



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

RENAN VASCONCELOS TAVARES

**INFLUÊNCIA DA VARIAÇÃO GRANULOMÉTRICA DO REJEITO DE CAULIM
NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DE FLAMABILIDADE DE COMPÓSITOS
POLIMÉRICOS**

ANANINDEUA, PA
2024

RENAN VASCONCELOS TAVARES

**INFLUÊNCIA DA VARIAÇÃO GRANULOMÉTRICA DO REJEITO DE CAULIM
NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DE FLAMABILIDADE DE COMPÓSITOS
POLIMÉRICOS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado para
obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de
Materiais, Faculdade de Engenharia de Materiais,
Campus Universitário de Ananindeua,
Universidade Federal do Pará.

Orientador: Prof. Dr. Deibson Silva da Costa
Coorientador: Me. Eng. Luis Felipe Alencar
Brandão

ANANINDEUA, PA
2024

**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)**

T231i Tavares, Renan Vasconcelos.
Influência da variação granulométrica do rejeito de caulim nas propriedades mecânicas e de flamabilidade dos compósitos poliméricos / Renan Vasconcelos Tavares. — 2024.
79 f. : il. color.

Orientador(a): Prof. Dr. Deibson Silva da Costa
Coorientador(a): Prof. Me. Luis Felipe Alencar Brandão
Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal do Pará, Campus Universitário de Ananindeua, Curso de Engenharia de Materiais, Ananindeua, 2024.

1. Compósitos poliméricos. 2. Resíduos da mineração. 3. Caulim. 4. Propriedades . I. Título.

CDD 620.11

RENAN VASCONCELOS TAVARES


**INFLUÊNCIA DA VARIAÇÃO GRANULOMÉTRICA DO REJEITO DE CAULIM
NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DE FLAMABILIDADE DOS COMPÓSITOS
POLIMÉRICOS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado para
obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de
Materiais, Faculdade de Engenharia de Materiais,
Campus Universitário de Ananindeua,
Universidade Federal do Pará.


Data de aprovação: 18/04/2024

Conceito: EXCELENTE


BANCA EXAMINADORA:

Documento assinado digitalmente
 **DEIBSON SILVA DA COSTA**
Data: 03/05/2024 09:21:50-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>


Prof. Dr. Deibson Silva da Costa
(FEMat/CAMPANANIN/UFPA – Orientador)

Documento assinado digitalmente
 **LUIS FELIPE ALENCAR BRANDAO**
Data: 13/05/2024 08:45:30-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Me. Eng. Luis Felipe Alencar Brandão
(PPGEC/ITEC/UFPA – Coorientador)

Documento assinado digitalmente
 **EDEMARINO ARAUJO HILDEBRANDO**
Data: 13/05/2024 11:40:53-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Edemarino Araujo Hildebrando
(FEMat/CAMPANANIN/UFPA – Examinador Interno)

Documento assinado digitalmente
 **EMERSON CARDOSO RODRIGUES**
Data: 10/05/2024 10:10:11-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Emerson Cardoso Rodrigues
(FEQ/ITEC/UFPA – Examinador Externo)

Aos meus pais, que sempre permaneceram ao meu lado, mesmo quando eu não tinha determinação nos dias em que tudo parecia tão difícil.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, e a Nossa Senhora de Nazaré, por terem me sustentado e me dado forças a todo momento, mesmo quando achei que não fosse possível continuar.

À minha família, pelo imenso apoio nessa jornada, em especial aos meus pais, Pedro e Elizângela, que são meu maior exemplo de caráter e determinação. Obrigado por serem meu maior apoio, e estarem ao meu lado nas batalhas mais difíceis.

Aos meus avós paternos, Seu Pedro e D. Martinha, a quem nutro um amor singelo. Obrigado pelo afeto desde minha infância. Vocês são essenciais na minha trajetória.

Aos meus avós maternos, D. Maria e Seu Guilherme (*in memoriam*), apesar do pouco tempo compartilhado ao lado de vocês, tenho certeza que de onde estiverem, estão abençoando minha vida. Muito Obrigado!

À Rachel Alencar, pela parceria durante várias etapas deste trabalho. Você, sem dúvidas, é parte dele. Obrigado por deixar o trajeto mais leve.

Aos professores da FEMAT, por todo conhecimento e sabedoria repassados durante o período de minha formação acadêmica. Agradeço aos colegas de turma, pela parceria e apoio para chegarmos até o final. Em especial à Olivia Leite, cuja amizade foi essencial para eu chegar até aqui. Obrigado por todas as vezes em que apoiamos um ao outro nas disciplinas do curso, e pelas brincadeiras e risadas durante a graduação.

Agradeço ao Prof. Dr. Deibson Costa, por todos os ensinamentos sendo orientador deste trabalho, e como professor durante a graduação. Obrigado pela disponibilidade, ajuda e confiança durante todo o processo. Ao meu coorientador, Me. Luis Felipe, pela paciência e disposição para me auxiliar na estruturação deste trabalho. Ao Prof. Dr. Emerson Rodrigues, agradeço todo o apoio e conselhos durante o tempo que estive no laboratório.

A Universidade Federal do Pará (UFPA), ao Laboratório de Engenharia Química (LEQ), ao Laboratório de Engenharia Mecânica (LABEM), e ao Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE), onde pude realizar diversas caracterizações presentes neste estudo.

Ao Laboratório de Catálise e Biocatálise (LabCat) e ao grupo de pesquisa do Laboratório de Materiais Porosos e Sintetizados (LAMPS), e à todas as amigas criadas desde que cheguei ao grupo, e onde com certeza pude compartilhar bons momentos.

A todos os amigos fiz durante essa caminhada, meu Muito Obrigado!

“Existem muitas hipóteses em ciência que estão erradas. Isso é perfeitamente aceitável, elas são a abertura para achar as que estão certas.” (Carl Sagan)

RESUMO

Através da reutilização, este estudo buscou explorar o potencial do rejeito do beneficiamento do caulim como material de carga em compósitos, visto a grande quantidade de resíduos disponíveis na região Amazônica, e assim desenvolvendo materiais combinados visando propriedades aprimoradas. Este trabalho consiste na fabricação de compósitos de matriz polimérica com rejeito de caulim advindo de uma indústria do município de Barcarena, peneirado em duas faixas granulométricas (100 e 400 *mesh* da série Tyler). A fabricação ocorreu pelo método *hand lay-up* em moldes de silicone, sem compressão. As frações de resíduo foram testadas e utilizadas em 10% e 20% em massa. A matriz utilizada foi a Poliéster Insaturada Ortoftálica Cristal, juntamente do acelerador de cobalto (1,5% v/v) e iniciador MEK-P (1% v/v), para o sistema de reticulação. A massa específica aparente do rejeito foi averiguada por meio do método do picnômetro. A caracterização do rejeito correspondeu a uma análise mineralógica, através da Difração de Raios X, e morfológica, por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os corpos de prova fabricados foram submetidos a ensaios físicos de Absorção de Água, Porosidade Aparente e Massa Específica Aparente, seguindo as normas ASTM D570, D2734 e D792, respectivamente. As propriedades mecânicas foram analisadas realizando-se o ensaio de tração (ASTM D638). Por fim, a taxa de propagação de chama foi determinada pelo ensaio de flamabilidade horizontal (ASTM D635). A análise mineralógica, por DRX, do rejeito apresentou picos de Caulinita e Quartzo, enquanto que a morfológica, por MEV, identificou os formatos pseudo-hexagonais das partículas, bem como a variação do tamanho entre as granulometrias estudadas. Nos ensaios físicos, os compósitos obtiveram um aumento das propriedades físicas conforme a inserção de particulado na matriz polimérica. A resistência à tração dos compósitos mostrou um declínio em relação a matriz polimérica, não sendo um reforço efetivo, apesar das séries de compósitos com particulados de 400 *mesh* apresentarem maior eficiência em comparação à série de 100 *mesh*. O ensaio de flamabilidade horizontal permitiu discutir a influência da carga inorgânica do caulim nos compósitos poliméricos, sendo um bom agente retardante de chamas, especialmente para as séries com proporção mássica de 20% de rejeito de caulim, se enquadrando nas normas ASTM D635 e CONTRAN 498. Com base no estudo realizado, a aplicação de rejeito de caulim advindo do beneficiamento é uma alternativa para a produção de compósitos, visando a melhora de propriedades específicas do material final, e possível aplicação, tais como divisórias de parede, painéis, e outros locais em que não se exija um esforço mecânico elevado.

Palavras-chave: Compósitos poliméricos; Resíduos da mineração; Caulim; Propriedades.

ABSTRACT

Through reuse, this study sought to explore the potential of kaolin processing waste as a filler material in composites, given the large amount of waste available in the Amazon region, and thus develop combined materials with improved properties. This work consists of manufacturing polymer matrix composites with kaolin waste from an industry in the city of Barcarena, sieved in two particle size ranges (100 and 400 mesh of the Tyler series). It was manufactured using the hand lay-up method in silicone molds, without compression. The residue fractions were tested and used at 10% and 20% by mass. The matrix used was Crystal Orthophthalic Unsaturated Polyester, together with cobalt accelerator (1.5% v/v) and MEK-P initiator (1% v/v) for the crosslinking system. The apparent specific mass of the tailings was determined using the pycnometer method. The tailings were characterized by mineralogical analysis using X-ray diffraction and morphological analysis using scanning electron microscopy (SEM). The manufactured specimens were subjected to physical tests of Water Absorption, Apparent Porosity and Apparent Specific Mass, in accordance with ASTM standards D570, D2734 and D792, respectively. The mechanical properties were analyzed using the tensile test (ASTM D638). Finally, the rate of flame propagation was determined by the horizontal flammability test (ASTM D635). The mineralogical analysis of the tailings by XRD showed peaks of kaolinite and quartz, while the morphological analysis by SEM identified the pseudo-hexagonal shapes of the particles, as well as the variation in size between the particle sizes studied. In the physical tests, the physical properties of the composites increased as the particles were added to the polymer matrix. The tensile strength of the composites showed a decline in relation to the polymer matrix and was not an effective reinforcement, although the series of composites with 400 mesh particulates showed greater efficiency compared to the 100 mesh series. The horizontal flammability test made it possible to discuss the influence of kaolin's inorganic charge on polymer composites, as it is a good flame retardant agent, especially for the series with a 20% mass proportion of kaolin tailings, meeting ASTM D635 and CONTRAN 498 standards. Based on the study carried out, the application of kaolin tailings from processing is an alternative for the production of composites, with a view to improving the specific properties of the final material, and possible application, such as wall partitions, panels, and other places where high mechanical stress is not required.

Keywords: Polymer composites; Mining waste; Kaolin; Properties.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Fases do material compósito.....	21
Figura 2 - Representação esquemática: (a) Polímero linear (termoplástico) e (b) Polímero com baixa densidade de ligações cruzadas (termorrígido) e (c) Polímero com ligações cruzadas (termorrígido).	23
Figura 3 - Reação para obtenção da resina de poliéster termorrígida.	24
Figura 4 - Representação esquemática da cura do poliéster insaturado.	24
Figura 5 - Resina Poliéster Ortoftálica.	25
Figura 6 - Classificação dos materiais compósitos quanto ao reforço.	26
Figura 7 - Formulações para materiais compósitos.	27
Figura 8 - Padrão de deformação na matriz em volta de uma fibra e de uma partícula, sujeitos a aplicação de uma carga de tração.	28
Figura 9 - Fluxograma da classificação de resíduos industriais	30
Figura 10 - Rocha de caulim.	31
Figura 11 - Figura esquemática da estrutura da caulinita (argilomineral 1:1).....	31
Figura 12 - Principais aplicações do caulim em papel.	32
Figura 13 - Fluxograma simplificado do beneficiamento de caulim por via úmida.	33
Figura 14 - Depósito de Caulim Rio Capim.....	34
Figura 15 - Ilustração do processo do ensaio de tração.....	36
Figura 16 - Curva Tensão x Deformação.....	37
Figura 17 – Esquema do aparato utilizado para o ensaio de flamabilidade horizontal.	39
Figura 18 - Fluxograma com as principais etapas de fabricação e caracterizações do compósito.	40
Figura 19 - Materiais: (a) resina poliéster ortoftálica cristal; (b) iniciador MEK-P e (c) acelerador de cobalto.	42
Figura 20 - Rejeito de Caulim: (a) antes e (b) depois da desagregação.	42
Figura 21 - Equipamentos utilizados: (a) estufa; (b) moinho de bolas; (c) peneiras de 100 e 400 mesh;.....	43
Figura 22 - Difratômetro de Raios X.....	45
Figura 23 - Microscópio Eletrônico de Varredura.	45
Figura 24 - Molde para os corpos de prova de tração.	47
Figura 25 - Molde dos corpos de prova para o ensaio de flamabilidade.....	47
Figura 26 - Fluxograma da fabricação dos compósitos.....	49

Figura 27 - (a) Dimensões dos corpos de prova e (b) cp's para a caracterização física.	50
Figura 28 - Realização do ensaio físico com a balança e o aparato.	50
Figura 29 – Dimensões (mm) dos corpos de prova para ensaio de tração conforme ASTM D638.	50
Figura 30 - Ensaio de tração (a) Máquina universal de ensaio e (b) Realização do ensaio em compósito.	51
Figura 31 - Dimensões (mm) dos corpos de prova para ensaio de flamabilidade conforme norma ASTM D635.	51
Figura 32 - Ensaio de flamabilidade horizontal.	52
Figura 33 - Difratograma de Raios X da amostra de rejeito de caulim.	54
Figura 34 - Micrografia do rejeito de caulim (a) 100 mesh e (b) 400 mesh com ampliação de 500x.	55
Figura 35 - Micrografia do rejeito de caulim (a) 100 mesh e (b) 400 mesh com ampliação de 1000x.	55
Figura 36 - Gráfico comparativo das propriedades físicas.	58
Figura 37 - Relação entre o limite de resistência à tração e porosidade aparente.	61
Figura 38 - Gráfico Tensão x Deformação dos compósitos com RC 100 mesh.	62
Figura 39 - Gráfico Tensão x Deformação dos compósitos com RC 400 mesh.	62
Figura 40 - Gráfico Tensão x Deformação dos compósitos com RC 100/400 mesh.	63
Figura 41 - Comparação do resultado obtido na flamabilidade horizontal com as normas existentes.	66

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Principais características e limitações das resinas termofixas.	22
Quadro 2 - Tipos de resinas poliéster disponíveis no mercado.	25

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades da Resina Poliéster Ortoftálica Cristal.	41
Tabela 2 - Formulações utilizadas para a fabricação dos compósitos de tração.....	47
Tabela 3 - Formulações utilizadas para a fabricação dos compósitos de flamabilidade.....	48
Tabela 4 - Resultados dos ensaios físicos dos compósitos fabricados.....	56
Tabela 5 - Dados obtidos dos ensaios de tração nos compósitos.....	59
Tabela 6 - Desempenho dos corpos de prova quanto à flamabilidade horizontal.....	64
Tabela 7 - Comparativo entre o resultado obtido neste trabalho com materiais encontrados na literatura.....	66

LISTA DE SIGLAS, ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

A	Área útil da seção transversal
AA	Absorção de Água
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
B	Velocidade de queima
CP's	Corpos de Prova
DNPM	Departamento Nacional de Produção Mineral
DRX	Difração de Raios X
E	Módulo de Young
F	Carga aplicada
GPa	Giga Pascal
kN	Kilo Newton
l	Comprimento longitudinal sob efeito de carga
l ₀	Comprimento original
LabCat	Laboratório de Catálise e Biocatálise
LAMPS	Laboratório de Materiais Porosos e Sintetizados
LCE	Laboratório de Caracterização Estrutural
LEQ	Laboratório de Engenharia Química
LSA	Laboratório de Síntese e Adsorção
m ₁	Massa do picnômetro vazio
m ₂	Massa do picnômetro com o sólido
m ₃	Massa do conjunto picnômetro/sólido/água
m ₄	Massa do picnômetro/água
MEA	Massa Específica Aparente
MEK-P	Peróxido de metiletilcetona
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
M _i	Massa Imersa
mm	Milímetros
MPa	Mega Pascal
M _s	Massa Seca
M _u	Massa Úmida

PA	Porosidade Aparente
PNRS	Política Nacional de Resíduos Sólidos
RC	Rejeito de Caulim
RC #100	Compósitos com Rejeito de Caulim de granulometria 100 <i>mesh</i>
RC #400	Compósitos com Rejeito de Caulim de granulometria 400 <i>mesh</i>
RC #100/400	Compósitos com 50% de Rejeito de Caulim 100 <i>mesh</i> e 50% de Rejeito de Caulim 400 <i>mesh</i> .
RCD	Resíduos da Construção e Demolição
UFPA	Universidade Federal do Pará
USIMAT	Usina de Materiais
Δl	Variação do comprimento
ε	Deformação de Engenharia
ρ	Densidade
σ	Tensão de ruptura

Sumário

1. INTRODUÇÃO	16
1.1. Justificativa.....	17
1.2. Objetivos	18
1.2.1. Objetivo Geral	18
1.2.2. Objetivos Específicos	18
1.3. Síntese do Trabalho.....	19
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	20
2.1. Materiais Compósitos	20
2.1.1. Fase Matriz	20
2.1.1.1. Matrizes Poliméricas	21
2.1.1.2. Resina Poliéster	23
2.1.2. Fase Reforço	25
2.1.2.1. Compósitos Reforçados Com Particulados	27
2.1.3. Processo de Fabricação Manual (<i>Hand Lay-up</i>).....	29
2.2. Resíduos Industriais.....	29
2.2.1. Caulim.....	30
2.2.1.1. Beneficiamento e Gestão de Resíduos	32
2.2.1.2. Compósitos Reforçados com Rejeito de Caulim.....	34
2.3. Caracterização dos Materiais.....	35
2.3.1. Ensaio Físicos.....	35
2.3.2. Ensaio Mecânico de Tração	36
2.3.3. Resistência à Chamas	38
3. MATERIAIS E MÉTODOS	40
3.1. Materiais	41
3.1.1. Matriz Polimérica	41
3.1.2. Rejeito de Caulim	42
3.2. Procedimentos Experimentais.....	43
3.2.1. Caracterização do Rejeito Mineral	44
3.2.1.1. Massa Específica	44
3.2.1.2. Análise Mineralógica	44
3.2.1.3. Análise Morfológica.....	45
3.2.2. Compósitos	45
3.2.2.1. Testes Preliminares.....	45

3.2.2.2. Confeção dos Compósitos	46
3.2.3. Caracterização dos Compósitos	49
3.2.3.1. Ensaio Físicos	49
3.2.3.2. Ensaio Mecânico de Tração.....	50
3.2.3.3. Ensaio de Flamabilidade Horizontal	51
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	53
4.1. Caracterização do Rejeito Mineral.....	53
4.1.1. Massa Específica	53
4.1.2. Mineralógica	53
4.1.3. Morfológica	54
4.2. Caracterização dos Compósitos	56
4.2.1. Ensaio Físicos.....	56
4.2.2. Ensaio Mecânico de Tração	58
4.2.3. Ensaio de Flamabilidade Horizontal.....	64
5. CONCLUSÕES E SUGESTÕES	68
5.1. Conclusões.....	68
5.2. Sugestões para trabalhos futuros.....	69
REFERÊNCIAS	70

1. INTRODUÇÃO

Problemas relacionados a geração de resíduos sólidos vêm sendo cada vez mais recorrentes, demandando alternativas viáveis que atendam exigências ambientais. Na região norte, é notável a presença de atividades mineradoras que se apresentam como agentes poluentes, dentre as quais a geração de resíduos sólidos. Neste cenário, a indústria do caulim apresenta um forte destaque (MENDES, 2019).

Dentro do cenário nacional, na Amazônia, há inúmeros depósitos de caulim de boa qualidade e com reconhecimento internacional. As maiores empresas de beneficiamento existente na região atuam quase que exclusivamente na produção de caulim para cobertura de papel e estão localizadas no Estado do Pará (SANTOS, PIMENTEL SANTOS, 2022).

O termo caulim é utilizado tanto para denominar a rocha que contém a caulinita, como o seu principal constituinte, quanto para o produto resultante do seu beneficiamento. Caulim é uma rocha de granulometria fina, constituída de material argiloso, normalmente com baixo teor de ferro, de cor branca ou quase branca (LUZ *et al*, 2008).

O caulim ocorre em diversas partes do mundo, principalmente na região Amazônica no Brasil (MURRAY, 2000). Como o caulim ocorre juntamente de diversas impurezas, faz-se necessário a realização de processos de beneficiamento, a fim de adequá-lo às especificações de mercado e aplicações industriais (SOUSA *et al.*, 2020). A mineração e o beneficiamento do caulim, por sua natureza, envolvem atividades que alteram as condições ambientais provocando impactos ao meio físico e biótico (SILVA *et al.*, 2001) fazendo com que este minério, apesar de sua importância em várias indústrias, esteja associado a uma grande problemática ambiental.

Segundo a Agência Nacional de Mineração (2019), a produção de caulim beneficiado no Brasil correspondeu a um total de 1,74 milhões de toneladas, dos quais o Pará representou cerca de 93,5%, com 1,62 milhões de toneladas produzidas. Nesse sentido, a indústria é responsável por gerar grandes volumes de resíduos, com cerca de 1,2 milhão de toneladas de resíduo do beneficiamento de caulim gerados no estado do Pará. Com efeito, há crescente interesse em encontrar maneiras de utilizar o rejeito de caulim, tanto para reduzir o impacto ambiental, sendo uma alternativa a sua utilização em materiais compósitos poliméricos.

Um material compósito pode ser definido como uma mistura física de dois ou mais materiais, insolúveis um no outro, combinados para dar forma a um novo material com propriedades diferentes aos componentes puros (MERLINI, 2021). Uma ampla gama de

materiais compósitos é constituída por duas fases: uma denominada matriz, a qual é contínua e envolve a outra fase, chamada de fase dispersa. A fase matriz pode ser constituída de material cerâmico, metálico ou polimérico, enquanto na fase dispersa estão as fibras e/ou partículas. De modo geral, as propriedades dos compósitos dependem das propriedades das fases constituintes, das suas quantidades relativas e da geometria da fase dispersa, o que envolve a forma, tamanho, distribuição e orientação das fibras ou partículas (CALLISTER, 2020; MARINUCCI, 2011).

Desta forma, este estudo apresenta a análise das propriedades físicas, mecânicas e de flamabilidade de compósitos poliméricos com a adição de rejeito de caulim visando o reaproveitamento do mesmo, e a redução dos impactos ambientais.

