



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

MARIO HENRIQUE MOREIRA DE MORAES

**CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE COMPÓSITOS DE MATRIZ
POLIMÉRICA COM ADIÇÃO DE RESÍDUOS SÓLIDOS INDUSTRIAIS**

Ananindeua, PA
2019

MARIO HENRIQUE MOREIRA DE MORAES

**CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE COMPÓSITOS DE MATRIZ
POLIMÉRICA COM ADIÇÃO DE RESÍDUOS SÓLIDOS INDUSTRIAIS**

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

Orientador: Prof. Dr. Deibson Silva da Costa.

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)

M827c Moraes, Mario Henrique Moreira de
 Caracterização mecânica de compósitos de matriz polimérica
 com adição de resíduos sólidos industriais / Mario Henrique
 Moreira de Moraes. — 2019.
 87 f. : il. color.

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

 1. Materiais Conjugados. 2. Resíduos Sólidos. 3. Resina
 Poliéster. 4. Propriedades Mecânicas. 5. Características
 Físicas. I. Título.

CDD 620.1126

MARIO HENRIQUE MOREIRA DE MORAES

**CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE COMPÓSITOS DE MATRIZ
POLIMÉRICA COM ADIÇÃO DE RESÍDUOS SÓLIDOS INDUSTRIAIS**

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

Data da Aprovação: 26/11/2019

Conceito: Excelente

BANCA EXAMINADORA

Deibson Silva da Costa

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

Alisson Clay Rios da Silva

Prof. Dr. Alisson Clay Rios da Silva
(FEMat/CAMPANIN/UFPA – Examinador Interno)

Wassim Raja El Banna

Prof. Dr. Wassim Raja El Banna
(FEM/CAMTUC/UFPA – Examinador Externo)

Aos meus avós, Meuze e Maria, que
dedicaram a vida para construir todos os
alicerces que tornaram esse momento possível.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por possibilitar o alcance dessa etapa acadêmica e profissional, por sua incessante bondade e resguardo provido ao longo da jornada.

Aos meus avós, Meuze Moraes e Maria Moraes, por todos os sacrifícios realizados. Por todos os anos cujo afeto, zelo e elucidação me direcionaram com segurança não só para esta oportunidade como para muitas outras ao longo de minha vida.

Ao Prof. Dr. Deibson Silva da Costa, por sua admirável dedicação como orientador, que fez de todo o possível para proporcionar um ambiente de trabalho agradável e inspirador. Por todos os momentos de críticas construtivas e sugestões, sem o qual muito deste estudo não seria concluído.

Ao Laboratório de Ensaios de Materiais da Faculdade de Engenharia Mecânica do Campus Universitário de Tucuruí (FEM/CAMTUC) pelos ensaios realizados.

Ao amigo Diogo Queiroz, pelo companheirismo durante os anos de graduação e iniciação científica, cuja ajuda provida contribuiu ativamente para a realização deste trabalho.

A aluna de doutorado e amiga, Eng. Alice Pinheiro, por ser imensamente prestativa e afável. E aos demais amigos do LAMPS, pelos incontáveis momentos de ajuda e descontração.

Ao amigo Saulo Chaves, pelos quase vinte anos de amizade, pelos diversos conselhos e por todas as caronas que me salvaram inúmeras vezes de me atrasar.

A todos os colegas e professores do curso de Engenharia de Materiais, que contribuíram direta e indiretamente para minha formação acadêmica e para a conclusão desta etapa. Em especial, aos amigos Edinaldo Corrêa, Higor Pina, Roberto Cruz e Victor Ferreira.

Aos meus demais familiares e a todas as pessoas que acreditaram, torceram e oraram por mim.

RESUMO

Neste trabalho foram confeccionados compósitos de matriz polimérica, utilizando-se dos resíduos industriais de lama vermelha, caulim, cobre e cinzas volantes, com granulometria padronizada em 100 mesh. A confecção seguiu o método de fabricação manual "hand lay-up", com proporções em massa variando entre 0 %, 5 %, 15 %, 25 % e 35 %. Utilizou-se resina poliéster isoftálica como fase matriz, com iniciador na proporção de 1 % em v/v e ativador na proporção de 1,5 % v/v. A análise mineralógica dos resíduos foi realizada pela técnica de Difração de Raios-X. Após a etapa de confecção dos materiais compósitos e da elaboração dos corpos de prova, realizaram-se ensaios físicos (NBR 12.766) e os ensaios mecânicos de flexão (ASTM D 790) e tração (ASTM D 3039), com a análise da superfície de fratura realizada utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura. A taxa de propagação de chama foi obtida por meio do ensaio de flamabilidade horizontal (ASTM D 635). Verificou-se que propriedades físicas como a absorção de água e a porosidade aparente aumentaram conforme se elevaram as composições, o que já era esperado devido o aumento gradual da fração mássica do particulado. Mecanicamente, obtiveram-se resultados semelhantes ou inferiores ao da matriz plena para o ensaio de flexão, entretanto, notou-se um aumento da resistência para o ensaio de tração, configurando os resíduos como carga de reforço para este ensaio. A análise fractográfica demonstrou uma boa distribuição dos resíduos na matriz, bem como a presença de trincas e marcas de rios, representativos do tipo de fratura frágil característico do compósito estudado. Todos os materiais ensaiados exibiram ótimas propriedades de resistência à chama quando comparados com as diretrizes e recomendações da norma utilizada para o ensaio de flamabilidade, com a diminuição na taxa de propagação de chama favorecida pelas fases minerais e composição química presentes nos resíduos utilizados.

