região do Rio Capim no estado do Pará, com o processo de beneficiamento realizado pela empresa Imerys Rio Capim Caulim S. A. (IRCC) (CARNEIRO *et al.*, 2003). Devido a presença de impurezas o caulim precisa passar por um processo de beneficiamento antes de ser utilizado. O processo consiste basicamente em: dispersão, desareamento, centrifugação, separação magnética, alvejamento químico, floculação, filtração, redispersão, separação e secagem (LUZ; DAMASCENO, 1993).

Este processo gera um elevado volume de rejeito poluente que é armazenado em grandes depósitos de rejeitos sólidos, denominados de lagoas de sedimentação, para sua deposição. É considerado como rejeito devido a sua granulometria ($> 2 \mu\text{m}$) que é inadequada para a indústria de cobertura de papel e constitui um problema ambiental, pois necessita de longo tempo para apresentar consistência que possibilite o revestimento para recuperação da área. O rejeito é constituído principalmente pelo argilomineral caulinita e representa um material com potencial para ser aproveitado em áreas como construção civil e cerâmica (MAIA *et al.*, 2007; MAIA; ANGÉLICA; NEVES, 2008; PAZ; ANGÉLICA; NEVES, 2010; BARATA; ANGÉLICA 2012).

O processo de obtenção do caulim tem seu início com a remoção da camada estéril e a extração do minério bruto. Após a eliminação de areia, o material é disperso em água e transportado até o beneficiamento, onde ocorre centrifugação, remoção de ferro por separação magnética e branqueamento químico, para posteriormente o material resultante ser filtrado e secado gerando os produtos finais para embarque. As três principais empresas transportam seus produtos através de minerodutos até o porto de embarque. A natureza da lavra de caulim no Brasil desenvolve-se a céu aberto, sendo utilizadas galerias apenas para pesquisa em alguns depósitos primários. Há casos em que a lavra se faz totalmente mecanizada, como nas minas de caulim de origem sedimentar nos estados do Amapá e do Pará, ou de forma semimecanizada, comum nos depósitos de caulim primário de vários estados das regiões Sudeste e Sul. Como subprodutos do caulim pode haver o aproveitamento de outros bens minerais industriais como quartzo (areia em grandes quantidades), além de mica e feldspato (nos depósitos primários) (MÁRTIRES, 2010). A Figura 2.7 apresenta o resíduo de caulim.

Figura 2.7 – Resíduo de caulim



Fonte: Imerys no Pará (2019).

2.7.3 Resíduo de Cobre

O cobre é um dos metais mais antigos da civilização mundial, de acordo com AJ Wilson's *The Living Rock*, o mais antigo objeto de metal feito à mão descoberto até então é de cobre, e foi encontrado no norte do Iraque datado de 9500 anos A.C. Não é por acaso que, dos quatro mais recentes e importantes períodos que marcam o progresso da humanidade para a vida moderna, um leva o seu nome a partir do próprio metal e outro a partir da sua liga mais amplamente, respectivamente, o Período Calcólítico ou Cobre e a Idade do Bronze. Uma das mais importantes fontes de cobre na antiguidade localizava-se na ilha de Chipre, de onde deriva o seu nome original *cyprium* (minério de Chypre), mais tarde conhecido durante o período romano como *cuprum*, palavra latina que deu origem ao símbolo químico Cu. Na atualidade, o cobre mantém sua relevância para o homem, graças às suas características que lhe conferem diversidade de aplicações no desenvolvimento tecnológico industrial (JESSOP; THOMPSON, 2002).

O elemento químico cobre é um metal de cor avermelhada, calcófilo, de número atômico 29, peso atômico 63,546 u, ponto de fusão 1.023° C, brilho metálico, ótimo condutor de calor e eletricidade, dúctil e maleável. Apresenta elevada resistência à tensão física e à corrosão. Possui propriedade não magnética e é de fácil formação de ligas com outros metais (RICHARDSON, 1997).

O cobre em estado puro, denominado cobre nativo, raramente é encontrado na natureza. Normalmente está associado a outros elementos químicos em várias formas estruturais,

proporções estequiométricas e combinações químicas, formando diversos 5 minerais. Existem dois grupos de minerais: os primários ou sulfetados, ocorrentes em zonas mais profundas da crosta terrestre, com mais alto teor em cobre, e os oxidados ou secundários, de origem mais superficial, de menor teor em cobre. Entre esses grupos são conhecidas cerca de 170 espécies minerais, das quais apenas algumas apresentam importância econômica (OLIVEIRA, 2013). A Tabela 2.2 apresenta alguns dos principais minerais de importância econômica no cenário mundial.

Tabela 2.2 – Principais minerais de importância comercial

Tipo	Nome usual	Fórmula química	% de Cu
Minério primário (sulfetado)	Calcopirita	CuFe_2	34,6
	Bornita	Cu_5FeS_4	63,3
	Calcocita	Cu_2S	79,9
Minério secundário (oxidado)	Covellita	CuS	66,4
	Cuprita	Cu_2O	88,8
	Tenorita	CuO	79,8
	Malaquita	$\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$	57,5
	Azurita	$2\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$	55,3

Fonte: Schlesinger (2011).

A utilização do cobre é limitada para aplicações estruturais, pois para isso é necessário que o material possua elevada resistência mecânica. No caso do cobre, esta propriedade fica ainda mais comprometida quando este é submetido a processos de união a outros materiais em altas temperaturas, pois a recristalização e crescimento de grãos do cobre ocorrem em temperaturas relativamente baixas, isto é, abaixo da temperatura de fusão das ligas de adição. Desta forma, sua resistência mecânica fica ainda mais comprometida (BAGNATO, 2006).

Figura 2.8 – Minério de cobre



Fonte: Vale (2019).

2.8 Fractografia

A fractografia é uma das principais técnicas utilizadas no processo de análise de materiais após falha. Consiste em identificar aspectos fractográficos e estabelecer as relações entre a presença ou ausência desses aspectos com a sequência de eventos da fratura, podendo levar à determinação do carregamento e das condições dos esforços no momento da falha. A fractografia é a chave para se determinar a sequência dos eventos ocorridos durante o processo de fratura e identificar o estado de tensões atuantes no momento da falha. Outros fatores como condições ambientais e defeitos do material podem contribuir para o início e crescimento da fratura e também podem ser avaliados por esta técnica (BORGES, 2018).

Os mecanismos de falha local que podem ocorrer durante a fratura de um compósito fibrado são: a ruptura das fibras, a deformação e o trincamento da matriz, o descolamento das fibras, o deslizamento interfacial seguido da ruptura das fibras (*pull out*) e ainda o efeito denominado de ponte de fibras (*fiber bridging*), onde as superfícies de uma trinca são interligadas por fibras. Vários destes mecanismos podem atuar simultaneamente durante o processo de fratura de um compósito. Obviamente, a importância de cada mecanismo no processo de fratura dependerá do tipo de compósito em estudo, do tipo de carregamento aplicado e da orientação das fibras (SILVA, 2003).

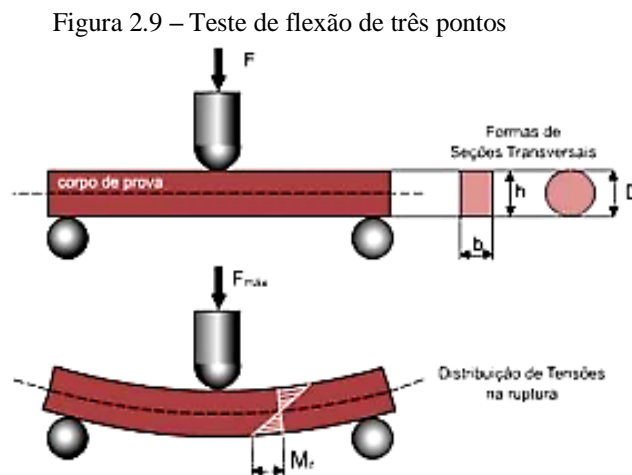
O método de observação utilizado na investigação fractográfica, visual, por microscopia estereoscópica, óptica ou eletrônica, deve atentar não só para a identificação e documentação da morfologia da falha, mas também para informações que ajudem a determinar as causas da falha. Assim três operações básicas devem ser seguidas: (1) classificação do tipo de falha, (2) mapeamento da trinca e (3) análise química da superfície de fratura. A primeira classificação, envolvendo o tipo de falha, conduz a duas definições: falhas interlaminares e translaminares. Esta classificação ajuda muito, pois orienta na utilização de diferentes métodos para melhor estudar cada um dos diferentes tipos de fratura. Fraturas interlaminares ou delaminações são melhores analisadas pela direção de propagação da trinca utilizando-se microscopia óptica estereoscópica, enquanto que as fraturas translaminares, onde ocorre o rompimento das fibras, são melhores analisadas por microscopia eletrônica de varredura (BORGES, 2018).

2.9 Ensaios Mecânicos

2.9.1 Ensaio de Flexão

O ensaio de flexão é utilizado para determinar as propriedades de Resistência à Flexão, Módulo de Elasticidade, Deformação sob Flexão, etc. Essas propriedades são importantes para o controle de qualidade e para avaliar o desempenho dos materiais plásticos quando submetidos a uma carga de flexão. O teste de flexão segundo ASTM D 790, mede a força requerida para dobrar um material sob a carga de três pontos (Figura 2.9). O dado é usado frequentemente para selecionar quais partes do material irão suportar peso sem flexionar. O módulo de flexão é usado como indicador da rigidez do material quando flexionado.

Existem várias dimensões para o corpo de prova de ensaio de flexão, contudo as mais utilizadas são: 3,2 mm x 12,7 mm x 125 mm (ASTM) e 10 mm x 4 mm x 80 mm (Internacional Organization for Standardization - ISO).



Fonte: Tavares (2018).

A tensão de ruptura a flexão pode ser calculada pela Equação 1.

$$\text{TRF} = \frac{3PL}{2bh^2} \text{ (MPa)} \quad (1)$$

Onde, TRF é a tensão de ruptura à flexão (MPa), P é a carga no instante da ruptura (N), L é a distância entre os apoios do corpo de prova (mm), b é a largura do corpo de prova (mm) e h é a altura do corpo de prova (mm).

2.9.2 Ensaio de Tração

No ensaio de tração, um corpo de prova é submetido a um esforço que tende a alongá-lo até à ruptura. Geralmente, o ensaio é realizado num corpo de prova de formas e dimensões padronizadas, para que os resultados obtidos possam ser comparados ou, se necessário, reproduzidos. Este é fixado em uma máquina universal de ensaios que aplica esforços crescentes na sua direção axial, sendo medidas as deformações correspondentes. Os esforços ou cargas são mensurados na própria máquina e normalmente o ensaio ocorre até a ruptura do material (CALLISTER, 2012).

A Equação 2 expressa a relação de tensão exercida pelo material representada por σ .

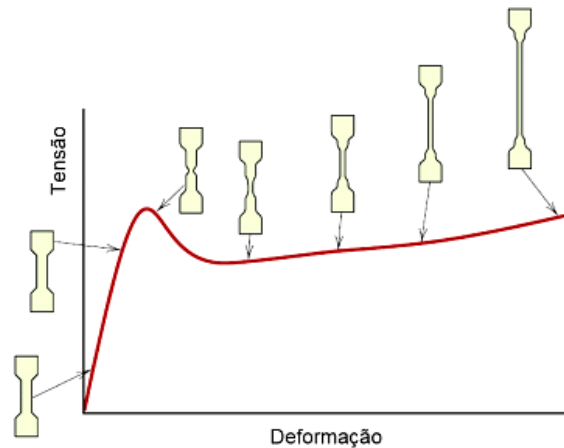
$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (2)$$

Em que F é a carga aplicada à amostra e A é a área da seção original (sem carregamento). A deformação, ε é definida na Equação 3.

$$\varepsilon = \frac{l-l_0}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (3)$$

Onde l é o comprimento longitudinal em um determinado carregamento e l_0 é o comprimento original (sem carga). Curva tensão deformação (Figura 2.10) é dividida em duas regiões distintas: deformação elástica e plástica. A deformação elástica é a temporária, ou seja, é restituída uma vez que a carga é retirada. A região elástica é a porção linear inicial do gráfico. A deformação plástica é a deformação permanente, não sendo totalmente recuperada quando a carga é removida. A região plástica não é linear e é gerada ao exceder o limite da deformação elástica. A definição de um ponto preciso em que o material deixa de ter um comportamento elástico e começa a ter um comportamento plástico é imprecisa. Para determinar esse valor, o que se faz é traçar uma reta paralela à região elástica, deslocada de 0,2 % no eixo de deformação. Assim, analisa-se graficamente o ponto em que essa curva cruza a curva tensão e nesse ponto define-se o limite de escoamento (TAVARES, 2018).

Figura 2.10 – Curva Tensão deformação



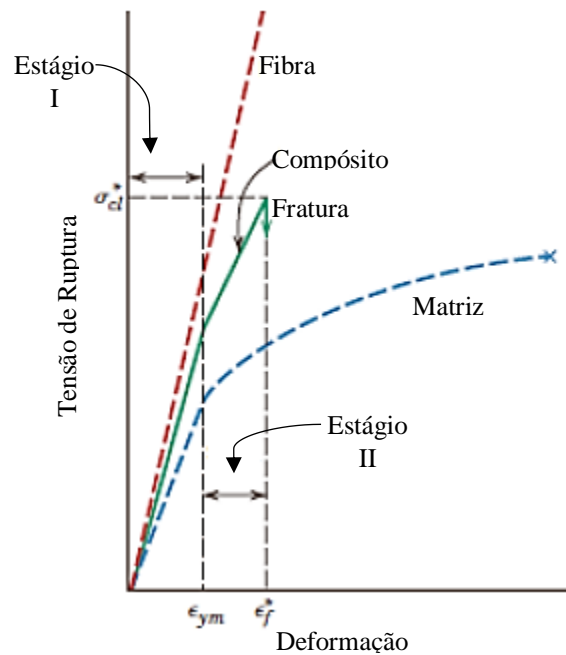
Fonte: Callister (2012).

A inclinação da curva tensão-deformação na região elástica e o módulo de elasticidade E também conhecida como Módulo de Young. A linearidade desta curva é uma aplicação da lei de Hooke, conforme visto na Equação 4.

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (4)$$

Onde o Módulo de Young é uma informação muito valiosa. Ele representa a rigidez de um material, ou seja, sua resistência a deformação elástica. Com o uso de materiais compósitos reforçados com fibras formados por estes materiais (fibra e matriz) deverá exibir resposta tensão deformação uniaxial representado na Figura 2.11, onde se observa que na região inicial do estágio I, fibra e matriz deformam-se elasticamente, nota-se que essa parte da curva é linear. Para um compósito onde fibras são consideradas mais resistentes e a fase matriz admitindo-se com uma pequena diferença quanto à deformação. A matriz escoar e deforma-se plasticamente, enquanto a fibra continua a se alongar elasticamente, tendo em vista que o limite à tração da fibra é consideravelmente maior do que o limite de escoamento da matriz. Sendo esse o estágio II, próximo à linearidade, mas com uma inclinação reduzida em comparação ao estágio I. Além do que, ao passar do estágio I para o estágio II, aumenta a proporção da carga aplicada suportada pelas fibras (TAVARES, 2018).

Figura 2.11 – Comportamento tensão deformação de compósitos formados por matriz termofixa



Fonte: Callister, (2012).

Somente após a fratura da fibra ocorre a falha do compósito, correspondente a deformação de aproximadamente ϵ_f podendo ser observado na Figura 2.11. A falha do compósito não ocorre abruptamente, pois nem todas as fibras rompem-se ao mesmo tempo pois sempre haverá uma variação significativa na resistência dos materiais fibrosos considerados frágeis. Além disso, a matriz ainda preservada, em vista que, $f < m$. Outro fator a ser considerado, é que as fibras curtas que são fraturadas dos originais estão envolvidas pela matriz, que conseqüentemente são capazes de suportar uma carga reduzida enquanto ocorre a deformação da matriz (CALLISTER, 2012).

2.10 Flamabilidade

Para os polímeros a energia é transferida através da vibração e rotação das moléculas da sua cadeia. A resistência térmica e condutividade térmica dos polímeros estão relacionadas com o grau de cristalinidade deste material. Quanto maior o grau de cristalinidade, maior sua condutividade térmica, tendo em vista que, a vibração das moléculas acontecerá de forma coordenada e mais efetiva entre as cadeias moleculares (CALLISTER, 2012).

Condutividade térmica é uma característica específica de cada material e caracteriza-se pela capacidade de transferir calor de um ponto de maior energia para outro ponto de menor energia. Quanto maior a condutividade térmica de um material, maior será sua capacidade de

transferir calor entre suas moléculas, então esse material apresenta característica de condutor térmico. Entretanto, os materiais com baixa condutividade, ou baixa capacidade de transferir calor entre suas moléculas, possuem características de isolantes térmicos (SILVA, 2015).