1.1. Justificativa

A extração mineral é uma das atividades econômicas mais importantes atualmente. Todavia, ela tem chamado atenção não apenas por este aspecto, mas, principalmente, pelos impactos socioambientais que tem ocasionado. Nos últimos anos uma explosão de danos associados às diferentes fases da mineração tem ganhado os noticiários, demonstrando os riscos a ela associados, como também a necessidade de uma maior responsabilidade socioambiental das empresas mineradoras. Aliado a isso, em alguns países a ineficácia dos órgãos estatais em regular e fiscalizarem a exploração também tem contribuído para o cenário de desastres (MANÉ *et al.*, 2022).

No Pará, a extração do caulim está atrelada a empresa Imerys que possui duas minas no estado, a Imerys Rio Capim Caulim (IRCC) e a Pará Pigmentos S/A (PPSA), ambas estão localizadas no município de IPIXUNA do Pará – PA, e realizam extensas atividades mineradoras e de beneficiamento de caulim (CARNEIRO *et al.*, 2003).

Na atividade de mineração, grandes volumes e massas de materiais são extraídos e movimentados. Existem dois tipos principais de resíduos sólidos: os estéreis e os rejeitos. Os estéreis são os materiais escavados, gerados pelas atividades de extração (ou lavra) no decapeamento da mina, não têm valor econômico e ficam geralmente dispostos em pilhas. Os rejeitos são resíduos resultantes dos processos de beneficiamento a que são submetidas às substâncias minerais. Estes processos têm a finalidade de padronizar o tamanho dos fragmentos, remover minerais associados sem valor econômico e aumentar a qualidade, pureza ou teor do produto final (SILVA, 2012).

Com o crescente desenvolvimento industrial, a preocupação ambiental com os resíduos gerados, a pressão de agências ambientais e a busca de competitividade no mercado através das certificações, fazem com que as pesquisas para utilização dos resíduos industriais sejam mais intensificadas. Um grande desafio para as empresas é o de encontrar alternativas viáveis para destinar os resíduos gerados durante o processo produtivo, que sejam técnica e economicamente viáveis, minimizando ao máximo o impacto ambiental (ANDRADE, 2016).

1.2. Objetivos

1.2.1. Objetivo Geral

Produzir compósitos de matriz polimérica pela técnica *hand lay-up*, verificando a influência da adição carga de rejeito industrial de caulim e avaliar suas propriedades físicas, mecânicas e de resistência à chama.

1.2.2. Objetivos Específicos

- Avaliar as análises mineralógicas (DRX) e morfológicas (MEV) do rejeito de caulim, com o objetivo de verificar a influência de diferentes faixas granulométricas do caulim nos compósitos.
- Confeccionar compósitos poliméricos com proporções de 10% e 20% de rejeito de caulim, em duas granulometrias (100 *mesh* e 400 *mesh* da série *Tyler*), analisando o limite de viabilidade de confecção dos corpos de prova.
- Proceder ensaios físicos (AA, PA e MEA), mecânico de tração e flamabilidade horizontal para avaliar as propriedades do material nas faixas granulométricas de 100 *mesh* e 400 *mesh*, e das granulometrias combinadas 100/400 *mesh*.

1.3. Síntese do Trabalho

A seção 1 trata-se de uma introdução acerca do trabalho, bem como os objetivos, que se propõem a apresentar a importância da pesquisa e o potencial da utilização de resíduos em compósitos poliméricos.

A seção 2 apresenta um referencial teórico sobre os principais componentes do trabalho, como os materiais compósitos, resinas poliméricas, e resíduos industriais.

A seção 3 aborda os materiais e métodos, detalhando os materiais e os processos envolvidos, desde a fabricação até a caracterização dos materiais.

A seção 4 dispõe os resultados obtidos, a partir das análises realizadas, e discutindo-os com o auxílio de gráficos e tabelas.

A seção 5 apresenta a conclusão dos resultados do trabalho. Objetivamente, traça-se um paralelo da conclusão referente aos objetivos delimitados. Por fim, baseado no que foi alcançado no trabalho, também são propostas sugestões para trabalhos futuros.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Materiais Compósitos

Inúmeros avanços tecnológicos recentes, relacionadas com aplicações relevantes em diversas áreas se tornaram viáveis através do advento de compósitos estruturais. Essa classe de materiais é conhecida por ser bastante abrangente, compreendendo desde polímeros, bem como outros que incorporam matriz metálica ou matriz cerâmica (LEVY NETO, PARDINI, 2016).

Comparados a outros materiais tradicionais, os compósitos apresentam algumas características que os tornam particularmente especiais, podendo ser fabricados de acordo com a necessidade. Em contrapartida a outros materiais, a utilização de compósitos na indústria automobilística e na aeroespacial vem crescendo nos últimos anos. Além de tudo, boa parte dessa classe de materiais apresenta relação com a reciclagem, o que é muito conveniente para a sustentabilidade (KHAN *et al.*, 2024).

Por definição, um compósito pode ser um material multifásico feito de forma artificial, em contraste com um material que ocorre naturalmente. As fases constituintes devem ser diferentes quimicamente. Muitos destes materiais são constituídos por duas fases: uma classificada como matriz, a qual é contínua e envolve a outra fase, geralmente denominada de fase dispersa (CALLISTER, 2020).

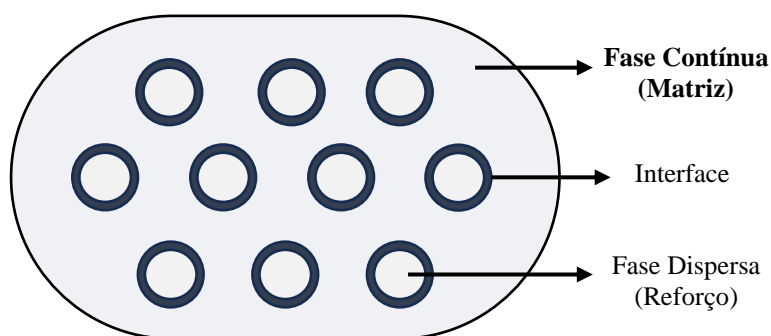
2.1.1. Fase Matriz

A matriz equivale a fase contínua do material compósito, sendo crucial na constituição do mesmo, uma vez que é responsável por desempenhar diversas funções, sendo a principal manter a integridade estrutural do compósito através de ligações simultâneas com material de reforço devido aos seus aspectos coesivos e adesivos, tendo por finalidade envolvê-lo, protegendo-o de ações externas e transmitindo os esforços para o mesmo (MENDONÇA, 2019; LEVY NETO, PARDINI, 2016).

As matrizes possuem devidas classificações de acordo com o tipo de material utilizado para envolver o reforço. Três denominações frequentes de compósitos são utilizadas: Compósitos de Matriz Polimérica (CMP's), Compósitos de Matriz Metálica (CMM's) e Compósitos de Matriz Cerâmica (CMC's) (YEOMANS, 2008). Os compósitos poliméricos são formados pela incorporação de elementos de reforço, como partículas ou fibras, em uma matriz polimérica. Os materiais são combinados, formando uma nova entidade com propriedades

aprimoradas (mecânicas, termodinâmicas, funcionais, entre outras). Os compósitos poliméricos são categorizados em diversos tipos, determinados por fatores incluindo características térmicas (termorrígidos e termoplásticos), composição estrutural (polímeros amorfos e cristalinos), distinção de origem (polímeros naturais e sintéticos), degradabilidade (polímeros biodegradáveis e não biodegradáveis), entre outros (GUPTA *et al.*, 2024). Na Figura 1, exemplifica-se o modelo esquemático do compósito, ressaltando-se a fase matriz do material.

Figura 1 - Fases do material compósito.



Fonte: Adaptado de Chawla (2006).

2.1.1.1. Matrizes Poliméricas

Os polímeros de forma geral, podem ser classificados em termoplásticos, termorrígidos e elastômeros, conforme suas propriedades mecânicas e térmicas. Os termoplásticos e os termorrígidos têm preferência pelos cientistas, dado seus baixos ciclos de produção e custos de processamento mais baixo (MOMANYI *et al.*, 2019).

Os termoplásticos são os que sob um aumento substancial de temperatura e marginal da pressão, amolecem e fluem, podendo ser moldados sob estas condições. Eles são polímeros de alta massa molar molecular, constituídos de grandes cadeias lineares, ou seja, macromoléculas. A organização das cadeias se dá por um emaranhado que permite que o material apresente integridade física, mas que é passível de deformação plástica quando o mesmo é submetido a tensões (CANEVAROLO, 2010; LEVY NETO, PARDINI, 2016).

Já os termorrígidos são polímeros em rede, não podendo sofrer alterações após a formação da rede e não amolecem sob aquecimento, devido às suas ligações cruzadas químicas intermoleculares covalentes, as quais oferecem maior rigidez e resistência. Exemplos de polímeros termofixos são as resinas epóxi, poliéster insaturado, vinil éster e fenólica (CANEVAROLO, 2010; MARINUCCI, 2011). No Quadro 1, estão algumas características e limitações das resinas termofixas.

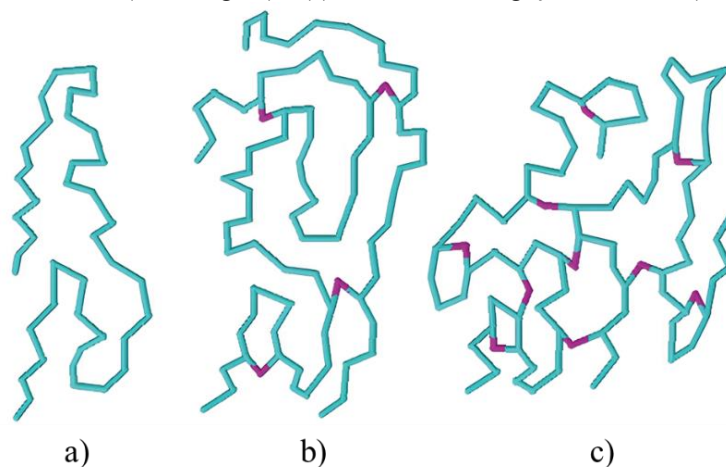
Quadro 1 - Principais características e limitações das resinas termofixas.

RESINA	CARACTERÍSTICAS	LIMITAÇÕES
Epóxi	<ul style="list-style-type: none"> ○ Excelente propriedade em compósitos ○ Muito boa resistência química e propriedades elétricas ○ Boas propriedades térmicas ○ Baixa contração na cura 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Longos ciclos de cura ○ Melhores propriedades obtidas em altas temperaturas de cura
Fenólica	<ul style="list-style-type: none"> ○ Ótimas propriedades térmicas ○ Boa resistência ao fogo ○ Boas propriedades elétricas 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Cor
Poliéster	<ul style="list-style-type: none"> ○ Amplamente utilizada ○ Fácil uso ○ Cura a temperatura ambiente ○ Ótimas propriedades em compósitos ○ Boa resistência química ○ Boas propriedades elétricas 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Emissão de estireno ○ Contração durante a cura ○ Inflamável
Poliuretano	<ul style="list-style-type: none"> ○ Boas propriedades em compósitos ○ Muito boa resistência química ○ Alta dureza (resistência ao impacto) ○ Boa resistência a abrasão 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Cor ○ Isocianetos como agentes de cura
Silicone	<ul style="list-style-type: none"> ○ Ótimas propriedades térmicas excelente resistência química ○ Ótimas propriedades elétricas ○ Resistente a hidrólise e oxidação- ○ Boa resistência ao fogo ○ Não tóxico 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Adesão ○ Longos ciclos de cura ○ Cura somente a altas temperaturas

Fonte: Adaptado de Aquino, 2003.

Os polímeros lineares e os ramificados geralmente são termoplásticos e os polímeros com ligações cruzadas são termorrígidos. A densidade das ligações cruzadas pode variar desde baixa, como encontrada nas borrachas até alta como na ebonite (CARRAHER, 2017). Na Figura 2, está representado figurativamente, os tipos de polímeros e suas ligações.

Figura 2 - Representação esquemática: (a) Polímero linear (termoplástico) e (b) Polímero com baixa densidade de ligações cruzadas (termorrígido) e (c) Polímero com ligações cruzadas (termorrígido).



Fonte: Carraher Jr, 2017.

2.1.1.2. Resina Poliéster

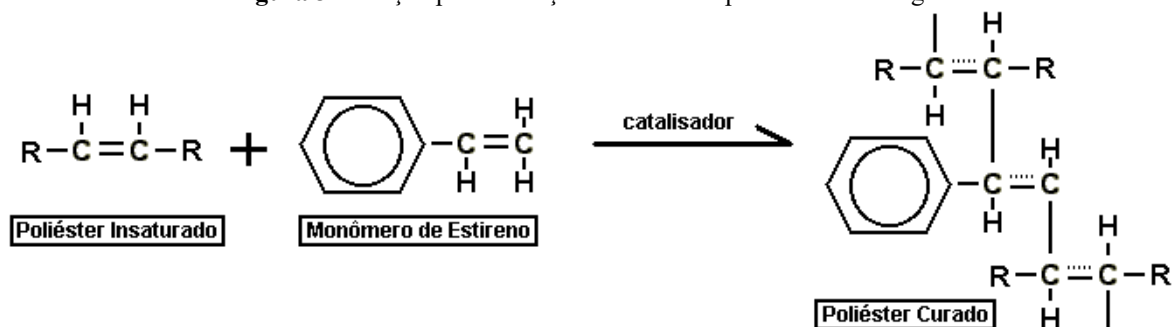
De acordo com Utekar *et al.* (2021), a resina poliéster é reconhecida como um dos polímeros termorrígidos mais versáteis e utilizados para a fabricação de compósitos poliméricos, devido as suas propriedades e aplicações. Isso se dá em função das boas condições de reatividade, ao bom desempenho mecânico e ao custo mais acessível que a resina epóxi ou éster-vinílica. Nas matrizes de resina poliéster o radical éster, o menor segmento de um poliéster, é o produto da reação de um álcool e um ácido com a eliminação de água. Desta forma, o poliéster é a ligação química entre vários ésteres (AZIZ, 2005; NASSEH, 2007).

Para Holfmann *et al.* (2022), o poliéster insaturado difere-se do saturado pelo fato de que as matérias-primas utilizadas para o poliéster insaturado possuem ligações duplas ($C=C$), e que durante o processo de reticulação, também chamado de cura, formam uma estrutura reticulada com o monômero resultando em um polímero termorrígido.

A estrutura básica de um poliéster insaturado trata-se de polímeros de condensação formados a partir da reação de ácidos orgânicos dibásicos e álcoois poli-hidroxilados. Eles são polímeros lineares de cadeia longa que contêm ligações duplas de carbono, e possuem em sua composição unidades monoméricas insaturadas de baixa massa molar, como o estireno, que atuam como diluentes, reduzindo a viscosidade para que a resina possa ser processada e moldada. Além disso, o monômero de estireno também possui ligações duplas de carbono que atuam como um agente de cura, ao unir moléculas de polímero adjacentes em seus pontos de insaturação. As resinas de poliéster insaturadas curam por um mecanismo de radicais livres entre o oligômero de resina e o monômero insaturado. A cura à temperatura ambiente envolve

a geração de alto fluxo de radicais livres usando um peróxido orgânico, como o peróxido de metiletilcetona (MEK-P). A reticulação das resinas insaturadas é caracterizada por um mecanismo cuja previsibilidade dos produtos é complexa, onde os radicais livres crescem e formam moléculas de cadeia longa conectando monômeros de estireno e moléculas de poliéster insaturadas por reações inter e intramoleculares dando origem a uma rede tridimensional, onde a resina líquida se transforma num sólido quimicamente estável e infusível (CHIRAYIL, 2014; AHMAD; RODRIGUE, 2022; JANKOVIĆ, 2010; KOSAR *et al.*, 2012; KNOP; PILATO, 1985). A Figura 3 ilustra a reação de cura para obtenção da resina poliéster insaturada.

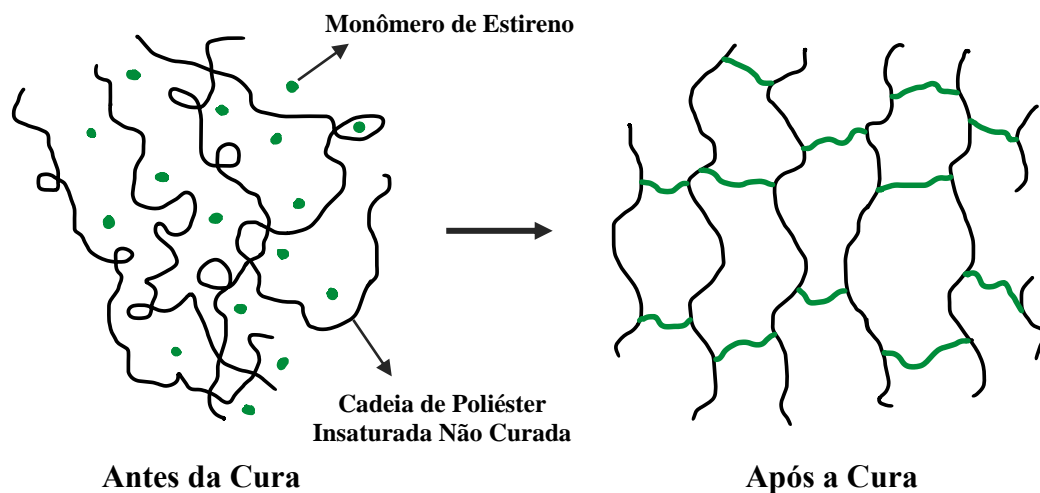
Figura 3 - Reação para obtenção da resina de poliéster termorrígida.



Fonte: Sakamoto, 2018.

Segundo Melouki (2022), dentro do sistema viscoso da resina poliéster, o monômero possui ligações duplas que são desfeitas pela ação de catalisadores, formando os radicais livres descritos acima, que são altamente energizados, fornecendo calor à mistura. Esse calor favorece a agitação das moléculas, acelerando o processo de cura. A Figura 4 apresenta de forma simplificada, o processo de cura entre as cadeias de poliéster e os monômeros de estireno.

Figura 4 - Representação esquemática da cura do poliéster insaturado.



Fonte: Adaptado de Chirayil *et al.*, 2014.

A quantidade de mistura de ácidos saturados e insaturados, o que fornece a característica da propriedade da resina e influencia na reativação da cura. As resinas mais comuns no mercado utilizam ácidos saturados isoftálicos ou ortoftálicos (PARK, 2011). No entanto, há existência de outros tipos, como pode ser visto no Quadro 2.

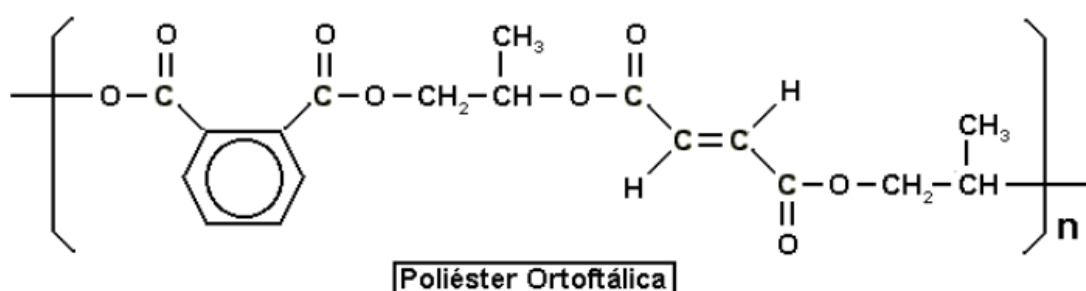
Quadro 2 - Tipos de resinas poliéster disponíveis no mercado.

TIPOS	CARACTERÍSTICAS
Ortoftálica	resina mais comum de menor custo para usos básicos não nobres
Tereftálica	possui resistências físicas pouco superiores a ortoftálica, porém baixa resistência a UV
Isoftálica	melhores características mecânicas, químicas e térmicas que as anteriores
Isoftálica com NPG	o NPG melhora a resistência a hidrólise
Bifenólica	possui melhores características químicas e térmicas

Fonte: Silaex, 2023.

As resinas ortoftálicas são utilizadas como ácidos modificadores, o ftálico ou seu anidrido. Suas propriedades mecânicas e químicas são inferiores às demais, devido à dificuldade de se obter polímeros de alto peso molecular. A anidrido ftálico tem forte tendência de se regenerar a partir dos meios ésteres do ácido ftálico (reação reversível), fato que incrementa a presença de espécies de baixo peso molecular, altamente sensíveis ao ataque químico (SILAEX, 2023). Na Figura 5, apresenta-se uma molécula de Resina Poliéster Ortoftálica.

Figura 5 - Resina Poliéster Ortoftálica.



Fonte: Sakamoto 2018.

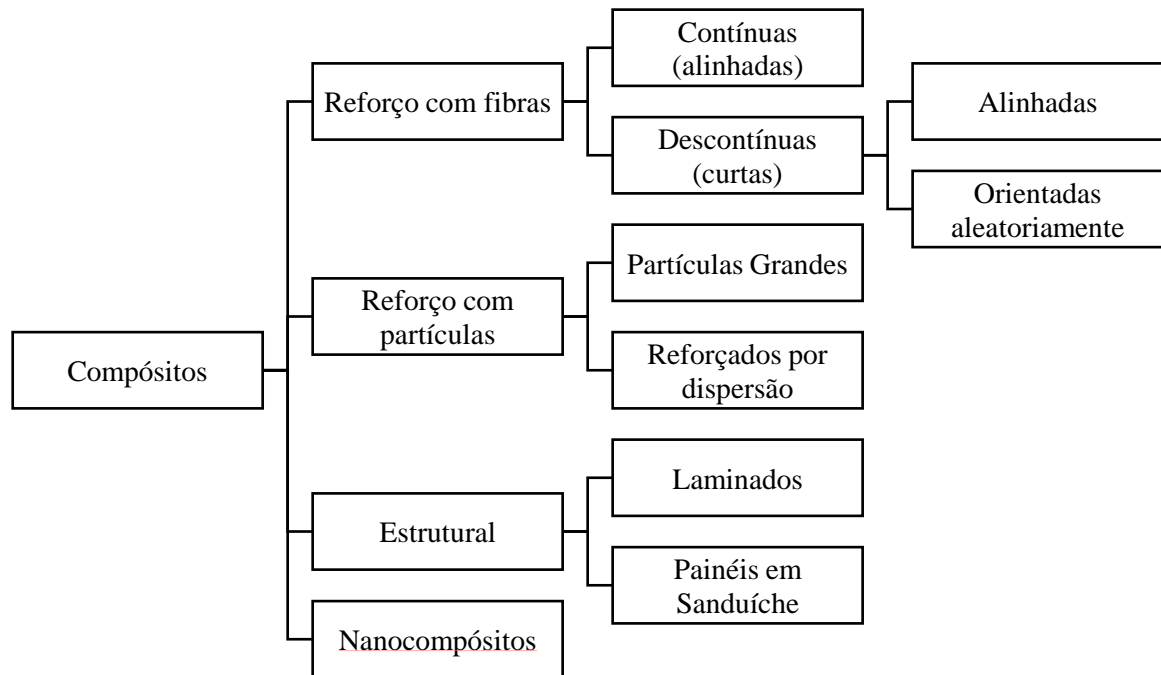
2.1.2. Fase Reforço

Já a fase dispersa é classificada como reforço com partículas e/ou fibras. As partículas podem ser grandes ou por dispersão, sendo que no primeiro as interações partícula-matriz não são tratadas a nível atômico, agindo como carga e modificando as propriedades do material. No

segundo, as partículas são menores, e as interações partícula-matriz que levam ao aumento da resistência ocorrem a nível atômico ou molecular. Já as fibras podem ser contínuas ou descontínuas, sendo um elemento de reforço de compósitos estruturais que efetivamente suportam carregamento mecânico. Deste modo, nos compósitos reforçados com partículas, tem-se as dimensões iguais dos particulados em todas as direções, e nos compósitos com fibras, a fase dispersa se configura em dimensões que envolvem uma relação comprimento e diâmetro (CALLISTER, 2020; LEVY NETO, PARDINI, 2016; ASKELAND, 2014).