Palavras-chave: Materiais Conjugados. Resina Poliéster. Resíduos Sólidos. Propriedades Mecânicas.

ABSTRACT

Polymer matrix composite materials were made using the following industrial wastes: red mud, kaolin, copper and fly ash. Mass proportions was established and ranged from 0 %, 5 %, 15 %, 25 % and 35 %, at a 100 mesh granulometry. Isophthalic polyester resin was utilized with initiator (proportion of 1 % v/v) and activator (proportion of 1.5 v/v). The preparation of the composite material followed the hand lay-up method. Mineralogic waste analysis was performed using XRD technique. Physical and flammability tests followed the parameters of the standards NBR 12,766 and ASTM D 635, as well as mechanical tensile test (ASTM D 3039) and flexure test (ASTM D 790). SEM technique was also used for the fracture analysis. Physical properties increased as the compositions increased, due to the gradual increase of density. Mechanical results were not expressive for flexure tests and thriving for tensile tests. All tested materials showed flame retardancy characteristics when compared to the standard recommendation, due mostly to the chemical and mineral composition of the wastes utilized for the composite materials.

Keywords: Composite Materials. Polymers. Solid Wastes. Mechanical Properties.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 – Esquema de classificação da fase dispersa em materiais compósitos.	19
Figura 2.2 – Mecanismo de síntese de um éster insaturado.	22
Figura 2.3 – Estrutura da copolimerização entre poliéster e o estireno.	23
Figura 2.4 – Mecanismo de cura da resina poliéster.	23
Figura 2.5 – Imagem de satélite do depósito do resíduo de lama vermelha.	25
Figura 2.6 – Imagem de satélite do depósito de resíduo de caulim.	26
Figura 2.7 – Imagem de satélite do depósito do resíduo de cobre.	27
Figura 2.8 – Imagem de satélite do depósito do resíduo de cinzas volantes.	28
Figura 2.9 – Esquema de incidência de Raios-X.	29
Figura 2.10 – Esquema detalhado dos componentes do MEV.	31
Figura 2.11 – Representação esquemática do ensaio de flexão.	32
Figura 2.12 – Esquema de componentes de um equipamento de tração.	33
Figura 2.13 – Esquema do aparato utilizado durante o ensaio de flamabilidade horizontal. ...	35
Figura 3.1 – Produtos Aerojet® a) resina poliéster; b) ativador; c) iniciador.	36
Figura 3.2 – Resíduos industriais após o processo de peneiramento: a) lama vermelha; b) caulim; c) cobre; d) cinzas volantes.	37
Figura 3.3 – Equipamentos utilizados: a) balança digital; b) balança analítica; c) estufa; d) prensa hidráulica.	38
Figura 3.4 – Molde de aço inoxidável.	39
Figura 3.5 – Difratorômetro de Raios-X.	39
Figura 3.6 – Fluxograma de fabricação dos compósitos.	40
Figura 3.7 – (a) aparato para medição da massa imersa; b) corpos de prova para os ensaios físicos.	41
Figura 3.8 – Dimensões dos corpos de prova para os ensaios físicos.	41
Figura 3.9 – (a) equipamento utilizado para o ensaio de flexão; (b) corpos de prova (flexão) fraturados.	42
Figura 3.10 – Dimensões para os corpos de prova utilizados no ensaio de flexão e flamabilidade.	42
Figura 3.11 – (a) equipamento utilizado para o ensaio de tração; b) corpo de prova durante o ensaio.	43
Figura 3.12 – Dimensões para os corpos de prova utilizados no ensaio de tração.	43

Figura 3.13 – a) microscópio eletrônico de varredura. B) corpos de prova de tração fraturados.....	44
Figura 3.14 – Ensaio de flamabilidade horizontal.	44
Figura 4.1 – Difrátograma realizado para a amostra de lama vermelha.	45
Figura 4.2 – Difrátograma para a amostra do resíduo de caulim.	46
Figura 4.3 – Difrátograma realizado para a amostra do resíduo de cobre.	46
Figura 4.4 – Difrátograma para a amostra do resíduo de cinzas volantes.....	47
Figura 4.5 – Materiais compósitos fabricados: (a) lama vermelha; (b) caulim; (c) cobre; (d) cinzas volantes.	48
Figura 4.6 – Comparativo entre a tensão de resistência à flexão e a inserção de resíduo de lama vermelha na matriz, com respectivos grupos tukey ($p<0,05$).	54
Figura 4.7 – Comparativo entre a tensão de resistência à flexão e a inserção de resíduo de caulim na matriz, com respectivos grupos tukey ($p<0,05$).	55
Figura 4.8 – Comparativo entre a tensão de resistência à flexão e a inserção de resíduo de cobre na matriz, com respectivos grupos tukey ($p<0,05$).	55
Figura 4.9 – Comparativo entre a tensão de resistência à flexão e a inserção de cinzas volantes na matriz, com respectivos grupos tukey ($p<0,05$).	56
Figura 4.10 – Representação gráfica dos dados obtidos a partir do ensaio de flexão, para todas as composições.	57
Figura 4.11 – Gráfico força x alongamento linear para as composições com resíduo de lama vermelha.	60
Figura 4.12 – Comparativo entre a tensão de resistência à tração e a inserção de resíduo de lama vermelha na matriz, com respectivos grupos tukey ($p<0,05$).	61
Figura 4.13 – Gráfico força x alongamento linear para as composições contendo o resíduo de caulim.	62
Figura 4.14 – Comparativo entre a tensão de resistência à tração e a inserção do resíduo de caulim na matriz, com respectivos grupos tukey ($p<0,05$).	63
Figura 4.15 – Gráfico força x alongamento linear para as composições contendo o resíduo de cobre.....	63
Figura 4.16 – Comparativo entre a tensão de resistência à tração e a inserção do resíduo de cobre na matriz, com respectivos grupos tukey ($p<0,05$).	64
Figura 4.17 – Gráfico força x alongamento linear para as composições contendo o resíduo de cinzas volantes.	65

