



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

WILLIAN RAYOL DA SILVA

**INFLUÊNCIA DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUO DE CALCÁRIO EM UM
COMPÓSITO DE MATRIZ POLIMÉRICA ISOFTÁLICA: Obtenção e
caracterização**

ANANINDEUA
2023

WILLIAN RAYOL DA SILVA

**INFLUÊNCIA DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUO DE CALCÁRIO EM UM
COMPÓSITO DE MATRIZ POLIMÉRICA ISOFTÁLICA: Obtenção e
caracterização**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado
à Faculdade de Engenharia de Materiais da
Universidade Federal do Pará, em
cumprimento as exigências para a obtenção do
Grau de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientadores: Prof. Dr. Deibson Silva da
Costa e Me. Bruno Henrique Alves Mendes.

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)

S586i Silva, Willian Rayol da.
Influência da incorporação de resíduo de calcário em um
compósito de matriz polimérica: obtenção e caracterização /
Willian Rayol da Silva. — 2023.
59 f. : il. color.

Orientador(a): Prof. Dr. Deibson Silva da Costa
Coorientador(a): Prof. Me. Bruno Henrique Alves Mendes
Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) -
Universidade Federal do Pará, Campus Universitário de
Ananindeua, Curso de Engenharia de Materiais,
Ananindeua, 2023.

1. calcário. 2. resíduo. 3. compósito. 4. polimérica. 5.
caracterização. I. Título.

CDD 620.112

WILLIAN RAYOL DA SILVA

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE RESÍDUO DE CALCÁRIO EM UM COMPÓSITO DE
MATRIZ POLIMÉRICA ISOFTÁLICA: Obtenção e caracterização**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado
à Faculdade de Engenharia de Materiais da
Universidade Federal do Pará, em
cumprimento as exigências para a obtenção do
Grau de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Data da Avaliação: 12 / 06 / 2023.

Conceito: Excelente

BANCA EXAMINADORA:

Deibson Silva da Costa

Prof. Dr. Deibson Silva da Costa

FEMat - UFPA - Campus Ananindeua – Orientador

Bruno Henrique Alves Mendes

Me. Bruno Henrique Alves Mendes

PPGEQ/ITEC/UFPA – Coorientador

Alacid do Socorro Siqueira Neves

Prof. Me. Alacid do Socorro Siqueira Neves

FEMat - UFPA - Campus Ananindeua – Examinador Interno

Karla Suellen Lino Barbosa

Ma. Karla Suellen Lino Barbosa

PRODERNA/ITEC/UFPA – Examinador Externo

ANANINDEUA

2023

Dedico este trabalho aos meu pais, meus alicerces!

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus, fonte inesgotável de amor na minha vida, luz do meu caminho, acalento para minhas aflições, sem o qual não chegaria até aqui.

Aos meus pais, Wilma Rayol e Willian Ribeiro, por toda luta, entrega, dedicação, amor em cada momento da minha vida. Vocês são os maiores motivos para eu chegar até este momento, à vocês dedico toda essa vitória, vocês sonharam e choraram comigo a cada passo dessa jornada árdua, esse momento não é apenas meu, é nosso! Não teria sentido sem vocês ao meu lado.

Ao meu irmão, Wesley, por todos os momentos que abriu mão das suas vontades ou prioridades para que eu pudesse ter tranquilidade para estudar e me dedicar até chegar a esse momento.

Aos meus familiares que viveram comigo esses anos de graduação, me ajudaram diretamente todas as vezes, amo muito vocês. Tio Octávio, tia Vera, Nathália, Tia Wânia, Sophia, Soraiha.

Agradeço aos meus orientadores, Prof. Dr. Deibson Silva da Costa e ao Me. Bruno Henrique Alves Mendes pela paciência, atenção, dedicação, ensinamentos e confiança ao decorrer deste trabalho e da minha vida acadêmica, não tenho dúvidas de como fui inspirado por vocês, meus sinceros agradecimentos.

Agradeço ao Prof. Dr. Marcos Benedito Caldas Costa e ao Engº. Dr. Fiterlinge Sousa pela oportunidade de trabalhar ao lado de vocês por dois anos, serei eternamente grato pelo oportunidade e ensinamentos recebidos ao longo desses anos.

Aos professores da FEMat por todos os ensinamentos dentro e fora da sala de aula, foi um prazer ter convivido todos esses anos, essa conquista também tem parte de cada um.

Aos meus colegas de turma que ao longo desses 5 anos pude aprender... conviver com todos.

Aos meus irmãos "Caveiras", vocês são amigos que vou levar para sempre na minha vida, pudemos criar uma amizade tão grande que tornaram esses anos melhores, dentro e fora da sala de aula, sem a parceria de vocês seria tudo diferente. Cada piada sem graça, gargalhada, parceria. Tmj irmãos!

Aos meus amigos Lucas Rezende, Gabriel Oliveira, Victor Hugo e Eryck Santos que foram essenciais para a realização deste trabalho.

Aos meus colegas da Atlético Mercúrio, vocês foram essenciais ao longo desses anos, obrigado pelos momentos de descontração e lazer.

Rafaela Farinha, minha eterna gratidão, por cada palavra de incentivo, cada puxão de orelha quando necessário, por acreditar no meu potencial quando as vezes duvidava e principalmente, por estar comigo nessa caminhada, ter você foi essencial para que trilhasse meu caminho até aqui. Obrigado por tudo!

RESUMO

A demanda de produção das indústrias vem em constante crescimento, a geração de resíduos na natureza cresce gradativamente. Além disso, leis ambientais foram criadas para proteger o ambiente de possíveis danos causados por estes resíduos. Os materiais compósitos que utilizam resíduos industriais despontam como alternativa em potencial para esse descarte. Foram produzidos materiais compósitos de matriz polimérica utilizando resíduos de calcário calcítico, com granulometria de 100 mesh. Utilizou-se o método de fabricação manual "*hand lay-up*", com variações nas proporções, 10 %, 20 % e 30 %. Para a fase matriz, aplicou-se a resina polimérica isoftálica, com adição de 1 % de iniciador em v/v e 1,5 % de ativador v/v. As análises mineralógicas foram realizadas por meio de Difração de Raios-X e Fluorescência de Raios-X. A análise morfológica foi realizada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Após as etapas iniciais de confecção dos corpos de prova, realizaram-se os ensaios físicos (ASTM D 570, ASTM D 2734 e ASTM D 792), mecânicos de tração (ASTM D 3039) e flexão (ASTM D 790), análise da fratura realizada por Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) para o ensaio de tração e inflamabilidade horizontal (ASTM D 635). O ensaio de FRX permite fazer uma observação relacionada aos elementos químicos presentes nas amostras e no ensaio de DRX apresentaram os picos de calcita, magnésio, comprovando a natureza calcítica do resíduo. Para o ensaio de MEV do resíduo, apresentou estrutura característica, geometria definida e variação de tamanho de grão. Os ensaios físicos dos corpos de prova seguiram o padrão esperados para adição do material agregado a matriz. O ensaio mecânico apresenta a fração de 20 % obteve resultados satisfatórios que condizem com a expectativa inicial, elevando sua resistência ao adicionar calcário. O ensaio das fraturas, apresentou boa distribuição do resíduo de calcário à matriz e os principais mecanismos de falha, como trincas e vazios. A resistência a chama, os corpos de prova obtiveram resultados satisfatórios para as frações mássicas, principalmente quando comparados às normas base. Diante de todos os ensaios feitos e análise proposta, o compósito com calcário calcítico pode ser uma alternativa para minimizar impactos socioambientais, remetendo a uma aplicação principalmente relacionada a revestimento interno de veículos.

Palavras-chave: Calcário; resíduo; material compósito; matriz polimérica; obtenção; caracterização.

ABSTRACT

Just as the production demand of industries is constantly growing, the generation of waste in nature grows gradually. Thus, environmental laws were created to protect the environment from possible damage caused by these residues. Thus, composite materials that use industrial waste emerge as an alternative in potential improvement in aiding this disposal. In this work, polymeric matrix composite materials were produced using calcitic limestone waste, with a granulometry of 100 mesh. The manual manufacturing method "hand lay-up" was used, with variations in the proportions, 10%, 20% and 30%. For the matrix phase, the isophthalic polymeric resin was applied, with the addition of 1% of initiator in v/v and 1.5% of activator v/v. The morphological tests were carried out in order to correlate the fracture aspects with the mechanical properties of the specimens. Mineralogical analysis was performed using X-Ray Diffraction and X-Ray Fluorescence. After the initial stages of making the test specimens, physical tests (ASTM D 570, ASTM D 2734 and ASTM D 792), mechanical tests of traction (ASTM D 3039) and flexion (ASTM D 790), fracture analysis performed by Scanning Electron Microscope (SEM) and horizontal flammability (ASTM D 635). Mineralogical analysis was performed using X-Ray Diffraction. After the initial stages of making the specimens, the physical (ASTM D 570, ASTM D 2734 and ASTM D 792) and mechanical tests of traction (ASTM D 3039) and bending (ASTM D 790) were carried out, with fracture analysis performed by Scanning Electron Microscope (SEM). The flame propagation rate was analyzed using the horizontal flammability test (ASTM D 635). The physical tests of the specimens followed the expected pattern for adding the aggregated material to the matrix. The mechanical test obtained satisfactory results that match the initial expectation, increasing its resistance by adding limestone. The fracture test showed good distribution of limestone residue to the matrix and the main failure mechanisms. Regarding flame resistance, the test specimens obtained satisfactory results in all mass fractions, especially when compared to the base standards. In view of all the tests carried out and the proposed analysis, the composite with calcitic limestone can be a technological alternative to minimize socio-environmental impacts, requiring additional tests.

Keywords: Limestone, residue, composite material, polymer matrix, obtaining and characterization.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Classificação dos compósitos.	17
Figura 2 - Síntese de um éster insaturado.	19
Figura 3 - Processo de cura de um poliéster insaturado. a) Poliéster insaturado; b) Monômero de estireno; c) Poliéster curado.	19
Figura 4 - Constituintes da matriz. a) Resina isoftálica; b) Acelerador de cobalto; c) Iniciador; d) Desmoldante.	24
Figura 5 - Fluxograma de procedimentos realizados no resíduo de Calcário.	25
Figura 6 - Equipamentos. a) Estufa; b) Moinho; c) Agitador; d) Peneiras; e) Balança digital; f) Balança analítica; g) Prensa hidráulica; h) Máquina de corte; i) Molde metálico	26
Figura 7 - Esquema de Difração de Raios-X.	26
Figura 8 - Microscópio eletrônico de varredura.	28
Figura 9 - Fluxograma do processo de fabricação	28
Figura 10 - Corpos de prova.	30
Figura 11 - Máquina de ensaio de tração, KRATOS.....	31
Figura 12 - Dimensões para o ensaio de tração.....	32
Figura 13 - Esquema do ensaio de flexão.	32
Figura 14 - Dimensões para o ensaio de flexão.	33
Figura 15 - Máquina de ensaio de flexão.	33
Figura 16 - Aparato para ensaio de flamabilidade.	34
Figura 17 - Drx calcário.....	37
Figura 18 - Microscopia eletrônica de varredura.	38
Figura 19 - Gráfico comparativo MEA, AA e PA com resíduo de calcário com grupo Tukey ($p<0,05$).....	40
Figura 20 - Gráfico	42
Figura 21 - Gráfico comparativo de tração com resíduo de calcário com grupo Tukey ($p<0,05$).	43
Figura 22 - Gráfico de Flexão.....	45
Figura 23 - Micrografia das superfícies fraturadas.	47
Figura 24 - Gráfico de flamabilidade dos corpos de prova.	49

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química do calcário obtida por FRX.	36
Tabela 2 - Ensaio físico para compósitos.	39
Tabela 3 - Ensaio de tração.	41
Tabela 4 - Tensão de resistência a tração de acordo com o ANOVA.	43
Tabela 5 - Método Tukey para comparação das frações.	43
Tabela 6 - Ensaio de flexão.	44
Tabela 7 - Tensão de resistência a flexão de acordo com o ANOVA	45
Tabela 8 - Método Tukey para comparação das frações	45
Tabela 9 - Ensaio de inflamabilidade horizontal.	48
Tabela 10 - Comparação entre padrão exigido e padrão obtido pelo estudo.	50

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CaO	Carbonato de Cálcio
AA	Absorção de Água
ASTM	American Society for Testing and Materials
ANOVA	Análise de Variância
CaCO ₃	Calcita
DRX	Difratometria de raio X
LEQ-UFPA	Laboratório de Engenharia Química
LAMPS	Laboratório de Síntese de Materiais Porosos e Sintetizados
MEA	Massa Específica Aparente
MgO	Óxido de Magnésio
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
PA	Porosidade Aparente
SiO ₂	Quartzo
UFPA	Universidade Federal do Pará
USIMAT	Usina de Materiais

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	13
1.1	Objetivos	14
1.1.1	Objetivo geral	14
1.1.2	Objetivos específicos	14
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1	Compósitos	15
2.2	Classificações e características.....	16
2.3	Matrizes.....	17
2.3.1	Matrizes poliméricas	18
2.4	Resina poliéster	19
2.5	Reforço	20
2.6	Particulados	21
2.6.1	Calcário	21
3	MATERIAIS E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	24
3.1	Materiais.....	24
3.1.1	Material polimérico e sistema catalítico.....	24
3.1.2	Resíduo mineral	25
3.2	Procedimento experimental	25
3.2.1	Caracterização do resíduo mineral	26
3.2.2	Análise morfológica	27
3.3	Produção dos compósitos.....	28
3.4	Caracterização dos compósitos	29
3.4.1	Física.....	29
3.4.2	Mecânica	30
3.5	Flamabilidade.....	34
3.6	Análise estatística	35
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	36
4.1	Caracterização do resíduo mineral	36
4.1.1	Fluorescência de Raios – X	36
4.1.2	Difração de Raios – X.....	37
4.2	Análise morfológica	37
4.2.1	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	37
4.3	Caracterização física	38

4.4	Caracterização mecânica	41
4.4.1	Tração	41
4.4.2	Flexão.....	44
4.5	Análise de fratura	47
4.6	Flamabilidade.....	48
5.	CONCLUSÃO	51
5.1.	Sugestão para trabalhos futuros.....	52
	REFERÊNCIAS.....	53

1. INTRODUÇÃO

Ao longo da história, as indústrias mundiais foram evoluindo em tamanho e qualidade de produção decorrente da constante necessidade da sociedade. Por esse motivo, assim como cresce a produção de bens de consumo, cresce também os resíduos oriundos dos mais diversos processos industriais. Tais resíduos nem sempre são descartados de forma correta, gerando gastos para a indústria e riscos à natureza. Diante disso, os materiais compósitos despontam como alternativas viáveis para o reaproveitamento desses materiais, produzindo novos produtos e aumentando as alternativas de descarte inadequado na natureza.