Os compósitos estruturais ou em multicamadas são desenvolvidos para apresentar uma baixa massa específica, bem como um alto grau de integridade estrutural. Além destes, ainda há os nanocompósitos, compostos por partículas de tamanho nanométrico, inseridas na matriz, sendo projetados com o objetivo de possuir propriedades elevadas quando comparadas a materiais convencionais (MARINUCCI, 2011; CALLISTER, 2020). A Figura 6 apresenta a classificação para os tipos de reforços em compósitos.

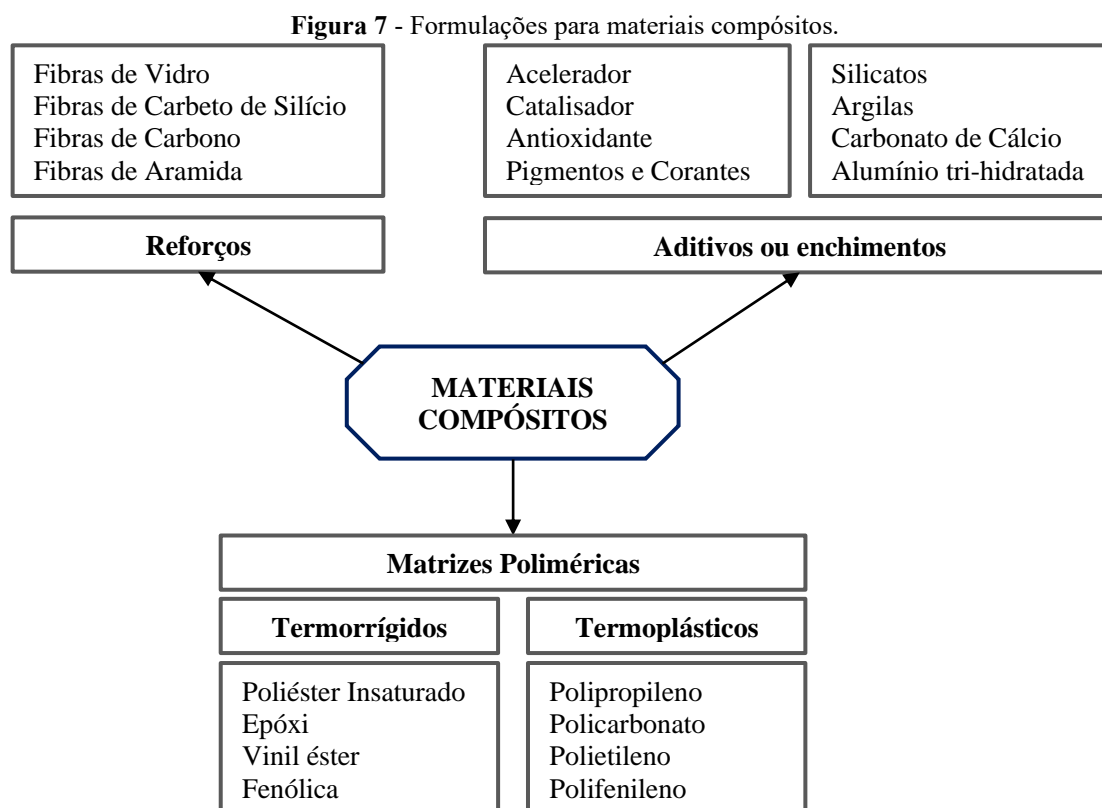
Figura 6 - Classificação dos materiais compósitos quanto ao reforço.



Fonte: Adaptado de Callister, 2020.

Para conhecer a descrição do material compósito, é necessário especificar três naturezas: a natureza dos constituintes e suas propriedades, a geometria do reforço e sua distribuição, e por último a natureza da interface matriz-reforço, pois para esta classe de materiais, torna-se extremamente relevante a forma como as fases estão distribuídas e como elas interagem entre si. A diversificação das propriedades do produto final dependerá dos elementos citados

(HSISSOU *et al.*, 2021; DIACENCO, PAVANELLO, 2021). Na Figura 7, há um esquema dos tipos de reforços, cargas e aditivos para matrizes poliméricas.



Fonte: Adaptado de Hsissou *et al.*, 2021.

2.1.2.1. Compósitos Reforçados Com Particulados

Os compósitos reforçados por partículas dividem-se em duas subclasses: reforçados com partículas grandes ou reforçados por dispersão. A diferença entre elas é baseada principalmente no tamanho das partículas. Nos compósitos com partículas grandes, a interação entre a partícula e a matriz não pode ser analisada a nível atômico ou molecular. Nos reforçados por dispersão, as partículas são muito menores, apresentando diâmetros entre 0,01 e 0,1 μm (CALLISTER, 2020).

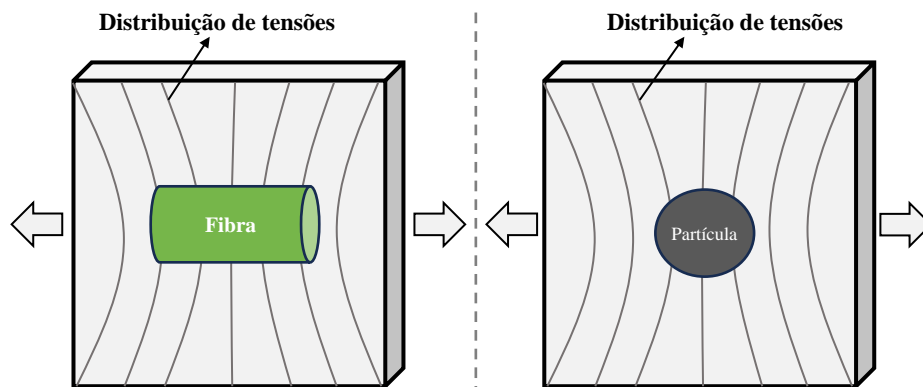
Os compósitos particulados detêm de um ou mais tipos de partículas dispersas em uma matriz polimérica. A inserção de cargas particuladas é uma prática bem estabelecida pela indústria de polímeros, de forma que as propriedades da matriz podem ser significativamente aumentadas e simultaneamente há uma redução de custos do componente (MERLINI, 2021).

São conhecidas várias formas de partículas, destacando-se as quadradas, triangulares e redondas. A resistência do compósito depende do diâmetro e espaço entre as partículas, da

fração volumétrica da carga/resina, além das propriedades da matriz utilizada na fabricação (VENTURA, 2007).

Quanto à resistência mecânica, as cargas particuladas tendem a ser menos efetivas que os reforços fibrosos. Submetido um carregamento mecânico aplicado, a tensão é transferida a partir da matriz para a carga, sendo a mesma a que deve suportar a maior parte do carregamento aplicado. Deste modo, como as partículas apresentam menor razão de aspecto, a transferência de tensão não é tão eficiente como é nas fibras, mas ainda pode ser notável, a depender das características geométricas e dimensões das cargas (MERLINI, 2021). Na Figura 8, está apresentado o padrão de deformação em uma matriz ao redor de uma fibra e de uma partícula.

Figura 8 - Padrão de deformação na matriz em volta de uma fibra e de uma partícula, sujeitos a aplicação de uma carga de tração.



Fonte: Adaptado de Merlini, 2021.

Carvalho *et al.* (2019) fizeram um estudo e análise da utilização de Resíduos da Construção e Demolição (RCD) em compósitos poliméricos. As proporções fabricadas foram de 10 e 20%. Para os resultados de tração, foram encontrados os valores de 31,12 MPa (10%) e 22,98 (20%), e comparados à matriz plena (35,78 MPa). Conclui-se que o resíduo atuou como carga de enchimento, dado que os valores dos compósitos apenas se aproximaram da matriz plena. Para a flamabilidade, ocorreu uma redução na taxa de queima de aproximadamente 47% para a proporção de 20% de RCD.

Oliveira *et al.* (2019) investigaram o comportamento de resíduos de ferro e alumínio. As proporções de resíduo variaram entre 10%, 20% e 30% em massa, com granulometria de 100 *mesh*. Para a resistência à tração, observou-se que com o aumento das proporções de resíduo na matriz, ocorre uma diminuição na resistência, sendo a proporção Al-10 e Fe-10 apresentaram o melhor resultado, indicando uma boa dispersão da fase particulada. Para a flamabilidade, as proporções de 30% apresentaram a menor taxa de queima.

2.1.3. Processo de Fabricação Manual (*Hand Lay-up*)

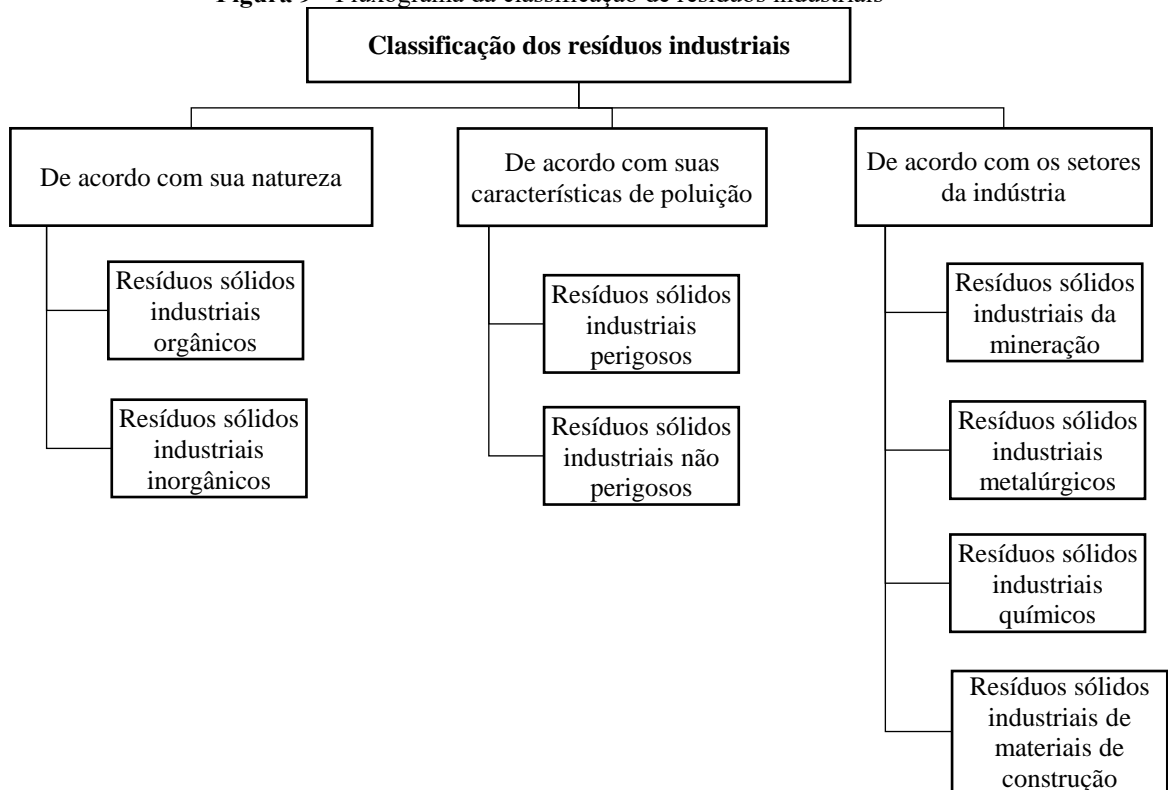
A escolha do processo de fabricação de compósitos envolve características econômicas, físicas e mecânicas, tornando-se um parâmetro importante na definição do desempenho final do material. A tecnologia de fabricação de compósitos por técnicas manuais é conhecida como *Hand Lay-up*, processo simples e de baixo custo para a obtenção de produtos moldados com a fase de reforço e matrizes poliméricas. Essa técnica é normalmente utilizada no meio acadêmico e na fabricação de peças complexas que não são viáveis em processos automatizados (SILVA, 2020).

O processo de moldagem manual é uma técnica de molde aberto, utilizado para resinas termorrígidas em associação com cargas, usualmente, mantas, tecidos e pré-formas, e fibras curtas ou partículas também são continuamente utilizados. Dependendo da geometria das cargas, sejam elas fibras curtas ou partículas, as mesmas podem ser impregnadas com o polímero, e posteriormente depositados no molde. A cura se processa à temperatura ambiente ou em estufa, dependendo do tipo de resina utilizada (MERLINI, 2021).

2.2. Resíduos Industriais

Atualmente, uma das maiores problemáticas enfrentadas pela humanidade é a geração e gestão de resíduos, provinda das atividades industriais. De acordo com o Art. 9º da Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010, que constitui a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS), faz-se necessário o ordenamento hierárquico prioritário: (I) não gerar resíduos sólidos; (II) reduzir a quantidade gerada de resíduos; (III) fazer a reutilização dos resíduos; (IV) fazer a reciclagem dos resíduos; (V) realizar o tratamento dos resíduos sólidos; (VI) realizar o descarte adequado sob o aspecto ambiental (MENEZES *et al.*, 2020).

Sendo assim, a lei busca em suas diretrizes incentivar e promover a gestão integrada e o gerenciamento de resíduos sólidos, seja qual for sua natureza, imputando aos gestores públicos a responsabilidade para o desenvolvimento de projetos para promoção da gestão integrada e ao gerenciamento ambientalmente adequado dos resíduos sólidos no país (POZZETI; CALDAS, 2019). Na Figura 9, é apresentada uma classificação quanto à natureza dos resíduos industriais.

Figura 9 - Fluxograma da classificação de resíduos industriais

Fonte: Soliman, Moustafa, 2020.

Como destacado na Figura 9, dentre os resíduos existentes, têm-se os gerados por setores da indústria, advindos da mineração. Para Luthra *et al.* (2022), os recursos minerais limitados, a demanda na indústria por mais extração, além da otimização do processo produtivo provocam um aumento na produção do setor mineiro.

Afirma-se que os resíduos produzidos pela indústria de mineração são 7 bilhões de toneladas por ano, apenas de rejeitos minerais. Com isso, as atividades de mineração e os processos subsequentes, alteram a estrutura topográfica de toda uma região, armazenando inadequadamente resíduos que afetam o meio ambiente através da poluição da água, do solo e do ar e, como resultado, o ambiente biológico e a diversidade da natureza são danificados (MARÍN *et al.*, 2022; EKER, 2023).

2.2.1. Caulim

Pode-se definir o caulim como uma rocha branca ou quase branca, predominantemente constituída por caulinita e acessórios. Dessa forma, a composição do caulim puro (residual e sedimentar) está comumente próxima à da caulinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (SILVA *et al.*, 2021). Na Figura 10, encontra-se a rocha composta basicamente por caulinita.

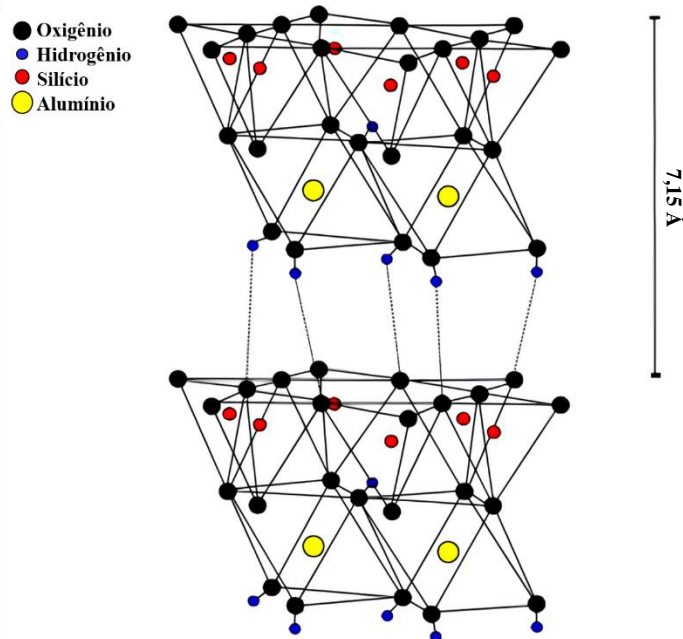
Figura 10 - Rocha de caulim.



Fonte: Xatico, 2024.

A caulinita é um argilomineral do tipo 1:1, e apresenta uma estrutura lamelar composta de folhas de tetraedros de silício (Si) e octaedros de alumínio (Al) com oxigênios comuns (MASCARENHAS *et al.*, 2001). Na Figura 11, está ilustrado a estrutura da caulinita.

Figura 11 - Figura esquemática da estrutura da caulinita (argilomineral 1:1).

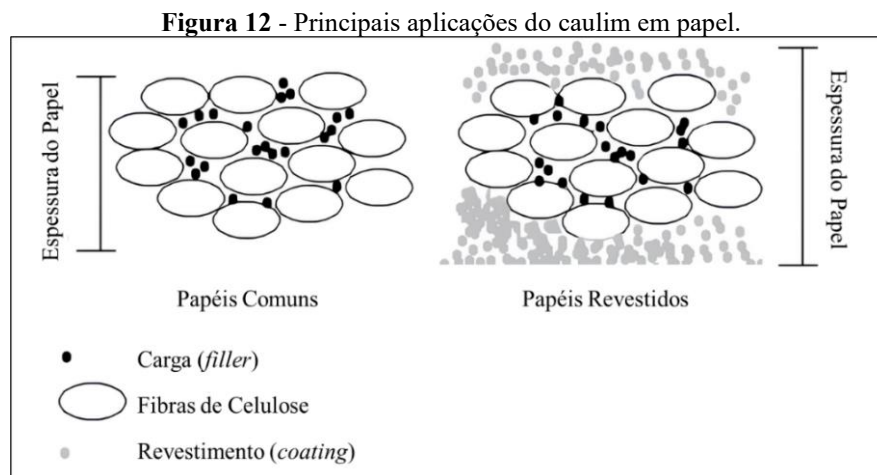


Fonte: Lima, 2016.

O caulim é produto de alteração de silicatos de alumínio, principalmente dos feldspatos e podem ocorrer em dois tipos de depósito: primário e secundário. Os caulins primários são formados pela alteração de rochas *in situ* – principalmente pegmatitos e granito, ricas em feldspato. São classificados em: intemperizados, hidrotermais e solfataras. Já os secundários são constituídos pela deposição de materiais alumino-silicatados em alguma bacia sedimentar, que sequencialmente sofreram processos diagenéticos e pedogenéticos resultando em reações que vieram a alterar esses depósitos. O caulim secundário é classificado como: caulim

sedimentar, areia caulínica, argilas plásticas, refratárias e silicosas (SILVA, 2007; FARIA, 2019). O caulim, de forma geral, tem aplicação em diversos segmentos, havendo destaque para algumas aplicações

Por suas características tecnológicas, apresenta um ótimo poder de cobertura, por isso são usados como material de enchimento (*filler*) no preparo de papel; como agente de cobertura (*coating*) para papel *couché* e na composição de pastas cerâmicas (CUNHA *et al*, 2007). Segundo Silva *et al* (2011), o caulim para a indústria de papel representa cerca de 45 % de todo caulim produzido no mundo. Aproximadamente 16 milhões de toneladas das 37 milhões de toneladas de caulim beneficiado no mundo são utilizados na indústria do papel. Os usos do caulim como carga e como revestimento no papel estão ilustrados na Figura 12.

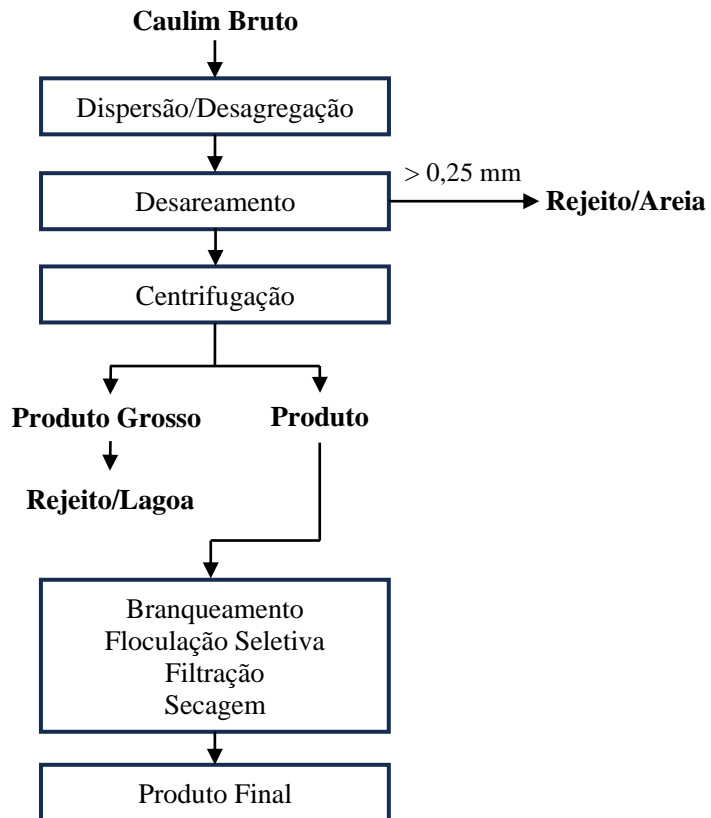


2.2.1.1. Beneficiamento e Gestão de Resíduos

A indústria de mineração e beneficiamento de caulim é um importante setor social e econômico da região Amazônica, e as principais reservas de caulim existentes no Brasil, encontram-se nos estados do Amazonas e Pará. Juntas, elas representam 98,4% do total de reservas brasileiras, que em 2017 totalizaram aproximadamente 7,2 bilhões de toneladas (DNPM, 2018). No estado do Pará, as indústrias de beneficiamento de caulim para papel são a Imerys Rio Capim S/A e Pará Pigmentos S/A. O processo de extração, em sua maioria, ocorre a céu aberto em lavras por bancadas, e o beneficiamento em via úmida, devido à dificuldade de se encontrar um caulim que atenda aos requisitos de pureza e granulometria (KOGEL, 2014).