Figura 4.18 – Comparativo entre a tensão de resistência à tração e a inserção do resíduo de cinzas volantes na matriz, com respectivos grupos tukey ($p < 0,05$).....	66
Figura 4.19 – Representação gráfica dos dados obtidos a partir do ensaio de tração, para todas as composições.	67
Figura 4.20 – Micrografias obtidas por MEV para (a) menor composição (5 %) e (b) maior composição (35 %) para o resíduo de lama vermelha. Aumento de 200 x.	69
Figura 4.21 – Micrografias obtidas por MEV para (a) menor composição (5 %) e (b) maior composição (35 %) para o resíduo de caulim. Aumento de 200 x.	70
Figura 4.22 – Micrografias obtidas por MEV para (a) menor composição (5 %) e (b) maior composição (35 %) para o resíduo de cobre. Aumento de 150 x.	71
Figura 4.23 – Micrografias obtidas por MEV para (a) menor composição (5 %) e (b) maior composição (35 %) para o resíduo de cinzas volantes. Aumento de 200 x.	72
Figura 4.24 – Gráfico com os dados obtidos a partir do ensaio de flamabilidade, para todas as composições.	75

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Ficha técnica da resina utilizada.	37
Tabela 4.1 – Resultados dos ensaios físicos para o resíduo de lama vermelha.	49
Tabela 4.2 – Resultados dos ensaios físicos realizados para o resíduo de caulim.	50
Tabela 4.3 – Resultados para as proporções utilizando o resíduo de cobre.	50
Tabela 4.4 – Resultado dos ensaios físicos para os compósitos com resíduo de cinzas volantes.	51
Tabela 4.5 – Dados obtidos a partir do ensaio de flexão para cada resíduo e sua respectiva composição.	52
Tabela 4.6 – Comparação dos dados de flexão obtidos neste trabalho com a literatura.	58
Tabela 4.7 – Dados obtidos a partir do ensaio de tração para cada resíduo e sua respectiva composição.	59
Tabela 4.8 – Comparação dos dados de tração obtidos neste trabalho com a literatura.	66
Tabela 4.9 – Dados obtidos a partir do ensaio de flamabilidade horizontal.	73
Tabela 4.10 – Comparação entre o padrão exigido e os resultados obtidos neste trabalho, para o ensaio de flamabilidade.	76
Tabela 4.11 – Comparativo entre o resultado obtido neste trabalho e com materiais encontrados na literatura, para o ensaio de flamabilidade.	77

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

A	Área útil da seção transversal
AA	Absorção de água
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
ANOVA	<i>Analysis of variance</i>
CA	Caulim
CO	Cobre
CONTRAN	Conselho Nacional de Trânsito
CV	Cinzas volantes
DRX	Difração de Raios-X
E	Módulo de elasticidade
F	Carga instantânea
HB	<i>Horizontal burning</i>
LV	Lama vermelha
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MEA	Massa específica aparente
M_i	Massa imersa
M_u	Massa úmida
M_s	Massa seca
NBR	Norma brasileira
PA	Porosidade aparente
TRF	Tensão de ruptura à flexão
TRT	Tensão de ruptura à tração
UFPA	Universidade Federal do Pará
ε	Deformação de engenharia

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
1.2 Objetivos	16
1.2.1 Objetivo Geral	16
1.2.2 Objetivos Específicos	16
1.3 Composição do Trabalho	17
2 REVISÃO DA LITERATURA	18
2.1 Materiais Compósitos	18
2.1.1 Características e Classificações	19
2.1.2 Compósitos de Matriz Polimérica	21
2.1.3 Resinas	21
2.1.4 Resina Poliéster Termofixa	22
2.2 Uso de Cargas Minerais em Compósitos	24
2.2.1 Resíduos Sólidos Industriais	24
2.2.1.1 Lama Vermelha	25
2.2.1.2 Caulim	26
2.2.1.3 Cobre	27
2.2.1.4 Cinzas Volantes	27
2.3 Difração de Raios-X (DRX)	29
2.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	30
2.5 Ensaios Físicos	31
2.6 Ensaios Mecânicos	32
2.6.1 Flexão	32
2.6.2 Tração	33
2.7 Ensaio de Flamabilidade	34
3 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	36
3.1 Materiais	36
3.1.1 Resina e Sistema Catalítico	36
3.1.2 Resíduos de Lama Vermelha, Caulim, Cobre e Cinzas Volantes	37
3.2 Procedimentos Experimentais	38
3.2.1 Caracterização Mineralógica dos Resíduos	39
3.3 Processo de Confecção dos Materiais Compósitos	40
3.4 Caracterização Física	41