2.11 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura se apresenta como a técnica mais adequada quando há necessidade de observar em magnitudes de maiores aumentos, pois permite alcançar aumentos muito superior ao da microscopia ótica. Dependendo do material pode atingir até 900 000 vezes, mas para a análise de materiais normalmente o aumento é da ordem de 10 000 vezes. No caso da microscopia eletrônica a área ou o microvolume a ser analisado é irradiado por um fino feixe de elétrons ao invés da radiação da luz. Como resultado da interação do feixe de elétrons com a superfície da amostra, uma série de radiações são emitidas tais como: elétrons secundários, elétrons retroespalhados, raios-X característicos, elétrons Auger, fótons, etc. Estas radiações quando captadas corretamente irão fornecer informações características sobre a amostra (topografia da superfície, composição, cristalografia, etc.).

Na microscopia eletrônica de varredura os sinais de maior interesse para a formação da imagem são os elétrons secundários e os retroespalhados. A medida que o feixe de elétrons primários vai varrendo a amostra estes sinais vão sofrendo modificações de acordo com as variações da superfície. Os elétrons secundários fornecem imagem de topografia da superfície da amostra e são os responsáveis pela obtenção das imagens de alta resolução, já os retroespalhados fornecem imagem característica de variação de composição (DEDAVID, 2007).

3 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

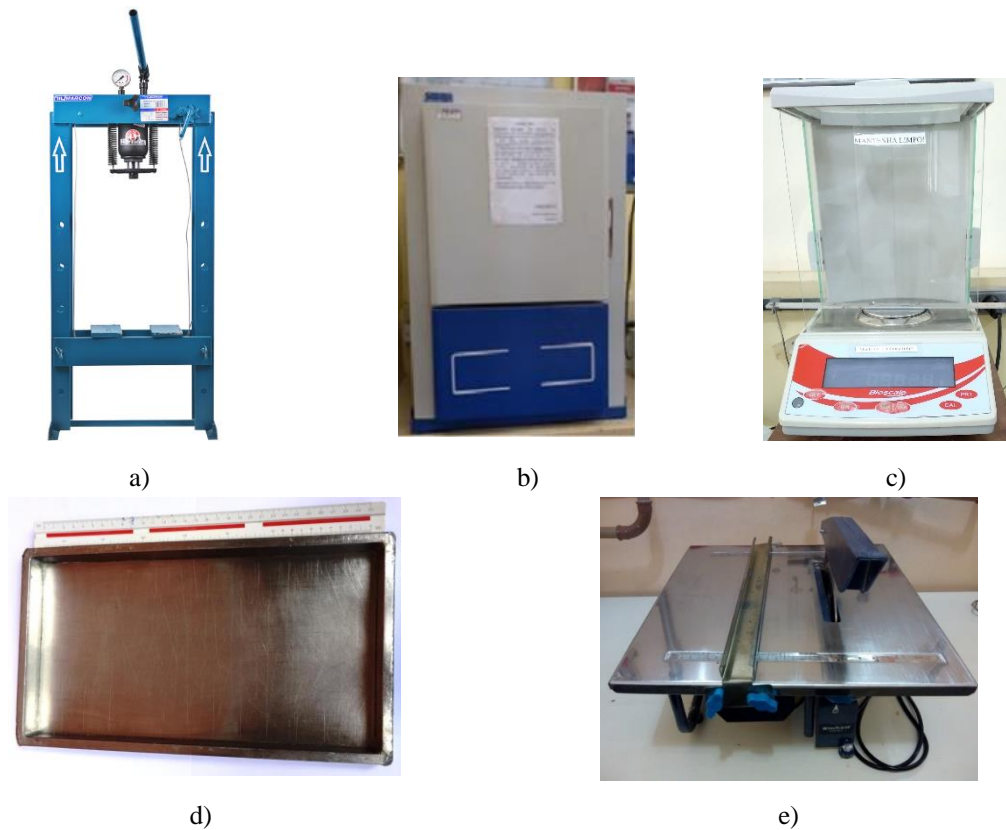
3.1 Equipamentos Utilizados

Os equipamentos utilizados na execução do trabalho estão apresentados a seguir, disponibilizados pelo Laboratório de Engenharia Química (LEQ) da Universidade Federal do Pará, campus Belém.

- **PRENSA HIDRÁULICA**, MARCON, modelo MPH-15, com capacidade de 15 ton;
- **ESTUFA**, DE LEO – Equipamentos Laboratoriais, T 50 °C a 250 °C;
- **BALANÇA ANALÍTICA**, ELETRONIC COMPACT SCALET, modelo SF 400 C;
- **MOLDE METÁLICO**, Dimensões (320 mm x 172,5 mm x 5 mm);
- **MÁQUINA DE CORTE**, EINHELL, modelo BT-TC-9005.

A Figura 3.1 expõe os equipamentos utilizados do Laboratório de Engenharia Química citados acima.

Figura 3.1 – Equipamentos: a) prensa hidráulica; b) estufa; c) balança analítica; d) molde metálico; e) máquina de corte



Fonte: Elaborado pelo Autor.

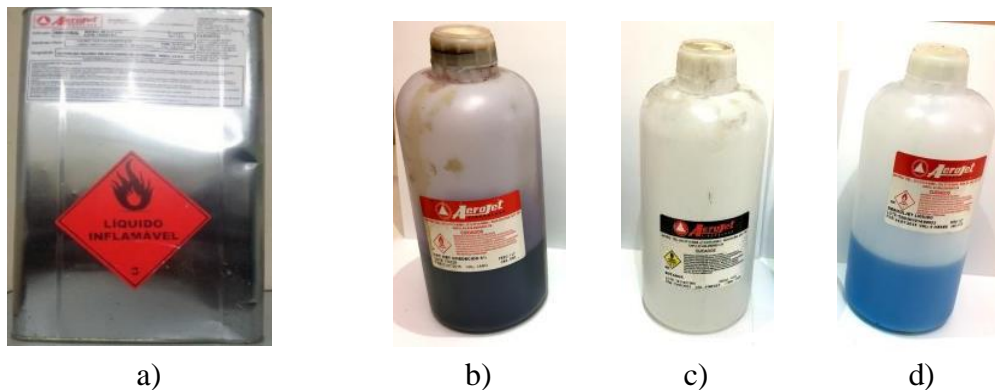
3.2 Materiais

3.2.1 Matriz Polimérica

Para fabricação do compósito utilizou-se como matriz a resina poliéster isoftálica, AM 910 AEROJET®, possui propriedade de média reatividade, amarelada, não acelerada, baixa viscosidade, boa resistência química. Foi utilizado neste trabalho como ativador o produto comercial BUTANOX M-50 (Peróxido de metil etil cetona [MEK-P]). O iniciador de cobalto utilizado na fabricação dos compósitos foi o produto comercial denominado CAT MET UMEDECIDO (Solução de Octoato de cobalto 1,5 %), todos os produtos comerciais, resina isoftálica, MEK- P, e CAT MET UMEDECIDO foram adquiridos da empresa Aerojet Brasileira de Fiberglass LTDA.

Os materiais utilizados para a confecção da matriz plena estão destacados na Figura 3.2.

Figura 3.2 – Materiais: a) resina poliéster insaturada; b) acelerador de cobalto; c) iniciador peróxido de etil-metil cetona (MEK-P) e d) desmoldante



Fonte: Elaborado pelo Autor.

3.2.2 Fibra Metálica

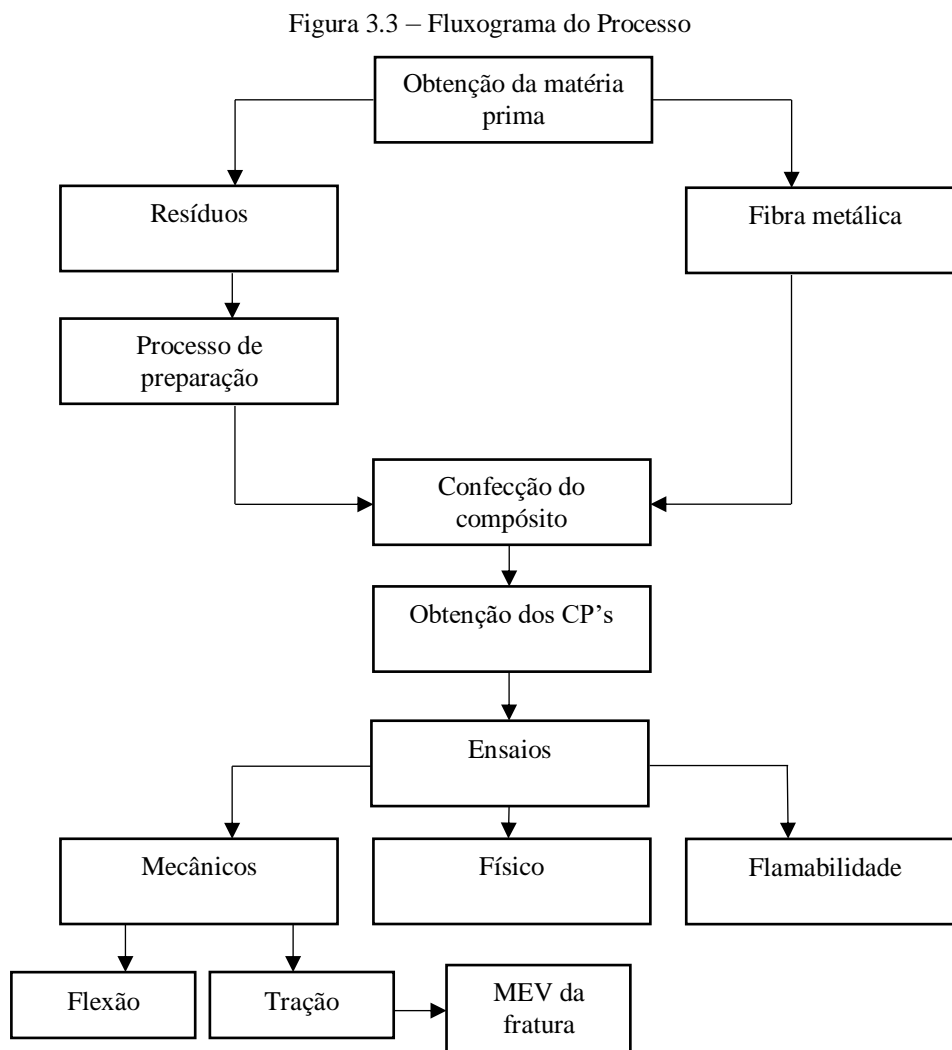
Foi utilizada fibra metálica, disponível no mercado local de Belém sendo comercializadas em pequenas embalagens em formato de lã com fins domésticas, sem prévio tratamento químico superficial, com a finalidade de não aumentar o custo do compósito fabricado. Para a fabricação dos compósitos, a lã sofreu somente um aquecimento afim de retirada de possíveis umidades.

3.2.3 Resíduos Industriais

Os resíduos utilizados nesse trabalho, lama vermelha (LV), caulim (CA) e cobre (CO) foram cedidos pelas empresas Hydro Alunorte, Imerys e Vale respectivamente, essas matérias primas chegam em pequenos contêineres como a lama vermelha ou em sacas no caso dos resíduos de cobre e caulim, posteriormente ocorre o processo de preparação para então ser trabalhadas na confecção dos compósitos.

3.3 Procedimentos Experimentais

A Figura 3.3 apresenta o fluxograma das etapas desde a obtenção da matéria prima até os ensaios realizados para obtenção dos resultados.

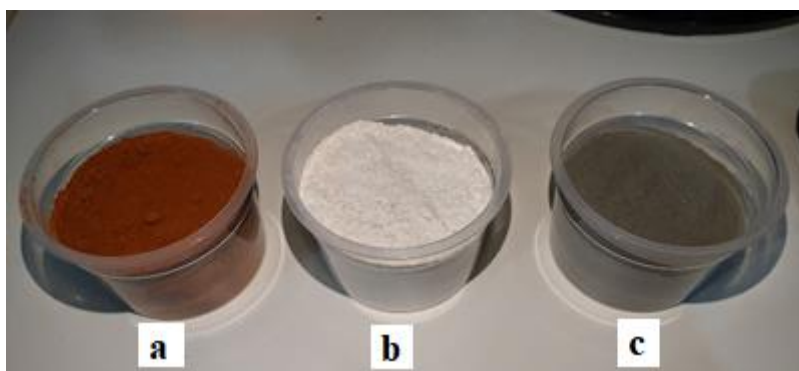


Fonte: Elaborado pelo Autor.

3.3.1 Preparação da Matéria Prima

O preparo da matéria prima ocorreu na usina de materiais (USIMAT). Os resíduos foram levados a estufa a 105° C por 24 h para secagem, posteriormente foram desagregados ou cominuídos manualmente, voltaram então para a estufa a 105° C por 24 h, em seguida foram classificados através de uma peneira com abertura de 0,149 mm (Figura 3.4).

Figura 3.4 – Resíduos industriais de a) Lama Vermelha (LV), b) Caulim (CA) e c) Cobre (CO)



Fonte: Elaborado pelo Autor

3.3.2 Composição

Foram confeccionados um total de 294 corpos de prova, 140 para ensaios mecânicos (flexão e tração) sendo cinco para cada composição, 42 para ensaio de flamabilidade e 112 para ensaios físicos. A Tabela 3.1 apresenta as formulações dos resíduos (%R) de lama vermelha (LV), caulim (CA), cobre (CO) e a fibra metálica (%FM) e resina utilizadas no trabalho.

Tabela 3.1 – Formulações utilizadas

%FM - %R	Resina (g)	Fibra (g)	Resíduo (g)	CO (ml)	MEK (ml)
0-0	310,5	0	0	4,14	2,76
5-0	294,97	15,52	0	3,93	2,62
5-5	279,46	15,52	15,52	3,72	2,48
5-10	263,92	15,52	31,04	3,51	2,34
5-15	248,4	15,52	46,56	3,31	2,2
5-20	232,87	15,52	62,1	3,1	2,07

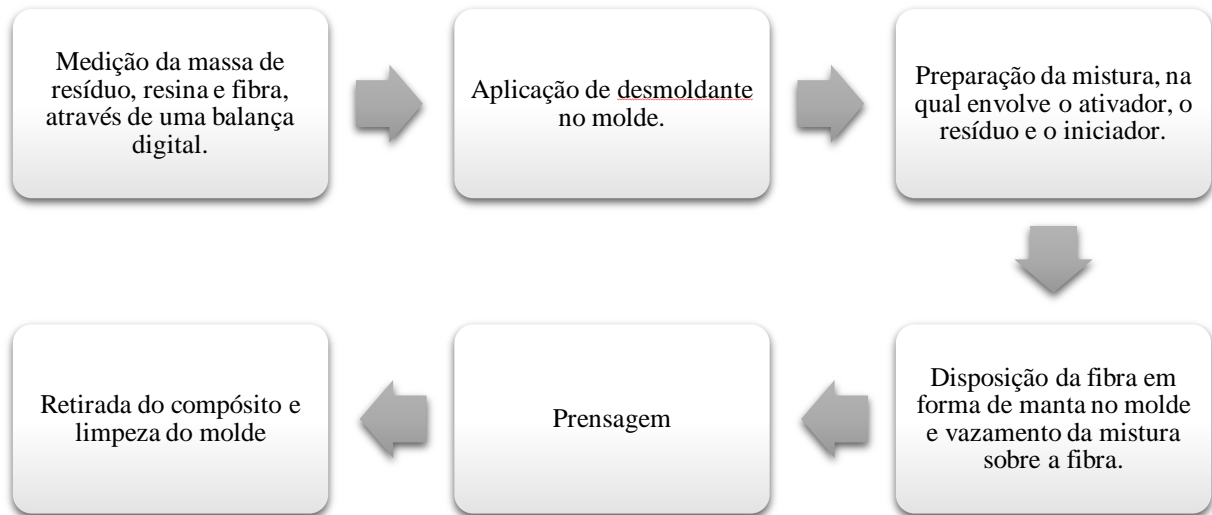
Fonte: Elaborado pelo Autor.

Nota: %F M= porcentagem de fibra, %R= porcentagem de resíduo.

3.3.3 Confeção dos Compósitos

O fluxograma, Figura 3.5, ilustra as etapas de confecção das formulações de fabricação dos compósitos.

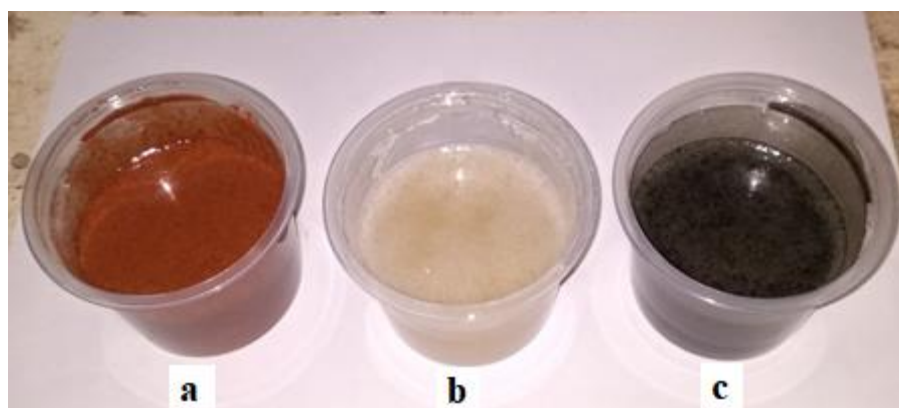
Figura 3.5 – Fluxograma de produção dos compósitos



Fonte: Elaborado pelo Autor.