O processo de beneficiamento do caulim contempla, de forma simplificada, as seguintes etapas sequenciadas no fluxograma da Figura 13.

Figura 13 - Fluxograma simplificado do beneficiamento de caulim por via úmida.



Fonte: Adaptado de Materlli, 2006.

Como consequência do beneficiamento do caulim, a indústria produz uma elevada carga de rejeito, sendo classificado em dois tipos. O primeiro trata-se de um rejeito arenoso (principalmente quartzo, feldspato e muscovita), oriundo da primeira etapa do beneficiamento, que é a separação da areia do minério de caulim. O outro tipo origina-se da segunda fase do beneficiamento, um rejeito de granulometria mais fina, constituído essencialmente por uma suspensão aquosa do argilomineral caulinita, sob formas de partículas finas, que não são totalmente dispersas durante o processamento, e armazenado em imensas lagoas de sedimentação, sendo a caulinita basicamente o próprio caulim, mas com granulometria inadequada para a finalidade descrita (MEDEIROS *et al*, 2023; MAIA *et al*, 2017).

Com a geração de resíduos em várias etapas deste processo, o volume de rejeito de caulim ultrapassa mais de 1 milhão de toneladas por ano (MARTELLI, *et al*, 2020). Na Figura 14, está a mina Rio Capim em Ipixuna do Pará.

Figura 14 - Depósito de caulim.



Fonte: Imerys Rio Capim S/A, 2023.

Como abordado, é notável que o caulim é uma das argilas industriais mais utilizadas ao redor do mundo, devido às suas excelentes propriedades naturais, tais como: alvura, granulometria, tamanho de partícula muito fino, baixa abrasão e estabilidade química. Sendo assim, a reintrodução do rejeito gerado a partir do beneficiamento do caulim é interessante do ponto de vista econômico e ambiental, sendo uma alternativa a utilização do mesmo como carga/reforço em compósitos poliméricos (SANTOS FILHO *et al.*, 2022).

2.2.1.2. Compósitos Reforçados com Rejeito de Caulim

Yaro *et al.* (2021) investigaram o efeito da adição de particulados de caulim e fibra de bucha (*Luffa cylindrica*) nas propriedades mecânicas de matriz poliéster. A fibra com fração variada (5, 10 e 15% em peso) foi utilizada para reforçar a resina poliéster., enquanto que no compósito híbrido, as partículas de caulim foram mantidas constantes na fração de 6% em peso, enquanto as fibras variaram como no compósito mono-reforçado. A amostras com menor proporção de fibra (5%) apresentaram os melhores resultados no ensaio de tração, com um aumento de 72,02% em relação à matriz plena (0% de reforço). Já o compósito híbrido de 5% de fibra e 6% de caulim obteve um valor ideal, com uma melhoria de 117,61% em comparação à matriz plena e 26,51% em relação à amostra com apenas 5% de fibra. Com efeito, os autores concluíram, juntamente dos outros ensaios mecânicos realizados, que a hibridização das partículas de caulim com as fibras de bucha foi eficiente.

Em seu estudo, Costa (2016) avaliou as propriedades mecânicas, físicas e de inflamabilidade de compósitos de matriz poliéster, tendo como reforço/carga fibras, resíduos, e a junção dos dois (híbridos). Em uma análise da propriedade mecânica de tração de compósitos com resíduo de caulim para corpos de prova variando o resíduo em 10%, 20%, 30% 40% e 50%, e verificou-se uma tendência de redução da resistência à medida que se aumentou a

proporção de resíduo, sendo o de 10% o que obteve a maior resistência. Neste sentido, o caulim atuou apenas como carga de enchimento, o que pode ter sido ocasionado pela dificuldade de homogeneização e compactação na interface resina/carga.

De forma geral, os resíduos apresentam a capacidade de influenciar positivamente nas propriedades dos compósitos, a depender do método de fabricação adotado, além da natureza da matriz, concentração da carga, e interação carga-matriz (ARRUDA, RIBEIRO, 2012). Desta forma, a continuação do estudo de incorporação de resíduos em matrizes poliméricas se faz necessário, podendo-se encontrar resultados satisfatórios.

2.3. Caracterização dos Materiais

2.3.1. Ensaio Físicos

As propriedades físicas são aquelas que podem ser analisadas ou obtidas sem que a composição ou integridade do material seja afetada. Os ensaios de caracterizações físicas de Porosidade Aparente (PA), Absorção de Água (AA) e Massa Específica Aparente (MEA) fornecem informações importantes do material, considerando sua aplicabilidade, já que podem influenciar várias propriedades dos compósitos confeccionados, como estabilidade térmica e dimensional, peso específico, propriedades mecânicas, durabilidade entre outras propriedades inerentes e importantes para esses materiais (COSTA, 2016).

Desta forma, a partir dos dados da massa seca (M_s), massa úmida (M_u) e massa imersa (M_i), que são averiguadas para o material desejado, seguindo as normas ASTM D570, ASTM D2734 e ASTM D790, é possível determinar as propriedades físicas do material, através das equações (1), (2) e (3):

$$AA (\%) = \left(\frac{M_u - M_s}{M_s} \right) \times 100 \quad (1)$$

$$PA (\%) = \left(\frac{M_u - M_s}{M_u - M_i} \right) \times 100 \quad (2)$$

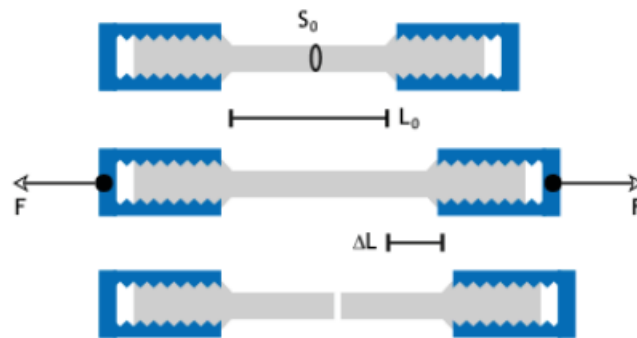
$$MEA (g/cm^3) = \left(\frac{M_s}{M_s - M_i} \right) \times \rho_{H_2O} \quad (3)$$

2.3.2. Ensaio Mecânico de Tração

Um ensaio de tração pode ser empregado para caracterizar várias propriedades mecânicas dos materiais que são importantes para projetos. Uma amostra é deformada, geralmente até sua fratura, por uma carga de tração que é aplicada uniaxialmente ao longo do eixo de um corpo de prova. A máquina de ensaios de tração é projetada para alongar o corpo de prova em uma taxa constante, ao mesmo tempo que mede contínua e simultaneamente a carga instantânea que está sendo aplicada (com uma célula de carga) e os alongamentos resultantes.

Por ser um ensaio tensão-deformação tipicamente destrutivo, a amostra é deformada de forma permanente, até a sua eventual fratura (CALLISTER, 2020). Em compósitos, as propriedades mecânicas são diretamente ditadas pelas características da matriz, do reforço e da interface matriz/reforço. Na Figura 15, é mostrado o esquema do ensaio de tração.

Figura 15 - Ilustração do processo do ensaio de tração.



Fonte: Toubia, 2011.

A Equação 4 expressa a relação de tensão exercida pelo material representada por σ .

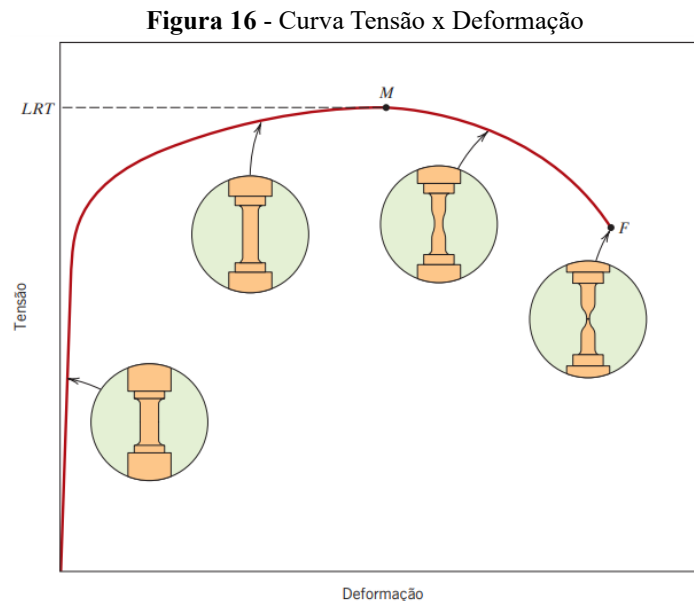
$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (4)$$

Em que F é a carga instantânea aplicada em uma direção perpendicular à seção transversal do corpo de prova e A é a área da seção transversal original antes da aplicação de qualquer carga. A deformação ε é definida na Equação 5.

$$\varepsilon = \frac{l - l_0}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (5)$$

Onde l_0 é o comprimento original (sem carga), e l é o comprimento longitudinal sob efeito de carregamento.

A partir dessas relações é obtido o gráfico tensão-deformação ($\sigma \times \varepsilon$) (Figura 16), o qual é dividido em duas regiões distintas: deformação elástica e plástica.



Inicialmente, um corpo de prova sob efeito de tensão, apresenta uma deformação elástica. A deformação que se desenvolve é completamente recuperada quando a tensão aplicada é removida. À medida que a tensão aplicada continua, o material acaba "cedendo" e apresenta deformação elástica e plástica. O valor crítico de tensão necessário para iniciar a deformação plástica é definido como o limite elástico do material. Em materiais poliméricos, essa tensão corresponderá ao desentrelaçamento das cadeias de moléculas ou ao deslizamento das cadeias umas sobre as outras. O limite proporcional é definido como o nível de tensão acima do qual a relação entre tensão e deformação não é linear (ASKELAND, 2014).

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 definir tal valor, se faz necessário 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).

O módulo de elasticidade, ou módulo de Young (E), é a inclinação da curva de tensão-deformação na região elástica. Essa relação entre a tensão e a deformação na região elástica é conhecida como Lei de Hooke, exemplificada na Equação 6.

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (6)$$

A rigidez do polímero está diretamente relacionada ao módulo de elasticidade (E), portanto, quanto maior for o valor do módulo, maior será a rigidez do polímero (CANEVAROLO, 2006).

2.3.3. Resistência à Chamas

Segundo Rabello e De Paoli (2013) os polímeros, assim como a maior parte dos produtos orgânicos, podem entrar em combustão durante sua utilização. A combustão é uma reação química exotérmica que ocorre entre o combustível (substância) e o comburente (gás). Para que ocorra a combustão são necessários três elementos: fonte de calor, combustível e oxigênio. A retardância de chama fundamenta-se na eliminação ou redução de um destes elementos.

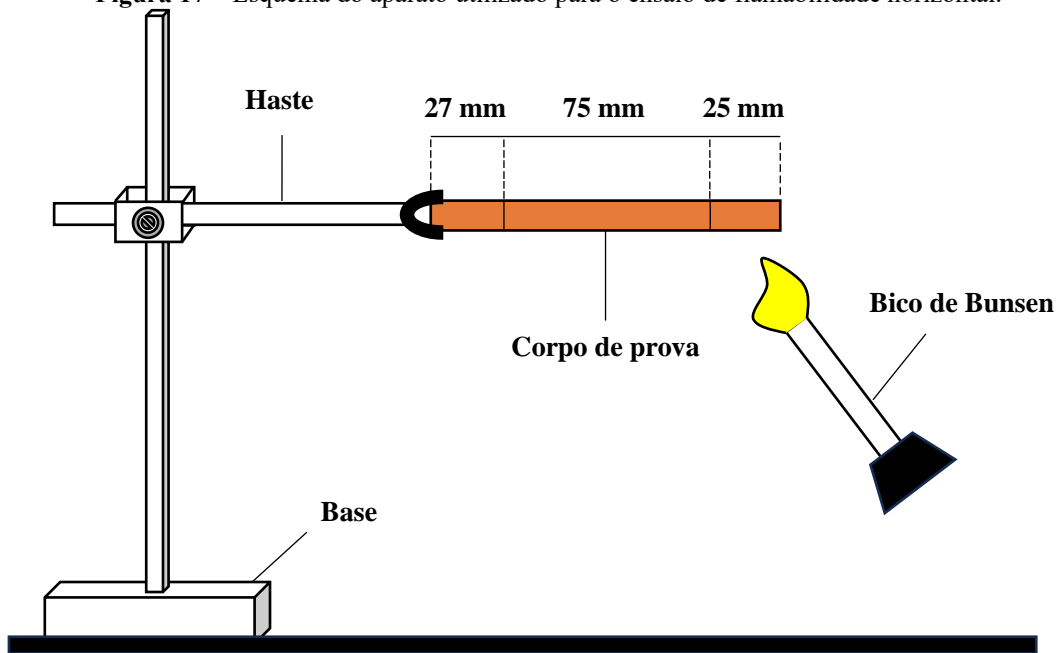
A determinação das características de flamabilidade dos materiais poliméricos, tais como a taxa de queima, temperaturas e tempo de ignição, entre outras, é de grande importância, pois se pode avaliar a propensão do material à ignição, propagação do fogo ou combustão; realizar a comparação com outros materiais, a fim de escolher aquele de menor ou maior tendência à flamabilidade ou de menor ou maior liberação de calor durante a queima, conforme for a aplicação (GEMAQUE, 2012).

A taxa de queima em compósitos depende da propagação da fase dispersa, bem como o tipo de material presente, embora a matriz seja apresentada com menor resistência a chama. A taxa de propagação de chama é calculada por meio do tempo de queima em relação ao comprimento útil do corpo de prova, de acordo com a Equação 7.

$$B = \frac{s}{t} \times 60 \quad (7)$$

Onde B é a velocidade de queima, s é o comprimento útil do corpo de prova, em milímetros, e t é o tempo em que a chama leva para percorrer o comprimento útil, em segundos. Na Figura 17, encontra-se o esquema referente ao ensaio.

Figura 17 – Esquema do aparato utilizado para o ensaio de flamabilidade horizontal.

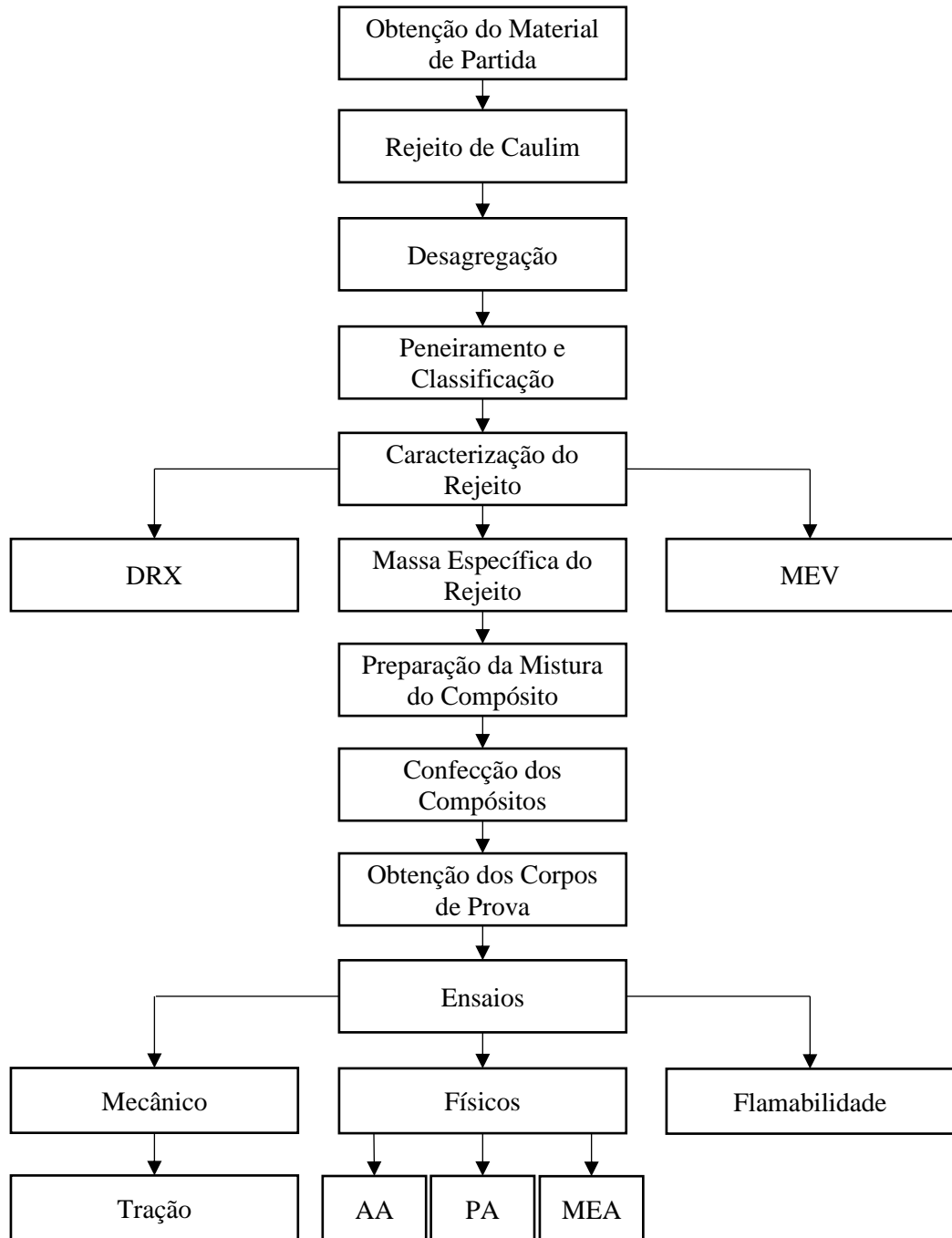


Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

A fabricação dos compósitos foi realizada no Laboratório de Engenharia Química (LEQ) da Universidade Federal do Pará – UFPA. A Figura 18 apresenta um fluxograma simplificado com as principais etapas de fabricação e caracterização dos compósitos.

Figura 18 - Fluxograma com as principais etapas de fabricação e caracterizações do compósito.



Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

3.1. Materiais

3.1.1. Matriz Polimérica

Neste trabalho, fez-se uso da Resina Poliéster Ortoftálica Cristal, de nome comercial FORTCOM 6100, produzida pela Vetta Química. A mesma foi adquirida no comércio local de Belém, armazenadas em garrafa PET. A resina apresenta cor arroxeadada, boa resistência química e mecânica, e um excelente ciclo de cura. Para o sistema de reticulação, foi utilizado o acelerador de Cobalto (Solução de Octoato de Cobalto 1,5%), e como ativador, fez-se uso do Peróxido de metiletilcetona – MEK-P 1%.

A Tabela 1 especifica algumas propriedades da resina, conforme informações fornecidas pela fabricante.

Tabela 1 - Propriedades da Resina Poliéster Ortoftálica Cristal.

Propriedades da Resina Líquida			Propriedades da Resina Curada		
	Unidades	Valores		Unidades	Valores
Densidade	g/cm ³	1,10 – 1,12	Resistência Máxima	MPa	55
Tempo de Gel	Minutos	9 - 14	Resistência à Flexão	MPa	80
Pico Exotérmico	°C	130 - 180	Elongação	%	3,1

Fonte: Adaptado de OCQ, 2024.

A Figura 19 apresenta os materiais utilizados para a produção da matriz polimérica plena, e do compósito com inserção de rejeito de caulim.

Figura 19 - Materiais: (a) resina poliéster ortoftálica cristal; (b) iniciador MEK-P e (c) acelerador de cobalto.



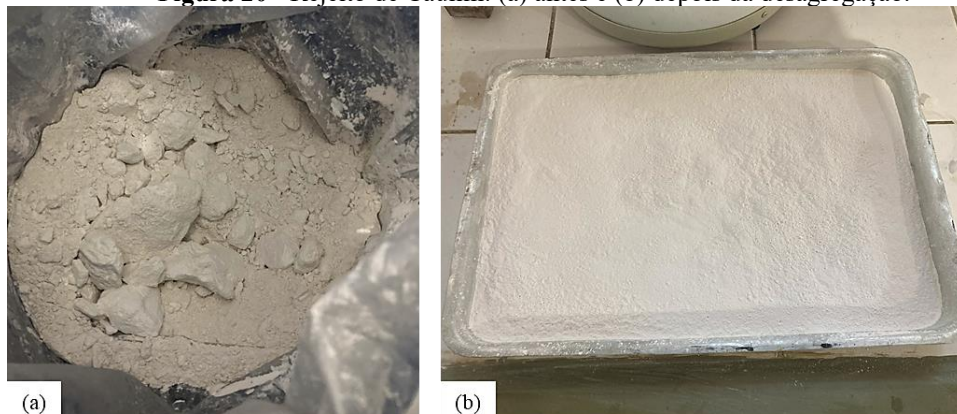
Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

3.1.2. Rejeito de Caulim

O rejeito foi fornecido pela empresa Imerys Rio Capim, a qual obtém o caulim das minas de Ipixuna do Pará. De lá, o mesmo segue através de minerodutos que segue até Barcarena, onde ocorre o beneficiamento. Desta forma, o rejeito de caulim é obtido da etapa de centrifugação, onde ocorre um produto com granulometria inadequada para uso comercial.

No laboratório, o rejeito foi submetido a uma secagem por 24 horas, a 105 °C, em estufa e, posteriormente, submetido a desagregação no moinho de bolas por 30 minutos. Concluída esta etapa, o rejeito foi posto a um processo de peneiramento. Nesta etapa, classificou-se o rejeito em duas granulometrias distintas (100 e 400 *mesh* da série *Tyler*), e armazenou-se o material passante de cada peneira, separadamente. A Figura 20 apresenta o caulim antes e após desagregação no moinho.

Figura 20 - Rejeito de Caulim: (a) antes e (b) depois da desagregação.



Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

3.2. Procedimentos Experimentais

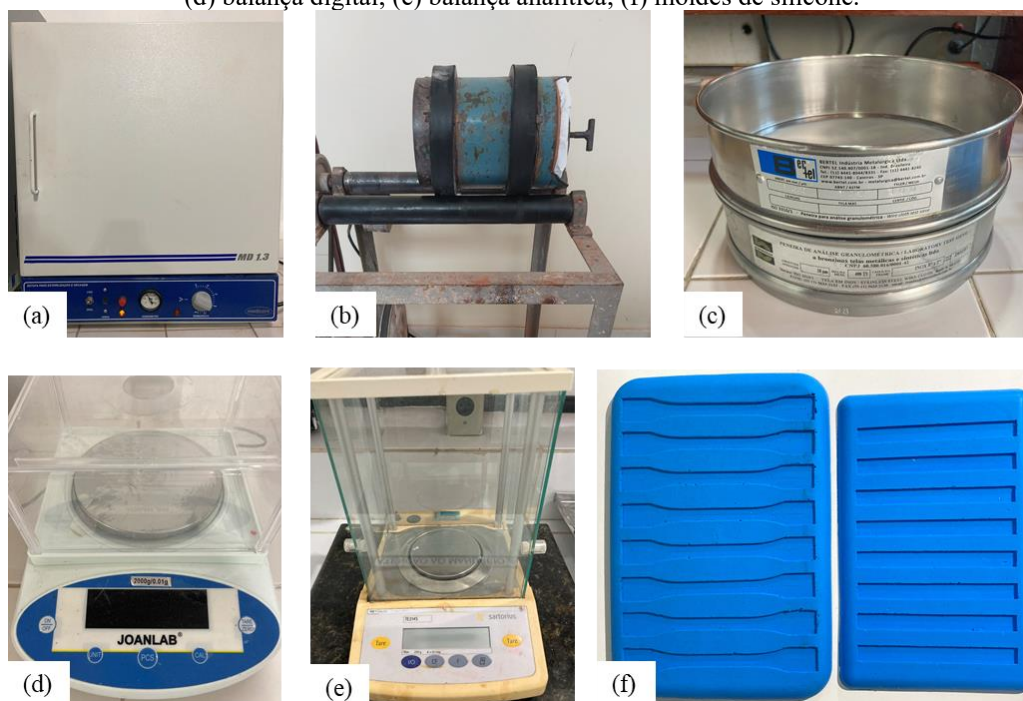
A fabricação dos compósitos foi realizada com os equipamentos do Laboratório de Engenharia Química (LEQ), do Laboratório de Catálise e Biocatálise (LabCat), do Laboratório de Materiais Porosos Sintetizados (LAMPS), da Usina de Materiais (USIMAT) e do Laboratório de Síntese e Adsorção (LSA) da Universidade Federal do Pará, campus Belém.

O rejeito de caulim previamente desagregado no moinho de bolas e peneirado nas peneiras da série *Tyler* (vide 3.1.2) seguiu para as etapas de confecção dos compósitos. A determinação das massas dos constituintes utilizados na confecção da fase matriz e da fase dispersa se deram em uma balança digital semi analítica. Para os ensaios físicos, utilizou-se uma balança analítica.

Na confecção dos compósitos, foram utilizados moldes de silicone com modelos para o ensaio de tração e de flamabilidade. Os corpos de prova foram fabricados através de moldagem manual, por meio da técnica *hand lay-up*, sem desmoldante e sem compressão.

Na Figura 21, estão todos os equipamentos mencionados.

Figura 21 - Equipamentos utilizados: (a) estufa; (b) moinho de bolas; (c) peneiras de 100 e 400 *mesh*; (d) balança digital; (e) balança analítica; (f) moldes de silicone.



Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

3.2.1. Caracterização do Rejeito Mineral

3.2.1.1. Massa Específica

Determinou-se a massa específica do rejeito por meio do método do picnômetro.

Primeiramente, foi pesado massa do picnômetro vazio (m_1) e a massa do picnômetro + água (m_4). Realizada esta etapa, retirou-se toda a água do picnômetro e deixou-o seco. Após, adicionou-se o rejeito ao picnômetro e a determinação da massa do picnômetro com o sólido (m_2). Posteriormente, foi adicionada água até completar o volume do picnômetro. Com isto, determinou-se a massa do conjunto picnômetro/sólido/água (m_3).

A densidade relativa do sólido (ρ_s) e a densidade aparente do sólido (ρ_{ap}) foram calculadas através das Equações (8) e (9):

$$\rho_s = \frac{(m_2 - m_1)}{(m_4 + m_2) - (m_1 + m_3)} \quad (8)$$

$$\rho_{ap} = \rho_s \times \rho_{\text{água}} \quad (9)$$

3.2.1.2. Análise Mineralógica

A análise mineralógica foi realizada por meio da técnica de Difração de Raios X (DRX), com o objetivo de identificar as fases cristalinas do material. O rejeito, antes de ser submetido a análise, passou por classificação granulométrica através de uma peneira de 400 *mesh* da série *Tyler*, e um pistilo e almofariz, para adequação dos tamanhos de grão de modo a promover uma varredura eficiente da amostra.

A análise foi feita no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) da Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará (UNIFESSPA/Marabá), através de um Difratorômetro de Raios X, modelo MINIFLEX 600 da Rigaku (Figura 22), com Goniômetro (Theta/Theta) e com tubos de Raios X cerâmico de ânodo de Cu ($K\alpha_1=1,54060 \text{ \AA}$). A faixa angular de varredura utilizada foi entre $5,00^\circ$ a $90,00^\circ$ (2Θ), com tamanho de passo de $0,0200^\circ$ (2Θ), e tempo/passo de 1s, fenda divergente de 1° e máscara de 10 mm.

Figura 22 - Difratorômetro de Raios X.



Fonte: AXT, 2024.

3.2.1.3. Análise Morfológica

A caracterização morfológica do rejeito foi feita através de um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), da marca HITACHI, modelo TM 3000, visando investigar a influência da morfologia e da granulometria do caulim nas propriedades dos compósitos fabricados. A magnificação empregada no caulim foi de 500x e 1000x. As análises foram feitas no Laboratório de Microscopia do Programa de Pós Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia, da Universidade Federal do Pará, campus Belém. Na Figura 23, é apresentado o MEV.

Figura 23 - Microscópio Eletrônico de Varredura.



Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

3.2.2. Compósitos

3.2.2.1. Testes Preliminares

Realizou-se um estudo experimental com o intuito de se avaliar e determinar quais as melhores condições de homogeneização entre o rejeito de caulim e a matriz polimérica, e por

consequente, definir a proporção em massa limite. Para tal, testes iniciais contendo apenas a resina, cobalto e catalisador foram realizados.

Para preenchimento do molde com o compósito, com base em outros materiais utilizados para fabricação, em que se define uma variação de porcentagem para os constituintes, utilizou-se uma variação gradual do rejeito do presente estudo, adotando-se uma sequência de 10% em 10% em massa de caulim na matriz até o limite de manuseabilidade de confecção de 30% em massa, sendo apresentado um ponto de saturação na fabricação manual para os moldes de silicone. Porém, com base em testes, verificou-se também o parâmetro da viscosidade da mistura formulada, o qual é essencial para a fabricação dos compósitos, tendo em vista que o processo não tem em suas etapas, a compressão do material.

Desta forma, a partir de repetidos testes com o rejeito de caulim, verificou-se que para a proporção de 30%, há uma elevada redução na trabalhabilidade do processo, levando a uma dificuldade na homogeneização e vazamento no molde de silicone, resultado em corpos de prova com diferenças significantes na forma. Portanto, baseando-se em cálculos pré-determinados e a análise do comportamento de saturação, produziram-se compósitos de 10 e 20% em fração mássica de rejeito de caulim na matriz poliéster.

3.2.2.2. Confecção dos Compósitos

A fabricação dos compósitos ocorreu no Laboratório de Catálise e Biocatálise (LabCat) da Universidade Federal do Pará, por meio do método manual *hand lay up*, utilizando moldes de silicone, sem desmoldante e sem compressão.

Com base na literatura, nos trabalhos de Oliveira (2021) e Santos (2022), e nos testes iniciais de fabricação, as proporções de 10% e 20% em massa de rejeito foram fabricadas, adotando a proporção RC 0% (Rejeito de Caulim 0%), contendo apenas a resina poliéster, como proporção comparativa. Embasando-se no volume da resina, foi determinada a utilização de 1,5% de acelerador de cobalto e 1,0% de MEK-P, para todas as composições.

Os moldes de silicone utilizados seguiram dois padrões de moldagem. Um deles dispõe de formatos para o ensaio mecânico de tração, vide Figura 24.

Figura 24 - Molde para os corpos de prova de tração.

Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

Nesta disposição de molde, se insere certa quantidade de componentes, as quais estão apresentadas na Tabela 2, com as quantidades estabelecidas para cada um dos constituintes da mistura.

Tabela 2 - Formulações utilizadas para a fabricação dos compósitos de tração

Rejeito (%)	Resina (g)	Rejeito (RC) (g)	Acelerador de Cobalto 1,5% (g)	Catalisador MEK-P 1% (g)
RC 0%	46,00	0	0,69	0,46
RC 10%	41,40	10,24	0,62	0,41
RC 20%	36,80	20,48	0,55	0,36

Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

Para os ensaios físicos e de flamabilidade, o molde de silicone utilizado se configura com formatos para atender a tais ensaios, apresentado na Figura 25. As composições para este molde encontram-se na Tabela 3.

Figura 25 - Molde dos corpos de prova para o ensaio de flamabilidade.

Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

Tabela 3 - Formulações utilizadas para a fabricação dos compósitos de flamabilidade.

Rejeito (%)	Resina (g)	Rejeito (RC) (g)	Acelerador de Cobalto 1,5% (g)	Catalisador MEK-P 1% (g)
RC 0%	29,67	0	0,44	0,29
RC 10%	26,71	6,60	0,40	0,26
RC 20%	23,74	13,21	0,35	0,23

Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

Para as proporções estudadas, fez-se corpos de prova com 10% e 20% dos seguintes tipos de rejeito de caulim:

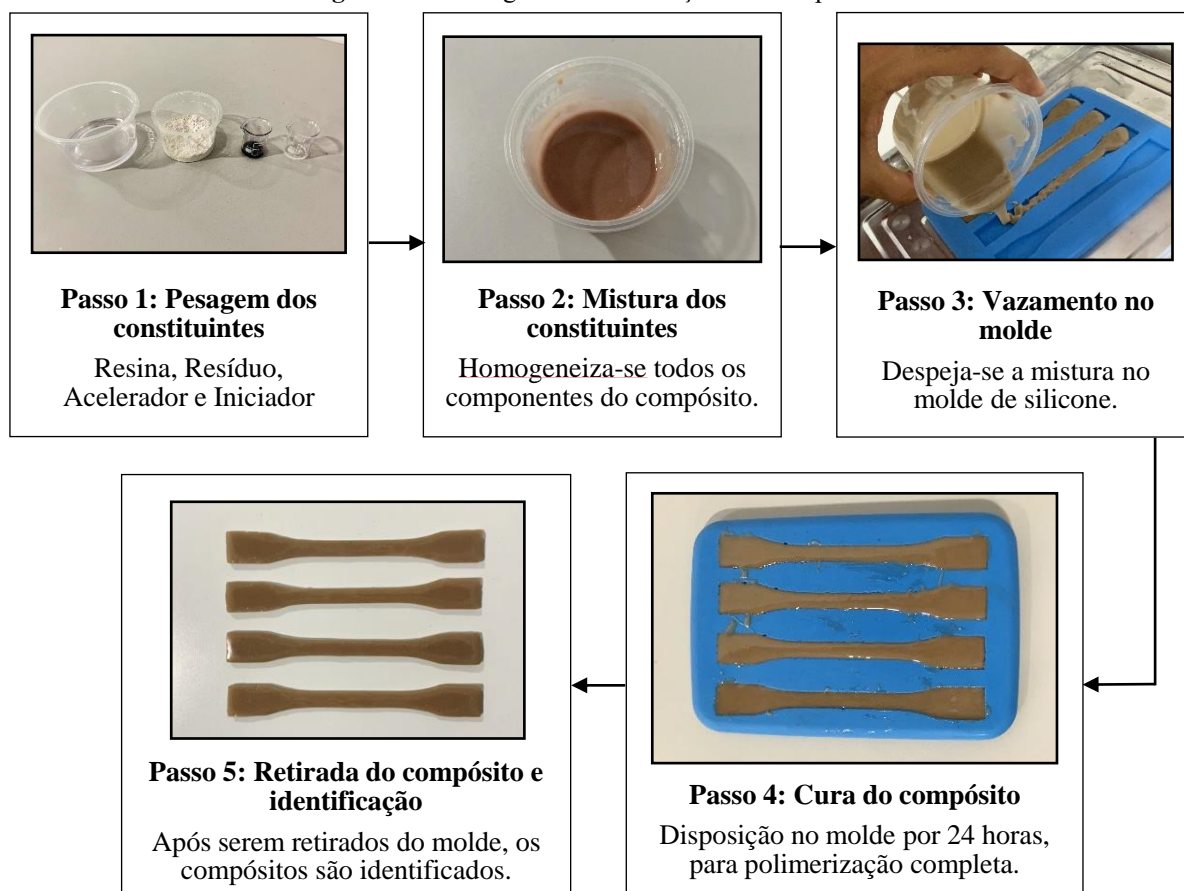
- a) 10% e 20% da granulometria de 100 *mesh*.
- b) 10% e 20% da granulometria de 400 *mesh*.
- c) 10% (5/5) e 20% (10/10) das granulometrias combinadas de 100/400 *mesh*.

Inicialmente, colocou-se o rejeito em estufa à 105 °C por 30 minutos, para retirada de umidade superficial. Em seguida, todos os constituintes foram pesados de acordo com suas proporções pré-estabelecidas: resina poliéster e rejeito de caulim, tal como os reagentes, acelerador de cobalto e iniciador MEK-P nas proporções 1,5% e 1%, respectivamente.

A mistura deu início em um recipiente plástico, adicionando o acelerador de cobalto na resina e homogeneizando-os. Em seguida, incorporou-se o rejeito, e com o auxílio de um bastão de vidro, se teve a cautela de fazer uma boa homogeneização das partículas. Por último, o iniciador é adicionado ao restante, e por fim, a mistura é vazada nos moldes. Nesta etapa, é feito um processo de ajuste de espaços vazios, com a ajuda do bastão, fazendo a mistura preencher completamente o molde. Com toda a mistura vazada, os corpos de prova passam pelo processo de polimerização durante 24 horas. Após o tempo necessário de cura, os corpos de prova são desmoldados e lixados, e com um auxílio de um paquímetro, são medidos de modo que suas dimensões atendam as normas utilizadas em cada ensaio.

A Figura 26 apresenta o fluxograma do processo de fabricação dos compósitos.

Figura 26 - Fluxograma da fabricação dos compósitos.



Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

3.2.3. Caracterização dos Compósitos

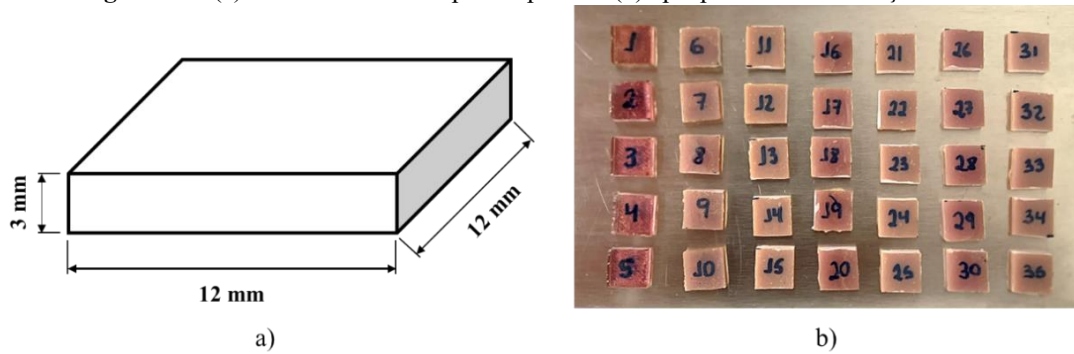
3.2.3.1. Ensaio Físicos

Os ensaios físicos foram realizados para determinar a Absorção de Água (AA), Porosidade Aparente (PA) e Massa Específica Aparente (MEA), conforme as normas ASTM D570, ASTM D2734 e ASTM D792, respectivamente.

A determinação das massas correspondeu à M_u se refere a massa úmida, M_s a massa seca, e M_i a massa imersa, todas em gramas (g), e ρ trata-se da massa específica da água em g/cm^3 .

Foram utilizados 5 corpos de prova de cada composição com dimensões de 12 mm x 12 mm x 3 mm. A Figura 27 apresenta os corpos de prova de cada composição (1 a 5 referem-se a matriz plena, e o restante dos corpos de prova correspondem a proporções com rejeito de caulim) e suas dimensões estudadas.

Figura 27 - (a) Dimensões dos corpos de prova e (b) cp's para a caracterização física.



Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

Os corpos de prova foram levados em estufa a 105 °C por 24 horas, para determinar a massa seca, em seguida, as amostras foram colocadas em água destilada por mais 24 horas para obter a massa úmida, e por último, com o auxílio de um aparato acoplado a uma balança digital semi analítica, foi determinada a massa imersa. Na Figura 28, estão a balança e o aparato utilizados durante o ensaio.

Figura 28 - Realização do ensaio físico com a balança e o aparato.

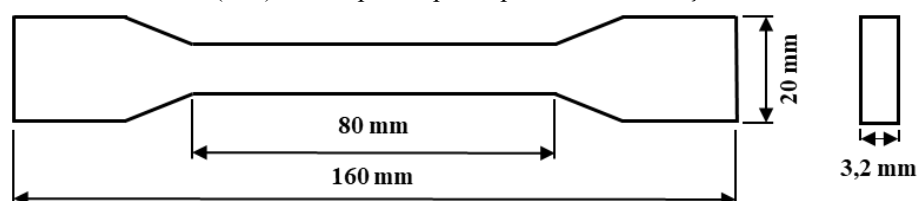


Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

3.2.3.2. Ensaio Mecânico de Tração

Os corpos de prova de matriz pura e os compósitos com rejeito foram confeccionados de acordo com a norma ASTM D638, conforme as especificações apresentadas na Figura 29.

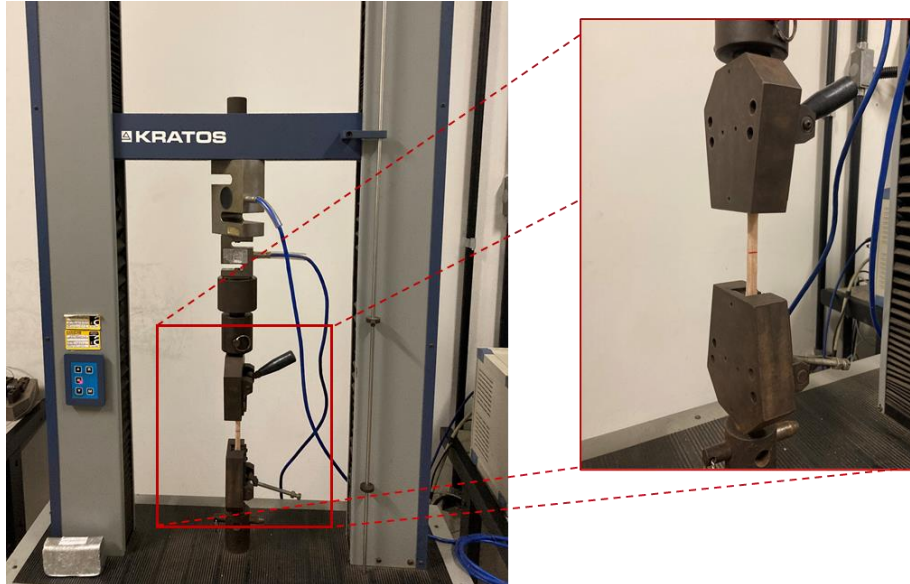
Figura 29 – Dimensões (mm) dos corpos de prova para ensaio de tração conforme ASTM D638.



Fonte: Adaptado da norma ASTM D638.

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 5 mm/min, disponível no Laboratório de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Pará, Campus Belém. A máquina utilizada na realização dos ensaios é ilustrada na Figura 30.

Figura 30 - Ensaio de tração (a) Máquina universal de ensaio e (b) Realização do ensaio em compósito.

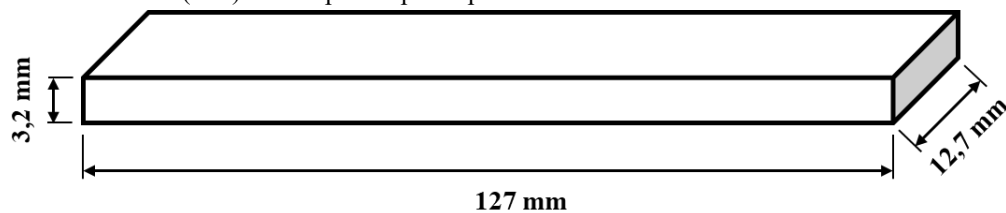


Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

3.2.3.3. Ensaio de Flamabilidade Horizontal

O ensaio de flamabilidade horizontal foi realizado na Usina de Materiais do Laboratório de Engenharia Química, segundo a norma ASTM D635. Foram fabricados 5 corpos de prova para cada composição, com suas dimensões mostradas na Figura 31.

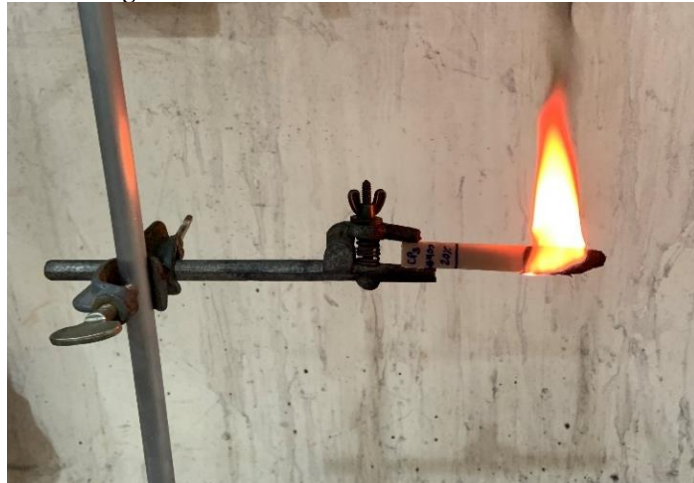
Figura 31 - Dimensões (mm) dos corpos de prova para ensaio de flamabilidade conforme norma ASTM D635.



Fonte: Adaptado da norma ASTM D635.

Na primeira etapa, os corpos de prova foram marcados nas extremidades, considerando 25 mm para cada lado, sendo uma delas presa a uma garra de sustentação no sentido horizontal. A chama foi posicionada na marcação oposta a extremidade presa. Dessa forma, foi observado o tempo de queima ao longo do comprimento útil do corpo de prova. A taxa de propagação da chama foi calculada a partir dos dados obtidos, seguindo a norma ASTM D635. A Figura 32 apresenta a execução do ensaio de flamabilidade horizontal realizado nos corpos de prova.