3.5 Ensaios Mecânicos.....	42
3.5.1 Flexão	42
3.5.2 Tração	43
3.6 Análise Fractográfica	43
3.7 Ensaio de Flamabilidade Horizontal	44
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	45
4.1 Materiais de Partida.....	45
4.1.1 Caracterizações Mineralógicas dos Resíduos (DRX)	45
4.2 Compósitos	48
4.2.1 Viabilidade de Confeção.....	48
4.2.2 Propriedades Físicas	49
4.2.3 Propriedades Mecânicas (Flexão)	52
4.2.4 Propriedades Mecânicas (Tração)	58
4.2.5 Análise Fractográfica	67
4.2.6 Ensaio de Flamabilidade.....	73
5 CONCLUSÕES	78
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	79
REFERÊNCIAS.....	80

1 INTRODUÇÃO

Apesar dos recentes avanços tecnológicos na área de engenharia de materiais, os resíduos industriais oriundos dos diversos setores da mineração continuam tendo, em sua maioria, uma destinação imprópria. Tal destinação acarreta graves problemas ambientais, além de um eventual desperdício mercadológico. Dessa forma, destaca-se a importância de fomentar aplicações para esses resíduos, evitando seu descarte na natureza e gerando avanços através de sua utilização na confecção de novos materiais tais como os compósitos.

Um material compósito é formado por dois ou mais componentes com naturezas químicas diferentes, cujas interfaces, quando observadas em escala macroscópica são bem definidas, apresentando distinções visuais. O material obtido tem como objetivo exibir melhores propriedades através da sinergia dos seus constituintes, atuando de maneira mais eficiente do que os seus componentes de maneira separada (MARINUCCI, 2011).

Dentre as subclassificações dos compósitos, estão os materiais compósitos com matriz polimérica, que podem ser definidos como um polímero atuando de fase matriz e outro constituinte (fibras naturais ou sintéticas, por exemplo) atuando como uma fase dispersa. Tal combinação é frequente, pois, geralmente, apresenta ótimas propriedades a temperatura ambiente em conjunto a uma facilidade de fabricação (CALLISTER, 2012). Além das fibras, resíduos industriais podem ser utilizados como carga nos materiais compósitos, sendo os mesmos objetos de estudo deste trabalho.

Portanto, elucidam-se os resíduos de lama vermelha, caulim, cobre e cinzas volantes: todos gerados em abundância pelas empresas mineradoras presentes na região Amazônica, o que justifica seu estudo e utilização mediante a proposta estabelecida de desenvolvimento e caracterização desses compósitos.

Com isso, foram produzidos compósitos de matriz polimérica com resíduos industriais (lama vermelha, caulim, cobre e cinzas volantes), seguido de caracterizações mineralógicas, físicas, mecânicas e microestruturais dos mesmos.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo Geral

Confeccionar materiais compósitos de matriz polimérica com resíduos industriais (lama vermelha, caulim, cobre e cinzas volantes), para determinação e avaliação de suas propriedades.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Analisar a viabilidade de confecção dos compósitos com proporções em massa de resíduos em 0 %, 5 %, 15 %, 25 % e 35 %.
- Avaliar as características mineralógicas (por Difração de Raios-X) dos resíduos industriais utilizados.
- Analisar as características físicas e de flamabilidade dos compósitos de matriz polimérica com adição de resíduos.
- Avaliar o comportamento mecânico (flexão e tração) dos materiais compósitos confeccionados, bem como avaliar a influência da fração mássica dos resíduos nos mesmos.
- Estudar, através de análise fractográfica, os mecanismos de falha dominantes para os compósitos produzidos e correlacionar as propriedades exibidas com o aspecto fractográfico.

1.3 Composição do Trabalho

A seção 1 trata sobre a introdução ao tema. Discorre-se sobre as motivações deste trabalho e apresenta-se a justificativa para a realização do mesmo. São expostos os materiais de partida (resíduos industriais), bem como os ensaios e as caracterizações propostas ao material compósito, constituindo assim os objetivos da pesquisa.

A seção 2 trás um pouco do contexto histórico que envolve o assunto, em conjunto ao embasamento teórico efetuado através da revisão da literatura disponível sobre o tema, que inclui as principais classificações e características físicas e químicas dos materiais estudados. São elucidados, também, os fundamentos por trás de diversas técnicas empregadas nos processos de caracterização dos compósitos.

A seção 3 discorre sobre a metodologia seguida durante a etapa de confecção dos materiais compósitos e da elaboração dos corpos de prova. São apresentados fluxogramas e esquemas detalhados dos processos, com destaque para as normas utilizadas e os parâmetros adotados durante os ensaios.

A seção 4 tem enfoque na exposição e discussão dos dados. Aqui são exibidos na forma de Tabela e através de representações gráficas os resultados obtidos a partir dos ensaios realizados e as principais considerações a respeito de cada um deles.