De forma geral, os compósitos são formados pela união de pelo menos dois materiais ou fases. Comumente é feito um envolto a fase dispersa por meio de um material contínuo, este material pode ser considerado a matriz do compósito. As características da fase dispersa, como geometria e orientação, interferem diretamente nas propriedades do compósito. Os constituintes devem ter estruturas químicas distintas, para que apresentem estrutura diferente da inicial ao final do processo. No entanto, é necessário que haja uma dosagem adequada entre matriz e reforço para obter um compósito de qualidade, que tenha propriedades distintas das previamente existentes (ASKELAND, 2015).

Há uma busca intensa sobre a produção e caracterização de novos materiais compósitos face as atrativas propriedades oriundas desta incorporação. Compósitos poliméricos reforçados com fibras se destacam entre os estudos atuais da indústria automotiva e aeroespacial. O desempenho destes materiais é alvo antigo de diversas pesquisas, como a de Pavithran (1988), que avaliou a performance do compósito de Poliéster reforçado com Sisal. Alguns estudos tendem a aliar a investigação da performance com as características sustentáveis que o compósito pode agregar, tal qual o estudo feito por Rodrigues (2015), que propõe a produção de novos materiais sob a ótica do desenvolvimento sustentável.

Dentro do âmbito industrial a nível mundial e nacional, o calcário está presente desempenhando funções importantes. Um exemplo desta utilização encontra-se nos altos fornos das indústrias siderúrgicas, pois esse material exerce papel fundamental no processo, agindo como fundente da reação (DANIEL, 2018).

Portanto, a pesquisa é justificada devido aos grandes pólos industriais presentes na região Amazônica no qual utilizam o calcário em seus processos. Com

isso, foram produzidos compósitos de matriz polimérica de calcário como forma de reaproveitamento, aliados a caracterização mineralógica, ensaios físicos, mecânicos e flamabilidade.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo geral

Estudar o potencial reaproveitamento de resíduo de calcário em compósito de matriz polimérica como utilização em novos materiais.

1.1.2 Objetivos específicos

- Analisar as características química (Fluorescência de Raios-x), mineralógicas (Difração de Raios-X) e morfológicas (Microscopia eletrônica de varredura) do calcário calcítico.

- Produzir compósitos de matriz polimérica reforçado com frações mássicas de 10 %, 20 % e 30 % de calcário calcítico.

- Avaliar o comportamento do compósito de calcário em suas propriedades físicas (absorção de água, massa específica aparente, porosidade aparente), mecânicas (tração e flexão).

- Analisar as fraturas proveniente do ensaio de flexão.

- Averiguar a resistência do material a chama, por meio do ensaio de resistência à chama.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Compósitos

No século XX, os materiais compósitos despontaram como alternativa aplicável a engenharia, desde a utilização em componentes elétricos de radares, por conta da sua capacidade eletromagnética, e posteriormente, utilização em aviões militares e veículos automobilísticos (VENTURA, 2009).

Com o avanço da conscientização acerca da preservação e reutilização ambiental, os compósitos têm ganhado mais espaço dentro da indústria, pois é uma solução para o reaproveitamento de material de descarte das grandes indústrias, logo, atende a necessidade de preservação ambiental mundialmente defendida (SILVA, 2014).

Produtos poliméricos com utilização de cargas minerais como reforço apresentam boa aplicabilidade por serem de menor custo e apresentarem melhorias em suas propriedades (BARROS *et al.* 2020).

Quando se trata de aplicações relacionadas a engenharia, na qual são necessárias resistência mecânica e elasticidade, por exemplo, os materiais compósitos são utilizados por conta de suas excelentes propriedades físicas e mecânicas, principalmente por sua elevada resistência, rigidez e densidade. Além disso, ressalta-se que a etapa de processamento desses materiais compósitos é considerada uma tecnologia de ponta, devido às características dos produtos obtidos (VALENÇA, *et al.* 2021).

As utilizações de compósitos têm sido crescentes na indústria automobilística, por conta de aliarem baixo peso específico e excelente desempenho mecânico. Oliveira (2020) investiga o comportamento relacionado com a flamabilidade de compósitos de matriz polimérica reforçados com fibra de juta e sisal e lama vermelha. Esta busca crescente por compósitos de alto desempenho é de grande valia na comunidade científica na atualidade, dessa maneira, estudos que aliam a melhoria de materiais com alternativas socioambientais tem ganhado destaque na sociedade moderna.

Farias (2019) analisou a adição de lama vermelha a matriz poliéster. Os resultados obtidos mostraram que uma incorporação de 20 % de resíduo apresenta

melhor desempenho quanto à resistência a tração se comparado a matriz plena. A análise feita conclui que a impregnação do resíduo na matriz pode justificar este desempenho, e classifica a lama vermelha como agente de reforço.

Já estudos feitos por Costa (2016) mostram que os resíduos de caulim e lama vermelha atuam como agentes de enchimento, ao avaliar flamabilidade e resistência a tração e flexão de compósito de matriz poliéster com utilização destes resíduos como reforço. Isso porque conforme a adição de resíduos cresce, menor é o desempenho mecânico, chegando a valores inferiores ao da matriz plena. Quanto a flamabilidade, o autor mostra que há retardância a chamas considerável, em todas as proporções mássicas presentes no trabalho.

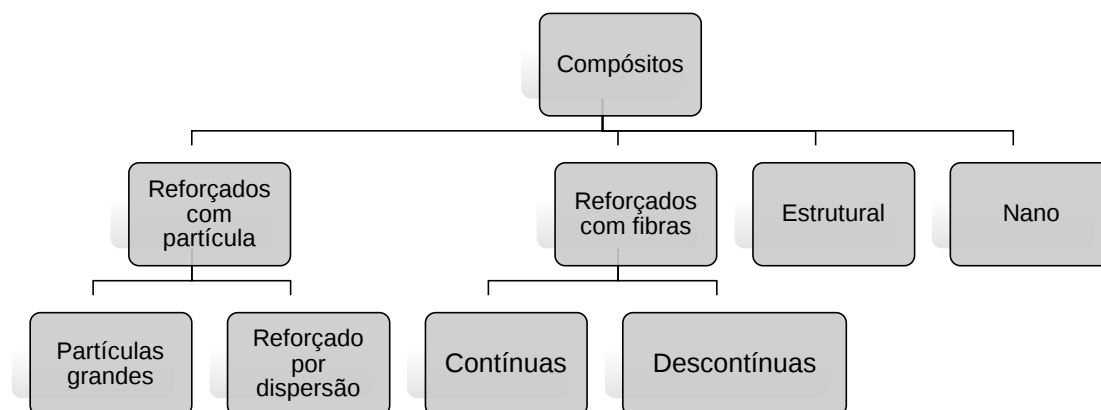
Barros (2020) apresenta a produção de um tijolo com resina polimérica e resíduo de rochas ornamentais. As frações de resíduo de calcário utilizadas foram de 70 %, 80 %, 85 % e 90 %. Os tijolos apresentaram desempenho satisfatório quanto a resistência à compressão, atingindo os valores estabelecidos pela norma ABNT NBR 8492. Além disso, o tijolo com maior percentual de resíduo não apresentou propagação de chama no ensaio de flamabilidade. O autor sugere, ainda, que o compósito com 90 % de resíduos é o melhor para produção em escala.

2.2 Classificações e características

Os compósitos geralmente são definidos como uma mistura de dois ou mais materiais que diferem em forma e composição química, com estrutura não uniforme, descontínua e multifásica com o objetivo de unir as propriedades destes materiais, obtendo características distintas das iniciais. Além disso, é necessária uma boa combinação entre as propriedades dos componentes do compósito (SMITH, 2012; CALLISTER, 2020).

O compósito é dividido em duas fases. A primeira é a fase matriz, considerada contínua e a segunda é a fase dispersa. A matriz pode abranger os materiais metálicos, cerâmicos e poliméricos. Já a fase dispersa ou comumente chamada de reforço, pode ser dividida em fibras, laminados e particulados. Esta combinação tem por objetivo a melhoria das características de resistência a elevadas temperaturas e mecânicas, tais como rigidez e tenacidade (ASKELAND, 2015; CALLISTER, 2020). A Figura 1 apresenta esquema da classificação dos materiais compósitos.

Figura 1 - Classificação dos compósitos.



Fonte: Adaptado de CALLISTER, 2020.

2.3 Matrizes

As matrizes podem ser comumente chamadas também por fase contínua, além disso, é identificada e classificada mediante o tipo de material composto, seja cerâmica, metálica ou polimérica, a qual apresentará maior volume no compósito exercendo também o papel de união, distribuição do reforço, orientação e manutenção da forma (CALLISTER, 2020; DAVALLO *et al.*, 2010).

Por exercer um papel de envolver a fase dispersa, são necessárias algumas características de afinidade entre os materiais (matriz/reforço), pois atuarão juntos para resistir aos esforços que serão exercidos pelo meio para com os compósitos. Por isso, é extremamente importante o conhecimento físico e químico dos materiais que compõem o compósito (JOSÉ NETO *et al.* 2007).

Matrizes cerâmicas são resistentes a elevadas temperaturas, porém apresentam baixa tenacidade. Matrizes metálicas são dúcteis e resistentes, no entanto, apresentam dificuldades relacionadas a resistência à abrasão, à fluência e a condutividade térmica (CALLISTER, 2020).

Compósitos com matrizes cerâmicas e metálicas despontam em vastos ramos industriais devido as suas características, estes ramos que são principalmente aeroespaciais e automotivos, mesmo dispondo de processos produtivos mais onerosos que os polímeros (ASKELAND, 2015).

A necessidade global pela utilização de recursos renováveis e não agressivos ao ambiente faz parte da modelo ecologicamente correto e amplamente divulgado

pelos mais diversos ramos globais (SUH *et al*, 2000). Face a isto, as matrizes poliméricas são amplamente utilizadas devido ao seu baixo custo, facilidade de moldagem e estabilidade térmica (SANCHEZ *et al*, 2010).

2.3.1 Matrizes poliméricas

A estrutura dos materiais poliméricos apresenta grandes e complexas cadeias moleculares, estas são constituídas por átomos de carbono ligados covalentemente, resultando em materiais com baixa condução elétrica e de calor. No entanto, esses materiais são de fácil processamento, baratos e boa resistência química (CHAWLA, 2012).

Os compósitos poliméricos podem ser classificados em dois tipos, termoplásticos e termorrígidos. Aliado a isso, a principal característica para a distinção está ligada ao comportamento quando aquecidos, ou seja, há a possibilidade dos materiais termoplásticos serem moldados várias vezes, devido a sua característica fluida quando submetida a elevadas temperaturas e sua rápida capacidade de solidificação à medida que a temperatura diminui. Em contrapartida, os termorrígidos não se apresentam com tanta fluidez devido à presença de ligações cruzadas em suas cadeias macromoleculares (SILVA, 2014).

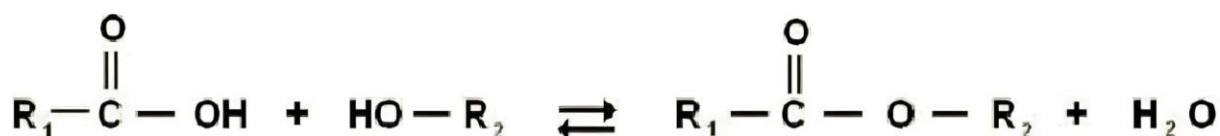
Os termoplásticos apresentam polímeros lineares ou com poucas ramificações com cadeias flexíveis. Os termorrígidos são polímeros em rede, logo, não há o amolecimento com a elevação da temperatura ou durante a formação da cadeia, apresentando ligações cruzadas covalentes entre as cadeias moleculares, possuindo melhor estabilidade dimensional, quando comparado ao termoplástico (CALLISTER, 2020).

Os polímeros utilizados na fase matriz são geralmente chamados de resina, onde há especificações distintas para cada vertente, relacionado características e propriedades. Ademais, podem ser divididas em naturais e sintéticas, sendo a última aplicada aos compósitos, pois são capazes de endurecer de forma permanente por intermédio do processo de cura e por serem líquidos viscosos (COLLIN, 2005).

2.4 Resina poliéster

A resina poliéster é obtida por meio de uma reação entre um ácido dicarboxílico com glicóis, originando estruturas lineares longas, ocorrendo em duas etapas. A primeira é a reação da base orgânica com um ácido ocasionando uma esterificação com éster e água como produtos. As rotas e materiais distintos proporcionam diferentes produtos, sejam eles líquidos viscosos ou sólidos frágeis (LEVY NETO e PARDINI, 2006; SOLOMONS, 2008). A Figura 2 apresenta a reação de síntese de um éster insaturado.