A fabricação dos compósitos seguiu o método manual *hand lay up*. A etapa inicial para confecção dos compósitos e a determinação da porcentagem mássica do resíduo, resina e fibra metálica, com isso, a retirada de umidade do resíduo e da fibra metálica foi realizada em estufa a 105 °C. Em seguida aplicou-se o desmoldante no molde metálico, para não haver contato direto e facilitar a retirada do compósito. O ativador é adicionado à resina e ocorre à agitação de em média 40 segundos até formar apenas uma fase, em seguida o resíduo é adicionado e homogeneizado, para a finalização da mistura adiciona-se o iniciador para o processo de cura, a Figura 3.6 mostra a mistura antes de ser vazada sobre a fibra metálica no molde.

Figura 3.6 – Misturas homogeneizadas a) Lama Vermelha (LV), b) Caulim (CA) e c) Cobre (CO)



Fonte: Elaborado pelo Autor.

A fibra metálica, 5 % em massa, foi disposta em forma de manta tentando preencher de maneira uniforme todo o molde metálico (Figura 3.7), em seguida a mistura foi despejada sobre a fibra de maneira uniforme, espera-se atingir o ponto de gel, 5 min a 7 min, para então ocorrer a prensagem hidráulica com carga de 25 kN durante um tempo de 20 minutos, após esse período o compósito é retirado do molde e colocado em local apropriado permanecendo por 24 horas para finalização do processo de cura.

Figura 3.7 – Fibra disposta no molde metálico



Fonte: Elaborado pelo Autor.

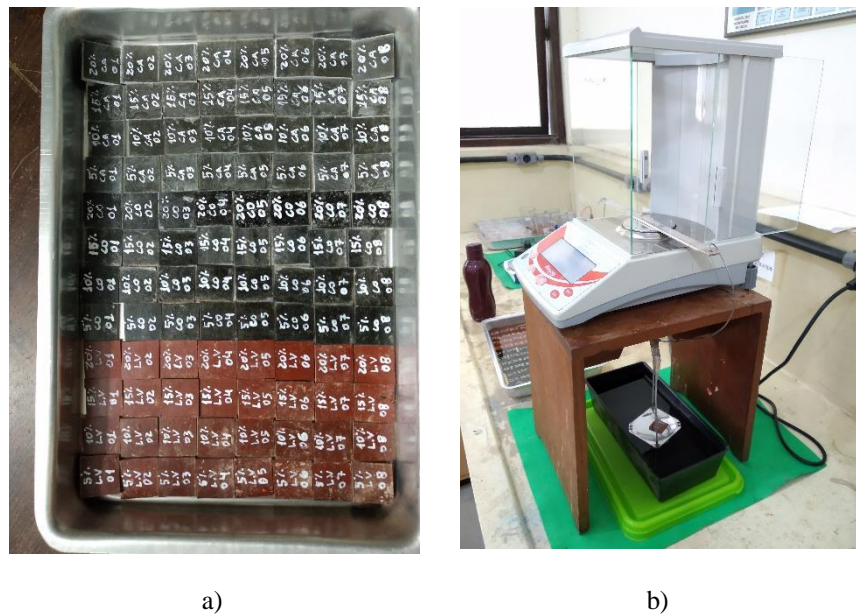
3.3.4 Ensaios Físicos

Após cura total dos compósitos, foram preparados corpos de prova para realização dos ensaios. As propriedades estudadas foram Porosidade Aparente (PA (%)), Absorção de Água (AA (%)) e Massa Especifica Aparente (MEA (g/cm^3)).

As propriedades físicas dos materiais compósitos seguiram os padrões estabelecidos pela norma NBR 12766. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Análise de Materiais do Laboratório de Engenharia Química da Universidade Federal do Pará. Para a realização dos

testes de massa específica aparente, porosidade aparente e absorção de água foram preparadas oito amostras para cada composição e os testes foram feitos afim de obter os dados de massa seca, massa úmida e massa imersa. As amostras foram secas em 105 °C por 24 h para a verificação da massa seca, posteriormente foi imersa em água destilada por 24 h a fim de se obter a massa úmida e em seguida foi verificada a massa imersa através de um aparato instalado na balança analítica. A Figura 3.8 apresenta as amostras preparadas e a balança com o aparato.

Figura 3.8 – Ensaio físicos: a) amostras preparadas e b) balança analítica



Fonte: Elaborado pelo Autor.

Porosidade Aparente

A medida da porosidade aparente foi determinada pela Equação 5:

$$PA(\%) = \frac{M_u - M_s}{M_u - M_i} \times 100 \quad (5)$$

Absorção de Água

O resultado de Absorção de Água foi determinado pela Equação 6.

$$AA(\%) = \frac{M_u - M_s}{M_s} \times 100 \quad (6)$$

Massa Específica Aparente

A massa específica aparente foi determinada pela Equação 7.

$$MEA(g/cm^3) = \frac{Ms}{Mu - Mi} \quad (7)$$

Onde Mu é a massa úmida em g, Ms é a massa seca em g, Mi é a massa imersa em g e ρ_L é a massa específica da água em g/cm^3 .

3.3.5 Ensaio de Flamabilidade

Realizou-se o ensaio de flamabilidade na Usina de Materiais do Laboratório de Engenharia Química. Os corpos de prova utilizados foram com as mesmas dimensões dos corpos de prova para o ensaio de flexão, porém seguindo as diretrizes da norma ASTM D 635, teste de flamabilidade horizontal nos compósitos. A Figura 3.9 demonstra o ensaio sendo realizado no compósito.

Figura 3.9 – Ensaio de flamabilidade



Fonte: Elaborado pelo Autor.

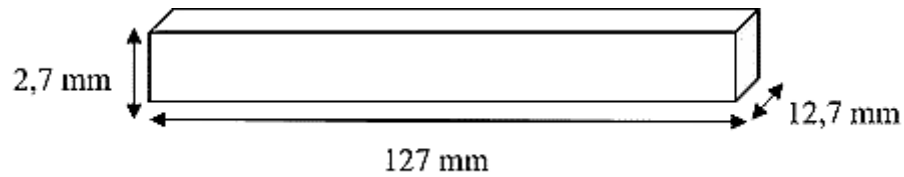
3.3.6 Ensaio Mecânicos

3.3.6.1 Ensaio de Flexão

O ensaio de flexão foi realizado em uma máquina da marca AROTEC, modelo WDW 100e com célula de carga de 5 kN. A velocidade de deslocamento do cabeçote no ensaio foi

configurada em 2 mm/min. O ensaio foi realizado no Laboratório de Engenharia Mecânica na Universidade Federal do Pará, Campus Tucuruí, seguindo a norma ASTM D 790. Foram fabricados 5 corpos de prova para cada composição. As dimensões dos corpos de prova para o ensaio de flexão estão apresentadas na Figura 3.10a. Os corpos de prova foram adquiridos a partir dos laminados acabados com lixamento manual, Figura 3.10b.

Figura 3.10 – Dimensões a) corpo de prova de flexão e b) corpos de prova para ensaio de flexão



a)



b)

Fonte: Adaptado de (ASTM D 790).

A Figura 3.11 apresenta a máquina utilizada para execução do ensaio de flexão dos compósitos.

Figura 3.11 – Máquina universal para ensaio de flexão

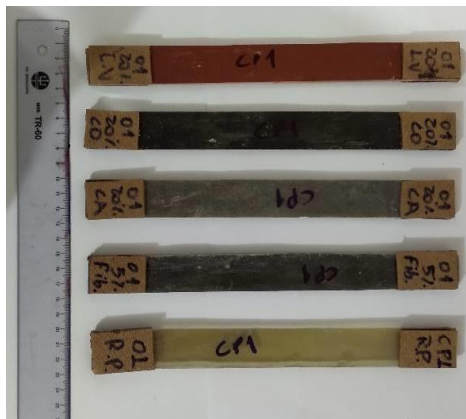
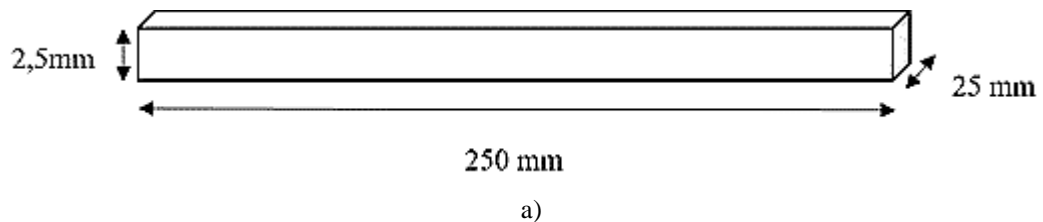


Fonte: Elaborado pelo Autor.

3.3.6.2 Ensaio de Tração

Os compósitos foram caracterizados mecanicamente por meio de ensaio de tração uniaxial, realizado segundo a norma ASTM D 3039. Os corpos de prova para esse ensaio foram fabricados nas dimensões apresentadas na Figura 3.12a. Os corpos de prova foram cortados, a partir dos laminados, em uma mesa de corte. Na Figura 3.12b são mostrados os cp's para a realização do ensaio de tração. Foram confeccionados 5 corpos de prova de tração para cada composição.

Figura 3.12 – Dimensões a) corpo de prova de tração e b) corpos de prova para ensaio de tração



Fonte: Adaptado de (ASTM D 3039)

Os ensaios de tração foram realizados em máquina universal KRATOS, modelo KE 2000 kgf com carga máxima de 5 kN, a uma velocidade de ensaio de 2 mm/min, foram realizados no laboratório da Universidade Federal do Pará, Campus Tucuruí. A máquina utilizada na realização dos ensaios é ilustrada na Figura 3.13.

Figura 3.13 – Máquina de ensaio de tração.



Fonte: Elaborado pelo Autor.

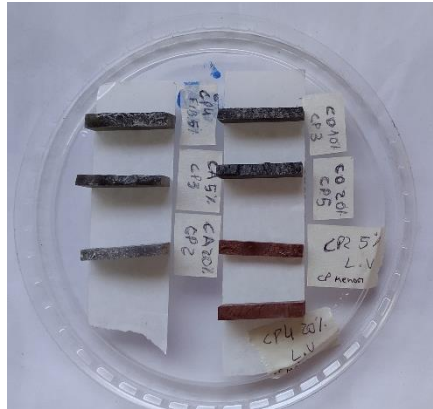
Análise estatística

Os resultados obtidos no ensaio mecânico de tração e flexão foram analisados através da análise de variância (ANOVA) de fator único através do software Past 3.2 com confiabilidade de 95 %. Para os resultados estatisticamente significativos ($p\text{-Valor} < 0,05$) a hipótese nula (H_0) foi rejeitada, indicando que os níveis analisados apresentam efeito significativo na variável dependente. Para os resultados que atendam a condição para rejeição da hipótese nula, ou seja, na qual ao menos um dos níveis seja, em média, estatisticamente diferente dos demais, foi aplicada o teste de Tukey (TSD) para comparação entre as médias (MENDES, 2019)

3.3.7 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Foram realizadas imagens da fratura das amostras obtidas dos ensaios de tração e a análise química utilizando espectroscopia de energia dispersiva EDS (Figura 3.14). As micrografias foram realizadas no Laboratório de Caracterização de Materiais na Mineração, Metalurgia e Siderurgia (MATCAM) da Universidade Federal do Pará, no equipamento de bancada da marca HITACHI (modelo TM 3000) e as imagens foram capturadas por elétrons retro espalhados, de um filamento de tungstênio com voltagem de 5 kV.

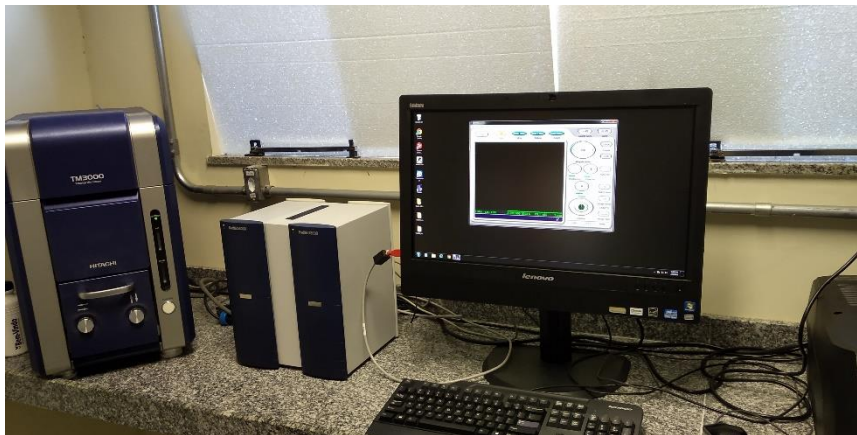
Figura 3.14 – Amostra para imagem no MEV



Fonte: Elaborado pelo Autor.

A Figura 3.15 apresenta o equipamento para Microscopia eletrônica de Varredura no qual foram feitas as imagens para os compósitos e, acoplado a ele o equipamento de EDS na qual utilizou-se para caracterizar e analisar a fibra metálica.

Figura 3.15 – Equipamento de MEV e EDS.



Fonte: Elaborado pelo Autor.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

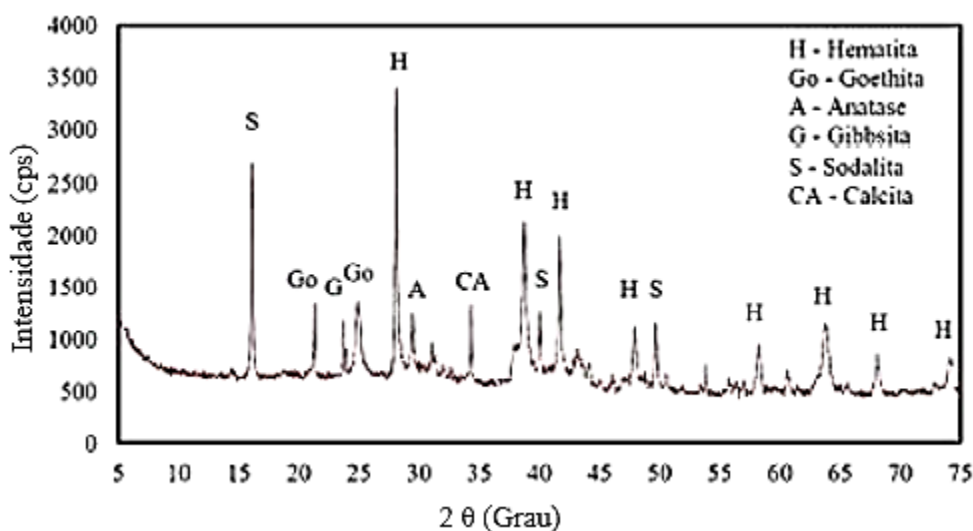
Os materiais compósitos produzidos demonstraram boa homogeneidade, com formato retangular e poucos defeitos macroscópicos.

4.1 Caracterização dos Materiais

4.1.1 Difração de Raios-X dos Resíduos

Os resíduos de lama vermelha, cobre e caulim foram caracterizados através da técnica de difração de Raios-X (DRX), que analisa as fases dos minerais presentes com seus respectivos picos característicos. As Figuras 4.1, 4.2 e 4.3 apresentam respectivamente, os difratogramas dos resíduos de lama vermelha, cobre e caulim. Através dos diversos picos característicos, é possível identificar as principais fases mineralógicas presentes em cada amostra.

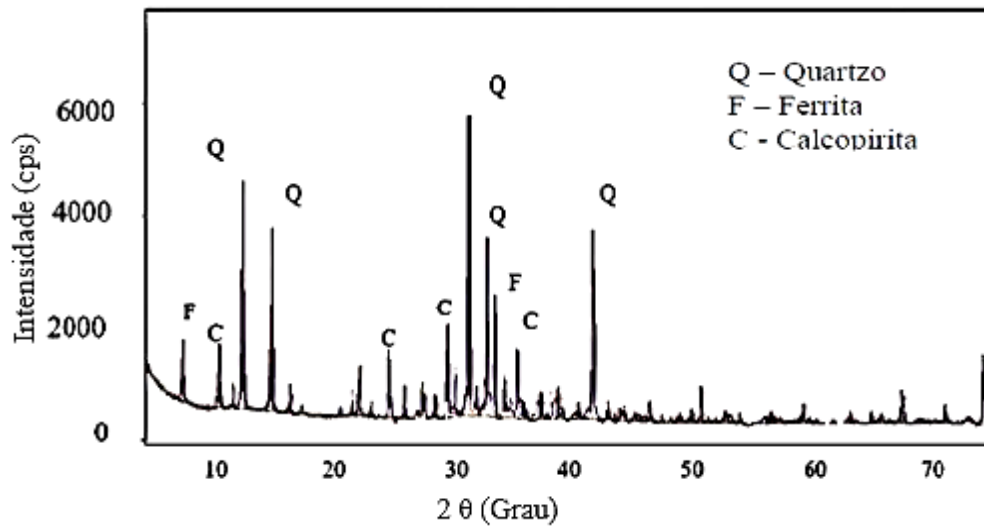
Figura 4.1 – Difratograma da lama vermelha



Fonte: Elaborado pelo Autor.