Figura 32 - Ensaio de flamabilidade horizontal.



Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Caracterização do Rejeito Mineral

4.1.1. Massa Específica

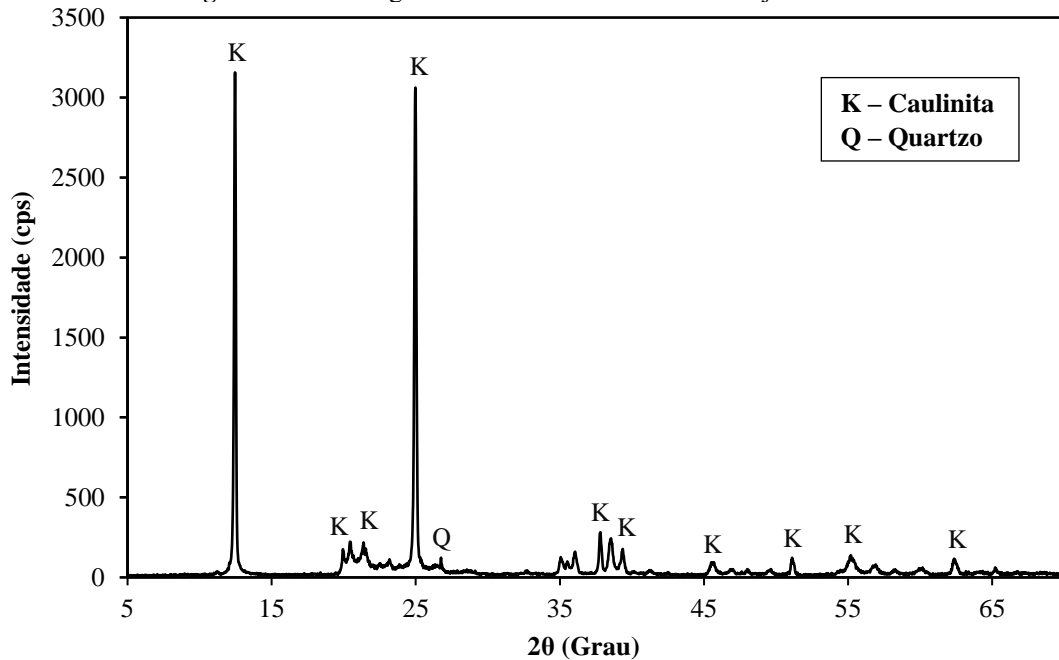
Através dos cálculos efetuados com base no método do picnômetro foi possível encontrar a massa específica do rejeito para a confecção dos materiais compósitos. A determinação da massa específica da carga de rejeito a ser inserida no compósito é fundamental, pois conforme Carrijo (2005), é necessário conhecer a densidade dos materiais constituintes para obter a proporção adequada dos mesmos na mistura polimérica, além de que, através da densidade pode-se saber o consumo de materiais utilizados na produção das misturas. Desta forma, o resultado obtido da massa específica do rejeito de caulim foi de, aproximadamente, 2,56 g/cm³. Esse resultado está de acordo com a literatura pesquisada, nos trabalhos de Campos (2023) e Silva (2021).

Segundo Barata e Angélica (2012), baixos valores de massa específica, compreendidos entre 2,09 e 2,71 g/cm³, podem indicar que o rejeito de caulim é composto basicamente por caulinita, com baixos teores de elementos minerais complementares como o quartzo, muscovita, anatásio e gibsita.

4.1.2. Mineralógica

Os dados obtidos para a Difração de Raios X (DRX) são mostrados na Figura 33, apresentando as principais fases mineralógicas presentes no material.

Figura 33 - Difratoograma de Raios X da amostra de rejeito de caulim.



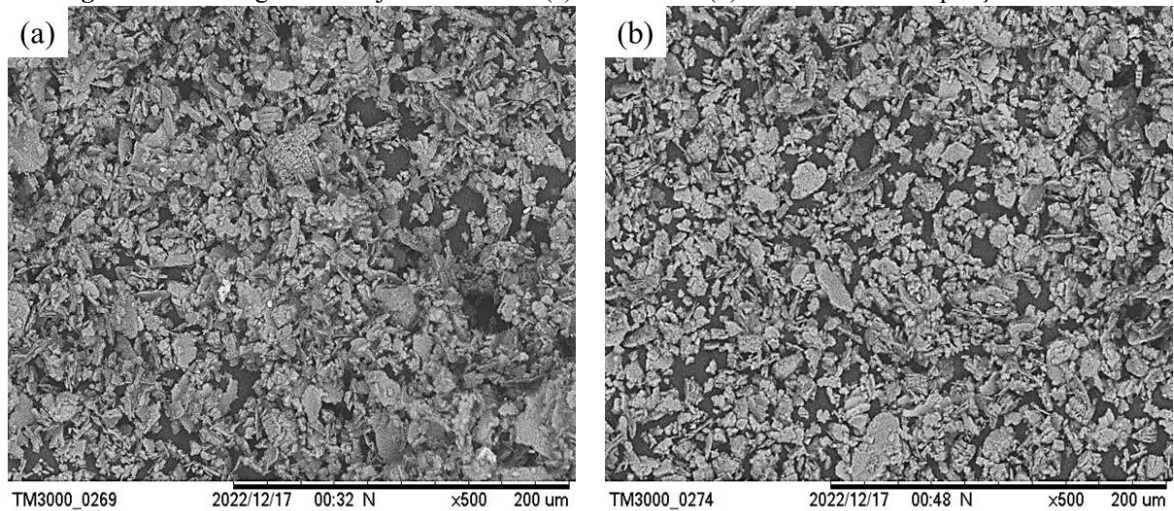
Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

Analisando o difratograma, referente ao rejeito de caulim, nota-se a presença de vários picos característicos do mineral caulinita (K), com seus dois picos principais, em maior quantidade, conforme a ficha PDF 00-005-0143. Há a presença também do mineral quartzo (Q) (PDF 01-082-0511) em menor intensidade quando comparados a caulinita. Estes picos estão de acordo com os trabalhos de Costa (2016) e Moraes (2019).

4.1.3. Morfológica

A análise morfológica por MEV teve o objetivo de analisar morfologias, tamanhos e formatos de partículas. Na Figura 34, estão as micrografias do rejeito de caulim nas duas granulometrias estudadas (100 e 400 *mesh*), em ampliações de 500x onde se pode observar a diferença dos tamanhos de partículas de forma geral.

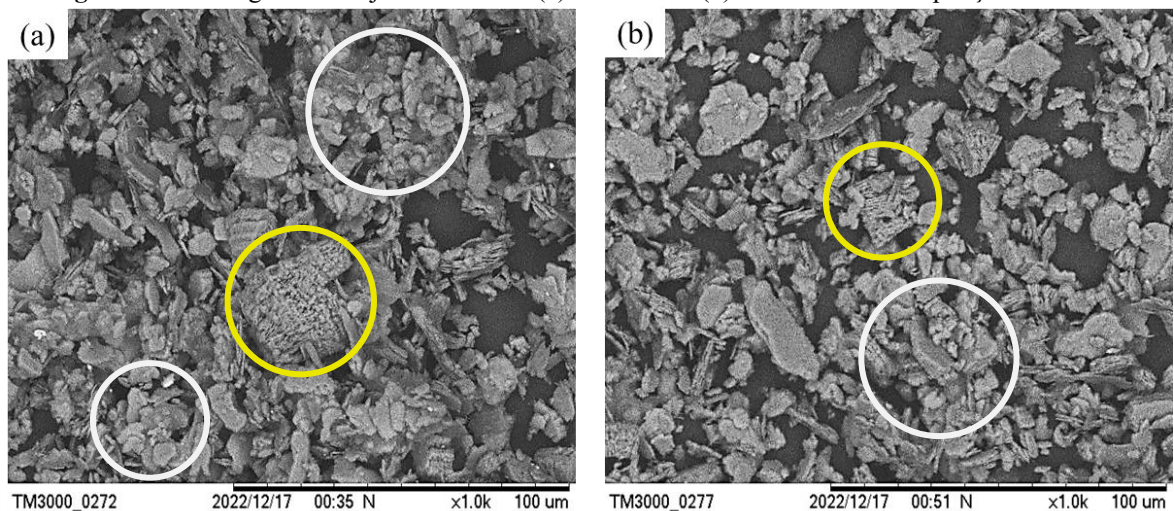
Figura 34 - Micrografia do rejeito de caulim (a) 100 mesh e (b) 400 mesh com ampliação de 500x.



Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

Além da variação granulométrica, os tipos, formatos, e outras variações nas partículas presentes no rejeito de caulim também foram evidenciados. A partir da análise da dimensão das partículas, pode-se observar que ao realizar um peneiramento na peneira de 100 mesh, ainda se obtém um material com menos uniformidade dimensional quanto partículas peneiradas em 400 mesh, onde o material passante da peneira apresentou uma maior padronização, apesar de a dimensão no geral não apresentar uma diferença significativa. Na Figura 35, apresenta-se as duas amostras de rejeito de caulim analisadas (100 e 400 mesh) em uma maior ampliação (1000x).

Figura 35 - Micrografia do rejeito de caulim (a) 100 mesh e (b) 400 mesh com ampliação de 1000x.



Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

A partir da análise da micrografia, na Figura 35, observa-se que o rejeito apresenta em sua maioria, partículas aglomeradas com cristais de morfologia pseudo-hexagonal, como indicada nos círculos brancos. Esses aglomerados em certos pontos, apresentam estruturas semelhantes a placas empilhadas, que confirmam os resultados da Difração de Raios X,

composto majoritariamente por caulinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), que possui tais características morfológicas. A estes empilhamentos de partículas de baixa espessura, elencado pelos círculos amarelos, atribui-se o nome de *booklets* (livretos) (LIMA, 2022; RODRIGUES, 2019).

Santos (1989) aponta que a ocorrência dos *booklets* é menos frequente em comparação com a grande quantidade de placas isoladas de caulinita de dimensões microscópicas ou coloidais. Ao se observar a distribuição granulométrica dos rejeitos nas duas magnificações apresentadas nas Figuras 34 e 35 (500x e 1000x), evidencia-se que a presença de *booklets* na granulometria de 100 *mesh* se caracterizam por possuir mais placas de tamanhos maiores, em comparação aos *booklets* da granulometria de 400 *mesh*, que possui pilhas reduzidas e de tamanho de partícula menor.

4.2. Caracterização dos Compósitos

4.2.1. Ensaio Físicos

A realização da caracterização física dos compósitos seguiu os padrões estipulados pelas normas ASTM D570, ASTM D2734 e ASTM D792.

Na Tabela 4, estão os resultados para Absorção de Água (AA), Porosidade Aparente (PA) e Massa Específica Aparente (MEA) dos compósitos poliméricos com rejeito de caulim.

Tabela 4 - Resultados dos ensaios físicos dos compósitos fabricados.

Rejeito/Mesh/Proporção	AA (%)	PA (%)	MEA (g/cm³)
RC 0%	1,273 ± 0,525	1,524 ± 0,622	1,210 ± 0,002
RC #100 10%	1,757 ± 0,336	2,284 ± 0,437	1,326 ± 0,019
RC #100 20%	1,780 ± 0,539	2,721 ± 0,598	1,450 ± 0,021
RC #400 10%	1,665 ± 0,497	2,178 ± 0,645	1,333 ± 0,012
RC #400 20%	1,457 ± 0,543	2,086 ± 0,769	1,458 ± 0,017
RC #100/400 10%	1,645 ± 0,266	2,297 ± 0,223	1,344 ± 0,008
RC #100/400 20%	1,341 ± 0,428	1,922 ± 0,599	1,460 ± 0,008

Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

Com relação à porosidade aparente em compósitos de matriz poliéster, é importante, através da medida quantitativa de poros presentes no material, verificar e discutir as causas das diferenças de resultados entre as séries fabricadas.

A adição de rejeito de caulim influencia a porosidade aparente de várias maneiras. Para Cunha *et al* (2007), a característica dos cristais de formato lamelar com bordas irregulares assemelhando-se a hexágonos, isto é, placas pseudo-hexagonais do caulim, como observado no MEV da Figura 34, influencia em diversas propriedades do compósito. Esta característica lamelar das partículas modifica a distribuição, orientação e interação com a matriz polimérica. Se as partículas de caulim não forem dispersas uniformemente ou se houver aglomerados, isso pode criar espaços vazios, aumentando a porosidade aparente. Esses fatores podem estar atrelados aos compósitos com rejeito de partículas granulométricas de 100 *mesh*, onde, devido a dimensão das partículas de tamanhos mais variados, provavelmente não houve uma boa dispersão na matriz, ocasionando em bolhas ou defeitos no material, destacando a proporção RC #100 20%, com o maior valor de porosidade dentre os demais compósitos, bem como a matriz plena.

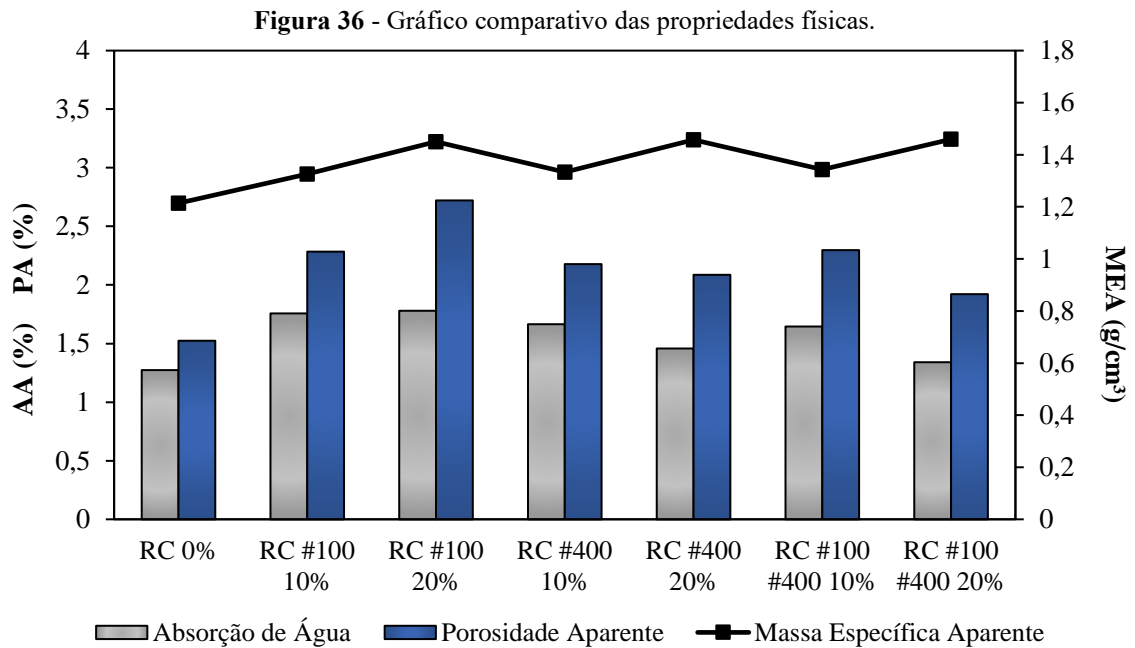
Por outro lado, se as partículas de caulim forem bem dispersas e adequadamente ligadas à matriz poliéster, elas podem preencher os espaços vazios na matriz, reduzindo a porosidade aparente, o que pode ter acontecido aos compósitos com rejeito de granulometria de 400 *mesh*, havendo, possivelmente, uma compactação mais eficiente das partículas, incluindo a combinação de granulometrias 100/400 *mesh*, de onde se obteve a menor porosidade, como observado na proporção de 20%, em relação aos outros compósitos, indicando que as partículas com formatos variados e não uniformes tiveram uma melhor acomodação na matriz polimérica. Para estas séries com partículas da malha de 400 *mesh*, as proporções de 20% apresentaram menores valores de AA e PA em relação às de 10%

Para a absorção de água, os compósitos apresentaram valores relativamente maiores em relação a RC 0%, ou seja, série fabricada apenas com a resina poliéster, em concordância com os valores de porosidade aparente. De acordo com Santos *et al.* (2015), as propriedades de absorção de água e porosidade estão relacionadas, e deve-se levar em consideração não somente os espaços entre as partículas do sólido, mas também o espaço gerado pelo desprendimento de ar inserido na mistura a partir da agitação da mesma, além da sensibilidade quanto à variação de teor de carga na mistura. Consonante a isso, o rejeito de caulim possui uma superfície de caulinita, que dentre os argilominerais, apresenta características hidrofílicas em uma estrutura cristalina (PATRÍCIO, 2016).

Nos compósitos com rejeito com granulometria de 100 *mesh*, a maior intercorrência de pontos vazios pode ter possibilitado a entrada de água com uma maior facilidade. Partículas de caulim nesta granulometria, por serem maiores que as de 400 *mesh*, apresentam uma área

superficial menor em relação ao volume, o que pode reduzir a quantidade de pontos de contato com a matriz polimérica, potencialmente diminuindo a adesão e aumentando a absorção de água.

Em virtude da relação que ocorre entre a absorção de água e a presença de poros, a Figura 36 apresenta o gráfico comparativo destas duas propriedades físicas dos compósitos em função da granulometria e da fração mássica. Ao lado dos dados de AA e PA, acompanha-se no gráfico, também, os valores para a massa específica aparente dos compósitos.



Com base nos dados apresentados na Figura 36, é possível constatar que a inserção de carga residual influenciou no aumento da Massa Específica Aparente (MEA) dos compósitos, atingindo os maiores picos para as proporções de 20% de rejeito. Tal fenômeno ocorre por conta das propriedades físicas dos constituintes dos materiais, sendo a massa específica do rejeito (2,56 g/cm³) maior que a da resina poliéster (1,10-1,12 g/cm³). Quanto aos compósitos contendo 20% de rejeito de caulim, os mesmos apresentaram valores de MEA entre 1,450-1,460 g/cm³, ocasionando em um aumento de 16,85% em comparação à matriz plena, evidenciando a regra da mistura, onde segundo Callister (2020), cada fase que constitui o compósito contribui nas propriedades efetivas do material.

4.2.2. Ensaio Mecânico de Tração

A realização do ensaio mecânico de tração, conforme a norma ASTM D638, proporcionou resultados acerca das propriedades dos materiais submetidos ao ensaio. Dados

como o Limite de Resistência à Tração (LRT), Alongamento e Módulo de Elasticidade estão expostos na Tabela 5.

Tabela 5 - Dados obtidos dos ensaios de tração nos compósitos.

Rejeito/Mesh/Proporção	Limite de Resistência à Tração (MPa)	Alongamento Linear (mm)	Módulo de Elasticidade (GPa)
RC 0%	40,50 ± 5,13	7,58 ± 1,38	0,48 ± 0,077
RC #100 10%	26,86 ± 2,68	4,24 ± 0,53	0,49 ± 0,062
RC #100 20%	23,61 ± 2,88	4,82 ± 0,59	0,37 ± 0,074
RC #400 10%	32,21 ± 2,26	4,38 ± 0,52	0,57 ± 0,064
RC #400 20%	26,31 ± 2,33	4,52 ± 0,42	0,39 ± 0,045
RC #100/400 10%	27,95 ± 2,61	4,43 ± 0,82	0,48 ± 0,134
RC #100/400 20%	29,71 ± 2,98	4,50 ± 0,59	0,43 ± 0,078

Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

Como relatado na Tabela 5, pondera-se um decréscimo do limite de resistência à tração em função da incorporação do rejeito de caulim nos compósitos, quando são comparados com RC 0%. Esses fatores podem ser observados nas séries de compósitos fabricadas para este trabalho, onde as séries de 20%, de forma geral, apresentaram os resultados mais inferiores, quando comparadas às séries de 10%, com exceção para a série RC #100/400. Destaca-se a série RC #100 20%, que apresentou o menor o limite de resistência à tração (23,61 MPa), com uma redução no LRT de 41,7% em relação à matriz plena.

Anam *et al.* (2023) aponta que um baixo percentual de caulim pode ter uma melhor influência nas propriedades mecânicas de compósitos de matriz poliéster com inserção de rejeito de caulim, devido a um maior grau de adesão entre as moléculas do polímero e as partículas. Por outra perspectiva, uma alta porcentagem de caulim tende a diminuir tais propriedades, devido às partículas estenderem as distâncias entre as moléculas do polímero, o que significa que elas interrompem as forças intermoleculares que mantinham essas moléculas unidas. Com uma alta porcentagem de caulim, as propriedades em geral podem ter enfraquecido devido à redução da densidade de ligações cruzadas do polímero.

Há ocorrência, adjunto ao relatado acima, da fase dispersa atuar como pontos concentradores de tensão, o que reduz a resistência mecânica do material, haja vista que se tem uma interface entre um polímero e um argilomineral, que são materiais com características

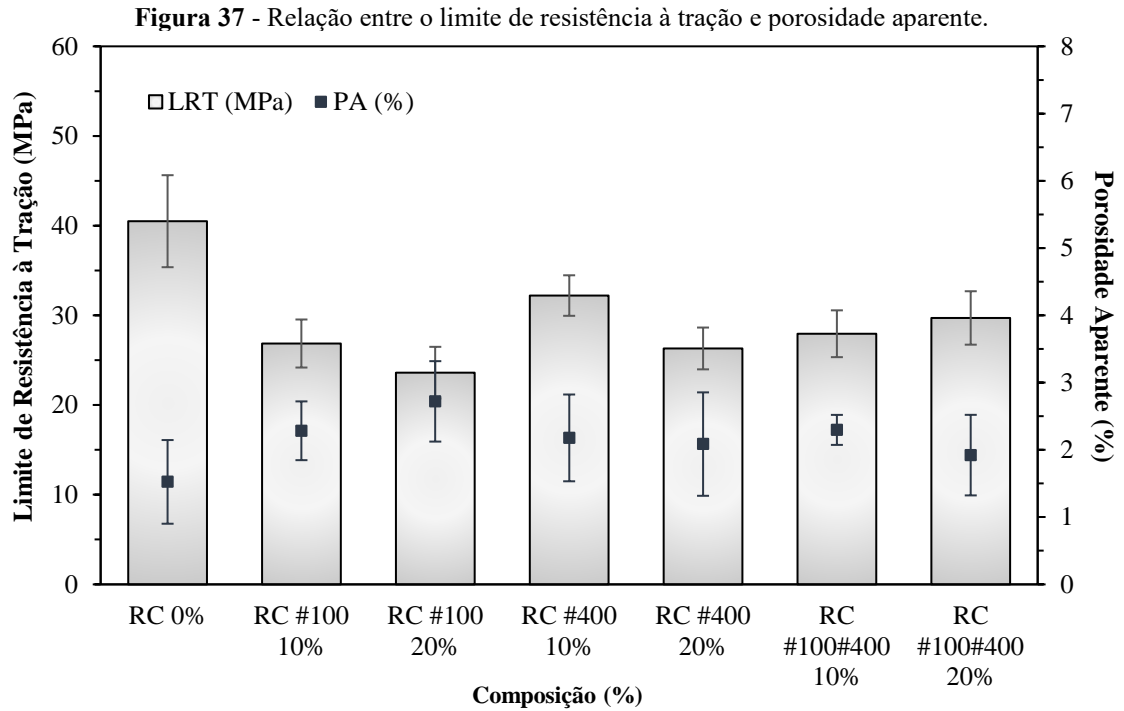
distintas, principalmente no que se refere às características de superfície (MACIEL JÚNIOR, 2017).