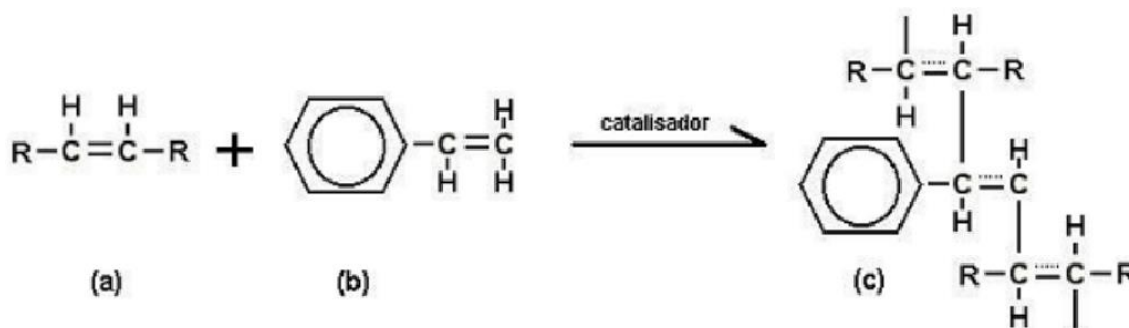
Figura 2 - Síntese de um éster insaturado.



Fonte: LEVY NETO e PARDINI, 2006.

Quando um dos reagentes é insaturado ocorre à formação de poliéster insaturado. Além disso, as duplas ligações são rompidas pela ação de um catalisador e há a compensação da instabilidade por meio da reação entre poliéster e estireno, dando origem a um polímero tridimensional (SILAEX, 2018). A Figura 3 apresenta processo de cura de um poliéster insaturado.

Figura 3 - Processo de cura de um poliéster insaturado. a) Poliéster insaturado; b) Monômero de estireno; c) Poliéster curado.



Fonte: Rodrigues, 2008.

O catalisador mais utilizado é o peróxido de metil-etil-cetona (MEKP) e o acelerador mais utilizado é o octoato de cobalto, eles influenciam diretamente na velocidade da reação, logo, agem diretamente no tempo de gel e de cura do material compósito (COSTA, 2016).

2.5 Reforço

Esta fase normalmente é constituída por fibras ou materiais particulados com funções como redução de custo, aumento da rigidez e dureza superficial, controle da viscosidade do meio, entre outras. Além disso, suas condições de utilização são baseadas nas estruturas de processamento e em incompatibilidades entre os elementos (SILVA, 2003; HAIDER *et al.*, 2007).

Existem quatro ramificações para reforços em compósitos. Reforçados com fibras, apresentando geometria que relaciona comprimento de diâmetro. Reforços estruturais, com camadas múltiplas e projetadas para apresentar baixa massa específica e alta integridade estrutural. Nanocompósitos, com partículas em dimensões nanômicas. Por fim, reforços particulados, apresentando grãos equiaxiais, ou seja, mesmas dimensões ao longo de toda a matriz (CALLISTER, 2020).

As fibras podem ser de origem natural ou sintética, onde as fibras naturais têm como origem animais, vegetais e minerais, portanto, são frequentemente usadas nos materiais, pois há uma maior facilidade de obtenção. Porém, são bastante heterogêneas, pois dependem de fatores como solo, clima, fertilizante entre outras situações que interferem nas suas características (SILVA, 2014).

As fibras podem ser curtas ou longas, tal diferença é levada em consideração, pois este tipo de reforço embora agregue alta resistência e rigidez, ocasiona trincas ou imperfeições no compósito. Logo, o comprimento das fibras é um fator importante para garantir sua utilização, devido a isso, há duas possibilidades de distribuição na matriz, de forma alinhada e de forma descontínua. De modo alinhado, apresentam características anisotrópicas com boa resistência mecânica e rigidez. De modo descontínuo, possuem características isotrópicas (CALLISTER, 2020; ASKELAND, 2015).

Outro tipo de reforço é o estrutural, sendo multicamada e baixa massa específica, no qual dependerá de fatores como geometria aplicada e propriedades dos constituintes, agregando ao compósito final resistência à tração, compressão, torção e rigidez elevada. Por fim, os nanocompósitos por apresentarem tamanhos diferenciados dos demais e relacionados com as necessidades globais por eficiência e tamanho reduzido, despontam como vertentes favoráveis, acrescentando propriedades mecânicas, elétricas, térmicas e óticas aos compósitos (CALLISTER, 2020; ASKELAND, 2015).

Além desses anteriormente citados, existe o reforçado por partícula, a qual atua em faixa granulométrica de 0,01 mm até 0,1 mm e permite ao compósito, características específicas. Estas características serão melhor dispostas no próximo item.

2.6 Particulados

São reforços divididos em duas classes, partículas grandes e reforços por dispersão, proporcionando força e rigidez ao material, aliado ao seu baixo custo, torna-se uma solução eficaz para utilização. Além disso, para que se torne um material eficiente, esse enchimento deve ocupar até 70% do volume do material compósito. (CAMPBELL, 2010).

As partículas grandes apresentam granulometrias superiores a 0,1 mm e geometrias distintas. Além disso, não há interação a nível molecular ou atômico, logo, a carga disposta na matriz restringe o movimento da mesma na vizinhança. Com isso, a matriz transfere parte da tensão para o reforço (CALLISTER, 2020).

Reforços por dispersão apresentam granulometrias inferiores a 0,1 mm e superiores a 0,01 mm havendo interação molecular e, além disso, a matriz suporta a maior quantidade de carga a qual o compósito será submetido, ademais, impede o deslocamento da matriz a nível intramolecular (AKOVALI, 2001).

Quando o reforço é distribuído de forma uniforme ao longo da matriz, verifica-se que o material apresenta características isotrópicas, logo, teoricamente, dispõem-se das mesmas propriedades em todas as direções na qual serão submetidos os esforços, sendo assim, apresenta uma direção preferencial (COSTA, 2016).

2.6.1 Calcário

É notável que a medida que há o avanço da sociedade moderna, maior é a produção de resíduos sem destinação adequada. Nesse cenário, o resíduo de calcário se encontra em diversos processos, como o de siderúrgicas e de beneficiamento de rochas ornamentais. Em média, metade do volume extraído de calcário para produção de revestimentos, por exemplo, é perdida no processo, o que gera um alto percentual de resíduos (THALMAIER *et al.* 2022). Face a tal problema, estudos voltados a utilização de resíduo de calcário como alternativa de reforço para novos materiais ou

matéria prima secundária têm sido desenvolvidos, na expectativa de dar destinação adequada a este resíduo e aliar a produção de materiais de bom desempenho a soluções ambientais (AGRIZZI *et al.* 2022).

Na indústria siderúrgica, o calcário é um importante componente. Quando utilizado na pelotização, a cal hidratada age como aglomerante, tendo eficiência considerável quando comparada a outros aglomerantes. Já no alto forno, o calcário atua como fundente e auxilia, também na formação de escória. Na química do cimento, o CaO é fundamental no processo de cura do concreto, tal componente garante a formação de portlandita, fundamental para resistência do produto final (AGRIZZI *et al.* 2022, MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA 2010, NÚCLEO DO CONHECIMENTO 2014).

Ainda dentro do contexto de produção, a estimativa nacional de produção de calcário encontra-se bem distribuída no território nacional, dentre essa distribuição, os principais estados são Minas Gerais, Mato Grosso do Sul, Paraná e Goiás, obtendo 60% das reservas do país, garantindo assim, centenas de anos de produção (AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO, 2017).

De forma geral, o calcário possui ampla utilização, desde a correção da acidez de solo, uso na construção civil, até o uso em siderurgias. Isso se dá pelo fato do calcário ser uma das rochas mais abundantes na crosta, além da variação de características e aplicabilidade deste componente (NÚCLEO DO CONHECIMENTO, 2014). Dessa forma, há a motivação para explorar potenciais usos para o calcário como aglutinante, na produção de materiais cerâmicos e agregado em materiais cimentícios (THALMAIER *et al.* 2022), visto que sua versatilidade, eficiência e baixo custo favorecem sua aplicação.

Agrizzi (2022) comparou matrizes poliméricas sintéticas e biodegradáveis associadas ao uso de resíduos de quartzito. No estudo, propriedades como resistência e microestrutura foram analisados. A fabricação do material sintético foi promissora, o qual pode associar uma solução ambiental para destinação dos resíduos, com a menor exploração de recursos naturais.

No campo de materiais cerâmicos, Thalmaier (2022) avaliou a produção de tijolos cerâmicos com adição de resíduos de calcário. A incorporação deste resíduo demonstrou atrativos quanto ao desempenho térmico do produto. Em contrapartida, a resistência à compressão teve significativa redução. Isto porque o calcário foi importante para formação de poros. Do ponto de vista ambiental, a utilização do

calcário na matriz cerâmica auxilia na destinação do resíduo, porém, aumenta a presença de CaO, a qual contribui para as emissões de CO₂ durante a etapa de queima.

Além disso, Barros (2020) produziu tijolos ecológicos de resina poliéster e resíduo de calcário. As análises feitas mostram que a utilização de calcário é promissora em matriz poliéster. Características como o retardamento de chama foram observadas para corpos de prova com altos teores de calcário. O estudo revelou que além de uma solução ambiental para o resíduo, esta aplicação favorece o desempenho do material, o qual teve maior resistência a compressão, boa resistência ao fogo e estabilidade térmica.

A composição química do calcário é extremamente importante para sua aplicação nos diversos ramos industriais, com o Carbonato de Cálcio (CaCO₃) ou Calcita sendo o principal componente. Porém, é importante analisar também os teores de Magnesita (MgCO₃), pois será determinante para definição das características (SAMPAIO, 2008).

O calcário pode ainda ser classificado de acordo com a sua composição química, sendo dividido em Dolomítico ou Calcítico. O calcário calcítico apresenta teores predominantes de carbonato de cálcio (Calcita) e o dolomítico apresenta elevados teores de Carbonato de magnésio (Magnesita) (SOUZA, 2014).

Além da calcita (CaCO₃) é possível observar a presença de quartzo (SiO₂) no calcário calcítico, entretanto, é possível elevar a pureza deste por meio de processos de cominuição, haja vista que a dureza do quartzo é superior à da calcita, logo, a separação granulométrica é fundamental para a obtenção da maior pureza do material, além de obter características desejadas para a aplicação (SOUZA, 2014).

O calcário calcítico é obtido pela moagem de rochas calcárias de origem sedimentar, sua natureza sedimentar faz com que o calcítico seja mais mole quando comparado ao dolomítico. O calcítico é aquela que apresenta de 1 a 5 % de MgO e de 45 a 55 % de CaO (EMBRAPA, 2004).

3 MATERIAIS E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 Materiais

3.1.1 Material polimérico e sistema catalítico

A Figura 4 apresenta os constituintes da fase matriz do material compósito produzido, todos provenientes da empresa AEROJET® Brasileira Fiber Glass Ltda.

Figura 4 - Constituintes da matriz. a) Resina isoftálica; b) Acelerador de cobalto; c) Iniciador; d) Desmoldante.



Fonte: Autor, 2023.

O sistema catalítico da matriz é constituído pela inserção dos seguintes componentes, na ordem proposta:

- Poliéster isoftálico insaturado, nome comercial AM 910.
- Ativador, nome comercial CAT MET UMEDECIDO 1,5 % (Solução de 1,5 % de Octoato de cobalto).
- Iniciador, nome comercial BUTANOX M – 50 (Peróxido de Metil Etil Cetona – MEK-P).

As proporções referentes a ativador e iniciador, estão de acordo com os estudos de Costa (2016), onde, respectivamente, encontram-se as proporções de 1,5 % e 1 % (v/v).

3.1.2 Resíduo mineral

O fluxograma da Figura 5 apresenta as etapas iniciais as quais o resíduo foi submetido inicialmente.

Figura 5 - Fluxograma de procedimentos realizados no resíduo de Calcário.



Fonte: Autor, 2023.

O resíduo de calcário utilizado foi cedido pela empresa Sinobras, localizado na cidade de Marabá-Pa, o qual foi descartado devido a sua granulometria inadequada para uso em alto forno. Aliado a isso, conforme estudado por Felipe (2019) o alto teor de impurezas inviabilizaria o uso deste calcário para fins industriais, visto que essas características comprometeriam sua aplicação para este fim.

3.2 Procedimento experimental

Os procedimentos experimentais foram realizados na Usina de Materiais (USIMAT) e no Laboratório de Engenharia Química (LEQ-UFPA), com o auxílio do Laboratório de síntese de materiais porosos e sintetizados (LAMPS).

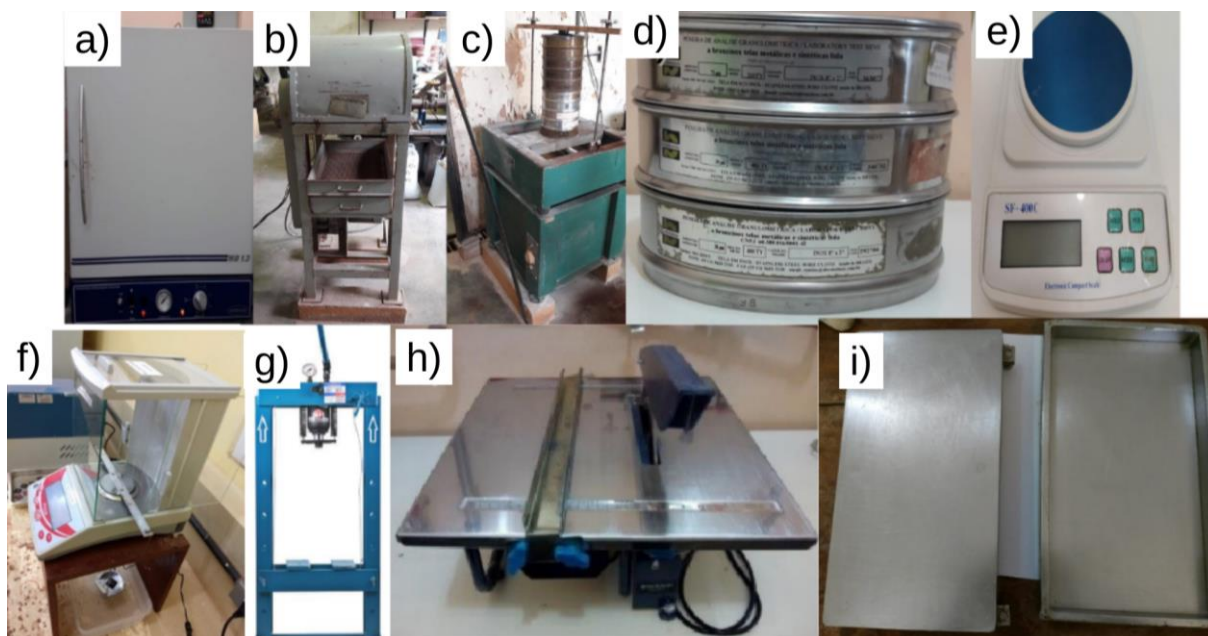
Os procedimentos realizados no resíduo de calcário foram realizados com auxílio dos seguintes equipamentos: Estufa De Leo – Equipamentos laboratoriais, moinho de bolas, agitador de peneiras, além disso, utilizou uma peneira da série Tyler de 100 mesh.