Na análise mineralógica para a lama vermelha, realizada através de difração de raios-X (DRX), encontra-se os principais picos sinalizados como sendo da hematita (H) - PDF 01-073-2234, goethita (GO) – PDF 00-017-0536, anatase (A) – PDF 01-071-1167, gibbsita (G) – PDF 00-029-0041, sodalita (S) - PDF 01-089-8955 e calcita (CA) – PDF 00-005-0586. Estando de acordo com trabalhos já realizados por outros autores como Costa (2016) e Queiroz (2018).

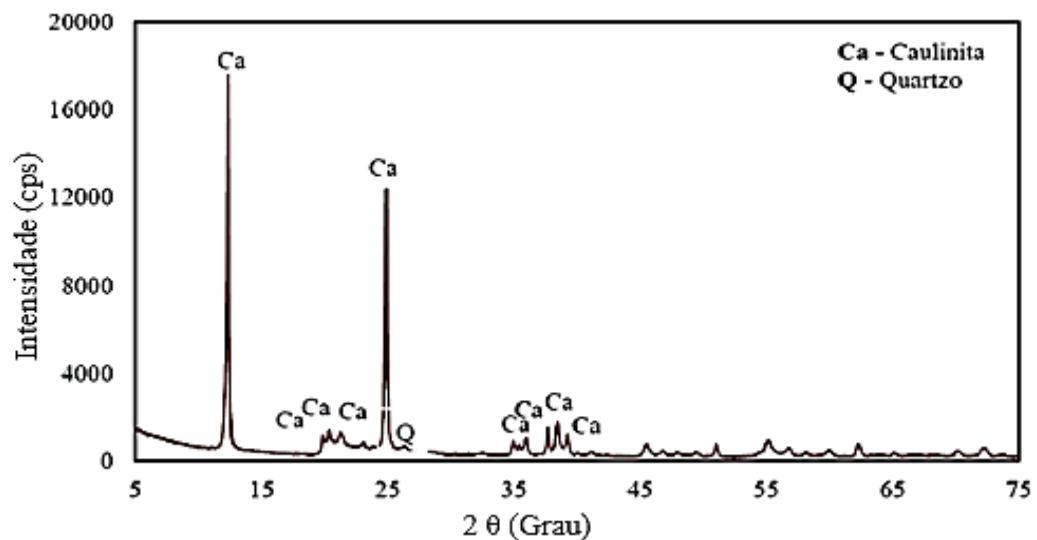
Figura 4.2 – Difratoograma do resíduo de cobre



Fonte: Elaborado pelo Autor.

A análise difratométrica realizada na amostra de resíduo de cobre, como é mostrada na Figura 4.2, apresentou os principais componentes mineralógicos do material de acordo com suas respectivas fichas PDF. Os principais picos correspondem ao quartzo (Q) – PDF 01-085-0795, ferrita (F) – PDF 01-088-1939 e calcopirita (C) – PDF 00-001-0842, componentes estes já observados em estudos anteriores (MOURA; DAL MOLIN, 2004; NASCIMENTO *et al.*, 2014). Pode-se observar na Figura 4.2, o quartzo se encontra em maior quantidade na amostra de resíduo de cobre analisada, indicando uma influência do mesmo na propriedade mecânica dos compósitos produzidos com a adição de resíduo de cobre na matriz polimérica.

Figura 4.3 – Difratoograma do resíduo de caulim



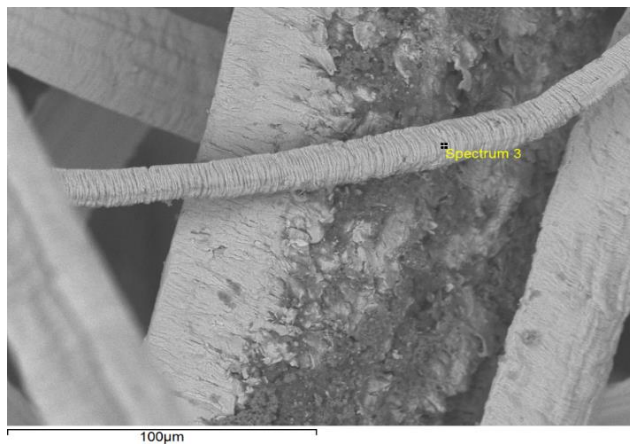
Fonte: Elaborado pelo Autor.

A análise difratométrica realizada na amostra de resíduo de caulim, Figura 4.3, apresentou os principais componentes mineralógicos do material de acordo com suas respectivas fichas PDF. Os principais picos correspondem a caulinita (Ca) - PDF 14-0164 e quartzo (Q) - PDF 05-0490, já previstos segundo estudos realizados em anos anteriores por Costa (2016) e Moraes (2018).

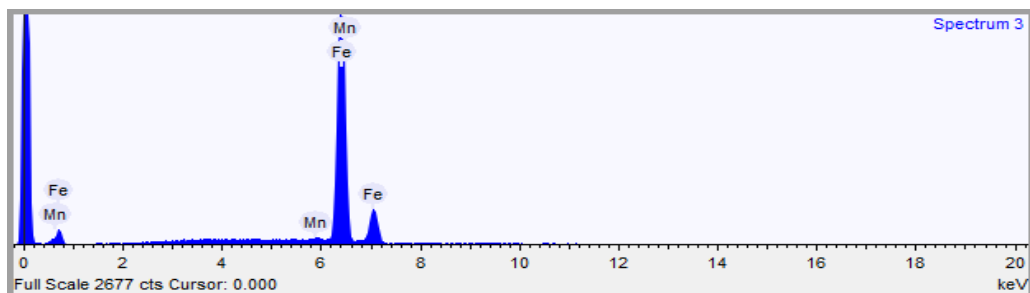
4.1.2 Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) da Fibra Metálica

A espectroscopia de energia dispersiva (EDS) realizada nas fibras metálicas utilizadas na confecção dos compósitos trabalhados, afim de identificar os elementos constituintes da fibra. A Figura 4.4 apresenta a micrografia da fibra metálica. Dessa forma, foi possível identificar a composição do material.

Figura 4.4 – Análise da fibra metálica



a)



b)

Fonte: Elaborado pelo Autor.

Ainda na Figura 4.4, mostra no detalhe o EDS pontual nas fibras, na qual foi confirmada a natureza ferrítica das fibras através da presença dos elementos químicos Ferro (Fe) e Manganês (Mn), estando de acordo com os estudos realizados por Macêdo Neto (2016).

Através do espectro 3 realizado na fibra metálica, foi possível identificar os elementos contidos na fibra. Assim, a Tabela 4.1 apresenta o percentual em peso de cada elemento identificado.

Tabela 4.1 – Elementos identificados na fibra metálica

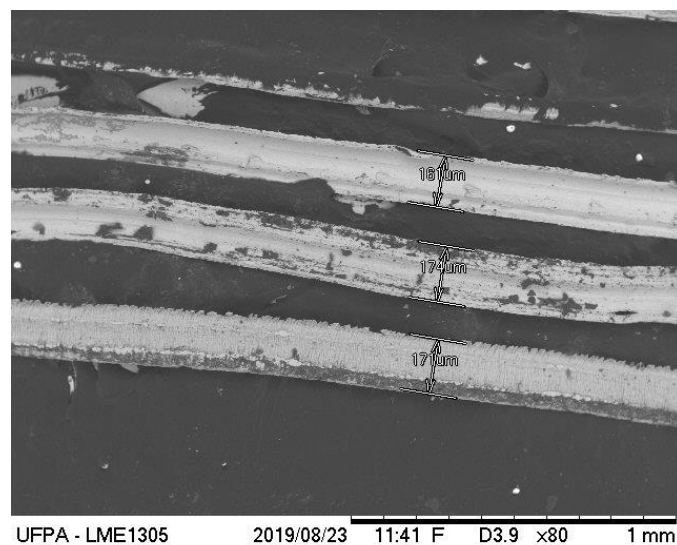
Elemento	Peso %
Manganês	0,815
Ferro	99,185

Fonte: Elaborado pelo Autor.

Diâmetro da Fibra

O diâmetro da fibra, Figura 4.5, foi obtido através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), houve a realização de medidas em fibras diferentes para alcançar um desvio menor, a amostragem trabalhada resultou na média de 135,17 μm . Dessa forma a micrografia 4.5 exibe de forma representativa as medidas realizadas nas fibras, os diâmetros entre algumas fibras variaram consideravelmente, o que já era esperado, sabendo que a empresa não tem como objetivo padronizar o diâmetro dessas fibras, já que tem fins domésticos e não influencia de maneira geral.

Figura 4.5 – Micrografia da fibra metálica



Fonte: Elaborado pelo Autor.

4.2 Ensaios Físicos

A caracterização física dos materiais compósitos seguiu os padrões estabelecidos pela norma NBR 12766. A Tabela 4.2 apresenta os resultados de absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente, para os compósitos híbridos contendo lama vermelha (LV).

Tabela 4.2 – Resultados dos ensaios físicos para os compósitos híbridos de LV e FM

Lama vermelha 100 mesh	Absorção de água (%)	Porosidade aparente (%)	Massa específica aparente (g/cm³)
Matriz plena	0,73	0,92	1,24
FM 5 %	1,16	1,48	1,26
LV 5 % FM 5 %	1,6	1,69	1,27
LV 10% FM 5 %	1,68	1,74	1,28
LV 15 % FM 5 %	1,75	1,82	1,31
LV 20 % FM 5 %	1,90	1,98	1,39

Fonte: Elaborado pelo Autor.

Os resultados de absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente, para a composição de LV 20 % FM 5 %, foram os maiores quando comparados com os demais, pode-se explicar tanto pelo método de fabricação quanto pela forma em que a fibra foi disposta, tendo em vista que a fibra não sofreu nenhum tipo de tratamento. A fibra é embalada e comercializada em pequenos rolos, isto é, houve apenas a secagem e organização dessa fibra no molde. Dessa forma, segundo Lopes (2005), as fibras entrelaçadas podem ter dificultado a penetração e o preenchimento da mistura nos espaços vazios acarretando maiores quantidades de defeitos.

Pode-se analisar também nos resultados da Tabela 4.2 que, houve um crescimento na absorção de água com o aumento da porosidade do material de acordo com a adição proporcional de resíduo, já que o percentual de fibra foi mantido. Explica-se pelo alto teor hidrofílico da lama vermelha e pelo método de fabricação manual utilizado para a confecção do material compósito, *hand lay up*, cujo a probabilidade de formação de defeitos tais como vazios, trincas, poros e bolhas são acentuadas pela simplicidade do processo. Segundo Fang *et al.* (2013) a absorção de água em compósitos ocorre essencial através da presença de poros e através da interface entre as fases, o que pode indicar maior ou menor compatibilidade entre os componentes. Quando comparado com os resultados de Moraes (2018) e Queiroz (2018),

observa-se que sem a inserção de fibra metálica o material apresentou menor absorção de água e porosidade aparente para as composições de 5 % e 15 % residuais.

Em seguida na Tabela 4.3, os resultados obtidos para os ensaios físicos realizados com os compósitos híbridos contendo resíduo de cobre (CO) e fibra metálica (FM).

Tabela 4.3 – Resultados dos ensaios físicos para os compósitos híbridos de CO e FM

Resíduo de cobre 100 mesh	Absorção de água (%)	Porosidade aparente (%)	Massa específica aparente (g/cm³)
Matriz plena	0,73	0,92	1,24
FM 5 %	1,16	1,48	1,26
CO 5 % FM 5 %	0,74	0,96	1,29
CO 10 % FM 5 %	1,29	1,84	1,37
CO 15 % FM 5 %	1,30	1,89	1,38
CO 20 % FM 5 %	1,30	1,89	1,43

Fonte: Elaborado pelo Autor.

Analisando os resultados demonstrados na Tabela 4.3, os valores de AA é observado um leve aumento nos compósitos quando se adiciona resíduo de cobre, e nos resultados de PA observa-se uma tendência de aumento dos compósitos quando comparados com a matriz plena, conforme aumentam-se as proporções residuais de cobre, o que pode ser justificado, pelo aumento do número de vazios, bolhas e outros defeitos, ao se inserir este resíduo na matriz. Já quando se observa a MEA, ocorre um aumento efetivo, aumentando-se a fração do resíduo no compósito, o que pode ser explicado pela massa específica do resíduo ser elevada (2,86 g/cm³), ocasionando o aumento da massa específica aparente do compósito confeccionado. Estudo realizado por Queiroz (2018), sem a inserção de fibra metálica, apresentou absorção de água e porosidade aparente ligeiramente maior para a composição de 5 % e pouco maior para a composição de 15 % residuais.

A Tabela 4.4 apresenta os resultados obtidos para os ensaios físicos realizados com os compósitos híbridos contendo resíduo de caulim.

Tabela 4.4 – Resultados dos ensaios físicos para os compósitos híbridos de CA e FM

Resíduo de caulim	Absorção de água	Porosidade aparente	Massa específica aparente
100 mesh	(%)	(%)	(g/cm³)
Matriz plena	0,73	0,92	1,24
FM 5 %	1,16	1,48	1,26
CA 5 % FM 5 %	0,82	1,05	1,28
CA 10 % FM 5 %	0,86	1,14	1,32
CA 15 % FM 5 %	0,89	1,27	1,35
CA 20 % FM 5 %	0,99	1,40	1,40

Fonte: Elaborado pelo Autor.

A regra da mistura é observada nos três resíduos trabalhados (LV, CA e CO), no caso do resíduo de caulim, cujo MEA é em média 2,6 g/cm³. Os aumentos percentuais observáveis para AA, PA ao comparar-se as proporções de CA 5 % FM 5 % com a CA 20 % FM 5 %, são respectivamente de 17,17 % e 25 %. As formulações utilizando o caulim apresentaram crescimento medianos dentre os três resíduos, ou seja, ficou entre os valores de lama vermelha que atingiu o menor crescimento percentual e resíduo de cobre que atingiu o maior crescimento percentual, abrindo a sugestão de que o método de confecção para o caulim foi o que obteve homogeneidade mediana e número de falhas geradas relativamente baixas. De acordo com trabalhos realizados por Costa (2016), a utilização de fibras de sisal, malva e juta em compósitos poliméricos atingiram valores superiores na absorção de água e porosidade aparente para as composições de 10 % e 20 % residuais.

4.3 Ensaio de Flamabilidade

O ensaio de resistência a chama foi realizado seguindo a norma ASTM D 635, os corpos de prova utilizados seguiram as mesmas dimensões dos corpos de prova para o ensaio de flexão. A Tabela 4.5, apresenta os resultados obtidos após a coleta de dados no teste de flamabilidade para os compósitos contendo os resíduos trabalhados com fibra metálica.

Tabela 4.5 – Resultados do ensaio de flamabilidade

Resíduo/Proporção	Taxa de propagação (mm/min)
Matriz plena	18,67
FM 5 %	15,69
LV 5 % FM 5 %	23,41
LV 10 % FM 5 %	22,10
LV 15 % FM 5 %	15,70
LV 20 % FM 5 %	14,99
CA 5 % FM 5 %	24,75
CA 10 % FM 5 %	19,48
CA 15 % FM 5 %	18,01
CA 20 % FM 5 %	17,92
CO 5 % FM 5 %	24,80
CO 10 % FM 5 %	24,37
CO 15 % FM 5 %	23,65
CO 20 % FM 5 %	22,29

Fonte: Elaborado pelo Autor.

Entre as diversas matrizes poliméricas, existem dois tipos em relação à propagação de chamas, as que têm baixa resistência à chama e as que têm características atrativas em relação à velocidade de propagação. Dessa maneira, a resina utilizada na confecção dos compósitos demonstrou uma taxa de propagação adequada em relação ao exigido pela norma utilizada, ASTM D635, na mesma linha, quando inserida a fibra metálica na matriz, a taxa de queima do compósito diminuiu, contudo, quando houve a adição do resíduo de lama vermelha os resultados do teste de flamabilidade melhoraram em relação à matriz plena, enquanto que o resíduo de cobre e de caulim não obtiveram melhora significativa.

Em relação à lama vermelha, pode-se notar que o tempo médio de queima das amostras elevou na proporção da adição de resíduo no compósito, dessa forma apresentando maior rendimento na retardância de queima do material, pois quanto maior for o tempo de queima do material, menor será a velocidade de queima, o que dificulta a propagação da chama e facilita a extinção da mesma. Em relação a matriz plena, o compósito híbrido LV 20 % FM 5 % obteve redução de propagação aproximadamente 19,7 %. Entretanto o resíduo de cobre, apesar de ter obtido valores de taxa de propagação bons em relação à norma, ainda sim foram maiores quando somente a matriz plena. O compósito híbrido contendo resíduo de caulim, apresentou resultados no mesmo patamar da matriz plena, tal que, as composições de CA 5 % FM 5 % e CA 10 %

FM 5 % foram superiores, porém as proporções de CA 15 % FM 5 % e CA 20 % FM 5 % foram inferiores, entretanto, essa diferença foi muito sensível. Apesar das composições com resíduo de cobre apresentarem valores no mesmo patamar da matriz plena, porém com valores menores recomendados pelos órgãos classificados como HB.