A seção 5 conclui o trabalho com a síntese de tudo que foi realizado e observado, correlacionando os objetivos propostos inicialmente com os resultados alcançados. Ainda nessa seção, são colocadas sugestões para trabalhos futuros baseado em ramificações que ainda podem ser abordadas a respeito do tema pesquisado.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Materiais Compósitos

Os primeiros registros arqueológicos da utilização de materiais compósitos remetem entre cinco a seis mil anos A.C. com um método de estruturação conhecido como pau a pique, que consiste na mescla de madeira e bambu, amarrados entre si por meio de cipós e com vãos preenchidos com argila e lama (SHAFFER, 1993).

Porém, foi só em meados do século XX que os compósitos ganharam expressividade como materiais de engenharia. O aperfeiçoamento das técnicas de confecção e conformação, bem como o controle das propriedades, foram fatores determinantes para que os compósitos pudessem atender as necessidades de alto desempenho requeridas por indústrias automobilísticas, bélicas e aeroespaciais (VASILIEV *et al.*, 2001; PARDINI, 2000).

Apesar do destaque que os materiais compósitos recebem ao terem aplicação industrial, sua prática não se restringe as grandes indústrias e ao alto desempenho. Em outras palavras, são utilizados nos mais diversos setores e materiais do dia a dia: pranchas de *surf*, arcos, raquetes, cadeiras, *deckings*, piscinas, *frames* de janelas, portas com fibra de vidro, etc (HMC, 2014).

Em relação a definição de materiais compósitos, a diversidade encontrada na literatura é vasta. Entretanto, há de se destacar um consenso entre os autores no que tange a importância da distinção entre as fases e a sinergia dos seus constituintes.

De acordo com Callister (2012), existe um princípio de ação combinada entre fases que gera melhores propriedades a partir da conciliação judiciosa das mesmas. Essas fases podem ser estabelecidas como matriz, que apresenta qualidade contínua e envolve a outra fase, comumente chamada de dispersa.

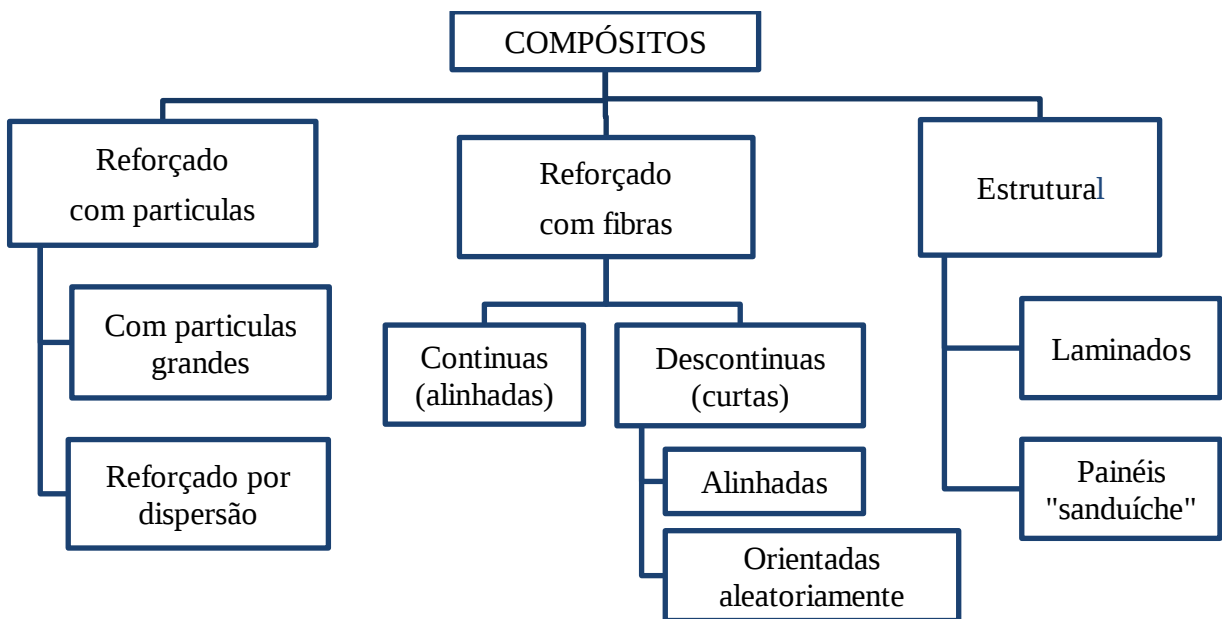
As fases matriz e dispersa apresentam naturezas químicas diferentes, consequentemente, exibem comportamentos e propriedades diferentes. O equilíbrio ou desequilíbrio das propriedades do material compósito obtido surge inerentemente da combinação entre as fases, daí a importância de se dosar e selecionar corretamente os constituintes (ASKELAND, 2014).

2.1.1 Características e Classificações

Dependendo da aplicação, são desejadas propriedades como rigidez, densidade, resistência mecânica, condutividade, resistência à corrosão e bom desempenho térmico. Todas obtíveis mediante a combinação adequada dos diversos tipos de materiais e a regulação entre matriz e a fase dispersa (ASKELAND, 2014).