Para a determinação das massas utilizadas na confecção dos materiais compósitos utilizou-se a balança analítica BIOSCALE modelo FA-2204 e a balança digital ELETRONIC COMPACT SCALE modelo SF-400. Na etapa de prensagem, utilizou-se uma prensa hidráulica da marca MARCON modelo MPH-15, com

capacidade para 15 toneladas. A confecção dos compósitos foi realizada em um molde metálico (320 mm x 172,5 mm x 5 mm).

Nas etapas de corte empregou-se a máquina de corte EINHELL modelo BT-TC-9005. Nos ensaios físicos foi feito uso da balança analítica BIOSCALE modelo FA-2204. Os equipamentos mencionados estão apresentados na Figura 6.

Figura 6 - Equipamentos. a) Estufa; b) Moinho; c) Agitador; d) Peneiras; e) Balança digital; f) Balança analítica; g) Prensa hidráulica; h) Máquina de corte; i) Molde metálico.



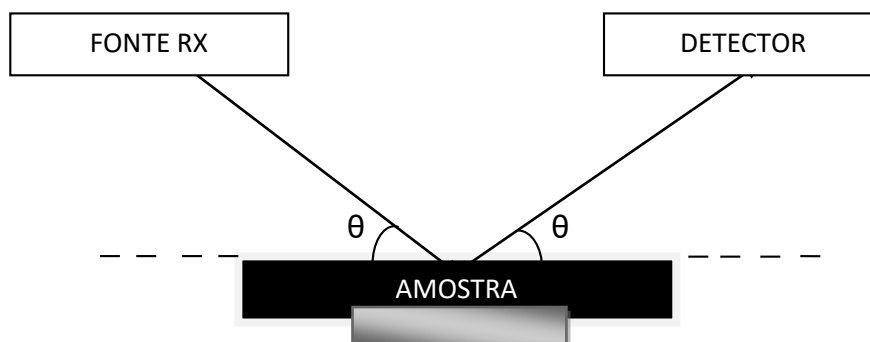
Fonte: Autor, 2023.

3.2.1 Caracterização do resíduo mineral

3.2.1.1 Difração de Raios-X

A análise mineralógica utilizando a técnica de Difração de raios-X tem o objetivo de identificar as fases cristalinas do material estudado. O calcário antes da realização do ensaio foi reduzido a granulometria por meio de um pistilo e almofariz para que os grãos fossem adequados aos ensaios. A Figura 7 apresenta o princípio dos fundamentos de detecção dos picos característico das amostras em um aparelho de DRX.

Figura 7 - Esquema de Difração de Raios-X.



Fonte: Autor, 2023.

Para a realização dos ensaios de DRX, as amostras foram preparadas por meio de processos de quarteamento e homogeneização e as análises foram realizadas por um Difratorômetro de Raios-X modelo X'PERT PRO MPD (PW 3040/□0) da PANalytical, Goniômetro PW 3050/60 (Theta/Theta), com tubos de Raios-X cerâmico de ânodo de Cu ($K\alpha_1=1,540598 \text{ \AA}$), modelo PW 3373/00, foco fino longo, 2200 W, 60 Kv.

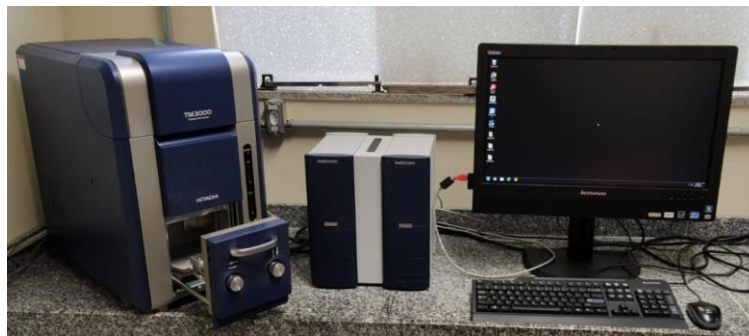
3.2.2 Análise morfológica

3.2.2.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é bastante utilizada quando se é necessário a ampliação em larga escala de um material, tendo em vista que a microestrutura influenciará diretamente nas características macroestruturais de um material, portanto, é de suma importância esta análise. No MEV, os sinais de grande importância são os elétrons secundários e os retroespalhados, sendo os secundários responsáveis pelo fornecimento de imagens topográficas da superfície da amostra e obtenção das imagens em alta resolução. Os retroespalhados fornecem imagens características das variações de composição (DEDAVID, 2007).

A análise do resíduo de Calcário e das fraturas dos corpos de prova foi realizada em um equipamento da marca HITACHI, modelo TM 3000, com aumento de 200 e 400 vezes, a Figura 8 apresenta o equipamento utilizado no ensaio.

Figura 8 - Microscópio eletrônico de varreTCCdura.



Fonte: Autor, 2023.

3.3 Produção dos compósitos

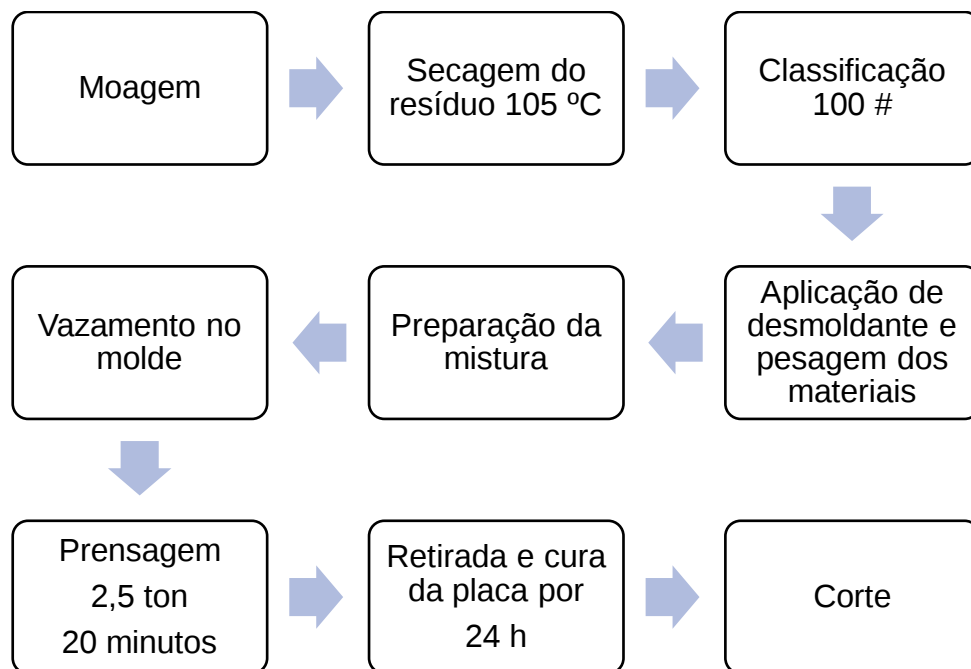
O ensaio de MEV foi realizado na Usina de Materiais no Laboratório de Engenharia Química, onde as frações de resíduo foram obtidas após o peneiramento em uma peneira da série Tyler com malha de 100 mesh por meio da técnica manual de *hand lay-up*, associado à compressão nas proporções de 0 %, 10 %, 20 % e 30 %.

Após esses processos, teve início a etapa de produção dos compósitos, onde foi feita a limpeza do molde metálico seguido da adição de desmoldante para facilitar a retirada da placa e evitar a adesão do material com a superfície metálica, com auxílio de uma balança digital as massas de resina, resíduo, ativador (1,5 % v/v) e iniciador (1 % v/v) para cada proporção foram pesadas.

Em seguida, foi realizada a mistura dos componentes do compósitos, resina, ativador, resíduo e iniciador, seguindo rigorosamente esta ordem, sempre buscando a maior homogeneidade possível, feito isso, a mistura foi levada ao molde metálico antes de atingir o tempo de gel, entre três e cinco minutos, o molde foi levado a prensa hidráulica e submetido a uma carga de 2,5 toneladas, por 20 minutos e retirado ao final deste procedimento e armazenado por 24 horas para, então, finalizar o processo de cura.

Após o processo de cura, o corte dos corpos de prova foi realizado de acordo com as normas para cada ensaio, para isso, foi utilizada a máquina de corte da marca EINHELL. O Fluxograma da Figura 9 apresenta as etapas do processo de fabricação dos compósitos.

Figura 9 - Fluxograma do processo de fabricação



Fonte: Autor, 2023.

3.4 Caracterização dos compósitos

3.4.1 Física

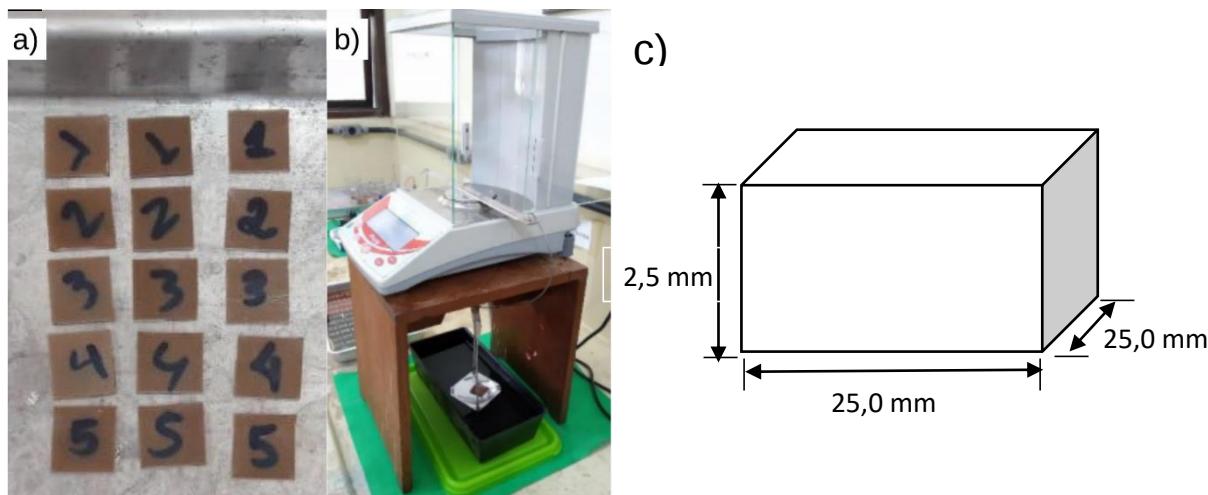
Para os materiais compósitos, a sua interação com a água é de fundamental importância, pois influencia diretamente nas propriedades mecânicas e dimensionais do corpo de prova (MUÑOZ, 2015).

A caracterização física dos corpos de prova foi realizada por meio da determinação da Absorção de Água (AA), Porosidade Aparente (PA) e Massa Específica Aparente (MEA) mediante as normas ASTM D 570, ASTM D 2734 e ASTM D 792, respectivamente. Foram confeccionados cinco corpos de prova para cada fração de resíduo utilizada (10 %, 20 % e 30 %) com dimensões iguais a 25 mm X 25 mm X 2,5 mm, visando a verificação da massa seca (Ms), massa úmida (Mu) e massa imersa (Mi).

Inicialmente os corpos de prova foram colocados em estufa a 105 °C por 24 h para a determinação da massa seca, em seguida foi imersa em água destilada por 24 h para determinação da massa úmida e por fim, com o auxílio de um aparato e balança analítica, foi verificada a massa imersa. A Figura 10 (a) apresenta os corpos de prova

para o ensaio, a Figura 10 (b) apresenta o aparato utilizado e a Figura 10 (c) apresenta as dimensões dos corpos de prova.

Figura 10 – a) Corpos de prova; b) aparato de ensaio; c) Dimensões corpos de prova.



Fonte: Autor, 2023.

3.4.1.1 Absorção de água (AA)

Para obter a taxa de absorção de água (AA) dos corpos de prova, utilizou-se a Equação 1, que relaciona a massa úmida (M_u) e a massa seca (M_s).

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

3.4.1.2 Porosidade aparente (PA)

A obtenção dos valores das taxas de porosidade aparente (PA) seguiu a Equação 2, que relaciona M_u , M_s e massa imersa (M_i).

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

3.4.1.3 Massa específica aparente (MEA)

A massa específica aparente (MEA) foi determinada pela Equação 3, que relaciona M_s , M_u , M_i e massa específica padrão da água (1 g/cm^3).

$$MEA \left(\frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right) = \frac{M_s}{M_u - M_i} \times \rho_{\text{H}_2\text{O}} \quad (3)$$

3.4.2 Mecânica

3.4.2.1 Tração

Neste ensaio, o corpo de prova é submetido a um esforço de alongamento até sua ruptura completa, realizada mediante padrões normativos, ASTM D 3039, que visa a validação dos ensaios e resultados, com comparações baseadas na literatura.

O corpo de prova é fixado em uma máquina de ensaios universais pelas duas extremidades que aplica alongamentos a uma taxa constante em sua direção axial até a ruptura completa, além disso, há a medição da carga aplicada e alongamentos simultâneos no próprio equipamento (CALLISTER, 2020).