Tais reduções podem ser explicadas pela composição química e mineralógica dos resíduos, com a presença de minerais como a goethita, que contribuem para o efeito de retardância a chama. É notável que todos os materiais compósitos fabricados neste trabalho, independente do resíduo trabalhado, são classificados como HB. Considerando-se que a norma utilizada apresenta taxas inferiores a 40 mm/min são classificadas como tal.

No Brasil, o Conselho Nacional de Trânsito (CONTRAN), solicita que os revestimentos internos da indústria automobilística portem uma taxa de propagação de chama de 100 mm/min. Entretanto em países que retém pesquisas avançadas na área, esse valor é prescrito em 80 mm/min (CONTRAN, 2014; RIBEIRO, 2013), levando em consideração os parâmetro estudados, os compósitos fabricados nesse trabalho enquadram-se como excelentes, considerando que alcançaram taxas muito inferiores aos determinados em países com maior exigências.

A Tabela 4.6 mostra os resultados obtidos para os compósitos híbridos de 20 % dos três resíduos e quando somente inserido 5 % de fibra metálica, em comparação aos valores requeridos pela norma.

Tabela 4.6 – Comparação dos resultados obtidos com as normas

Normas/Composição	Taxa de propagação (mm/min)
CONTRAN 498	100,00
ASTM D 635	40,00
FM 5 %	15,69
LV 20 % FM 5 %	14,99
CA 20 % FM 5 %	17,92
CO 20 % FM 5 %	22,29

Fonte: Elaborado pelo Autor.

Os resultados obtidos nesse ensaio podem ser considerados excelentes quando comparados com os valores estabelecidos pela norma, com isso os três resíduos e quando somente a fibra 5 % inserida, apresentaram valores bem menores do que a norma estabelece. Os valores da Tabela 4.6 obtidos quando comparados a resolução do CONTRAN 498, foram

menores aproximadamente 85 %, 82 % e 77 % para LV 20 % FM 5 %, CA 20 % FM 5 % e CO 20 % FM 5 % respectivamente e para composição FM 5 % foi menor aproximadamente 84 %. Quando a norma ASTM D635 é observada como referência e comparada aos resultados da Tabela 4.6, os valores são menores aproximadamente 62 %, 55 % e 44 % para LV 20 % FM 5 %, CA 20 % FM 5 % e CO 20 % FM 5 % respectivamente e para composição FM 5 % foi inferior aproximadamente 60 %.

4.4 Ensaios Mecânicos

4.4.1 Ensaio de Flexão

A realização do ensaio de flexão de 3 pontos nos materiais compósitos produzidos seguiu a norma ASTM D 790. Esse ensaio é utilizado para determinar algumas das propriedades mecânicas, sobretudo o limite de resistência à flexão. Tais propriedades são importantes para o controle de qualidade e para avaliar o desempenho dos materiais quando submetidos a uma carga de flexão. Os resultados obtidos no trabalho estão expostos na Tabela 4.7.

Tabela 4.7 – Resultados do ensaio de flexão

Resíduo/Proporção	TRF (MPa)	Alongamento (mm)	Módulo de elasticidade (GPa)
Matriz plena	58,35 ± 10,69	8,26	0,03
FM 5 %	115,92 ± 8,38	2,55	0,10
LV 5 % FM 5 %	100,33 ± 3,86	2,57	0,09
LV 10 % FM 5 %	102,29 ± 5,82	3,0	0,08
LV 15 % FM 5 %	95,21 ± 10,15	2,20	0,50
LV 20 % FM 5 %	92,18 ± 12,73	1,74	0,15
CA 5 % FM 5 %	87,88 ± 7,75	2,40	0,09
CA 10 % FM 5 %	83,82 ± 5,16	2,24	0,09
CA 15 % FM 5 %	83,03 ± 7,01	2,23	0,07
CA 20 % FM 5 %	81,13 ± 12,02	2,0	0,07
CO 5 % FM 5 %	106,53 ± 5,13	3,0	0,33
CO 10 % FM 5 %	94,59 ± 6,14	2,57	0,06
CO 15 % FM 5 %	94,16 ± 7,99	2,97	0,08
CO 20 % FM 5 %	87,62 ± 4,25	2,93	0,37

Fonte: Elaborado pelo Autor.

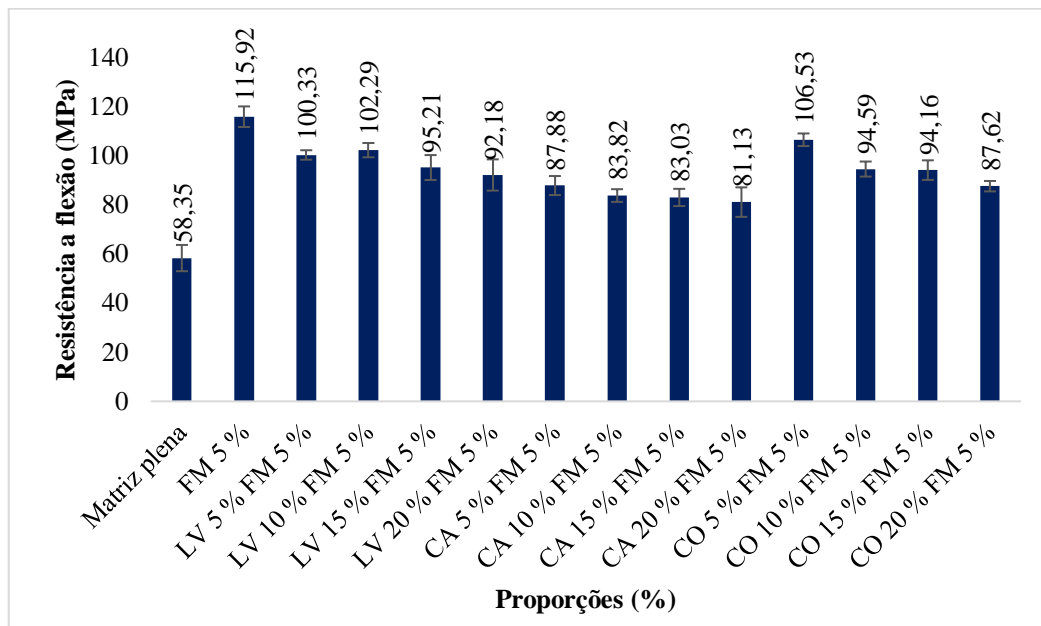
De acordo com a Tabela 4.7, os parâmetros envolvidos, a fibra metálica atuou como reforço efetivo nos compósitos trabalhados, em comparação a matriz plena o compósito de FM 5 % obteve um aumento de resistência a flexão de aproximadamente 98,66 % com resistência média de 115,92 MPa, quando houve o incremento de resíduo, a resistência a flexão do compósito híbrido tendeu a decrescer. O compósito híbrido contendo resíduo de lama vermelha que obteve maior resistência média, LV 10 % FM 5 %, com 102,29 MPa, um aumento de aproximadamente 75,30 % em relação a matriz plena. Para o compósito híbrido contendo resíduo de caulim, a composição de melhor resistência média, CA 5 % FM 5 %, com 87,88 MPa, alcançando um crescimento de aproximadamente 50,61 % em relação a matriz plena. O compósito híbrido com resíduo de cobre de maior resistência média, CO 5 % FM 5 %, obtendo valor de 106,53 MPa, um aumento aproximado de 82 % comparado a matriz plena. Os módulos de elasticidade dos compósitos em geral, foram maiores do que a resina plena, isso implica em maior rigidez do material.

O compósito híbrido contendo resíduo de cobre (CO 5 % FM 5 %), atingiu maior resistência média a flexão dentre os três resíduos, seguido por lama vermelha (LV 10 % FM 5 %) e resíduo de caulim (CA 5 % FM 5 %). A partir da avaliação da Tabela 4.7, é notável que os resíduos interferiram de maneira negativa na resistência do compósito. Observando que em qualquer dos resíduos, quando ocorre aumento residual, a resistência a flexão tende a diminuir, as explicações para tal comportamento envolvem diversos fatores, uma das prováveis explicações seria a má dispersão e compactação do resíduo na matriz formando aglomerados entre outros defeitos.

Os valores obtidos em comparação aos de Macêdo Neto (2016), utilizando fibra metálica como reforço na resina poliéster tipo cristal, Tavares (2018), utilizando fibra de vidro e palha da costa como reforço na resina poliéster isoftálica, e Simonassi (2017), utilizando fibra de sisal como reforço no policarbonato foram superiores no ensaio de resistência a flexão, porém menores em relação aos obtidos por Costa (2016) utilizando fibras de sisal, malva e juta como reforço na resina poliéster isoftálica.

A Figura 4.6 ilustra o gráfico de barra comparativo da matriz plena e dos compósitos com adição de resíduo (LV, CA e CO) quanto as suas resistências à flexão.

Figura 4.6 – Comportamento de resistência a flexão dos compósitos



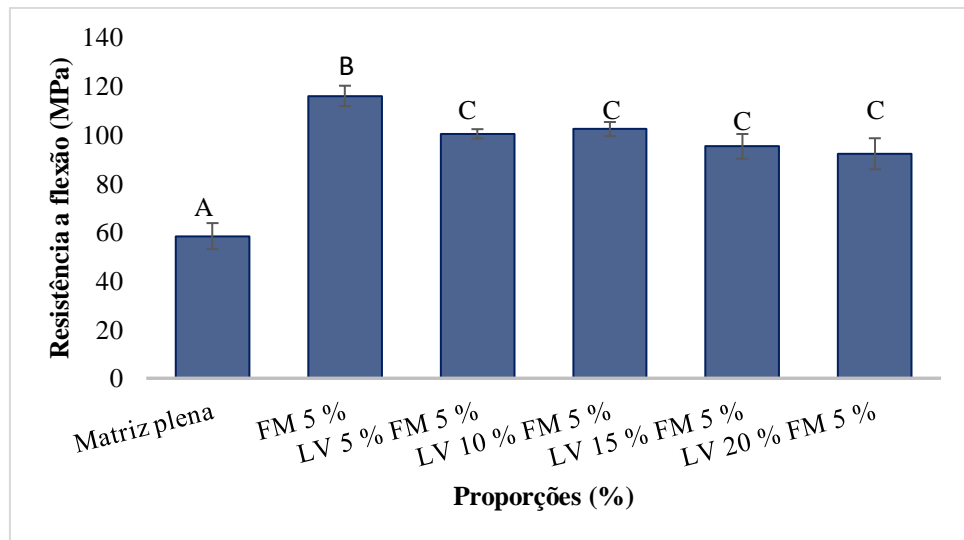
Fonte: Elaborado pelo Autor.

De maneira geral, com a adição residual no compósito híbrido, a resistência a flexão diminuiu, o que já era esperado, tendo em vista que na medida que a matriz é saturada de resíduos, sua massa específica e rigidez aumentam, o que implica na perda gradual de flexibilidade do corpo de prova. Os resíduos, então, atuaram como carga de enchimento. Entretanto, a fibra metálica atuou como reforço efetivo para os compósitos produzidos, a composição que atingiu a maior resistência média, FM 5 %, com aumento de aproximadamente 98 % em comparação a matriz plena.

Os resultados do ensaio de flexão foram tratados pela Análise de Variância (ANOVA) e análise de Tukey. Os materiais foram comparados entre si com intuito de verificação de significância dos materiais analisados. Através do software PAST, na função “ANOVA: fator único” analisaram-se as diferentes porcentagens residuais com relação aos grupos Tukey.

A Figura 4.7 apresenta a análise estatística para os compósitos contendo resíduo de lama vermelha.

Figura 4.7 – Comparativo de desempenho a flexão dos compósitos com resíduo de lama vermelha com respectivos grupos Tukey



Fonte: Elaborado pelo Autor.

Através da análise, verificaram-se resultados com diferença significativa para resistência a flexão dos compósitos contendo lama vermelha, com valores de probabilidade de significância de $1,66E-04$, o grupo A, atingiu inferioridade na resistência dentre todos os grupos por não portar a fase reforço, o grupo B apresentou maior resistência e o grupo C não apresentou diferença significativa entre si. A Tabela 4.8 complementa apresentando os valores adquiridos pela análise ANOVA.

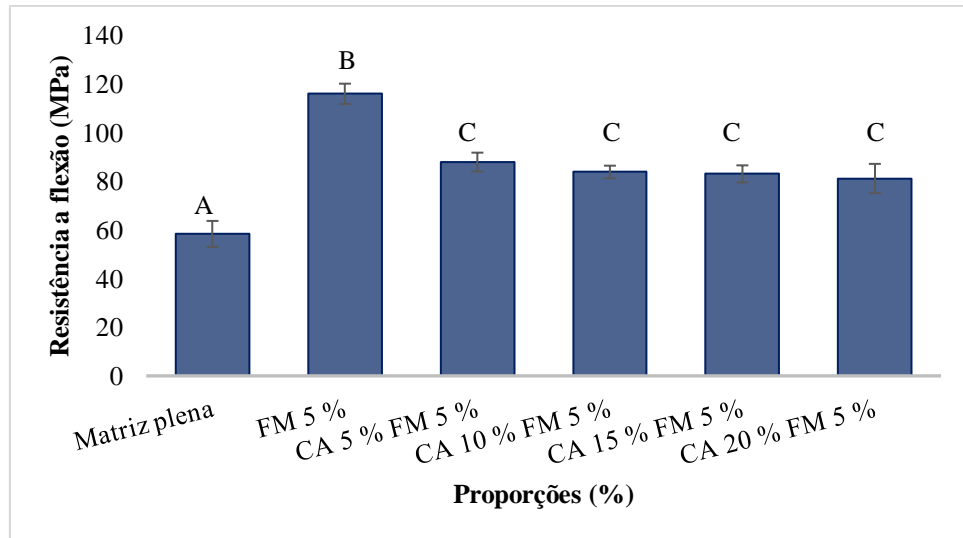
Tabela 4.8 – Dados gerados pela “ANOVA”: único fator para ensaio de flexão dos compósitos contendo resíduo de LV

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	8014,375	4	2003,59	9,62	1,66E-04	2,87
Dentro dos grupos	4164,263	20	208,21			
Total	12178,64	24				

Fonte: Elaborado pelo Autor.

A Figura 4.8 apresenta a análise estatística para os compósitos contendo resíduo de caulim.

Figura 4.8 – Comparativo de desempenho a flexão dos compósitos com resíduo de caulim com respectivos grupos Tukey



Fonte: Elaborado pelo Autor.

Para o resíduo de caulim, houve diferença significativa na resistência a flexão dos compósitos, com valores de probabilidade de significância de $1,05E-04$, o grupo A, atingiu menor resistência, entretanto o grupo B, com fibra e sem particulado obteve maior resistência a flexão, confirmando o reforço efetivo da fibra metálica, o grupo C não apresentou diferença significativa entre si. A Tabela 4.9 complementa apresentando os valores adquiridos pela análise ANOVA.

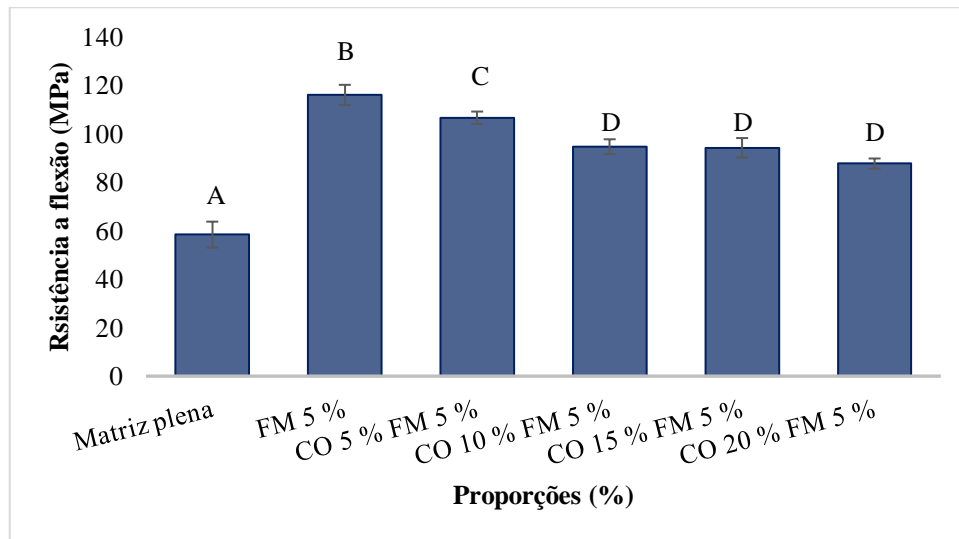
Tabela 4.9 – Dados gerados pela “ANOVA”: único fator para ensaio de flexão dos compósitos contendo resíduo de CA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	5148,04	4	1287,01	10,33	1,05E-04	2,87
Dentro dos grupos	2491,96	20	124,59			
Total	7640,01	24				

Fonte: Elaborado pelo Autor.