Observando a característica multifásica e desenvolvendo as classificações para a fase dispersa, podem-se citar três grandes tipos: reforços com partículas, reforços com fibra e compósito estrutural, cada um apresentando suas subclassificações e características próprias tanto de propriedades quanto de confecção (CALLISTER, 2012). A Figura 2.1 ilustra a classificação básica dos materiais compósitos em relação a fase dispersa.

Figura 2.1 – Esquema de classificação da fase dispersa em materiais compósitos.



Fonte: Adaptado de Callister, 2012.

Já na fase matriz, têm-se três tipos fundamentais: matrizes poliméricas, metálicas e cerâmicas. Além da finalidade básica de dar forma ao material, a matriz tem papel importantíssimo na proteção da fase dispersa em relação a abrasão mútua e degradação promovida pelo meio externo (CORREIA, 1988).

De maneira geral, empregam-se matrizes poliméricas e metálicas quando se deseja certo grau de resistência com alguma ductilidade, já no caso de matrizes cerâmicas, o reforço é empregado para melhorar a tenacidade à fratura da matriz, o que ressalta mais uma vez a interdependência entre as fases (CALLISTER, 2012).

Ao realizar-se uma análise mais profunda do comportamento mecânico e da conjugação entre matriz e fase dispersa dos materiais compósitos, destaca-se que comumente não apresentam características isotrópicas, mas sim tipicamente anisotrópicas (diferentes dependendo da direção da força ou carga aplicada). Por exemplo, a rigidez de um painel compósito dependerá frequentemente da orientação das forças e/ou momentos aplicados. No caso de um compósito fibroso, se ambas as fibras na fase dispersa e a matriz estiverem alinhadas paralelamente à direção da solicitação, a deformação de ambas as fases será a mesma, assumindo que não há delaminação na interface fibra-matriz (JONES, 1999; COURTNEY, 2000;).

Tais condições de isotensão fornecem o limite superior para a resistência do compósito, que pode ser determinada pela regra das misturas. Em ciência de materiais, uma regra geral de misturas é uma média ponderada usada para prever várias propriedades de um material compósito composto de fibras contínuas e unidirecionais, bem como compósitos com partículas grandes (ASKELAND, 2014; CALLISTER, 2012).

A regra fornece um limite teórico superior e inferior em propriedades como o módulo de elasticidade, densidade de massa, resistência à tração, condutividade térmica e condutividade elétrica. Em geral, existem dois modelos, um para cargas axiais e um para cargas transversais, apresentados em trabalhos realizados no final do século IX e início do século XX por Voigt e Reuss (VOIGT, 1889; REUSS, 1929).

Em relação ao processamento de materiais compósitos, uma variedade de técnicas é empregada dependendo da composição, propriedades e da forma desejada. Dentre elas estão processos de moldagem manual, aspersão, moldagem à vácuo, compressão, pultrusão, transferência, injeção, centrifugação, dentre outros (NAGAVALLY, 2016; DIVYA *et al.*, 2016).

2.1.2 Compósitos de Matriz Polimérica

Nesse tipo de compósito, a fase matriz consiste em um polímero. O polímero é um composto macromolecular caracterizado pela união de inúmeras unidades repetidas, denominadas de meros, que se dá através de uma reação de polimerização (CANEVAROLO, 2010).

Devido a ampla gama de propriedades, tanto polímeros de origem sintética quanto de origem naturais desempenham papéis essenciais e onipresentes na vida cotidiana, pois vão desde plásticos sintéticos familiares como o poliestireno e o polipropileno utilizados em embalagens, recipientes, tubulações, exaustores de hidrodecapagem e aparelhos ortopédicos, até os biopolímeros naturais como o DNA e as proteínas, fundamentais para a estrutura e função biológica (PAINTER, 1997; McCRUM, 1997;).

Industrialmente, quatro técnicas são empregadas para a síntese de polímeros: polimerização em massa, por dispersão, em suspensão e por emulsão. Cada uma com suas características e condições intrínsecas. O tipo de reação no qual um polímero é submetido e a técnica de polimerização que é empregada têm influência direta nas propriedades finais do material produzido (CANEVAROLO, 2010; BOTELHO, 2006). Quanto ao comportamento mecânico, a classificação dos polímeros pode ser identificada como elastômeros ou termofixos (CALLISTER, 2012).

A conjunção de propriedades como flexibilidade, durabilidade, resistência, adaptabilidade, leveza, versatilidade, baixo custo e facilidade de confecção confere aos polímeros uma ótima escolha como material para a fase matriz, caso esteja, obviamente, em concordância com as pretensões de aplicação do compósito a ser fabricado.

2.1.3 Resinas

Os polímeros da fase matriz geralmente encontram-se como resinas, com cada resina apresentando suas características e propriedades específicas. As resinas podem ser divididas como sintéticas e naturais, sendo as sintéticas as aplicadas aos compósitos. São materiais líquidos viscosos capazes de endurecer permanentemente através de um processo de cura (COLLIN, 2005).