A Equação 4 apresenta a tensão exercida pelo material.

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

Onde F é a carga aplicada ao corpo de prova e A é a área da seção.

A deformação, ϵ , é definida por meio da Equação 5.

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

Onde l é o comprimento original e l_0 é o espaçamento instantâneo.

Para a realização do ensaio, seguiu-se a norma ASTM D 3039 e o equipamento utilizado foi o KE 2000 kgf da marca KRATOS, com carga de 5 kN com velocidade de 2 mm/min, este equipamento pode ser verificado na Figura 11.

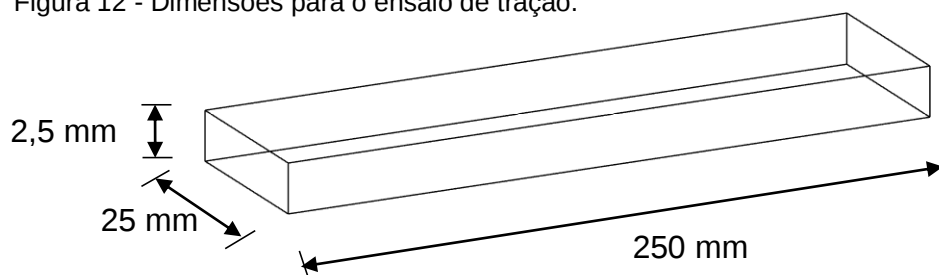
Figura 11 - Máquina de ensaio de tração, KRATOS.



Fonte: Autor, 2023.

Foram produzidos 6 corpos de prova conforme as medidas apresentadas na Figura 12.

Figura 12 - Dimensões para o ensaio de tração.

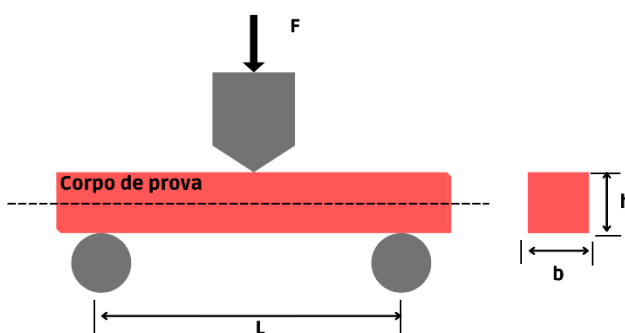


Fonte: Autor, 2023.

3.4.2.2 Flexão

Este ensaio baseia-se na norma ASTM D 790 e tem por objetivo a verificação de quais partes do material irão corresponder aos esforços sem que haja fratura observando-se a taxa de flexão. A Figura 13 apresenta um esquema referente ao ensaio sob a carga de três pontos onde irá basear os cálculos realizados.

Figura 13 - Esquema do ensaio de flexão.



Fonte: Autor, 2023.

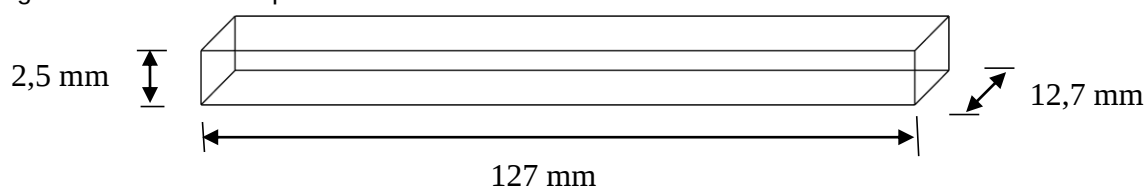
A Equação 6 apresenta a tensão de ruptura do material.

$$\text{TRF(MPa)} = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (6)$$

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

Para a realização do ensaio, foram produzidos 6 corpos de prova para cada percentual de resíduo. Na Figura 14, apresentam-se as dimensões utilizadas para a produção dos corpos de prova.

Figura 14 - Dimensões para o ensaio de flexão.



Fonte: Autor, 2023.

O ensaio foi realizado em um equipamento da marca AROTEC modelo WDW 100e com carga de 5 kN, com velocidade de deslocamento de 2 mm/min. A Figura 15 apresenta a máquina utilizada para o ensaio dos compósitos.

Figura 15 - Máquina de ensaio de flexão.



Fonte: Autor, 2023.

3.5 Flamabilidade

Os compósitos poliméricos são bem suscetíveis a proliferação da chama devido à natureza química dos seus componentes, principalmente da fase matriz (Kandola, 2001).

As dimensões utilizadas neste ensaio são iguais ao ensaio de flexão, 12,7 mm X 2,5 mm X 127 mm, foram utilizados três corpos de prova de cada fração mássica. O ensaio segue a norma ASTM D 635 para flamabilidade horizontal. A Equação 7 apresenta a taxa de queima no compósito.

$$\text{Taxa} = \frac{60L}{t} \quad (7)$$

Onde L é o comprimento útil do corpo de prova (mm) e t é o tempo que a chama demora a percorrer o comprimento todo, medido em segundos. O corpo de prova é preso ao aparato de modo que fique na horizontal em relação ao solo, em seguida é iniciada a proliferação da chama. A Figura 16 apresenta o aparato utilizado no ensaio de flamabilidade mediante a norma ASTM D 635.

Figura 16 - Aparato para ensaio de flamabilidade.



Fonte: Autor, 2023.

3.6 Análise estatística

Os resultados estatísticos foram analisados pelo método ANOVA, análise de variância, utilizou-se o software *Past* com 95 % de confiança.

Foi aplicado o teste de Tukey (TSD) para a comparação entre as médias que apresentaram resultados estatisticamente diferentes.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização do resíduo mineral

4.1.1 Fluorescência de Raios – X

A Tabela 1 apresenta os dados obtidos para a Fluorescência de Raio X (FRX). A análise permite concluir que a amostra caracterizada apresenta altos teores de óxidos de cálcio, o que demonstra uma boa composição química da amostra, em consonância com o estudo de (SOARES, 2007).

Tabela 1 – Composição química do calcário obtida por FRX.

Finos de Calcário Calcítico (FCC)	
Comp.	%
SrO	0,16
TiO ₂	0,29
K ₂ O	0,43
MgO	3,14
Fe ₂ O ₃	3,46
Al ₂ O ₃	4,04
SiO ₂	5,86
CaO	54,03
PF	28,44
Total	99,85

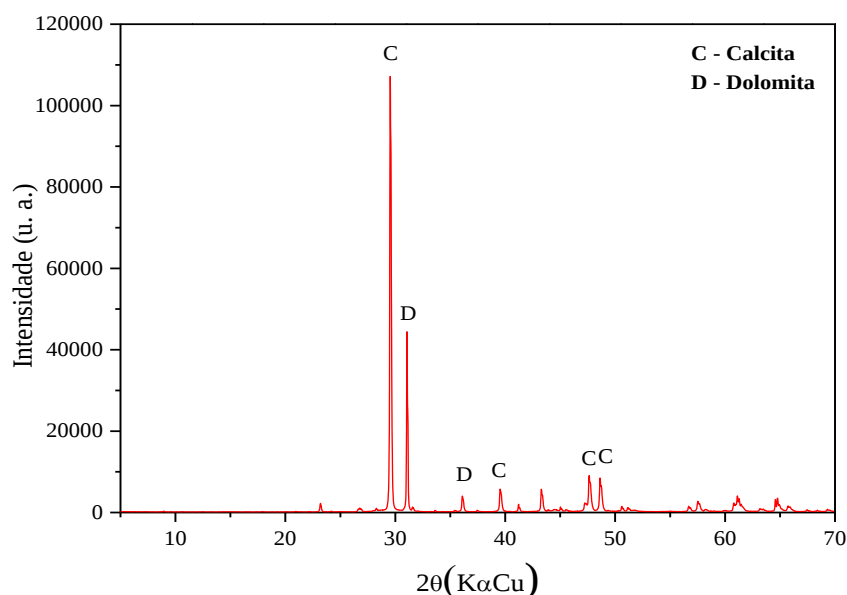
Fonte: Autor, 2023.

Além disso, a composição referente ao óxido de cálcio (CaO) apresenta o maior valor quando comparada ao restante dos óxidos. A presença de óxido de magnésio também é vista na tabela, tal porcentagem pode estar associada a origem do calcário. Dessa maneira, a comparação dos dados permite reforçar a origem calcítica do resíduo. Ademais, o resultado para perda ao fogo corrobora para a indicação da presença de carbonatos, visto que estes influenciam na volatilização da amostra. Os teores de impurezas apresentam-se em níveis baixos (ENGELHARDT, 2019).

4.1.2 Difração de Raios – X

Os dados obtidos para a difratometria de raio x (DRX) são mostrados na Figura 17. O difratograma mostra que os principais picos são de calcita, com poucos picos de dolomita. Corroborando com a composição química mostrada no ensaio de FRX, remetendo a natureza calcítica do resíduo e está de acordo com a análise feita por meio do FRX (FELIPE, 2019).

Figura 17 - Drx calcário.



Fonte: Autor, 2023.

Outras fases apresentaram índices baixos, indetectáveis para as configurações do equipamento utilizado, bem como mostrado no FRX, a presença de impurezas é baixa (SOUZA, 2014). Dessa maneira, os resultados de DRX e FRX mostram que o material é formado basicamente por Calcita e Dolomita.

4.2 Análise morfológica

4.2.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

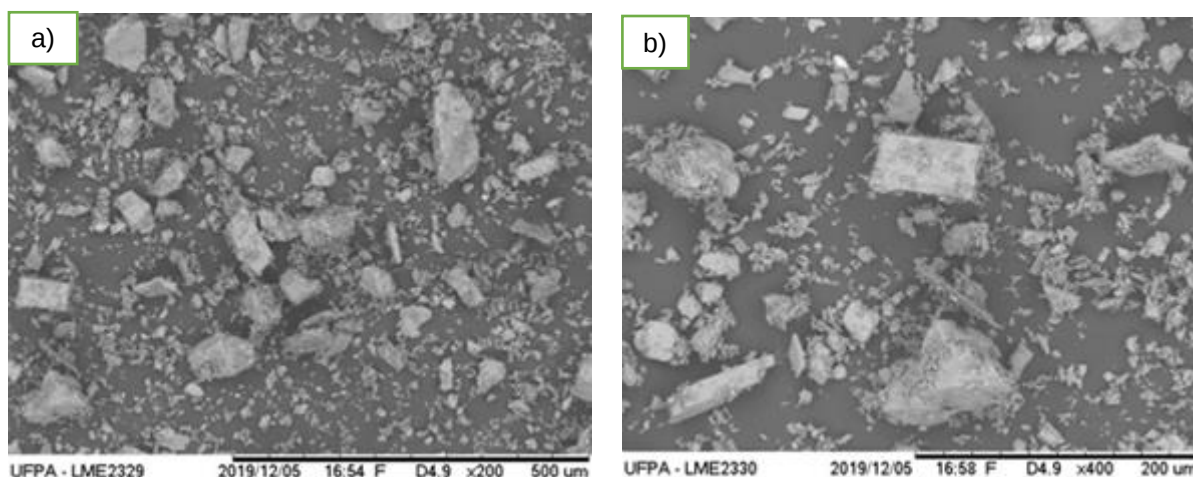
Para a micrografia, as análises feitas para o resíduo mostram que este apresenta estrutura cristalina de perfil geométrico bem definido, com superfícies compactas definidas e homogêneas. Tais características são de cristais de calcita

(SOUZA, 2012). Além disso a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) mostra que a estrutura dos cristais de calcita não ou quase não possuem poros (SOARES, 2007).

As análises corroboram com os resultados obtidos no DRX, que apresenta este resíduo como de origem calcítica, bem como no estudo feito por Barros (2020), o qual apresenta a maior porcentagem de CaO e micrografia característica de carbonato de cálcio.

Ademais, a baixa porosidade pode influenciar na adesão matriz/reforço, a qual terá menor aderência quando comparada a resíduos de maior porosidade. A Figura 18 (a) e (b) apresenta as micrografias referentes as amostras de calcário.

Figura 18 – a) Microscopia eletrônica de varredura x200; b) Microscopia eletrônica de varredura x400.



Fonte: Autor, 2023.

4.3 Caracterização física

Os resultados para os ensaios de Absorção de Água (AA), Porosidade Aparente (PA) e Massa Específica Aparente (MEA) dos materiais compósitos com adição das frações mássicas de calcário, são apresentados na Tabela 2, seguindo as normas ASTM D 580-98, ASTM D 2734-09 e ASTM D 792-08, respectivamente.

Tabela 2 - Ensaio físicos para compósitos.

Composição (%)	Absorção de água (%)	Porosidade Aparente (%)	Massa específica aparente (g/cm ³)
0 %	0,2815 ± 0,0520	0,3447 ± 0,0636	1,2243 ± 0,0007
10 %	0,4334 ± 0,0577	0,6023 ± 0,0802	1,3895 ± 0,0022
20 %	0,3356 ± 0,0105	0,5166 ± 0,0160	1,5393 ± 0,0021
30 %	0,4848 ± 0,0687	0,8251 ± 0,1158	1,7019 ± 0,0029

Fonte: Autor, 2023.

Diante dos resultados apresentados, observou-se um aumento considerável na massa específica aparente na medida em que foram adicionadas as frações mássicas de calcário. Este aumento do MEA relaciona-se com a proporção de resíduo dentro do compósito, tendo em vista que a massa específica do calcário é de aproximadamente 2,73 g/cm³ (DANIEL, 2019), enquanto que, segundo a ficha técnica da resina, a massa específica é 1,157 g/cm³ (AEROJET FIBERGLASS). Por isso, os resultados estão em conformidade à regra da mistura onde as fases constituintes dos materiais contribuem diretamente para as propriedades efetivas do mesmo (CALLISTER, 2020).