Pode-se relacionar a propriedade de tração à forma das partículas e da adesão interfacial, sendo que partículas mais esféricas ou de baixo fator de forma possuem pouca adesão à matriz e causam uma maior diminuição da resistência à tração do material (TURCSANYI *et al.*, 1988). Salienta-se que o rejeito, apesar de apresentar um formato lamelar para as partículas, atuou como carga de enchimento na matriz, pois em um compósito, o material envolto pela matriz não assume características de reforço se eventualmente, suas propriedades sofrerem um decaimento em relação aos materiais separados.

Ao partir para uma análise dos compósitos isoladamente, as séries com partículas de 400 *mesh* dispuseram de valores relativamente maiores que os encontrados para as séries de 100 *mesh*, induzindo a se notar a ação que a diferença na faixa granulométrica provoca nas propriedades mecânicas. A série RC #400 10% obteve um acréscimo de 23,94% na resistência em relação à série RC #100 20%. Ademais, verifica-se que os compósitos com a combinação das duas granulometrias apresentaram um comportamento contrário em relação às outras granulometrias, onde se manteve uma estabilidade quanto à resistência para as duas proporções mássicas, indicando que o acréscimo de 50% de partículas advindas da malha menor (400 *mesh*), fez com que, possivelmente, elas se compatibilizassem com as da outra malha, se ancorando às mesmas, não havendo um decréscimo no LRT para a proporção mássica de 20%.

Segundo Dalpiaz (2006), a influência do tamanho das partículas está diretamente ligada a resistência à tração, pois essa propriedade mecânica tende a reduzir à medida que o tamanho das partículas aumenta. Por consequência, a redução da dimensão aumenta a área superficial da partícula, reduzindo a concentração de tensões e aumentando assim, a interação matriz/rejeito, resultando em uma maior resistência à tração.

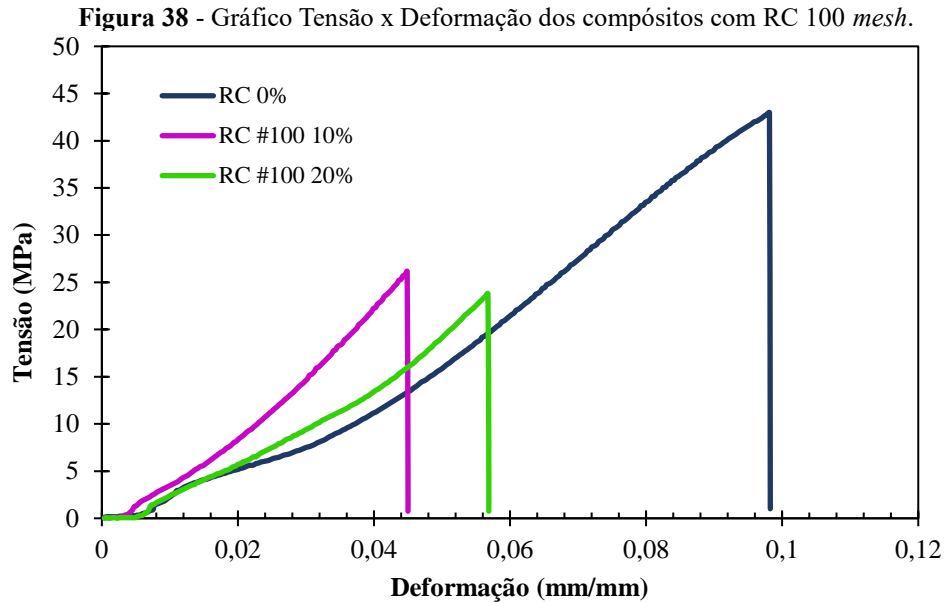
A Figura 37 relaciona as tensões máximas de tração das séries de compósitos estudadas com a porosidade aparente dos mesmos.



Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

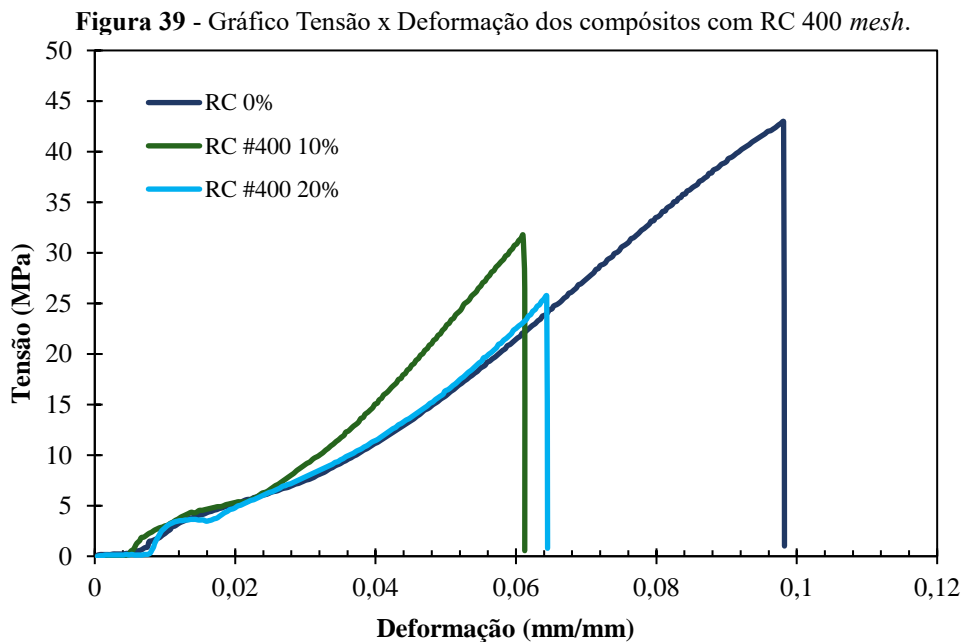
Como evidenciado no gráfico da Figura 37, é possível acompanhar as variações da resistência à tração dos compósitos quando comparadas à propriedade física da porosidade presente nos corpos de prova. A inserção de particulados tendeu a prejudicar a resistência do compósito em virtude do aparecimento de mais pontos vazios no material, enfraquecendo a estrutura final. Analisando-se o tamanho geral das partículas, a presença de partículas de formato menor oferece ao material, além de uma redução na porosidade, um certo ganho mecânico, comparado às séries contendo apenas partículas de 100 *mesh*.

Na Figura 38, apresenta-se o gráfico Tensão x Deformação para os compósitos com rejeito de caulim 100 *mesh*, e a matriz plena.



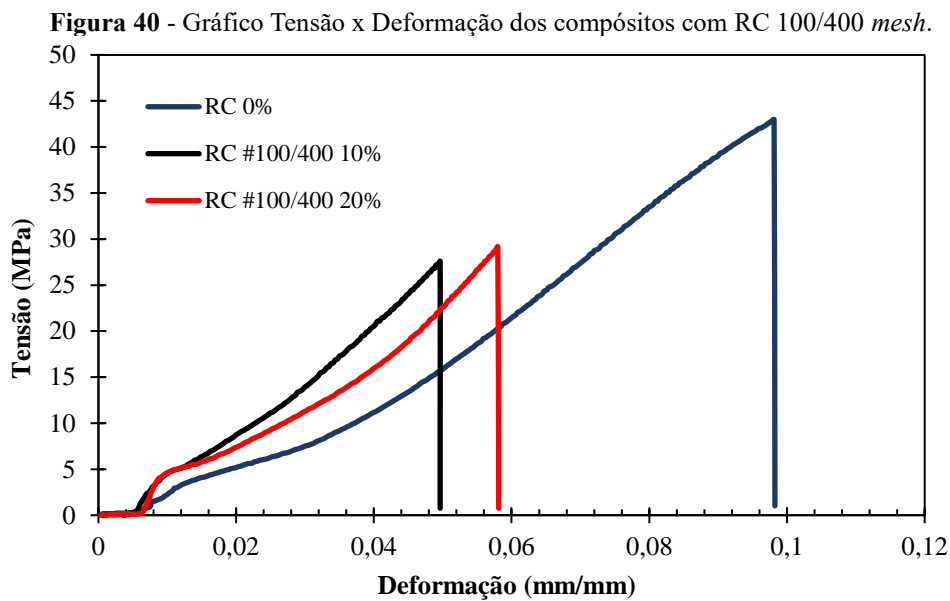
É possível enfatizar que a Matriz Plena atingiu, em relação aos compósitos com rejeito de caulim 100 *mesh*, o melhor desempenho no valor de limite de resistência. O que se observa para as proporções de rejeito de caulim em compósitos é um decaimento tanto no limite de resistência, quanto na deformação sofrida antes do rompimento, inferindo em uma redução na elasticidade do material.

Na Figura 39, o gráfico Tensão x Deformação permite realizar uma comparação dos compósitos com rejeito de caulim 400 *mesh* com a Matriz Plena.



Para estes comportamentos apresentados, é possível observar um desempenho superior aos compósitos representados no gráfico da Figura 38, em que a adição de rejeito de caulim 400 *mesh* melhorou o limite de resistência, especialmente para a proporção de 10%, enquanto que para a proporção de 20%, ainda haja uma redução, o que é característica de particulados inorgânicos utilizados como carga de enchimento em compósitos. A elasticidade das duas proporções de 400 *mesh* apresentou um acréscimo com relação à de 100 *mesh*.

A Figura 40 apresenta o último gráfico Tensão x Deformação, para as séries de compósitos com rejeito de caulim com granulometrias combinadas 100/400 *mesh*.



Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

Para as séries apresentadas, o comportamento observado foi de que nas proporções adotadas, o aumento da inserção de rejeito na matriz provocou um declínio na resistência por conta da saturação, apresentando uma certa estabilidade nos valores de resistência entre os compósitos com particulados. Em relação à deformação, assim como observado nas séries anteriores, o aumento da inserção de rejeito prejudicou a flexibilidade elástica do material. Concomitantemente, como observado para todos os gráficos das Figuras 38, 39 e 40, o regime elástico que leva até a ruptura que ocorre nos materiais, infere em um comportamento frágil para os compósitos, tipo de fratura característica para polímeros termorrígidos. Tal comportamento aponta que ao atingir-se o ponto de resistência máxima, a ruptura é súbita e imediata ocorrendo uma diminuição de praticamente toda a força aplicada.

4.2.3. Ensaio de Flamabilidade Horizontal

Os resultados para o ensaio de flamabilidade horizontal da matriz plena e dos compósitos com inserção de rejeito de caulim estão apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Desempenho dos corpos de prova quanto à flamabilidade horizontal.

Rejeito/Mesh/Proporção	Taxa de queima (mm/min)	Redução (%)
RC 0%	31,91 ± 1,19	-
RC #100 10%	23,32 ± 0,71	26,92
RC #100 20%	18,29 ± 0,44	42,69
RC #400 10%	22,25 ± 0,78	30,28
RC #400 20%	17,19 ± 1,09	46,13
RC #100/400 10%	22,32 ± 0,45	30,05
RC #100/400 20%	16,37 ± 1,68	48,70

Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

Como observado, a resina poliéster (RC 0%) apresentou uma margem de 31,91 mm/min para a taxa de queima, o que pode ser atribuído ao fato de o poliéster insaturado ser altamente inflamável durante o processo de queima, liberando fumaça tóxica e fuligem, principalmente devido à liberação de seu componente estireno durante as reações de despolimerização induzidas termicamente (KRISHNAN *et al.*, 2022). Esta alta inflamabilidade intrínseca do estireno e o alto teor (cerca de 35-40% em peso) geram altos riscos de incêndio nas matrizes de poliéster insaturado. Consequentemente, essa desvantagem limita bastante a aplicação delas quanto ao viés de resistência à chama, e precisa ser superada para atingir o potencial total desses materiais poliméricos (DAI *et al.*, 2013).

Contudo, a partir da inserção de carga residual de caulim, a taxa de queima caiu drasticamente, substituindo a quantidade de material polimérico por carga inorgânica no compósito final. Com a taxa de queima observada para as séries fabricadas, a redução está bastante associada a inserção de caulim em proporção mássica, não havendo um destaque significativo para as diferentes faixas granulométricas aplicadas.

Para Anam *et al.* (2023), a incorporação de particulados inorgânicos como o caulim, diminui a quantidade material combustível suscetível a propagação de chama, o que fica exemplificado nas reduções da taxa de queima apontadas na Tabela 6 para as proporções de

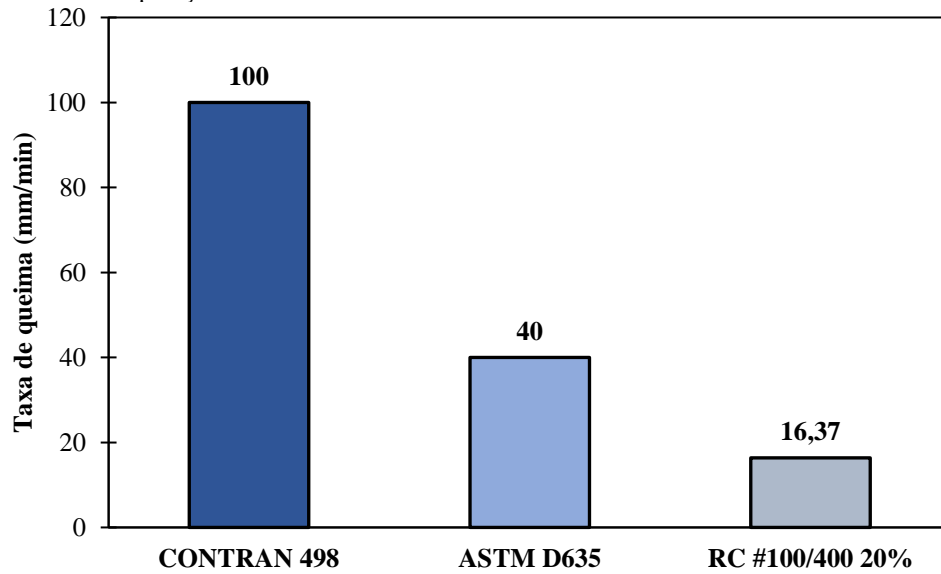
20% em massa de rejeito de caulim, evidenciando o efeito significativo do rejeito de caulim quando incorporado ao poliéster. Para os valores de taxa de queima, destacam-se as proporções com maior quantidade de particulados menores presentes, como a RC #100/400 20%, que atingiu uma redução de 48,7% em relação à resina poliéster.

Como exposto no DRX da Figura 33, os silicatos de alumínio hidratados, ou seja, a própria caulinita, fornecem ao rejeito de caulim uma baixa flamabilidade, bem como o próprio processo de beneficiamento, que pode remover ainda mais qualquer material orgânico que poderia contribuir para a propagação da chama. Alves *et al.*, (2018) levanta a análise que a resistência à chama pode ser atribuída à dificuldade de difusão das moléculas de oxigênio que percolam o interior do material. Isso acontece devido a propriedade de barreira física das partículas de caulinita envolvidas no meio.

A norma ASTM D635 estipula que a amostra não deve ultrapassar uma velocidade de propagação de chama superior a 40 mm/min. Logo, todos os corpos de prova se enquadram no parâmetro estabelecido pela norma.

No ramo da indústria automobilística, o conselho nacional de trânsito, em sua resolução CONTRAN nº 498, especifica que os revestimentos internos dos automóveis possuam uma taxa de propagação de chama de até 100 mm/min. Atesta-se, desta forma, que os compósitos produzidos estão de acordo com a exigência da norma.

A menor taxa de queima obtida entre os compósitos, foi comparada com as normas abordadas anteriormente (CONTRAN e ASTM D635), sendo elencado em um gráfico, na Figura 41, o excelente resultado obtido para os compósitos com inserção de rejeito de caulim.

Figura 41 - Comparação do resultado obtido na flamabilidade horizontal com as normas existentes.

Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

Conforme evidenciado na Figura 41, os compósitos fabricados em geral, apresentaram valores promissores em comparação com as normas, levando-se em conta a margem de erro entre eles. Efetivamente, a redução do compósito em relação à resolução CONTRAN nº 498 foi de 83,63%, e para a ASTM D635 foi de 59,08%.

Na Tabela 7 apresenta-se um comparativo entre a taxa de queima dos compósitos fabricados neste trabalho com dados da literatura.

Tabela 7 - Comparativo entre o resultado obtido neste trabalho com materiais encontrados na literatura.

Materiais de Referência	Taxa de Queima (mm/min)	Fonte
Poliéster Ortoftálica	31,91	Este Trabalho
Poliéster Ortoftálica / Rejeito de Caulim #100/400 20%	16,37	Este Trabalho
Poliéster Ortoftálica / Resíduo de Cobre 20%	18,42	Gomes (2023)
Poliéster Isoftálica / Lama Vermelha #400 20%	13,02	Santos (2022)
Polietileno (PE)	15,20	ASTM D635
Polietileno Tereftalato (PET)	192,00	ASTM D635
Polietileno de Alta Densidade (PEAD)	26,90	Oliveira <i>et al.</i> (2017)

Fonte: Elaborado pelo autor, 2024.

Com base no comparativo apresentado, percebe-se que praticamente todos os polímeros e materiais compósitos citados dispõem de uma boa taxa de propagação quando comparados às normas e diretrizes vigentes na indústria, destacando-se os resíduos (cargas minerais), que tendem a ser bons agentes retardantes de chama quando inseridos em compósitos poliméricos, pois há uma redução da quantidade do material inflamável (poliéster insaturado).

5. CONCLUSÕES E SUGESTÕES

5.1. Conclusões

O processo de fabricação dos compósitos nas proporções propostas se mostrou eficaz, apresentando uma boa homogeneização e preenchimento do molde de silicone, sem a presença acentuada de falhas, que inviabilizassem a realização dos ensaios deste trabalho.

A caracterização mineralógica do rejeito de caulim revelou os principais picos dos minerais presentes no material, correspondendo principalmente à Caulinita, um silicato de alumínio hidratado. Observou-se em conjunto, alguns picos de Quartzo, em menor quantidade. Tais compostos foram agentes determinantes quanto à retardância a chama dos compósitos.

A morfologia do rejeito, em suas diferentes granulometrias (100 e 400 *mesh*), mostrou a variação no tamanho das partículas que compunha o material, bem como o formato e o aglomerado de partículas, possivelmente influenciando as propriedades físicas e mecânicas do material.

Os ensaios físicos, os compósitos apresentaram um aumento na absorção de água e porosidade aparente em relação à matriz plena. Contudo, analisando os compósitos isoladamente, os que possuíam rejeito de caulim de 100 *mesh* em sua composição apresentaram valores mais elevados para os dois parâmetros, o que não seguiu a mesma tendência no restante, onde com o aumento da proporção mássica, a absorção e a porosidade decaíram. Quanto à massa específica aparente, os maiores valores foram atribuídos aos compósitos com maior proporção de rejeito, independente da fração granulométrica.

No ensaio de tração, a adição de particulado se mostrou ineficiente perante ao que foi observado na resina poliéster com 0% de caulim. Apesar dos compósitos com menor granulometria (400 *mesh*) e granulometrias combinadas (100/400 *mesh*) apresentarem uma melhora no desempenho mecânico em relação aos de 100 *mesh*, o rejeito de caulim não atuou como reforço efetivo, sendo apenas carga de enchimento.

No que tange a flamabilidade dos materiais, os compósitos com 20% de rejeito de caulim apresentaram excelentes resultados em relação à resina poliéster, chegando a uma redução na taxa de queima de 48,7% para a proporção com granulometrias combinadas, e atingindo valores bem inferiores de propagação de chama referente às normas ASTM D635 e CONTRAN n°498.

Os resultados obtidos para este trabalho apresentaram um potencial para o rejeito de caulim, ao incrementar positivamente em certas propriedades finais de compósitos poliméricos. Adicionalmente, em virtude da geração de um coproduto do beneficiamento de caulim, induz-se em reutilizá-lo em diversas aplicações, em função de que o rejeito de caulim funciona para reduzir custos do produto final, ao considerar que parte do material polimérico está sendo substituído por um material de menor valor agregado.

5.2. Sugestões para trabalhos futuros

- Desenvolver compósitos com outros tipos de resíduo de caulim, como o caulim *flint*, e analisar suas propriedades em decorrência de diferentes faixas granulométricas.
- Analisar o comportamento da superfície fractográfica dos compósitos com rejeito de caulim submetidos ao ensaio de tração.
- Realizar a fabricação manual dos compósitos, pela técnica *hand lay-up*, associado a compressão sobre os moldes de silicone, e avaliar a influência disto nas propriedades finais dos compósitos.
- Efetuar outros ensaios mecânicos (impacto e flexão), a fim de se obter mais conclusões sobre o comportamento dos compósitos sob a influência de diferentes granulometrias.

REFERÊNCIAS

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO. **Sumário Mineral 2017**. Brasília, v. 37, 2019. ISSN 0101 2053.

AHMAD, Mohammad Haniff *et al.* **Thermal Process of Castor and Plant Based Oil**. Indonesian Journal Of Chemistry, v. 20, n. 1, p. 237-247, 2020.
<http://dx.doi.org/10.22146/ijc.39711>.

ANAM, Ashutosh *et al.* **An overview of kaolin and its potential application in thermosetting polymers**. Materials Today Communications, v. 36, p. 01-22, 2023. Elsevier.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.106827>.

ANDRADE, Clarice de *et al.* **Compósito para a construção civil a partir de resíduos industriais**. Matéria (Rio de Janeiro), v. 21, n. 2, p. 321-329, 2016. SciELO.
<http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620160002.0031>.

AQUINO, R. C. M. P. **Desenvolvimento de Compósitos de fibras de Piaçava da espécie Attalea Funifera Mart e matriz de resina poliéster**. 2005. Tese de Doutorado. Sc., UENF, Campos dos Goytacazes, RJ, Brasil.