Diversos tipos de resinas, tanto termoplásticas quanto as termofixas, tem sido empregadas no estudo e desenvolvimento de materiais compósitos. Alguns exemplos a se citar são as resinas epóxis, poliésteres, poliamidas, fenólicas, bismaleimidas, de poliuretano,

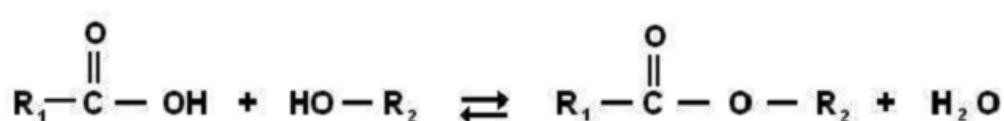
silicone, vinil. Cada uma com características únicas de cor, propriedades térmicas, mecânicas e químicas.

Apesar de existir a utilização de termoplásticos, é estimado que mais de 75 % das matrizes poliméricas tem seu emprego fundamentado através de resinas termofixas (PAIVA *et al.*, 1999).

2.1.4 Resina Poliéster Termofixa

A reação de síntese de uma resina poliéster é classificada como condensação em etapas, e consiste na interação de uma base orgânica (álcool) com um ácido, resultando em uma reação de esterificação, tendo como produtos água e éster, como pode ser observado na Figura 2.2. Caso um ou ambos constituintes apresentem insaturação, o poliéster será insaturado (LEVY NETO e PARDINI, 2006).

Figura 2.2 – Mecanismo de síntese de um éster insaturado.



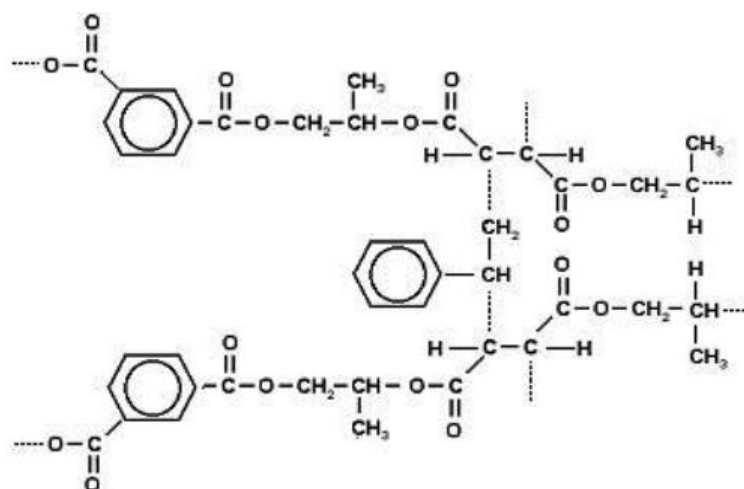
Fonte: Levy Neto e Pardini, 2006.

O polímero resultante apresenta-se no estado sólido à temperatura ambiente, no qual comumente são utilizados monômeros (tal qual o estireno) para diminuir a viscosidade tornar mais simples seu manejo, além de ter cooperação durante o processo de polimerização do material, que agora efetivamente é considerado como resina (PEDROSO, 2002; TARGA *et al.*, 2009).

Dentre os principais tipos de resina poliéster, podem ser classificadas também de acordo com sua estrutura, sendo essas isoftálica, tereftálica e ortoftálica (CANEVAROLO, 2010).

No caso do poliéster isoftálico, suas moléculas são conectadas às moléculas do monômero de estireno aos pontos reativos de insaturação, apresentando as ligações cruzadas para a copolimerização poliéster-estireno (CUNHA, 2015). Tal estruturação pode ser observada na Figura 2.3.

Figura 2.3 – Estrutura da copolimerização entre poliéster e o estireno.



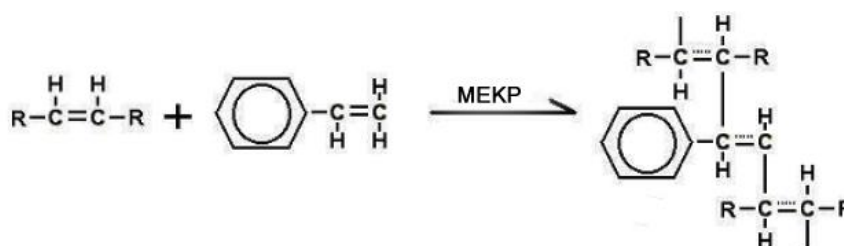
Fonte: Cunha, 2015.

Ao longo da etapa de fabricação do compósito com a matriz de poliéster, reações de polimerização, mudanças reológicas e processos exotérmicos são comuns, bem como influenciam no aspecto e propriedades do material obtido.

A cura da resina pode ser realizada mediante a formação de um polímero termofixo reticulado, ocorrendo através de um processo de poliadição através do rompimento de duplas ligações e formação de interligações, no qual se utiliza um iniciador, geralmente peróxido de metil-etil-cetona (MEK-P) para promover tal efeito. O iniciador pode ainda ser acelerado por outro composto, chamado de ativador, comumente sendo soluções de naftanato/octoato de cobalto (CoNap) ou dimetilânilina (DMA).

A quantidade de iniciador e ativador controlam a taxa de velocidade da reação, influenciando diretamente no tempo de gel e cura total do material (COSTA, 2016). A Figura 2.4 exibe a estrutura e o mecanismo do processo de cura da resina poliéster.

Figura 2.4 – Mecanismo de cura da resina poliéster.



Fonte: Costa, 2016.

2.2 Uso de Cargas Minerais em Compósitos

Dentre as diversas cargas (podendo atuar como reforço efetivo ou não) que podem ser utilizadas nos compósitos de matriz polimérica, encontram-se as cargas minerais.