A Figura 4.9 apresenta a análise estatística para os compósitos contendo resíduo de cobre.

Figura 4.9 – Comparativo de desempenho a flexão dos compósitos com resíduo de cobre com respectivos grupos Tukey



Fonte: Elaborado pelo Autor.

O resíduo de cobre, apresentou diferença significativa na resistência a flexão dos compósitos, com valores de probabilidade de significância de $5,47E-03$, o grupo A apresentou diferença significativa dentre todos os grupos Tukey, o grupo B atingiu maior resistência a flexão dentre todos os compósitos, o grupo C foi a composição residual que foi significativamente diferente dentre os resíduos e o grupo D não apresentou diferença significativa entre si. A Tabela 4.10 complementa apresentando os valores adquiridos pela análise ANOVA.

Tabela 4.10 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator” para ensaio de flexão dos compósitos contendo resíduo de CO

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	7282,842	4	1820,71	5,07	5,47E-03	2,87
Dentro dos grupos	7177,523	20	358,87			
Total	14460,36	24				

Fonte: Elaborado pelo Autor.

4.4.2 Ensaio de Tração

A realização do ensaio de tração nos materiais compósitos híbridos produzidos seguiu a norma ASTM D 3039. Tal ensaio é importante na determinação das propriedades mecânicas dos compósitos, haja vista, que é um ótimo recurso para análise do produto para aplicabilidade.

Os resultados obtidos no trabalho estão expostos na Tabela 4.11.

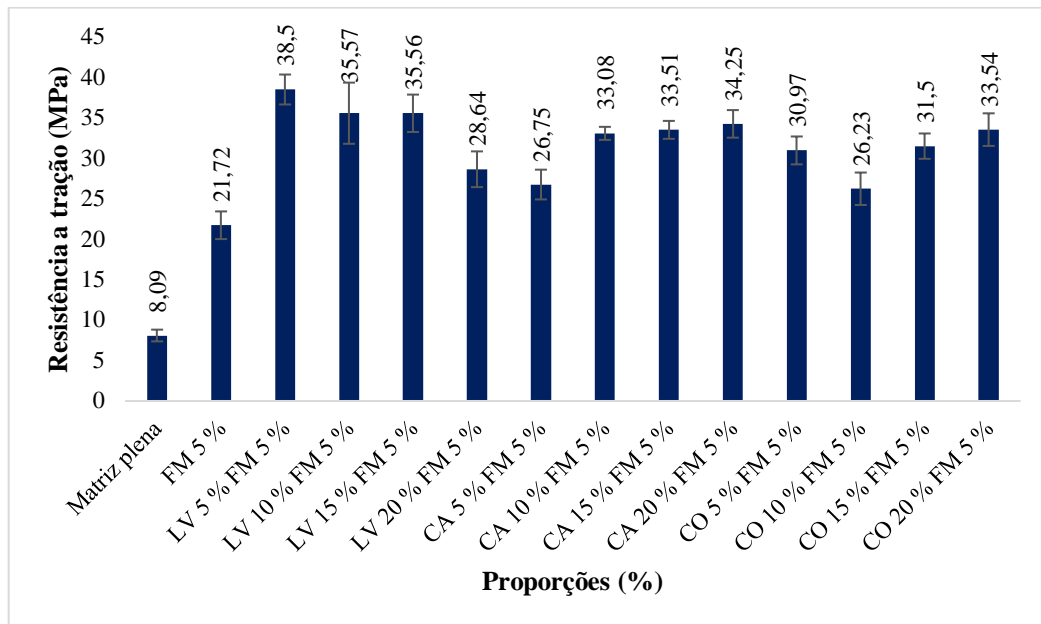
Tabela 4.11 – Resultados do ensaio de tração

Resíduo/Proporção	TRT (MPa)	Alongamento (mm)	Módulo de elasticidade (GPa)
Matriz plena	8,09 ± 1,45	1,22	1,96
FM 5 %	21,72 ± 3,42	1,87	2,09
LV 5 % FM 5 %	38,50 ± 3,70	4,32	1,76
LV 10 % FM 5 %	35,57 ± 7,56	3,72	1,68
LV 15 % FM 5 %	35,56 ± 4,62	3,81	1,92
LV 20 % FM 5 %	28,64 ± 4,42	2,70	1,91
CA 5 % FM 5 %	26,75 ± 3,68	3,05	2,03
CA 10 % FM 5 %	33,08 ± 1,61	3,67	3,17
CA 15 % FM 5 %	33,51 ± 2,22	3,38	3,70
CA 20 % FM 5 %	34,25 ± 3,41	3,14	3,80
CO 5 % FM 5 %	30,97 ± 3,45	4,19	1,26
CO 10 % FM 5 %	26,23 ± 4,01	3,37	1,53
CO 15 % FM 5 %	31,50 ± 3,13	3,26	1,83
CO 20 % FM 5 %	33,54 ± 4,03	3,37	1,15

Fonte: Elaborado pelo Autor.

É notável que independente do resíduo utilizado, há um aumento das tensões de resistência em relação a matriz plena e a composição de FM 5 %. Isso ocorre devido a fase dispersa, que ajuda a distribuir melhor as tensões que são exercidas no interior do material na medida que o mesmo é tracionado. Os módulos de elasticidade variaram em relação a matriz plena, porém um dos fatores cruciais que interfere na resistência do material é a distribuição da fibra, quando bem distribuída, o reforço (fibra) atua com maior eficiência. A carga (resíduo), interfere de maneira positiva até certo ponto, ultrapassando, o resíduo satura a matriz acarretando defeitos no material. A Figura 4.10 ilustra o gráfico de barra comparativo da matriz plena e dos compósitos com adição de resíduo (LV, CA e CO) quanto as suas resistências.

Figura 4.10 – Comportamento de resistência a tração dos compósitos



Fonte: Elaborado pelo Autor.

Em relação a lama vermelha, pode-se notar que apesar das resistências serem maiores quando comparadas a matriz plena e FM 5 %, o que pode ser explicado pelo resíduo ter preenchido algumas imperfeições, tais como poros e vazios deixados tanto pela forma de disposição da fibra no molde quanto pelo método de fabricação, aumentando assim a resistência do compósito. Quando observado os compósitos que contém resíduo de lama vermelha, tendem a diminuir a resistência, há diversas explicações que podem ser analisadas, uma das possibilidades é, quanto maior a adição de resíduo ocorre tendência a saturação da matriz acarretando aglomerados e outros pontos de concentração de tensão.

Os compósitos contendo resíduo de caulim, obtiveram bons resultados quando comparados a matriz plena, grande parte dessa resistência adquirida, explica-se pela incorporação da fibra metálica, porém quando comparado a fibra 5 %, pode-se observar que houve um aumento considerável, apesar de aumentar a resistência a tração com o aumento da adição de resíduo, as resistências das composições de CA 10 % FM 5 %, CA 15 % FM 5 % e CA 20 % FM 5 % ficaram no mesmo patamar, com exceção de CA 5 % FM 5 %.

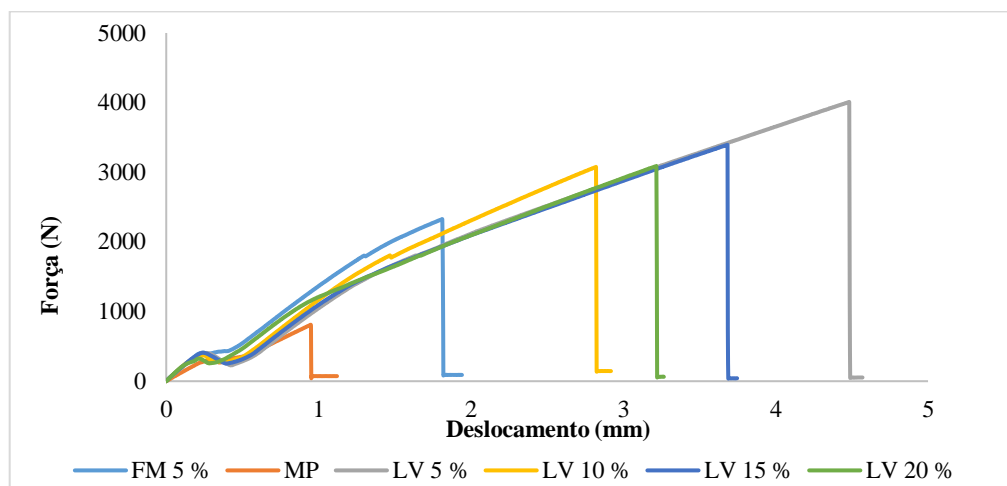
Os compósitos com resíduo de cobre, podem ser explicados de maneira semelhante aos compósitos híbridos contendo caulim, com aumento da adição de resíduo, a resistência tendeu a aumentar, apesar da composição CO 10 % FM 5 % ter ocorrido um decréscimo, entretanto, ficaram no mesmo patamar.

Os compósitos fabricados obtiveram resistências superiores aos estudados por Tavares

(2018), que utilizou resina poliéster isoftálica com reforço de fibra de vidro e fibra de palha da costa. A composição de LV 5 % FM 5 % obteve em média resultado superior ao trabalho realizado por Callens (2014), que utiliza epóxi reforçado por fibra de aço dúctil. Entretanto, compósitos poliméricos reforçados com fibra de sisal, malva e juta estudados por Costa (2016) obtiveram resistências superiores.

A Figura 4.11 mostra o gráfico que relaciona a força (N) e o deslocamento (mm) dos compósitos poliméricos híbridos com reforço de fibra metálica e inserção de resíduo de lama vermelha, onde é possível analisar que a composição LV 5 % FM 5 % suportou uma força superior as demais, aproximadamente 4000 N. Nota-se que, como esperado, as curvas são lineares correspondendo ao regime elástico até a ruptura, o que caracteriza um comportamento frágil. Este comportamento indica que ao atingir o ponto de máxima resistência, a ruptura é súbita e imediata ocorrendo uma diminuição de praticamente toda a força aplicada.

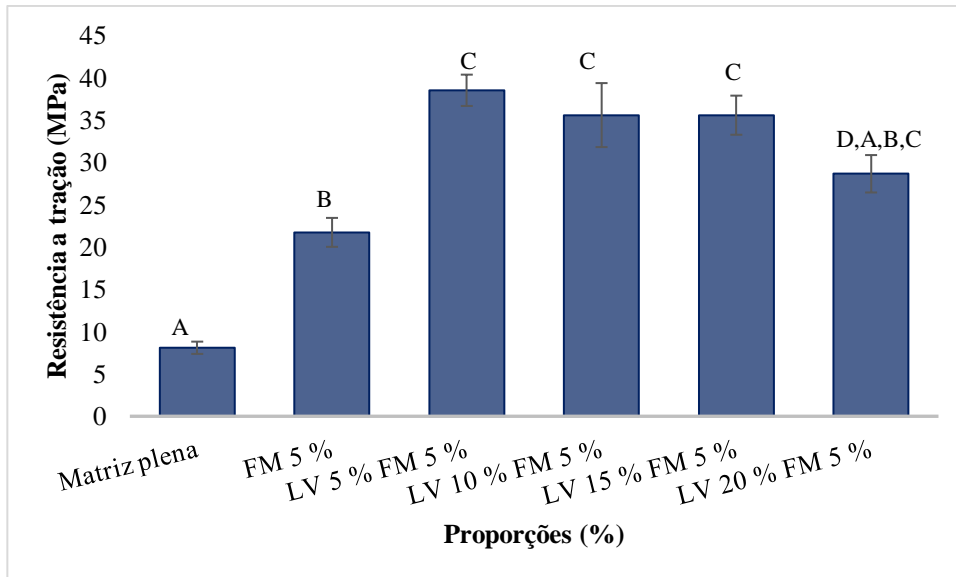
Figura 4.11 – Gráfico força x deslocamento para os compósitos contendo resíduo de lama vermelha



Fonte: Elaborado pelo Autor.

Por meio da Análise de Variância (ANOVA) e Teste de Tukey foram realizadas comparações entre os materiais estudados com o intuito de apresentar diferenças significativas entre as resistências à tração dos compósitos utilizando fibra metálica. Através do software PAST, na função “ANOVA: fator único” analisaram-se as diferentes porcentagens residuais com relação aos grupos Tukey (Figura 4.12).

Figura 4.12 – Comparativo de desempenho a tração dos compósitos com resíduo de lama vermelha com respectivos grupos Tukey



Fonte: Elaborado pelo Autor.

A análise de variância indicou efeito significativo para a resistência a tração entre os grupos Tukey, com valores de probabilidade de significância de $1,76E-09$, o grupo A, mostrou-se inferior aos demais grupos, o que já era esperado por não conter a fase reforço, o grupo B, apresentou valores em média maiores que o grupo A, comprovando que a fibra metálica atuou como reforço efetivo nos compósitos. O grupo C, apresentou em média valores maiores dentre as composições residuais, conseqüentemente superior ao grupo D, possivelmente pela saturação da matriz polimérica e aumento da porosidade aparente. A Tabela 4.12 complementa apresentando os valores adquiridos pela análise ANOVA.

Tabela 4.12 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator” para ensaio de tração dos compósitos contendo resíduo de LV

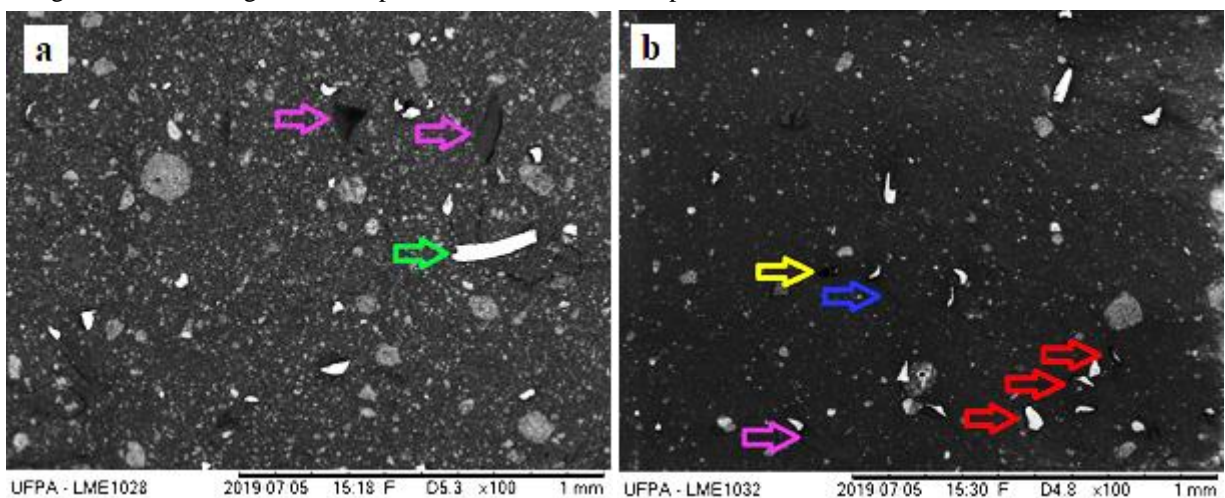
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	3068,34	4	767,08	42,22	1,76E-09	2,87
Dentro dos grupos	363,39	20	18,17			
Total	3431,73	24				

Fonte: Elaborado pelo Autor.

Análise de Fratura

Ocorreu afim de verificar a adesão entre as fases e alguns fenômenos que comumente ocorrem como demonstrados por Macêdo Neto (2016). É possível detectar nas amostras contendo resíduo de lama vermelha alguns fenômenos ocorridos, Figura 4.13a, na qual obteve maior resistência a tração, observa-se uma quantidade maior de fibras e adesão melhor entre as fases, logo na composição (LV 20 % FM 5 %) as fibras ficaram melhor distribuídas no compósito híbrido, dessa forma ocasionando maior resistência, apesar da presença de alguns defeitos como fibra na transversal ao carregamento (seta verde) e o indício de fibra descolada da matriz no processo de tração do compósito (*pull out*) (seta lilás), obteve resistência a tração maior do que a composição de LV 5 % FM 5 % (Figura 4.10b) que apresentou má distribuição de fibras e com menor presença, logo o reforço foi inferior, ainda na Figura 4.13b, pode-se notar defeitos como vazios (seta amarela), má adesão fibra matriz (seta vermelha) e fibras na transversal sacadas da matriz quando tracionadas (*pull out*) (seta lilás).