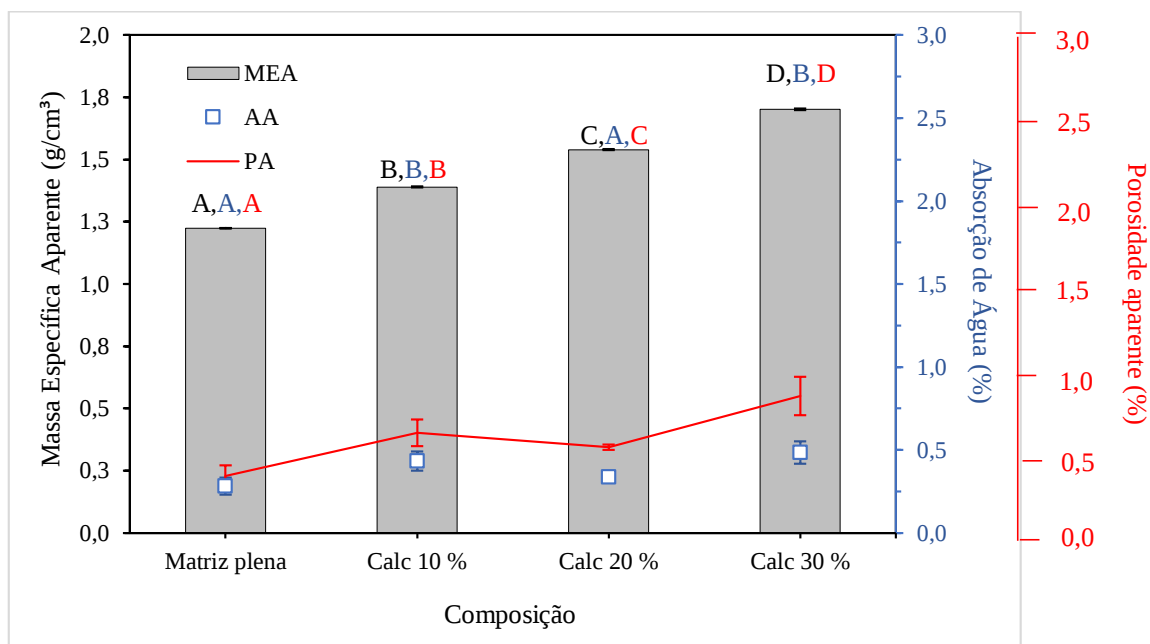
Notou-se também o aumento na porosidade aparente do compósito a medida em que foram adicionados os percentuais mássicos, ou seja, quanto maior a inserção de resíduo na matriz, maior o aparecimento de trincas, falhas e bolhas. Isto pode ser explicado devido ao método de produção manual adotado para a confecção dos corpos de prova. Tais defeitos não podem ser notados pela inspeção visual, a qual se apresenta com bom aspecto superficial.

Analisando-se a absorção de água, nota-se que todas as frações apresentam maiores resultados quando comparadas a matriz plena, isto se deve ao fato da água ser absorvida mediante a presença de poros e interface entre as fases, isso pode indicar menor compatibilidade entre os componentes (FANG, *et al.* 2013). Este aumento está relacionado a propriedade hidrofílica do calcário, no entanto, o percentual de 20 % apresentou uma diminuição quando comparado as outras frações, isso pode ter ocorrido devido ao início de um processo de saturação ao passar desta porcentagem.

Os resultados deste ensaio foram tratados estatisticamente pela Análise de Variância (ANOVA) e análise de Tukey, conforme apresenta a Figura 19. Com o intuito

de analisar a significância dos materiais estudados e da resina utilizada, ambos foram comparados entre si por meio do Software Past.

Figura 19 - Gráfico comparativo MEA, AA e PA com resíduo de calcário com grupo Tukey ($p < 0,05$).



Fonte: Autor, 2023.

Dados os resultados da análise estatística para massa específica aparente e porosidade aparente, observou-se que para todos os percentuais foram estatisticamente distintos entre si (Grupo A, B, C e D), este fato mostra que a medida em que se incorpora o resíduo à matriz, o compósito responde de modo estatisticamente distinto.

Além disso, no que se refere a absorção de água, as frações de 10 % e 30 % são estatisticamente iguais, enquanto que as de 20 % apresentaram-se estatisticamente iguais à matriz plena. Logo, pode inferir-se que em 20 % houve um menor aparecimento de bolhas trincas e vazios dentro da sua estrutura, uma vez que esses fatores influenciam diretamente, ocasionando maior compatibilidade estrutural (FANG et al. 2013).

Tal fato pode estar relacionado à adesão do reforço a matriz. Isso porque quando há menor impregnação do reforço na matriz a tendência de formação de poros aumenta, o que corrobora para maior absorção de água.

4.4 Caracterização mecânica

4.4.1 Tração

O ensaio de tração seguiu a norma ASTM D 3039, onde pode-se medir satisfatoriamente vários parâmetros de resistência mecânica. A Tabela 3 apresenta os resultados para o ensaio de tração.

Tabela 3 - Ensaio de tração.

Composição (%)	Tensão de resistência a tração (MPa)	Alongamento linear (mm)	Módulo elástico (GPa)
0 %	21,34 ± 7,06	6,49 ± 1,6	0,63 ± 0,14
10 %	20,64 ± 1,74	7,41 ± 0,81	0,61 ± 0,04
20 %	24,35 ± 0,87	5,80 ± 0,31	0,87 ± 0,03
30 %	23,62 ± 2,19	5,66 ± 0,50	0,89 ± 0,01

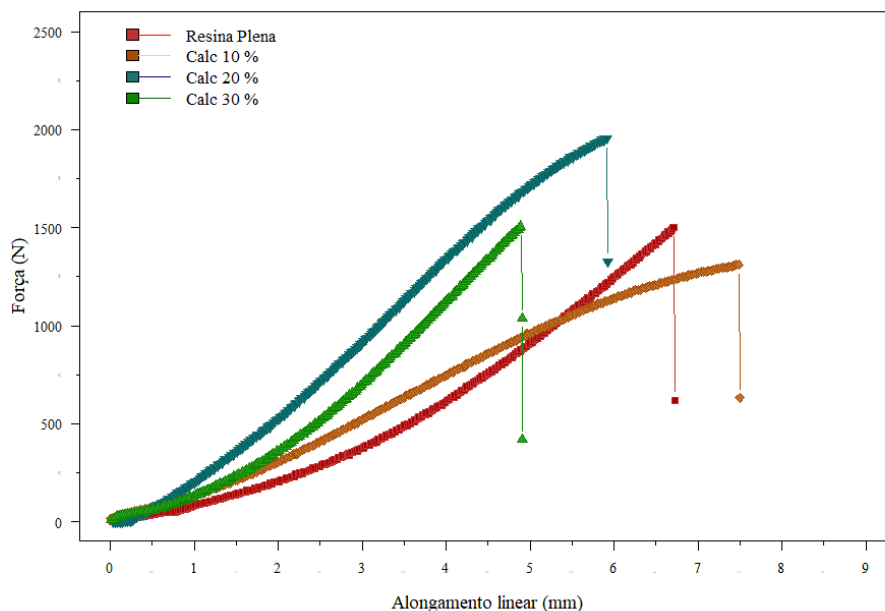
Fonte: Autor, 2023.

Para este ensaio, a melhor tensão de resistência à tração foi na proporção de 20 % com 24,35 MPa. Já o menor resultado para este ensaio foi na fração de 10 %, esse fato pode ser explicado devido à baixa proporção de reforço na matriz, o que ocasionou uma resistência pouco elevada.

Nessa pesquisa, a incorporação de carga de calcário vem em uma crescente e seu maior pico em 20 %, este fato pode ser explicado pela melhor adesão entre matriz e reforço, fato esse anteriormente exposto no ensaio de absorção de água, havendo melhor compatibilidade estrutural entre os materiais, onde, após passar do ponto ideal de incorporação, há uma saturação entre ambas, ocasionando a diminuição na sua resistência. De acordo com Daniel (2020), a dispersão da fase particulada na matriz influencia na resistência a tração do compósito, o que corrobora com o resultado encontrado para a fração de 20 %.

A Figura 20 apresenta a relação força (N) e alongamento (mm) a qual os corpos de prova foram submetidos durante a solicitação mecânica.

Figura 20 – Gráfico força x alongamento linear para resíduo de calcário.

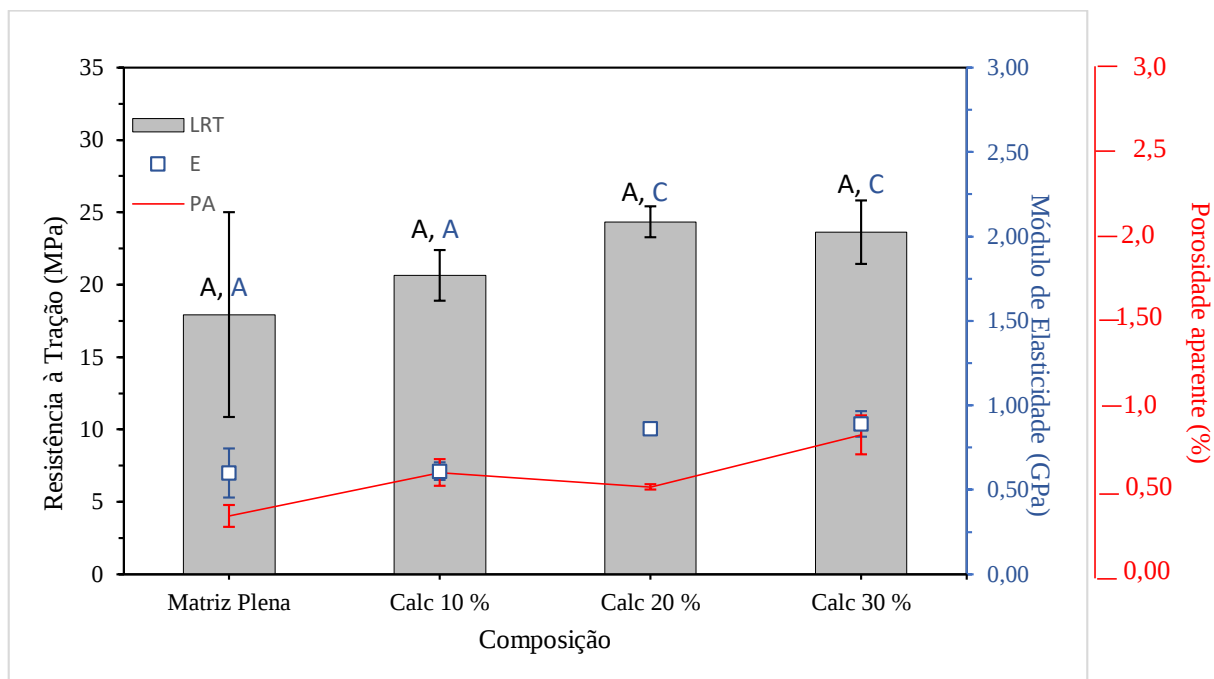


Fonte: Autor, 2023.

É possível observar que a fração de 20 % suportou forças maiores que as demais frações, chegando a aproximadamente 2000 N com um alongamento linear de aproximadamente 6 mm. Outro fator importante a ser levado em consideração é a linearidade da curva até sua ruptura brusca.

O gráfico apresentado na Figura 21, representa o comparativo entre tensão de resistência, módulo de elasticidade e porosidade aparente relacionando o percentual de resíduo presente no compósito.

Figura 21 - Gráfico comparativo de tração com resíduo de calcário com grupo Tukey ($p < 0,05$).



Fonte: Autor, 2023.

Quando comparados a resistência à tração, os resultados apresentam valores relevantes e próximos entre si, apesar da fração de 20 % apresentar maior nível de resistência, sendo próximo a 25 MPa. Quanto ao módulo de elasticidade, notou-se que 10 % foi igual à matriz plena, já 20 % e 30 % apresentam resultados estatisticamente iguais entre si e diferentes de matriz plena, apresentando que houve influência nas maiores incorporações de calcário, apresentando-se módulo maior.

Para estes resultados, utilizou-se a análise de variância (ANOVA), apresentado na Tabela 4, com utilização do Software livre PAST.

Tabela 4 - Tensão de resistência a tração de acordo com o ANOVA.

	GL	SQ	MQ	P (SAME)
Entre grupos	3	129,92	42,31	0,03702
Dentro dos grupos	16	192,79	12,05	
Total	19	322,71		

Fonte: Autor, 2023.

De acordo com o resultado da análise de variância (ANOVA), a obtenção de um valor de P (SAME) inferior a 0,05 corrobora com o efeito significativo da adição de resíduo a matriz polimérica, com confiança de até 95 %. Desse modo possibilita

analisar a inserção de resíduos na matriz. Para que as frações diferentes fossem analisadas, o método Tukey foi aplicado e os resultados apresentados na Tabela 5, a qual mostra a análise estatística quanto a diferença de frações.

Tabela 5 - Método Tukey para comparação das frações.

	MP	CALC 10 %	CALC 20 %	CALC 30 %
MP		0,6162	0,04458	0,08308
CALC 10 %			0,3615	0,5415
CALC 20 %				0,9872
CALC 30 %				

Fonte: Autor, 2023.

Por meio das análises estatísticas, os resultados não apontam para uma diferença significativa entre as frações mássicas, este fato pode ser ocasionado pelo grande desvio na matriz plena, a qual prejudicou a análise mais refinada dos resultados estatísticos.

4.4.2 Flexão

O ensaio de flexão em 3 pontos foi realizado por meio da norma ASTM D 790, sendo esse ensaio importante para a determinação das propriedades mecânicas, principalmente relacionado a limite de resistência de flexão. Os resultados expostos estão na Tabela 6, a seguir.

Tabela 6 - Ensaio de flexão

Composição (%)	Tensão de resistência à flexão (MPa)	Alongamento (mm)	Módulo de elasticidade (GPa)
0 %	77,41 ± 6,06	1,81 ± 0,09	1,81 ± 0,13
10 %	92,47 ± 12,17	3,11 ± 0,58	1,53 ± 0,39
20 %	89,13 ± 12,69	2,52 ± 0,37	1,77 ± 0,16
30 %	72,75 ± 12,75	1,72 ± 0,01	2,13 ± 0,41

Fonte: Autor, 2023.