ARRUDA, Camila Maria Rosa; RIBEIRO, Roberto Carlos da Conceição. **Estudo da influência de resíduos de rochas carbonáticas ornamentais na geração de compósitos poliméricos**. XX – Jornada de Iniciação Científica-CETEM. 2012.

ASKELAND, D. R. **Ciência e Engenharia dos Materiais**. Tradução Solange Aparecida Visconti. São Paulo: Cengage Learning, 2014.

ASTM D2734. **Standard Test methods for void content of reinforced plastics**. Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, 2017.

ASTM D570. **Standard Test methods for water absorption of plastics**. Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, 1998.

ASTM D635. **Standard Test methods for rate of burning and/or extent and time of burning of plastics in a horizontal position**. ASTM Internacional, West Conshohocken, P.A, 2018.

ASTM D638, **Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics**, ASTM International, West Conshohocken, P.A, 2014.

ASTM D792. **Standard Test methods for density and specific gravity (relative density) of plastics by displacement**. Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, 2008.

AXT. **Benchtop powder X-ray diffraction (XRD) instrument**. 2024. Disponível em: <
<https://www.axt.com.au/products/miniflex-benchtop-xrd/>> Acesso em: 16 de fev. de 2024.

AZIZ, Sharifah H. *et al.* **Modified polyester resins for natural fibre composites.** Composites Science And Technology, v. 65, n. 3-4, p. 525-535, 2005. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2004.08.005>.

BARATA, M. S.; ANGÉLICA, R. S. **Atividade pozolânica dos resíduos caulínicos das indústrias de mineração de caulim da Amazônia.** Matéria (Rio de Janeiro), v. 16, n. 3, p. 797-810, 2012. (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-70762011000300007>.

BRASIL. **Lei Nº 12.305, 2 de agosto de 2010:** Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos. Brasília, DF: Diário Oficial da União, 2010. Disponível em: <http://pesquisa.in.gov.br/imprensa/jsp/visualiza/index.jsp?jornal=1&pagina=3&data=03/08/2010>.

CALLISTER, W. D. JUNIOR. RETHWISCH, David G. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução.** LTC – Livros Técnicos e Científicos. Editora S.A., 10ª edição. 944 P. Rio de Janeiro, 2020. ISBN 978-11-194-5391-8.

CAMPOS, Mayara Seixas. **Caracterização do resíduo de caulim para produção de cimento portland aditivado.** Orientador: Marcelo de Souza Picanço. 19 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Civil) – Faculdade de Engenharia Civil, Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém, 2023.

CANEVAROLO Jr, S. V. **Ciência dos polímeros:** um texto básico para tecnólogos e engenheiros. 3 ed. São Paulo: Artliber, 2010.

CARNEIRO, B. S. *et al.* **Caracterização mineralógica e geoquímica e estudo das transformações de fase do caulim duro da região do Rio Capim, Pará.** Cerâmica, v. 49, n. 312, p. 237-244, dez. 2003. SciELO. <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132003000400008>.

CARRAHER Jr., Charles E. **Carraher's Polymer Chemistry** (10th ed.). CRC Press. 2017. <https://doi.org/10.1201/9781315116600>.

CARVALHO, P. R. C. *et al.* **Utilização de resíduos da construção civil e demolição em compósitos poliméricos: características físicas, mecânica e de flamabilidade.** In: ENCONTRO NACIONAL DE APROVEITAMENTO DE RESÍDUOS NA CONSTRUÇÃO. v. 6. p. 540–552. Anais, 2019.

CHAWLA, Krishan K. **Composites materials: science and engineering.** 2. ed. Nova York: Springer, 2006.

CHIRAYIL, Cintil Jose *et al.* **Rheological behaviour of nanocellulose reinforced unsaturated polyester nanocomposites.** International Journal Of Biological Macromolecules, v. 69, p. 274-281, ago. 2014. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2014.05.055>.

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.** Orientador: José Antônio da Silva Souza. 229 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais) – Universidade Federal do Pará, Instituto de Tecnologia, Belém, 2016.

CUNHA, F. O.; TOREM, M. L.; D'ABREU, J. C. **A influência do pH na reologia de polpas de caulim**. Rem: Revista Escola de Minas, v. 60, n. 3, p. 505-511, set. 2007. SciELO. <http://dx.doi.org/10.1590/s0370-44672007000300011>.

DAI, Kang *et al.* **Unsaturated polyester resins modified with phosphorus-containing groups: effects on thermal properties and flammability**. *Polymer Degradation And Stability*, v. 98, n. 10, p. 2033-2040, 2013. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2013.07.008>.

DALPIAZ, Giovani. **Estudo do efeito de cargas minerais em compósitos poliméricos particulados em matriz de polipropileno**. Orientador: Carlos Otávio Petter. 236 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais - PPGEM) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2006.

DIACENCO, Adriana Amaro; PAVANELLO, Renato. **Modelagem por elementos finitos de materiais compósitos reforçados com partículas com gradação funcional**. *Revista Mundi Engenharia, Tecnologia e Gestão* (ISSN: 2525-4782), v. 6, n. 4, p. 01-16, 2021. <http://dx.doi.org/10.21575/25254782rmetg2021vol6n41602>.

EKER, Hasan. **Investigation of the usability of industrial mining wastes in agriculture**. *Frontiers In Environmental Science*, v. 11, p. 1-15, 2023. Frontiers Media SA. <http://dx.doi.org/10.3389/fenvs.2023.1248188>.

FARIA, Rodrigo Alchaar de. **Beneficiamento e caracterização do caulim da região do Prado (BA)**. 2019. Orientadora: Helena Polivanov. 60 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Geologia), Departamento de Geologia, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2019.

GEMAQUE, Marcos Jorge Alves. **Características de inflamabilidade de materiais poliméricos com aplicação no setor aeroespacial**. Orientador: Fernando de Souza Costa. 497 f. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Combustão e Propulsão). Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, São Paulo. 2012.

GERMANO, Beatriz de Paiva. **Uso de resíduos de fibra de vidro da indústria eólica na produção de compósitos matriz poliéster**. Orientadora: Viviane Muniz Fonseca. 49f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química), Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2022.

GOMES, Leandro Vales. **Resíduos de minério de cobre e madeira (*Erismia Uncinatum*) em compósitos poliméricos: caracterizações físicas, mecânica e flamabilidade**. Orientador: Emerson Cardoso Rodrigues. 2023. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2023.

GUPTA, Ayushi; KUMAR, Narendra; SACHDEVA, Anish. **Factors affecting the ageing of polymer composite: a state of art**. *Polymer Degradation And Stability*, v. 221, p. 110670, 2024. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2024.110670>.

HOFMANN, Mateus *et al.* **Development of high-performance partially biobased thermoset polyester using renewable building blocks from isosorbide, 1,3-propanediol,**

and fumaric acid. Journal Of Applied Polymer Science, v. 139, n. 42, p. 1-17, 2022. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/app.53029>.

HSISSOU, Rachid et al. **Polymer composite materials: a comprehensive review.** Composite Structures, v. 262, p. 113640, abr. 2021. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compstruct.2021.113640>.

JANKOVIĆ, Bojan. **The kinetic analysis of isothermal curing reaction of an unsaturated polyester resin: estimation of the density distribution function of the apparent activation energy.** Chemical Engineering Journal, v. 162, n. 1, p. 331-340, 2010. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cej.2010.05.010>.

KHAN, Fardin et al. **Advances of Composite Materials in Automobile Applications – A Review.** Journal Of Engineering Research, p. 1-112, fev. 2024. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jer.2024.02.017>.

KNOP, Andre; PILATO, Louis A. **Phenolic resins: chemistry, applications and performance.** Springer Science, 1985. ISBN 978-3-662-02431-7

KOGEL, J.E. **Mining and Processing Kaolin.** Elements, v. 10, p. 189-193, 2014

KOSAR, Vanja; ŠERCER, Hrvoje; TOMAŠIĆ, Vesna. **Cure modelling of polyester thermosets in a glass mould.** Chemical Engineering Research And Design, v. 90, n. 4, p. 534-540, 2012. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cherd.2011.08.016>.

KRISHNAN, Latha *et al.* **Thermal Stability, Flammability and Mechanical Performances of Unsaturated Polyester–Melamine Resin Blends and of Glass Fibre-Reinforced Composites Based on Them.** Polymers, v. 14, n. 22, p. 4885, 2022. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/polym14224885>.

LEVY NETO, Flaminio; PARDINI, Luiz. Claudio. **Compósitos estruturais: ciência e tecnologia.** Editora Blucher. 2ª edição. 416 p. São Paulo. 2016. ISBN 978-85-212-1079-5.

LIMA, Gisele de Aguiar. **Síntese hidrotermal por fusão alcalina de zeólita na-p1 de rejeitos de Caulim da Amazônia e sua aplicação na retenção de azul de metileno.** Orientador: Bruno Apolo Miranda Figueira. 53 f. Dissertação (Mestrado em Sociedade, Ambiente e Qualidade de Vida), Universidade Federal do Oeste do Pará, Santarém, 2022.

LIMA, Paula Elissa Antônio de. **Caulim calcinado: estudo cinético da dissolução do alumínio em meio ácido e aplicação como precursor na produção de sílica porosa.** Orientador: Roberto de Freitas Neves. 126 f. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Geoquímica e Petrologia) – Universidade Federal do Pará, Programa de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica, Belém, 2016.

LUTHRA, Sunil et al. **Resources melioration and the circular economy: sustainability potentials for mineral, mining and extraction sector in emerging economies.** Resources Policy, v. 77, p. 102652, 2022. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.resourpol.2022.102652>.

LUZ, Adão Benvindo da *et al.* **Argila – Caulim.** Rochas & minerais industriais. 2ª ed. Rio de Janeiro, 2008.

MACIEL JÚNIOR, Renardir Peixoto. **Influência de cargas de reforço nas propriedades mecânicas de compósitos de matriz polimérica**. Orientador: Ênio Pontes de Deus. 49 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Metalúrgica) - Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2017.

MAIA, A. Á. B. *et al.* **Efeito do envelhecimento da mistura reacional constituída por resíduo de caulim da Amazônia na síntese da zeólita faujasita**. *Cerâmica*, v. 63, n. 368, p. 485-489, 2017. SciELO. <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132017633682160>.

MANÉ, Infamara *et al.* **Impactos socioambientais relacionados à exploração da bauxita no município de Barcarena, região norte do Brasil**. *Revista Geoamazonia*, v. 10, n. 20, p. 01, 26 dez. 2022. Universidade Federal do Para. <http://dx.doi.org/10.18542/geo.v10i20.13647>.

MARÍN, O. A.; KRASLAWSKI, A.; CISTERNAS, L. A. **Estimating processing cost for the recovery of valuable elements from mine tailings using dimensional analysis**. *Minerals Engineering*, v. 184, p. 107629, 2022. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107629>.

MARINUCCI, Gerson. **Materiais compósitos poliméricos: fundamentos e tecnologia**. São Paulo: Artliber, v. 1, 2011.

MARTELLI, Marlice Cruz. **Transformações térmicas e propriedades cerâmicas de resíduos de caulins das regiões Capim e do rio Jari-Brail**. 160 f. Tese (Doutorado em Geoquímica e Petrologia) – Universidade Federal do Pará, Centro de Geociências, Belém, 2006. Programa de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica.

MARTELLI, Marlice *et al.* **Quantificação de Mullita proveniente de resíduos de caulim da região amazônica: uso do método de Rietveld**. *Química Nova*, v. 44, p. 402-409, 2020. Sociedade Brasileira de Química (SBQ). <http://dx.doi.org/10.21577/0100-4042.20170696>.

MEDEIROS, Ailma *et al.* **Evaluation of hydrocyclonage variables aiming at the optimization of the processing of kaolin of the primary type**. *Concilium*, v. 23, n. 17, p. 196-212, 2023. Uniao Atlantica de Pesquisadores. <http://dx.doi.org/10.53660/clm-1879-23m72>.

MELOUKI, Azzedine *et al.* **Preparation of new copolymer (polystyrene/TMSPM grafted on DDA-fractionated algerian montmorillonite) hybrid organoclay by radical copolymerization: structural study, thermal stability and hydrophobicity area**. *Journal of Thermal Analysis And Calorimetry*, v. 147, n. 10, p. 5637-5648, 2022. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s10973-021-10935-8>.

MENDONÇA, Paulo de Tarso R.; **Materiais compostos & estruturas-sanduíche: projeto e análise**. 2ª Ed. Florianópolis: Editora Orsa Maggiore, 2019. 577 p. ISBN 978-85-907153-2-0.

MENEZES, Raquel Rodrigues do Nascimento; DUTRA, Ricardo Peixoto Suassuna; CAMPOS, Lizabetha Fernanda Araújo. **Formulações de resíduos industriais tratados por hidrociclonação para obtenção de cerâmica de revestimento**. *Brazilian Journal of Development*, v. 6, n. 8, p. 54364-54383, 2020. <http://dx.doi.org/10.34117/bjdv6n8-014>.

MERLINI, Cláudia. **Ciência e tecnologia de compósitos poliméricos**. 1ª Ed. São Paulo: Artliber Editora, 2021. 328 p. ISBN 978-65-86443-13-4.

MOMANYI, Job; HERZOG, Michael; MUCHIRI, Peter. **Analysis of Thermomechanical Properties of Selected Class of Recycled Thermoplastic Materials Based on Their Applications**. *Recycling*, v. 4, n. 3, p. 1-16, 2019. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/recycling4030033>.

MORAES, Mario Henrique Moreira de. **Caracterização mecânica de compósitos de matriz polimérica com adição de resíduos sólidos industriais**. Orientador: Deibson Silva da Costa. 86 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2019.

MURRAY, Haydn H. **Traditional and new applications for kaolin, smectite, and palygorskite: a general overview**. *Applied Clay Science*, v. 17, n. 5-6, p. 207-221, 2000. Elsevier. [http://dx.doi.org/10.1016/s0169-1317\(00\)00016-8](http://dx.doi.org/10.1016/s0169-1317(00)00016-8).

NASSEH, Jorge. **Barcos: Métodos avançados de construção em compósitos**. 1ª ed. Rio de Janeiro: 2007. 37 p.

OCQ. **FORTCOM 6100**. 2024. Disponível em: <<https://ocq.com.br/produto/fortcom-6100-oswaldo-cruz-quimica/>> Acesso em 09 mar. 2024.

OLIVEIRA, Gabriel da Cruz *et al.* **Resíduos de ferro e alumínio em compósitos poliméricos**. Anais do XXXIX Congresso Brasileiro De Sistemas Particulados. vol. 2, 2019. ISSN: 2594-6307

OLIVEIRA, Gabriel da Cruz. **Efeito do resíduo industrial de alumínio nas propriedades de compósitos poliméricos**. Orientador: Deibson Silva da Costa. 77 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2021.

OLIVEIRA, Sara Verusca de *et al.* **Nanocompósitos de polietileno/argila bentonítica com propriedades antichama**. *Polímeros*, v. 27, p. 91-98. 2017. SciELO. <http://dx.doi.org/10.1590/0104-1428.2288>.

PARK, Soo-Jin; SEO, Min-Kang. **Interface science and composites**. 1st Ed. Elsevier Ltd. Academic Press, 2011. ISBN 978-0-12-375049-5.

PATRÍCIO, Aline Cadigena Lima. **Potencial de adsorção do resíduo do beneficiamento do caulim**. Orientador: Gilmar Trindade de Araújo. 78 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química), Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2016.

POLICEMA, Isabella Feitosa. **Análise numérica e validação experimental de compósitos naturais, sintéticos e híbridos submetidos a ensaios de tração**. Orientador: Sandra Maria da Luz. 92 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Aeroespacial) — Universidade de Brasília, Brasília, 2023.

POZZETTI, Valmir César; CALDAS, Jeferson Nepumuceno. **O descarte de resíduos sólidos no âmbito da sustentabilidade**. Revista de Direito Econômico e Socioambiental, v. 10, n. 1, p. 183-205, 2019. <http://dx.doi.org/10.7213/rev.dir.econ.soc.v10i1.24021>.

RABELLO, Marcelo; PAOLI, Marco Aurélio de. **Aditivção de termoplásticos**. 1ª Ed. São Paulo: Artliber, 2013. 357 p. ISBN 8588098784.

RIBEIRO, Maurício Maia. **Estudo da incorporação de resíduos industriais, lama vermelha e caulim, nas propriedades de compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras de juta e malva**. Orientadora: Verônica Scarpini Candido. 174 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia) - Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém, 2022.

RODRIGUES, Emerson Cardoso. **Produção de material zeolítico a partir de caulim da Amazônia em escala semi piloto: aplicação na adsorção de cobre**. Orientadores: José Antônio da Silva Souza; Emanuel Negrão Macêdo. 92 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia) - Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém, 2019.

SAKAMOTO, C.; **Poliéster Insaturado**. Silaex Química Ltda. 2018. Disponível em: <<http://www.silaex.com.br/poli%C3%A9ster.htm>> Acesso em: 07 Jun. 2023

SANTOS FILHO, Edson A. *et al.* **Effect of kaolin waste annealing on the structural and thermal behavior of poly(ϵ -caprolactone)**. Momento, n. 64, p. 66-82, 2022. Universidad Nacional de Colombia. <http://dx.doi.org/10.15446/mo.n64.99725>.

SANTOS, Ernelison Angly da Silva; SANTOS, Manoel Roberval Pimentel. **Síntese e caracterização de zeólita tipo A obtida a partir de caulim natural da Amazônia**. Revista Ibero-Americana de Ciências Ambientais, v. 13, n. 4, p. 206-222, 2 jul. 2022. Companhia Brasileira de Producao Cientifica. <http://dx.doi.org/10.6008/cbpc2179-6858.2022.004.0018>.

SANTOS, Eryck Eduardo Simplicio dos. **Estudo da influência da granulometria dos resíduos de lama vermelha nas propriedades dos compósitos de matriz poliéster**. Orientador: Deibson Silva da Costa. 89 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2022.

SANTOS, I. F.; PIRES, O. J. M.; SILVA, C. R.; SOUZA, J. A. S.; **Reciclagem de resíduo de mármore e granito em matrizes poliméricas**. p. 14108-14115 In: Anais do XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química - COBEQ 2014 [Blucher Chemical Engineering Proceedings, v.1, n.2]. São Paulo: Blucher, 2015.

SILVA, Adriano Lima da *et al.* **Obtenção de mulita partindo de resíduo de caulim através de tratamento térmico em forno convencional**. Research, Society and Development, v. 10, n. 12, p. 1-19, 2021. <http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v10i12.20653>.

SILVA, Alessandro Costa da; VIDAL, Mariângela; PEREIRA, Madson Godoi. **Impactos ambientais causados pela mineração e beneficiamento de caulim**. Revista Escola de Minas, v. 54, n. 2, p. 133-136, 2001. SciELO. <http://dx.doi.org/10.1590/s0370-44672001000200010>.

SILVA, Ana Paula Moreira da; VIANA, João Paulo; CAVALCANTE, André Luís Brasil. **Diagnóstico dos resíduos sólidos da atividade de mineração de substâncias não energéticas**. Relatório de Pesquisa. IPEA, 2012.

SILVA, Beatriz Rocha *et al.* **Desenvolvimento de argamassas de reboco com a incorporação de caulim**. Revista Eletrônica Perspectivas da Ciência e Tecnologia, v. 13, p. 74-83, 2021. Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro - IFRJ. <http://dx.doi.org/10.22407/1984-5693.2021.v13.p.74-83>.

SILVA, Fernanda Arruda Nogueira Gomes da *et al.* **Alveamento químico de caulins Brasileiros: efeito do potencial eletroquímico da polpa e do ajuste do pH**. Química Nova, v. 34, n. 2, p. 1-8, 2011. SciELO. <http://dx.doi.org/10.1590/s0100-40422011000200017>.

SILVA, Fernanda Arruda Nogueira Gomes da. **Estudos de Caracterização Tecnológica e Beneficiamento do Caulim da Região Borborema-Seridó (RN)**. Orientadores: Flávio Teixeira da Silva e Adão Benvindo da Luz. 86 f. Tese (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). COPPE – UFRJ. Rio de Janeiro/RJ, 2007.

SOLIMAN, N.K.; MOUSTAFA, A.F.; **Industrial solid waste for heavy metals adsorption features and challenges: a review**. Journal Of Materials Research and Technology, v. 9, n. 5, p. 10235-10253, 2020. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.07.045>.

SOUSA, B. B. *et al.* **Síntese e caracterização de zeólita tipo sodalita obtida a partir de resíduo de caulim**. Cerâmica, v. 66, n. 380, p. 404-412, 2020. SciELO. <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132020663802758>.

SUMÁRIO MINERAL. **Caulim**. Brasília: DNPM - Departamento Nacional da Produção Mineral, 2018. 3 p.

TAVARES, Arthur Ruan Dias. **Caracterização mecânica e morfológica de compostos com fibras de vidro e palha da costa (Raphia Taedigera Mart)**. Orientador: Deibson Silva Costa. 75 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2018.

TOUBIA, Carim Miguel. **Estudo sobre as possibilidades de recuperação de resíduos provenientes da fabricação de pás eólicas**. Orientador: Sandro D. Mancini. 149 f. Tese (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais, Universidade Estadual Paulista, Sorocaba, 2011.

UTEKAR, Shubham *et al.* **Comprehensive study of recycling of thermosetting polymer composites – Driving force, challenges and methods**. Composites Part B: Engineering, v. 207, p. 108596, 2021. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.108596>.

VENTURA, Ana Mafalda F. M. **Os Compósitos e a sua aplicação na Reabilitação de Estruturas metálicas**. Ciência & Tecnologia dos Materiais, Vol. 21, n.º 3/4, 2009.

XATICO. **Kaolin**. Products. Disponível em: < <https://www.xatico.com/products/kaolin/> >. Acesso em: 12 abril 2024.

XU, Wenxiang; WU, Yang; GOU; Xiaofan. **Effective elastic moduli of nonspherical particle-reinforced composites with inhomogeneous interphase considering graded evolutions of elastic modulus and porosity.** *Computer Methods In Applied Mechanics And Engineering*, v. 350, p. 535-553, 2019. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cma.2019.03.021>.

YARO, Aliyu; KUBURI, Laminu; MOSHOOD, Musa Abiodun. **Influence of Kaolin particulate and Luffa cylindrica fiber on the mechanical properties polyester matrix.** *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, v. 116, n. 1-2, p. 139-144, 2021. Springer Science. <http://dx.doi.org/10.1007/s00170-021-07442-3>.

YEOMANS, J. A.; **Ductile particle ceramic matrix composites—Scientific curiosities or engineering materials?** *Journal of The European Ceramic Society*, v. 28, n. 7, p. 1543-1550, 2008. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2007.12.009>.