Figura 4.13 – Micrografia das superfícies fraturadas do compósito híbrido contendo resíduo de lama vermelha



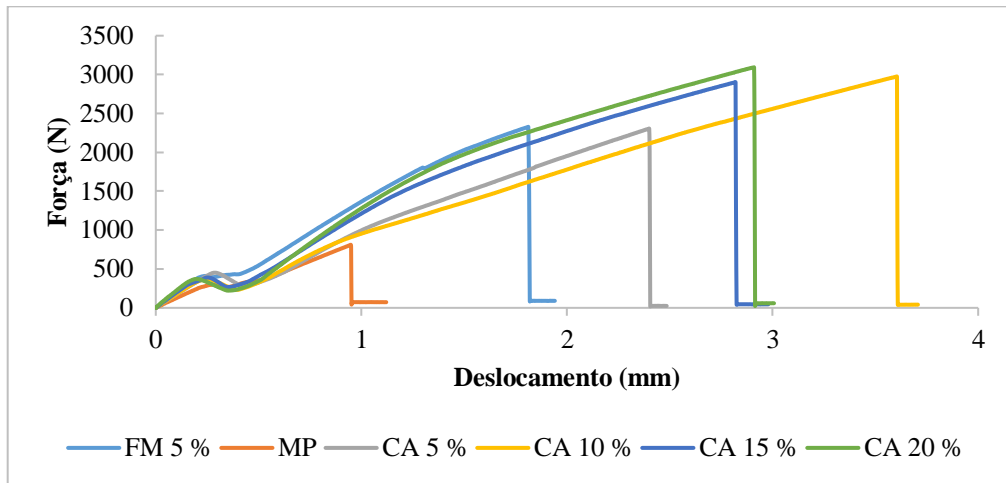
Fonte: Elaborado pelo Autor.

A Figura 4.14 mostra o gráfico que relaciona a força (N) e deslocamento (mm) dos compósitos poliméricos híbridos de fibra metálica e resíduo de caulim, onde é possível observar que a composição, de maior resistência (CA 20 % FM 5 %) suportou uma força de aproximadamente 3000 N, até sua ruptura.

Com isso, representa o comportamento padrão para o compósito utilizando fibra metálica e resíduo de caulim. As curvas são lineares correspondendo ao regime elástico até a ruptura. Ao atingir o pico de resistência o corpo de prova rompe imediatamente gerando uma

fratura frágil.

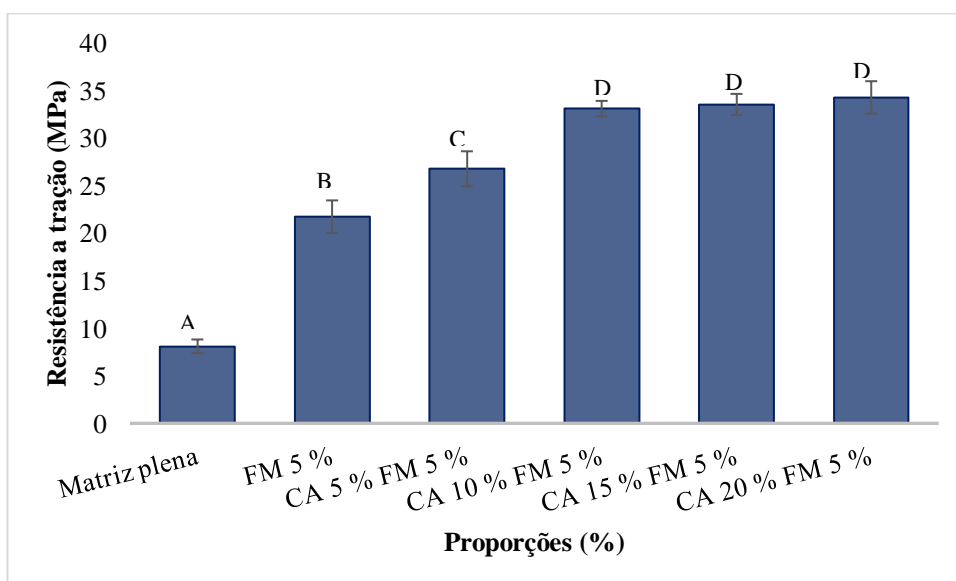
Figura 4.14 – Gráfico força x deslocamento para os compósitos contendo resíduo de caulim



Fonte: Elaborado pelo Autor.

Utilizou-se a ferramenta de Análise de Variância (ANOVA) e Teste de Tukey para comprovar estatisticamente a significância dos materiais empregados no trabalho, os grupos Tukey apresentados no gráfico que relaciona a tensão de resistência a tração com as composições de resíduo de caulim (Figura 4.15).

Figura 4.15 – Comparativo de desempenho a tração dos compósitos com resíduo de caulim com respectivos grupos Tukey



Fonte: Elaborado pelo Autor.

O gráfico de resistência em função do teor de particulado e comparação dos grupos Tukey, em virtude de probabilidade de significância indicam efeitos significativos com p-Valor de 5,60E-13. O grupo A, mostrou-se inferior por conter somente a matriz plena, o grupo B, apresentou valores em média maiores que o grupo A, em função da fibra metálica, o grupo C, com menor inserção de resíduo (CA 5 % FM 5 %), apresentou em média valor inferior dentre as composições residuais e superior aos grupos A e B, os valores do grupo D foram semelhantes entre si, e superiores aos grupos A, B e C. A Tabela 4.13 complementa apresentando os valores adquiridos pela análise ANOVA.

Tabela 4.13 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator” para ensaio de flexão dos compósitos contendo resíduo de CA

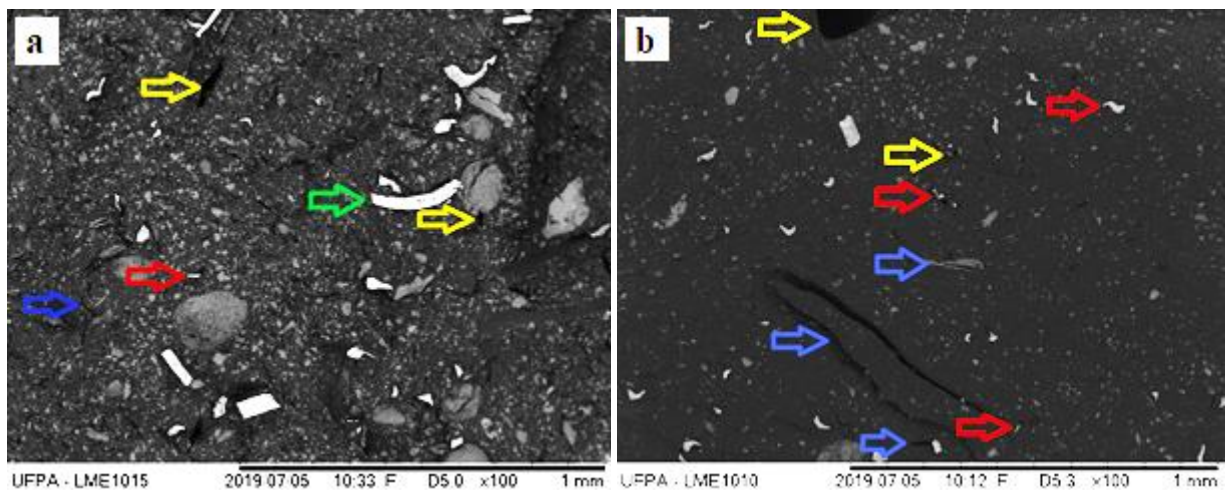
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	2454,67	4	613,67	101,26	5,60E-13	2,87
Dentro dos grupos	121,21	20	6,06			
Total	2575,87	24				

Fonte: Elaborado pelo Autor.

Análise de Fratura

Pode-se observar nas amostras que contém resíduo de caulim (Figura 4.16) alguns fenômenos ocorridos e alguns defeitos ocasionados semelhante aos realizados em trabalhos por Mendes (2019).

Figura 4.16 – Micrografia das superfícies fraturadas do compósito híbrido contendo resíduo de caulim

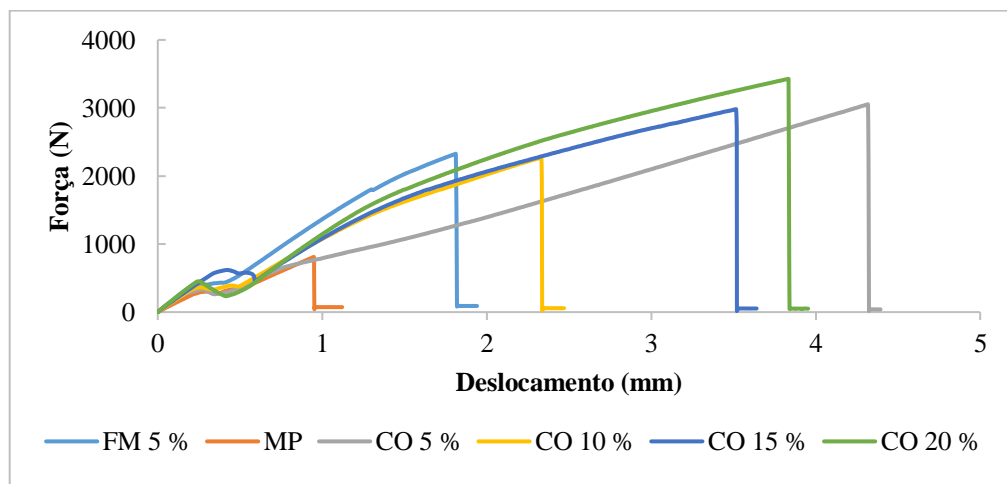


Fonte: Elaborado pelo Autor.

A Figura 4.16a, na qual o compósito híbrido (CA 20 % FM 5 %) obteve maior resistência a tração, observa-se maior presença de fibras dispostas, dessa forma explicando a resistência maior que o compósito híbrido (CA 5 % FM 5 %) (Figura 4.16b), porém o compósito da Figura 4.16a, apresentou alguns defeitos como vazios (seta amarela), má adesão da fibra na matriz (seta vermelha), fibra na transversal ao carregamento (seta verde) e trinca (seta azul). Na Figura 4.16b, na qual o compósito híbrido obteve menor resistência a tração, pode-se observar maior número de defeitos que explicam a resistência inferior, a exemplo de vazios (seta amarela), má adesão da fibra na matriz (seta vermelha) e trinca (seta azul), porém o indicativo agravante para menor resistência, seria a distribuição de fibra no compósito, dessa forma, o fator principal de reforço do compósito híbrido (fibra) em menor presença acarretou resistência inferior a composição CA 20 % FM 5 %.

A Figura 4.17 mostra o gráfico que relaciona a força (N) e deslocamento (mm) dos compósitos poliméricos híbridos de fibra metálica e resíduo de cobre, onde é possível observar o compósito de maior resistência (CO 20 % FM 5 %) suportou uma força de aproximadamente 3400 N. O gráfico apresenta curvas lineares correspondendo ao regime elástico até a ruptura frágil.

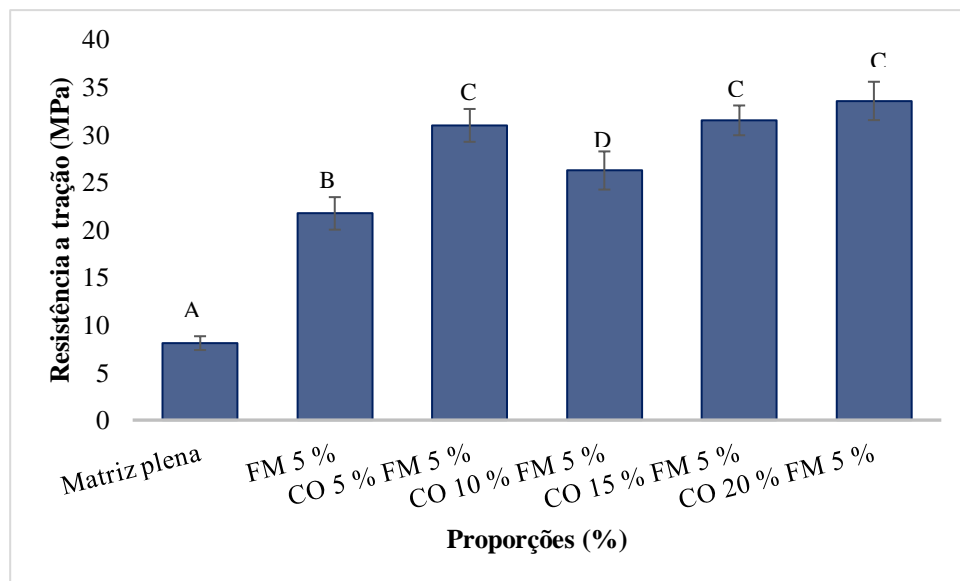
Figura 4.17 – Gráfico força x deslocamento para os compósitos contendo resíduo de cobre



Fonte: Elaborado pelo Autor.

Verificou-se através da Análise de Variância (ANOVA) e Teste de Tukey estatisticamente a significância dos materiais trabalhados, os grupos Tukey apresentados no gráfico que relaciona a tensão de resistência a tração com as composições de resíduo de cobre (Figura 4.18).

Figura 4.18 – Comparativo de desempenho a tração dos compósitos com resíduo de cobre com respectivos grupos Tukey



Fonte: Elaborado pelo Autor.

Com apoio da análise estatística e dos grupos Tukey, nota-se graficamente que a inserção de particulado apresentou efeito significativo, com p-Valor de 1,22E-10. O grupo A, mostrou-se inferior aos demais grupos, o grupo B, apresentou valores em média maiores que o grupo A, evidenciando a fibra metálica como reforço efetivo nos compósitos, os grupo C não apresentou diferença significativa entre si e o grupo D apresentou diferença aos grupos A, B e C. A Tabela 4.14 complementa apresentando os valores adquiridos pela análise ANOVA.

Tabela 4.14 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator” para ensaio de flexão dos compósitos contendo resíduo de CO

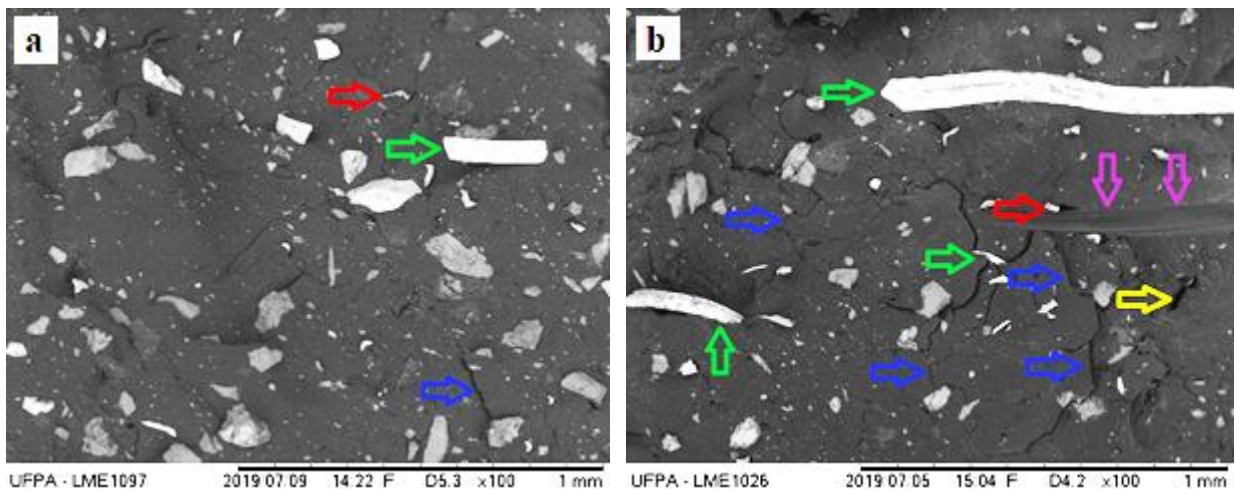
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	2163,26	4	540,81	56,82	1,22E-10	2,87
Dentro dos grupos	190,34	20	9,52			
Total	2353,59	24				

Fonte: Elaborado pelo Autor.

Análise de Fratura

A Figura 4.19a, apresenta a micrografia do compósito híbrido CA 20 % FM 5 % que através dos resultados obtidos, observou-se que atingiu maior resistência a tração, através da micrografia nota-se maior número de fibras rompidas, entretanto, demonstrou alguns defeitos como vazios ao redor da fibra (seta vermelha), trincas (seta azul) e fibra na transversal (seta verde), porém observa-se ainda que não se tem ocorrência de descolamento da fibra da matriz (*pull out*), tendo assim maior adesão entre fibra matriz. A micrografia 4.19b, apresenta o compósito híbrido (CA 10 % FM 5 %) que atingiu menor resistência a tração, observa-se um número maior de defeitos, a exemplo de vazio (seta amarela), vazios ao redor da fibra (seta vermelha), algumas trincas (seta azul), fibras na transversal ao carregamento (seta verde) e algumas fibras que foram descoladas da matriz no processo de tração do compósito (*pull out*) (seta lilás) que pode caracterizar má adesão da fibra na matriz.

Figura 4.19 – Micrografia das superfícies fraturadas do compósito híbrido contendo resíduo de cobre



Fonte: Elaborado pelo Autor.

De maneira geral, a fibra incorporada aos compósitos híbridos contendo resíduo (LV, CA e CO), acarretou um aumento expressivo na resistência a tração dos mesmos, de maneira que o compósito híbrido de LV 5 % FM 5 % obteve resistência de aproximadamente 375 % maior que a matriz plena, atingindo resistência média de 38,50 MPa. Assim, a fibra metálica atuou como reforço efetivo nos compósitos. Dessa forma, os resultados de resistência a tração dos compósitos híbridos obtiveram bons valores.