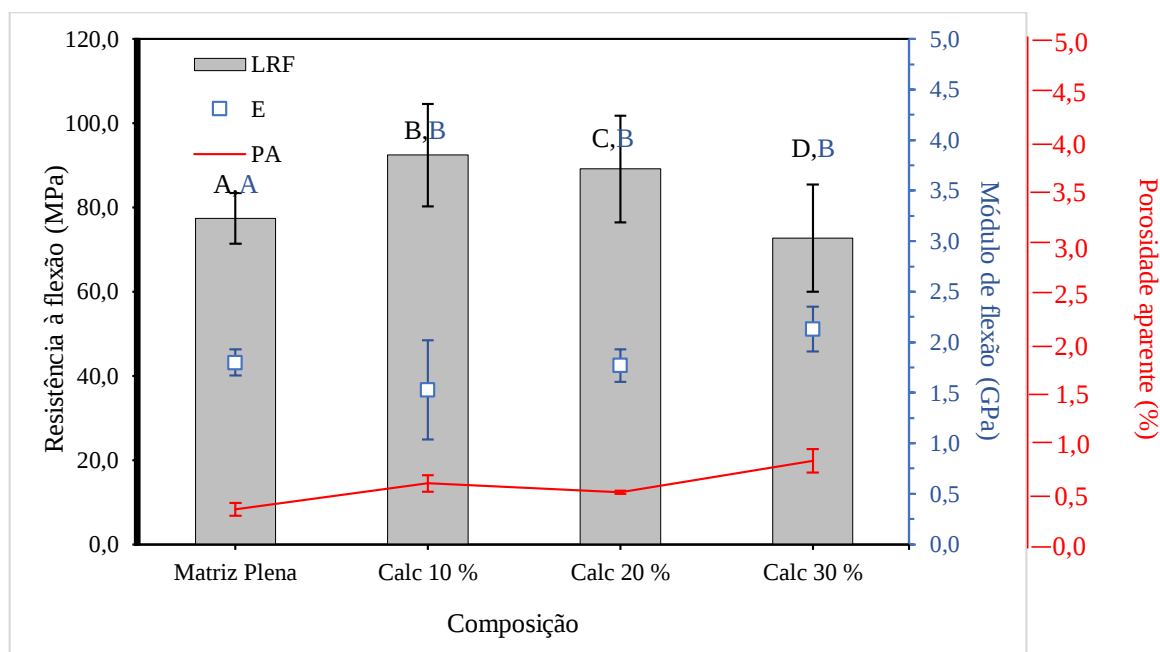
Os dados obtidos na Tabela 6 apontam que as frações de 10 % tem tendência de aumento nos valores de resistência a flexão. Estes resultados corroboram com os

estudo feitos por Gummadi *et al.* (2012) e Krishna *et al.* (2019) os quais constataam a diminuição da resistência a flexão para frações de resíduo superior a 10 %, indicando uma possível saturação nas maiores frações.

Comparando com Daniel (2020), os maiores percentuais de resíduo resultaram na saturação do material, o que ocasiona a diminuição progressiva na resistência à flexão. Já Costa (2016) conclui que os resíduos podem afetar negativamente algumas propriedades à medida em que outras tornam-se satisfatórias.

A maior resistência à flexão obtida na composição de 10 % foi de 92,47 MPa, a partir deste ponto, apresenta uma tendência de decrescimento de 72,75 MPa na composição de 30 %. Os resultados obtidos por Almeida (2020) também apontam a tendência de diminuição da resistência a flexão para maiores frações de resíduo. Garay (2010) e Almeida (2020) apontam a má dispersão e compactação do resíduo à matriz, além da perda de flexibilidade à medida em que se adiciona maiores teores inorgânicos como causas para o aumento de pontos de falha nos compósitos. Tal fato é observado nos resultados obtidos onde a resistência a flexão diminui com o aumento da fração de resíduo. A Figura 22, apresenta um comparativo entre a tensão de resistência, módulo de elasticidade e porosidade aparente.

Figura 22 - Gráfico de Flexão.



Fonte: Autor, 2023.

Nesta Figura 22 pode-se observar que a medida em que se foi adicionando resíduo de calcário houve um aumento na resistência à flexão quando comparada a

matriz plena. Os resultados de ensaio foram tratados por intermédio do ANOVA e do teste Tukey.

De acordo com Carvalho (2013), a presença de calcita pode elevar a resistência do compósito, tal fato se dá por conta da sua baixa dureza. Este mineral está em grandes quantidades na amostra do resíduo avaliado, como se é observado nos dados apresentados na Tabela 1, de análise de FRX, e com os picos predominantes apontados no difratograma da Figura 16, o que corrobora com os resultados de flexão avaliados.

Para estes resultados, utilizou-se a análise de variância (ANOVA), apresentado na Tabela 7, com utilização do Software livre PAST.

Tabela 7 - Tensão de resistência a flexão de acordo com o ANOVA

	GL	SQ	MQ	P (SAME)
Entre grupos	3	2525,42	841,807	0,0112
Dentro dos grupos	10	1331,75	133,175	
Total	13	3857,17		

Fonte: Autor, 2023.

Relacionado ao resultado da análise de variância, o resultado de P (SAME) inferior a 0,5 corrobora com o efeito significativo da adição de resíduo a matriz polimérica, com confiança de até 95 % e efeito na incorporação das frações mássicas. Foi aplicado o método Tukey para que fossem analisadas as frações e os resultados estão apresentados na Tabela 8.

Tabela 8 - Método Tukey para comparação das frações.

	MP	CALC 10 %	CALC 20 %	CALC 30 %
MP		0,2443	0,3716	1,0000
CALC 10 %			0,9875	0,2513
CALC 20 %				
CALC 30 %				

Fonte: Autor, 2023.

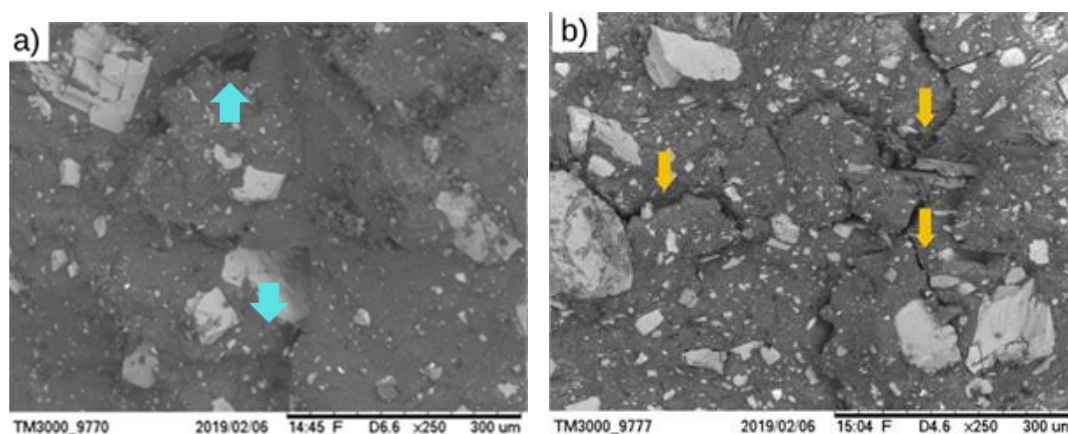
Por meio das análises estatísticas, os resultados apontam para uma baixa diferença entre as frações mássicas, comparadas a matriz plena. Além disso, o fato da matriz e as frações apresentarem um desvio bastante grande, afetou na análise mais clara dos resultados.

Ademais, a granulometria do resíduo adotada também influencia na resistência do compósito. Isso porque Carvalho (2013) e Melo (2020) afirmam que menores tamanhos de partícula favorecem a resistência mecânica do compósito, por conta da maior interação com matriz pelo aumento da área superficial do reforço além de favorecer aglomerados.

4.5 Análise de fratura

A análise por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) também foi realizada para os compósitos submetidos ao ensaio de tração. As micrografias da Figura 23 revelam a superfície da fratura dos corpos de prova ensaiados com frações de 20 % e 30 % de Calcário, respectivamente.

Figura 23 - Micrografia das superfícies fraturadas de 20 % e 30 %, respectivamente em a e b.



Fonte: Autor, 2023.

Por meio da análise da microscopia é possível observar a maior incidência de poros e trincas no compósito com 30 % de calcário. É possível observar ainda a distribuição aleatória das partículas. A superfície obtida na fração de 30 % apresenta-se mais irregular quando comparada a de 20 % de calcário.

As micrografias da fratura corroboram com os resultados obtidos nos ensaios de resistência e absorção de água e porosidade aparente. Os quais apontam a fração de 20 % com menores teores de absorção e maior resistência, comparada a de 30 %, tais frações foram escolhidas em virtude da busca pelo ponto ótimo do compósito, tendo em vista que 20 % foi melhor e em 30 % há uma quase saturação.

Bessa (2017) afirma que a dispersão de forma homogênea na matriz polimérica influencia diretamente nas propriedades do compósito. Caso a dispersão não seja feita adequadamente, a transmissão de tensão é comprometida, o que diminui a resistência mecânica do compósito.

Ambas as superfícies apresentam baixa porosidade e quantidade de vazios. As setas azuis na Figura 23 representam as imperfeições, como trincas, as quais diminuem a possibilidade de propagação de trincas, representadas pela seta amarela. Desta maneira, o fator mais relevante para a diferença entre as micrografias e análises é a homogeneidade dos tamanhos de grãos. Mesmo com os procedimentos de cominuição da matéria prima, não houve a completa homogeneização do material particulado.

4.6 Flamabilidade

O ensaio de flamabilidade realizado seguiu a norma ASTM D 635. Este ensaio é de extrema importância visto que sua análise corresponde à análise de segurança do material mediante a exposição a elevadas temperaturas, o que facilita sua classificação e adequação para futuras aplicações (KIM, 2012).

As matrizes poliméricas, devido a sua natureza orgânica, não são indicadas para exposição em elevadas temperaturas, pois a composição das cadeias poliméricas apresenta grande propensão à combustão, o que dificulta sua utilização em várias aplicações devido ao risco de incêndio (FERREIRA, 2015). Por isso, fez-se o estudo com a adesão do reforço de calcário, para que fosse analisado a influência deste na resistência da matriz a altas temperaturas. A Tabela 9 apresenta os resultados para os ensaios de flamabilidade horizontal.

Tabela 9 - Ensaio de flamabilidade horizontal.

Composição (%)	Taxa de propagação (mm/min)
0 %	22,60 ± 1,52
10 %	23,34 ± 1,44
20 %	16,84 ± 0,51
30 %	17,11 ± 0,83

Fonte: Autor, 2023.

Observa-se que para todas as análises, os resultados apresentam-se abaixo da norma estabelecida pela norma ASTM D 635, na qual a taxa de propagação da

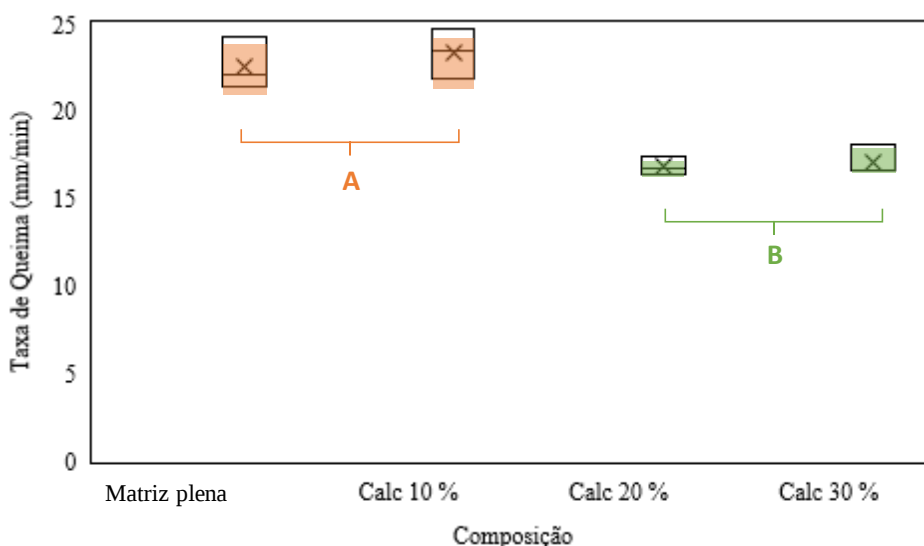
chama não deve exceder 40 mm/min. Logo, classifica-se como HB, denominação atribuída a matérias cuja taxa de propagação seja inferior a este valor.

Para os casos estudados observa-se que houve uma tendência de decréscimo a medida em que foram incorporadas as frações mássicas de calcário, fato este que propicia o retardo a propagação da chama, por conta da natureza inorgânica do resíduo, o qual, quando misturado à resina, tende a retardar a facilidade de combustão da mesma. Os resultados obtidos aqui corroboram com o estudo de Barros (2020), que apresenta um tijolo com porcentagens de resíduo superiores a 80 % com retardamento de chamas.

Moraes (2019) aponta que minerais como a calcita tem capacidade de retardar as chamas. Dessa forma, o difratograma da Figura 16 e o Frx, aqui apresentados, confirmam o comportamento retardante do calcário para os compósitos produzidos. Além disso, foi realizada a análise de variância por meio do software PAST para evidenciar as diferenças a medida em que foram incorporadas as porcentagens de calcário na matriz polimérica. A Figura 24 apresenta os resultados comparativos das proporções mássicas e suas taxas de queima.

A redução da taxa pode ser relacionada aos dados obtidos por Barros (2020), em que o autor realiza análises termogravimétricas que apontam a decomposição da matriz plena a aproximadamente 335 °C, enquanto que a decomposição do calcário estão próximas a 700 °C. Tal fato aponta o resíduo como um agente retardante de chamas.