5 CONCLUSÃO

- Foi possível confeccionar os materiais compósitos híbridos nas proporções propostas.
- A caracterização da fibra metálica realizada através de microanálise por EDS destacou a natureza ferrítica da fibra através da presença dos elementos de Ferro (Fe) e Manganês (Mn).
- Os ensaios físicos exibiram resultados esperados para a lama vermelha, no qual o seu potencial hidrofílico resultou num aumento da absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente. O cobre apresentou resultados semelhantes ao da lama vermelha, já o caulim exibiu um comportamento em relação a absorção de água e porosidade aparente de menor variação destas propriedades em comparação aos outros resíduos.
- O ensaio de resistência a chama garantiu uma classificação HB para os materiais confeccionados, de acordo com a norma ASTM D 635, garantindo-os como retardantes de chama. Bem como demonstrou excelente desempenho dos materiais com valores de taxa de propagação bem menores do que o máximo exigido pela resolução 498 do CONTRAN.
- Para os ensaios mecânicos, o compósito de FM 5 % atingiu maior resistência média a flexão (115,92 MPa), porém a incorporação tanto da fibra como de resíduo promoveram maior resistência média a flexão, os compósitos contendo resíduos tiveram valores semelhantes para algumas composições LV 5 % FM 5 % (100,33 MPa) e CO 5 % FM 5 % (106,53 MPa). Os compósitos híbridos obtiveram bons resultados médios no ensaio de tração a destacar as composições de LV 5 % FM 5 % (38,5 MPa), CA 20 % FM 5 % (34,25 MPa) e CO 20 % FM 5 % (33,54 MPa).
- A análise de fractografia através de MEV, comprovou os motivos nos quais as resistências apresentaram variações de acordo com a inserção de resíduo e a distribuição dos materiais.

5.1 Proposta para Trabalhos Futuros

- Desenvolver o trabalho com as fibras orientadas
- Utilização de outros tipos de fibras metálicas em compósitos com matriz polimérica;
- Utilizar outros tipos de resíduos e composições diferentes do presente trabalho.

REFERÊNCIAS

- ABU-JDAYIL, B.; AL-MALAH, K.; SAWALHA, R. **Study on Bentonite Unsaturated Polyester Composite Materials**. Journal of Reinforced Plastics and Composites, v. 21, n. 17, p. 1597-1607, 2002.
- ALMEIDA, J. R. M.; MONTEIRO, S. N. **The resin/hardener ratio as a processing parameter for modifying the mechanical behavior of epoxy-matrix/glass microsphere composites**. Composites Science and Technology, v. 58, n. 10, p. 1593-1598, 1998.
- ANDRÉA MECHI; DJALMALUIZ SANCHES. **Impactos ambientais da mineração no Estado de São Paulo**. Estudos Avançados, v. 68, n. 24, p.209-220, 2010.
- ANTUNES, P. V.; RAMALHO, A.; CARRILHO, E. V. P. **Mechanical and wear behaviours of nano and microfilled polymeric composite: Effect of filler fraction and size**. Materials and Design, v. 61, p. 50-60, 2014.
- ASKELAND, Donald R. **Ciência e engenharia dos materiais**. Tradução Solange Aparecida Visconti. São Paulo: Cengage Learning, 2014.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT) – **NBR 12766** "Determinação da massa específica aparente, porosidade aparente, absorção d'água aparente." 1992. 2p.
- ASTM D 3039** - American Society For Testing And Materials. Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials. Philadelphia, 2017.
- ASTM D 790**. "Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials", Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, 2017.
- ASTM D 635** "Rate of Burning and/or Extent and Time of Burning of Plastics in a Horizontal Position" Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, 2010.
- BAGNATO, O. R. Projeto sobre compósito Cu/Al₂O₃. Documentação Interna, LNLS, 2006.
- BARATA M. S., ANGÉLICA R. S. 2012. **Caracterização dos resíduos caulínicos das indústrias de mineração de caulim da Amazônia como matéria-prima para produção de pozolanas de alta reatividade**. *Cerâmica*, 58: 36 – 42. 2012.
- BORGES, Daniel Reis. **Influência do uso de fibras de bambu (*bambusa vulgaris*) tratadas quimicamente em compósitos de polímero termofixo carregadas com resíduo da indústria do beneficiamento de minério de cobre**. 2018. 101f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2018.

BORGES, Sandro Gasparetto. **Influência das variáveis de processo nas propriedades de barras sólidas pultrudadas**. 2016. 120f. Tese (Doutorado em Engenharia de Ciência e Tecnologia dos Materiais) - Universidade federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016.

CALLENS, M. G.; GORBATIKH L.; VERPOEST I. 2014. **Ductile steel fibre composites with brittle and ductile matrices**. *Composites: Part A*, 61:235 – 244, 2014.

CALLISTER, W. D. RETHWISCH. **Ciência e Engenharia dos Materiais: uma introdução**, Rio de Janeiro, LTC, 2012.

CARNEIRO B. S.; ANGÉLICA R. S.; SCHELLER T.; CASTRO E. A. S.; NEVES R. F. 2003. **Caracterização mineralógica e geoquímica e estudo das transformações de fase do caulim duro da região Capim, Pará**. *Cerâmica*, 49:237 – 244, 2003.

CHAUDHARY, V.; GOHIL, P. P.; SHAIKH, A. A. **Development of Potential Composites through Natural Fiber Reinforcement**. *Journal of Scientific & Industrial Reserach*, v. 74, p. 93-97, 2015.

CHAWLA, K. K. **Composite Materials - Science and Engineering**. 3. ed. New York: Springer-Verlag, 2012. 542 p.

Conselho Nacional de Trânsito (CONTRAN). **Resolução n.º. 498** - "Requisitos aplicáveis aos materiais de revestimento interno do habitáculo de veículos nacionais ou importados.", Código de Trânsito Brasileiro – CTB, 29 de julho de 2014.

COSTA, Deibson Silva da. **Estudo da influência de resíduos gerados pela indústria de mineração nas propriedades de compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras naturais**. 2016. 229f. Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2016.

DEDAVID, B; GOMES, C; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores**. – Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007.

FANG, H.; ZHANG, Y.; DENG, J.; RODRIGUE, D. Effect of Fiber Treatment on the Water Absorption and Mechanical Properties of Hemp Fiber/Polyethylene Composites. **J. Appl. Polym. Sci.** v. 127, p. 942–949, 2013.

GÓIS, C. C.; LIMA, R. M. F.; MELO, A. C. **Sedimentação de resíduo Bayer utilizando floculantes hidroxamatos e poliácridamida**, *Revista Escola de Minas*, v. 56, n.2, pp. 119-122, Ouro Preto, Minas Gerais, Abril/Junho, 2003.

Google Earth. HYDRO ALUNORTE. Disponível em: <https://earth.google.com/web>. Acesso em: 25 outubro 2019.

GROSSI, Breno Ferreira. **Uma contribuição para a modelagem numérica do concreto com fibras curtas de aço**. 2006. 196f. Tese (Doutorado em Engenharia de Estruturas) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

HAIDER, M.; HUBERT, P.; LESSARD, L. **Cure Shinkage Characterization and Modeling of a Polyester Resin Containing low Profile Additives**. Composites: Part A, v. 38, p. 994 – 1009, 2007.

HILDEBRANDO, E. A, Souza, J. A da S., Angélica, RS e Neves, R. de F. **Application of bauxite waste from amazon region in the heavy clay industry**. Materials Research, v. 16, p. 1418-1422, 2013.

HIND, R. A.; BHARGAVA, S. K.; GROCOTT, S. C. **The surface chemistry of Bayer process solids: a review**, *Colloids and surfaces A: Physicochemical and engineering aspects*, n. 146, pp.359-374, 1999.

Imerys no Pará. IMERYYS CAULIM. Disponível em:
https://www.imerysnopara.com.br/pagina/?id=1&id_categoria=21. Acesso em 25 outubro 2019.

JESSOP, J. THOMPSON, M., 2002, **The international Copper Industry**, WoodHead Publishing, 1st., Cambridge, England. 2002.

KELLY, A.; MILEIKO, S. T. **Fabrication of Composites** - Handbook of Composites - vol.4 - North Holland, 1983.

LEVY NETO, F.; PARDINI, L. C. **Compósitos estruturais: ciência e tecnologia**. São Paulo: Edgar Blucher, 2006.

LEWIN, M.; MAROM, A. M.; FRANK, R. **Surface free energies of polymeric materials, additives and minerals**. Polymers for Advanced Technologies, v. 16, n. 6, p. 429-441, 2005.

LOPES, Maira Moraes. **Substituição parcial de armadura de flexão por fibras de aço em vigas de concreto**. 2005. 130f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Rio de Janeiro, 2005.

LUZ A. B.; DAMASCENO E. C. 1993. Caulim: Um mineral Industrial importante. In: **Série Tecnologia Mineral**. N° 65. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq. 29p. 1993.

LUZ A. B.; CAMPOS A. R.; CARVALHO E. A.; BERTOLINO L. C. **Rochas e Minerais industriais** - CETEM, 2005.

MACÊDO NETO, Miguel Cabral de. **Obtenção e caracterização de um compósito de matriz polimérica com carga de palha de aço**. 2016. 74f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2016.

MAIA A. A. B.; SALDANHA E.; ANGÉLICA R. S.; SOUZA C. A. G.; NEVES R. F. 2007. **Utilização de rejeito de caulim da Amazônia na síntese de zeólita A**. *Cerâmica*, 53: 319 – 324. 2007.

MAIA A. A. B.; ANGÉLICA R. S.; NEVES R. F. 2008. **Estabilização térmica da zeólita A sintetizada a partir de um rejeito de caulim da Amazônia**. *Cerâmica*, 54: 345 – 350. 2008.

- MALLICK, P. K. **Fiber-Reinforced Composites Materials, Manufacturing, and Design**. 3. ed. [S.l.]: CRC Press, 2007. 615 p.
- MANO, E.B. **Polímeros como Materiais de Engenharia**, Editora Edgar Blücher Ltda, 1991. p. 124-128.
- MANERO, A.; GIBSON, J.; FREIHOFER, G.; GOU, J., & Raghavan, S. **Evaluating the effect of nano-particle additives in Kevlar 29 impact resistant composites**. *Composites Science and Technology*, 116, 41–49, 2015.
- MANO, E. B., Mendes, L. C. **Identificação de plásticos, borrachas e fibras**. Rio de Janeiro: Editora Edgard Blücher LTDA, 240p. 2000.
- MANTOVANI, Dhyemila de Paula. **Estudo das propriedades mecânicas de compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras de *hemp* e biotratamento**. 2017. 109f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, 2017.
- MARTINS, José Antônio. **Obtenção, caracterização e utilização de um compósito com matriz de resina poliéster e carga de fibras de sisal**. 2016. 100f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2016.
- MÁRTIRES, R. A. C. **Caulim: Balanço Mineral Brasileiro**. Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM), 2010.
- MEHTA, P.; MONTEIRO, P. **CONCRETO: estrutura, propriedades, materiais**. São Paulo: Pini, 2008.
- MENDES, Bruno Henrique Alves. **Estudo da influência da incorporação de resíduo de beneficiamento de caulim nas propriedades de compósitos de matriz polimérica reforçada com fibra de bambu (*bambusa vulgaris*)**. 2019. 100f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2019.
- MILANI, Charles. **Influência da incorporação de resíduos de policarbonato em compósitos fibra de vidro/poliéster**. 2015. 45f. Trabalho de conclusão de curso (Engenheiro de Materiais e Metalurgia) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.
- MORAES, M. H.; QUEIROZ, D. P; NACIMENTO L. S.; SOUZA, J. A. S.; FUJIYAMA R. T.; COSTA, D. S. Caracterização Mecânica e Resistência à Chama de Compósitos Poliméricos com Adição de Resíduos de Lama Vermelha e Caulim. In: **23º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 2018. Disponível em: < <http://www.cbecimat.com.br/anais/PDF/IId20-001.pdf> >. Acesso em 09 de set. 2019.
- MOTA, Maria Kalionara de Freitas. **Obtenção e caracterização de um compósito de matriz polimérica com carga de bucha vegetal (*luffa cylindrica*)**. 2016. 104f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2016.
- MOURA, W. A., DAL MOLIN, D. C. C., **Influência da adição de escória de cobre em características relacionadas à durabilidade do concreto**, *Ambiente Construído*, Porto Alegre, v. 4, n. 2, p. 41-56, abr./jun. 2004.

MURPHY, J. **Additives for Plastics Handbook**. 2. Ed. [S.I.]: Elsevier Advanced Technology. 484 p. 2001.

NASCIMENTO, J. C.; CORDEIRO, H. C.; CORAL, N. F. A. F.; CORRÊA, J. A. M.; MOREIRA, S. G. C.; RODRIGUES, E. M. S. Caracterização de resíduos sólidos da barragem de rejeitos da mina do sossego (Canaã dos Carajás-Pa). In: **Anais do XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química - COBEQ 2014**. Disponível em: <<https://proceedings.science/cobeq/cobeq-2014/papers/caracterizacao-de-residuos-solidos-da-barragem-de-rejeitos-da-mina-do-sossego-%28canaa-dos-carajas-pa%29>>. Acesso em 09 de set. 2019.

ODIAN, G. **Principles of Polymerization**. 4. ed. New Jersey, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2004. 812 p.

OLIVEIRA, Kleber Bittencourt. **Estudo da extração de cobre utilizando contactores com membranas como alternativa ao processo convencional de extração por solvente**. 2013. 142f. Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2013.

PAZ S. P. A.; ANGÉLICA R. S.; NEVES R. F. 2010. **Síntese hidrotermal de sodalita básica a partir de um rejeito de caulim termicamente ativado**. *Quim. Nova*, 33 (3): 579 – 583. 2010.

QUEIROZ, D. P.; MORAES, M. H.; COSTA, D. S.; SOUZA, J. A. S.; PINHEIRO, D. R.; COSTA, D. S. Avaliação Mecânica e Flamabilidade de Compósitos com Resíduos de Lama Vermelha e Cobre. In: **23º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 2018. Disponível em: <<http://www.cbecimat.com.br/anais/PDF/IId20-002.pdf>>. Acesso em 09 de set. 2019.

RICHARDSON, H. W., 1997, **Handbook of Copper Compounds and Application**, CRC, 1st. ed., USA, 1997.

RIBEIRO, L. M. **Flamabilidade e retardância de chama do compósito: poliéster insaturado reforçado com fibra de abacaxi (palf)**. *Holos*, ano 29, vol 1, 2013.

ROSATO, D. V.; ROSATO, D. V. **Reinforced Plastics Handbook**. 3. ed. Oxford, UK: Elsevier Science, 1082 p, 2005.

SCHLESINGER, M. E., KING, M. J., SOLE, K. C., DAVENPOR, W. G., 2011, **Extractive Metallurgy of Copper**, Elsevier B.V, 5st ed., Amsterdam, The Netherlands.

SHAH, D. U. Natural fibre composites: **Comprehensive Ashby-type materials selection charts**. *Materials and Design*, v. 62, p. 21-31, 2014

SHELDON, R.P., **Composite Polymeric Materials**, ed.1, Applied Sci. Pub., England, 1982.

SILVA, A. F.; FIGUEIREDO, C. F. **Reaproveitamento de Resíduos de MDF da Indústria Moveleira**. *Revista Design e Tecnologia*, Rio Grande do Sul, v. 2, p. 77 – 87, 2010.

SILVA, Carlos Roberto Rocha da. **Obtenção, caracterização e viabilidade de utilização de um compósito polimérico a partir dos resíduos do mesocarpo da extração do dendê.** 2015. 100f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2015.

SILVA FILHO, E. B.; ALVES, M. C. M.; DA MOTTA, M. **Lama Vermelha da Indústria de Beneficiamento de Alumina: Produção, Características, Disposição e Aplicações Alternativas.** Revista Matéria, V12, n. 2, pp. 322 – 338, 2007.

SILVA FILHO, Severino Higino. **Utilização de rejeitos de caulim na síntese de zeólita A.** 2014, 64f. Dissertação (Mestrado em Química), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2014.

SILVA, Rosana Vilarim da. **Compósito de resina poliuretano derivada de óleo de mamona e fibras vegetais.** 2003. 157f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

TAVARES, Arthur Ruan Dias. **Caracterização mecânica e morfológica de compósitos com fibras de vidro e palha da costa (*raphia taedigera mart*).** 2018. 73f. Trabalho de conclusão de curso (Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Pará, Belém, 2018.

Vale. MINA SOSSEGO – CARAJÁS – BRASIL. Disponível em: <http://www.vale.com/brasil/PT/business/mining/copper/Paginas/default.aspx>. Acesso em 25 outubro 2019.

WAO – **World Aluminium Organization**, <http://www.world-aluminium.org>. Acessado em março de 2019.

ZHANG N, LIU X, SUN H e LI L. **Evaluation of blends bauxitecalcination-method red mud with other industrial wastes as acementitious material: Properties and hydration characteristics.** *Journal of Hazardous Materials*. 185:329-335, 2011.