Figura 24 - Gráfico do desempenho relacionado a resistência à chama e os grupos Tukey ($p < 0,05$).



Fonte: Autor, 2023.

Pode-se observar que 20 % e 30 % são estatisticamente iguais quando relacionados a taxa de queima, fato esse que pode ser relacionado ao processo de homogeneização do compósito.

A Tabela 10 apresenta o melhor resultado estudado, duas das normas utilizadas atualmente, a ASTM D 635 e a Contran, as quais amparam o revestimento interno de veículos automotores, nacional e internacional, respectivamente.

Tabela 10 - Comparação entre padrão exigido e padrão obtido pelo estudo.

Materiais de referência	Fonte	Taxa de propagação (mm/min)
CONTRAN 498	CONTRAN	100,00
ASTM D 635	ASTM	40,00
Calcário 20 %	Este trabalho	16,84

Fonte: Autor, 2023.

Como pode ser observado nos comparativos da Tabela 8, o melhor resultado obtido no estudo, fração de 20 % está dentro da margem para atender as normas nacional e internacional de revestimento interno para veículos automotores, com redução de 83,16 % para a norma nacional (CONTRAN 498) e 42,10 % para a norma internacional (ASTM D 635). Tal fato aponta que a incorporação de resíduo atua ativamente na diminuição da propagação das chamas. Porém, este não é o único fator primordial, o método de fabricação, suas características químicas e físicas atuam fortemente como fatores importantes para o resultado final do produto.

5. CONCLUSÃO

A utilização de calcário como possibilidade de reforço em uma matriz polimérica apresenta, grande potencial de realização e aplicação, por meio do método de “*hand lay up*” para a fabricação das placas compósitas até 20 % principalmente, pois, apresentou boa qualidade, poucos defeitos superficiais, o que não ocasionou falhas, bem como, apresentou boa homogeneidade no compósito.

As análises de FRX, apresentou os elementos químicos característicos da calcita condizente com o ensaio de DRX, o qual mostrou os picos característicos do material, calcita e dolomita, comprovando a natureza do calcário, podendo assim, garantir conformidade à literatura. Para o ensaio de MEV do resíduo, apresentou estrutura característica, geometria definida e variação de tamanho de grão.

Para os ensaios físicos, os compósitos obtiveram resultados esperados quando comparados com a literatura, havendo um aumento na massa específica aparente a medida em que são adicionadas mais frações de resíduo, aumento de quase 40 % comparado a matriz plena.

No ensaio de tração, os compósitos com frações de 20 % e 30 % de calcário apresentaram melhores resultados quando comparados a matriz plena, porém, estatisticamente iguais entre si.

O ensaio de flexão, todas as frações obtiveram resultados melhores que o da matriz plena, porém, observou-se que a melhor fração foi de 10 %, após esse percentual, houve uma pequena queda de resultado.

As análises das fraturas por MEV foram eficientes em relação as identificações dos principais mecanismos de falhas presente nos compósitos como, trincas, vazios, poros e defeitos após a adição do resíduo à matriz.

Quanto a flamabilidade, devido às características do resíduo, os corpos de prova apresentaram resultados satisfatórios, entre $16,84 \pm 0,51$ mm/min, quando relacionados às normas utilizadas e aos trabalhos comparados.

De acordo com os resultados obtidos nesta pesquisa, o calcário pode ser utilizado como adição a um material compósito como alternativa para utilização em revestimento interno de veículos automotores, visto que seus resultados estão em conformidade com as normas.

5.1. SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

- Verificar a influência de outras granulometrias para o mesmo resíduo de calcário e fazer uma comparação entre elas.
- Estudar a possibilidade de inserir fibras ao compósito, afim de verificar seu comportamento.
- Estudar a resistência ao impacto.

REFERÊNCIAS

- AEROJET FIBERGLASS, **Boletim Técnico**: Resina Poliéster Isoftálico: AM 910. 2020.
- AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO (ANM). **Relatório Anual de Lavra 2017** - ano base 2016.
- AGRIZZI C.P.; CARVALHO E.A.S.; GADIOLI M.C.B.; BARRETO G.N.S.; DE AZEVEDO A.R.G.; MONTEIRO S.N.; VIEIRA C.M.F.; **Comparison between Synthetic and Biodegradable Polymer Matrices on the Development of Quartzite Waste-Based Artificial Stone**. *Sustainability*. 2022.
- AKOVALI, G. **Handbook of composite fabrication**. Smithers Rapra Publishing, p. 208. 2001.
- ALMEIDA, L.R. **Reaproveitamento do resíduo de minério de ferro em compósitos de matriz polimérica**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2020.
- ALMEIDA, L. R.; FERREIRA V.H.; OLIVEIRA, G. C.; COELHO, H. C. M.; COSTA, D. S.; PINHEIRO, A. P.; COSTA, D. S. **Reaproveitamento de resíduos em compósitos poliéster: influência das cinzas nas propriedades mecânicas e térmica**. In: Engenharia no Século XXI, Volume 3. 1. Ed. Belo Horizonte: Poisson, 2019. Cap. 4, p. 23 - 29. doi:10.5935/978-85-7042-091-6.
- ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 635**: "Rate of burning and/or extent and time of burning of plastics in a horizontal position", 2010.
- ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 790**. "Flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials", 2010.
- ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 3039**. "Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials", 2000.

ASKELAND, D. R.; WRIGHT, W. J. **Ciência e engenharia dos materiais**. São Paulo: Cengage Learning, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 12.766**. "Determinação da massa específica aparente, porosidade aparente, absorção d'água aparente." 1992. 2 p.

BARROS, M.M; DE OLIVEIRA, M,F,L; RIBEIRO, R,C,C; BASTOS, D,C; OLIVEIRA,M,G. **Ecological bricks from dimension stone waste and polyester resin, Construction and Building Materials**. VI 232, 2020, 117252, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.117252>. 2020.

BOLZAN, M.V. **Estudo da utilização de resíduos da mineração de calcário na produção de blocos de concreto para construção civil**. Universidade federal do Pampa, Rs, 2015.

CALLISTER Jr., W. D; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 10ª Ed., Rio de Janeiro: LTC, 2020.

CAMPBELL, F. C. **Introduction to composite materials. Structural composite materials**. ASM International, 2010. p. 1 – 10.

CANEVAROLO JR, S.V. **Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. 3a. ed. São Paulo: Artliber, 2010. 280 p.

CARVALHO, F.V.; RIBEIRO, R.C.C. **Relação da interação do polipropileno com minerais na Resistencia mecânica do compósito gerado**. Química industrial FTSM. 2013.

CHAWLA, K.K. **Composite materials: science and engineering**. 3a Ed. Springer. 542 p. 2012.

COLLIN, G.; et al.; **Resins, Synthetic**. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. Weinheim: Wiley-VCH. doi:10.1002/14356007.a23_089. 2005.

COSTA, D. S. **Estudo da influência de resíduos gerados pela indústria de mineração nas propriedades de compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras naturais**. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Pará, Instituto de Tecnologia, Belém, 2016. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia. 227 f.

DANIEL, B. T. F. **Avaliação da altura do leito de sinterização de finos de minério de ferro em um reator vertical de leito fixo para a produção de sinter**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Bacharelado Interdisciplinar em Ciência e Tecnologia) – Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2018.

DANIEL, B. T. F. et al. **Efeito da Incorporação de Resíduo Mineral de Calcário nas Propriedades Físicas e de Resistência Mecânica em Compósitos Poliméricos**. São José dos Pinhais, vol. 6, n.2, p.6493, fev./2020. Disponível em: <https://www.brazilianjournals.com/index.php/BRJD/article/view/6763>. Acesso em: 30 dez/2021.

DAVALLO, M.; PASDAR, H.; MOHSENI, M. **Mechanical properties of unsaturated polyester resin**. International Journal of Chem Tech Research, v. 2, p. 2113-2117, 2010.

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

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

FARIAS, D. C. **Compósitos híbridos com fibras de bambu (Bambusa vulgaris) e lama vermelha: efeito do tratamento químico na resistência à tração dos compósitos**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Faculdade de Ciência e Tecnologia, Universidade Federal do Pará, Campus Ananindeua, 2019.

GARAY, C. A. **Efeito da adição de carbonato de cálcio em compósitos poliméricos moldados por RTM e RTM-Ligth**. Dissertação de Mestrado Programa de pós graduação em Engenharia Minas, Metalúrgica e de Materiais. Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS. 2010.

GUMMADI, J.; KUMAR, G. V.; RAJESH, G. **Evaluation of Flexural Properties of Fly Ash Filled Polypropylene Composites**. International Journal of Modern Engineering Research (IJMER) ol.2, Issue.4, July-Aug 2012 pp-2584-2590 ISSN: 2249-6645.

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

KANDOLA, BK; Horrocks, AR. **"Compósitos" em materiais à prova de fogo**. AR Horrocks, D. Price, Eds, Woodhead Publishing Ltd, Cambridge, capítulo 6, p 182. 2001.

KRISHNA, K. & VIJAYARANGAN, JAYAKUMAR & BHARATHIRAJA, G. **Mechanical analysis of medical waste reinforced polymer composite**. Materials Today: Proceedings. (2019).

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

Malvern PANalytical Company. Disponível em: <https://www.malvernpanalytical.com/br>. Acessado em 14 de março de 2020.

MELO, G.M; **Avaliação das propriedades físico-mecânicas de compósitos poliméricos com resíduos de mármore e granito**. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em bacharelado interdisciplinar em ciência e tecnologia) – Universidade federal do Pará, Ananindeua, 2020.

MENDES, B. H. A. **Estudo da influência da incorporação de resíduos de beneficiamento de caulim nas propriedades de compósitos de matriz polimérica reforçada com fibra de bambu (bambusa vulgaris)**. Dissertação de Mestrado, 2019.

MORAES, H. M. et al. **Avaliação mecânica e resistência à chama de resíduos de cinzas volantes e mármore-granito em compósitos poliméricos**. 74º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, 11 pag, 2019.

MUÑOZ, E., & GARCÍA-MANRIQUE, J. A. (2015). **Water Absorption Behaviour and Its Effect on the Mechanical Properties of Flax Fibre Reinforced Bioepoxy Composites**. International Journal of Polymer Science, 2015, 1–10. doi:10.1155/2015/390275.

NETO, JOSÉ. R. A., de CARVALHO, LAURA. H., ARAÚJO, EDCLEIDE. M.; **Influência da Adição de uma Carga Nanoparticulada no Desempenho de**

Compósitos Poliuretano/Fibra de Juta. Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 17, nº 1, p. 10-15. 2007.

NÚCLEO DO CONHECIMENTO. Disponível em: www.nucleodoconhecimento.com.br/engenhariamecanica. Acessado em 12/05/2022.

OLIVEIRA, L. S. et al. **Compósitos produzidos com resíduos de lama vermelha e fibras naturais: Análise de flamabilidade.** Curitiba, Brazilian Journal of Development, vol.6, n.7, p.42767-42776, julho de 2020.

RELATÓRIOS DE REFERÊNCIA EMISSÕES DE GASES DE EFEITO ESTUFA NOS PROCESSOS INDUSTRIAIS. **PRODUTOS MINERAIS PARTE II: Produção de Cal Outros Usos do Calcário e Dolomita Produção e Uso de Barrilha.** Ministério da Ciência e Tecnologia, 2010

OLIVEIRA, S.V de et al. **Nanocompósitos de polietileno/argila bentonítica com propriedades antichama.** Polímeros, São Carlos, v. 27, n. spe, p. 91-98, Epub 16-Jan-2017. <http://dx.doi.org/10.1590/0104-1428.2288>.

RODRIGUES, J.S. **Comportamento mecânico de material compósito de matriz poliéster reforçado por sistema híbrido fibras naturais e resíduos da indústria madeireira.** 91 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém, 2008.

SANCHEZ, E. M.; CAVANI, C. S.; SANCHEZ, C. G. **Compósitos de resina de poliéster insaturado com bagaço de cana de açúcar: Influência do tratamento das fibras nas propriedades.** Polímeros, v. 20, p. 194-200, 2010.

SILAEX. **Silaex química Ltda.** 2006 – Disponível em: <<http://www.silaex.com.br>>. Acesso em: 14 março 2021.

SILVA, I,L,M.; **Propriedades e estrutura de compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas de juta.** Universidade Estadual do Norte Fluminense. Rio de Janeiro. 2014.

SILVA, R. V.; SPINELLI, D. (Orient.) **Compósitos de resina poliuretano derivada de óleo de mamona e fibras vegetais.** Tese de Doutorado (Doutorado em Ciências e Engenharia de Materiais) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003. 157 f.

SMITH, W. F.; HASHEMI, J.; **Fundamentos de engenharia e ciência dos materiais**. 5ª edição. Porto Alegre. AMGH. 2012.

SOLOMONS, T. W. G.; FRYHLE, C. B. **Organic chemistry**. 9ª ed. Wiley, 2008.

SUH, D.J., LIM, Y.T., PARK, O.O.; **Polymer**, 41, p.8557. 2000.

Thalmaier, G. *et al.*. **Assessment of Limestone Waste Addition for Fired Clay Bricks. Materials**. V 15, 2022, N 12, P 4263, ISSN 1996-1944. 10.3390/ma15124263

U.S GEOLOGICAL SURVEY (USGS). **Mineral Commodity Summaries**. 2017. Disponível em: www.minerals.usgs.gov/minerals/pubs/mcs/2017/mcs2017. Acesso em: março de 2021.

VALENÇA,S,L; SUSSUSHI,E,M; GRIZA,S; VALENÇA,G,O; SANTOS,C,P. **Relation between the epoxy resin curing and the mechanical properties of the composite reinforced with aramid/glass**. Research, Society and Development, v.10, n.14. 2021.

VENTURA, A,M,F,M.; **Os compósitos e a sua aplicação na reabilitação de estruturas metálicas**. Lisboa. Ciência e tecnologia dos materiais, Vol. 21, nº 3/4, 2009.