Tais cargas são atrativas principalmente devido ao baixo custo e apelo ambiental, que ocorrem no caso da reutilização de resíduos sólidos industriais, por exemplo. Contudo, as justificativas para seu emprego não param por aí, características como menor exotermia durante o processo de cura do poliéster, elementos de pigmentação e efeitos de retardância à chama, propriedades de isolamento elétrico, tixotropia, resistência ao desgaste e abrasão: todos são pontos positivos que a utilização de cargas oferece ao material (GRISON *et al.*, 1987).

Vale ressaltar, entretanto, que a proporção de carga mineral utilizada deve ser muito bem dosada e investigada, pois em diversos casos observa-se uma tendência de defasagem nas propriedades mecânicas do material, tais como tração e flexão (GRISON *et al.*, 1987).

2.2.1 Resíduos Sólidos Industriais

Segundo a norma NBR 10.004 (2004), os resíduos industriais são definidos como “resultado de atividades de origem industrial, doméstica, hospitalar, comercial, agrícola, de serviços e de varrição”.

A norma continua, ainda: “ficam incluídos nesta definição os lodos provenientes de sistemas de tratamento de água, aqueles gerados em equipamentos e instalações de controle de poluição, bem como determinados líquidos cujas particularidades tornem inviável o seu lançamento na rede pública de esgotos ou corpos de água, ou exijam para isso soluções, técnica e economicamente inviáveis, em face à melhor tecnologia disponível”.

É crescente a preocupação a respeito da geração de resíduos sólidos atualmente, pois como é elucidado em sua definição pela NBR, os mesmos apresentam particularidades que dificultam seu processamento e deposição.

Dessa forma, quando não são tratados de maneira adequada, representam um perigo iminente a saúde pública e ao meio ambiente. Dessa forma, as indústrias enfrentam grande dificuldade no que tange a administração de tais resíduos, pois a conciliação entre a evolução tecnológica e a sustentabilidade ainda é um desafio grande (SILVA, 2004; SANTOS, 2007).

Tendo em vista que os resíduos sólidos que são gerados pelo setor de beneficiamento de minérios e que apresentam alto teor de material mineral contido, sua utilização como carga em compósitos é justificada pelos benefícios anteriormente citados no tópico 2.2.

2.2.1.1 Lama Vermelha

Dentre os diversos tipos de resíduos industriais gerados na região Amazônica, um dos que apresenta volume mais proeminente e estudos a respeito é a lama vermelha, oriunda do beneficiamento da bauxita.

A lama vermelha possui pH altamente alcalino e é constituída por partículas de fina granulometria, com cerca de 325 mesh, sendo gerada em uma das etapas do processo Bayer. A composição da lama vermelha pode variar conforme a origem da bauxita e do método de tratamento utilizado durante o processo (SILVA FILHO, 2007). É rotulada como resíduo sólido de Classe I – resíduo industrial perigoso, e seu dano ambiental é considerável, pois normalmente é disposta em grandes lagoas de sedimentação (NBR 10.004, 2004).

Dados do anuário mineral (ANM, 2017) relativos ao estado do Pará, exibem uma produção beneficiada de alumínio (bauxita) de 35.221.777 toneladas. Dentre as principais empresas mineradoras estão a Rio do Norte A.S., Paragominas S.A. e Alcoa World Alumina Brasil Ltda., com participação de, respectivamente, cerca de 43 %, 35 % e 16 % do total beneficiado. A Figura 2.5 demonstra a bacia que armazena o resíduo de lama vermelha, proveniente da Hydro Alunorte, localizada no município de Barcarena, no estado do Pará.

Figura 2.5 – Imagem de satélite do depósito do resíduo de lama vermelha.



Fonte: Google Earth, 2019.

2.2.1.2 Caulim

Durante o processo de beneficiamento do caulim, são produzidos resíduos à base de sílica, caulinita e mica em quantidades expressivas, produzindo-se 80 % a 90 % de resíduos em cima do volume total explorado. Dois tipos de resíduos são gerados a partir da produção de papel na região Amazônica: o primeiro é constituído basicamente de quartzo e o segundo pelo argilomineral caulinita (MAIA, 2007; MAIA, 2011).

A respeito dos dados do beneficiamento do caulim, a Imerys Rio Capim Caulim detém aproximadamente 40 %, acompanhada pelas empresas CADAM S/A e Pará Pigmentos S/A, ambas pertencentes ao grupo Vale, com respectivamente 29 % e 22 %. As principais minas encontram-se nos municípios de Ipixuna, no estado do Pará, e em Vitória do Jari, no Amapá (FARIAS, 2009; MONTE *et.al*, 2001).

A respeito do caulim de interesse, que segue para outras etapas do beneficiamento, caracteriza-se por ser um mineral quimicamente inerte com uma ampla faixa de pH. A coloração esbranquiçada é marcante e representa ótimo poder de cobertura quando usado como pigmento, além de outras aplicações como carga de preenchimento. Propriedades como a maciez e baixa abrasividade, baixas condução térmica e elétrica e seu menor custo o coloca em destaque em relação a maioria dos outros minerais com o qual concorre (MÁRTIRES, 2008).

A Figura 2.6 demonstra onde é armazenado o resíduo de caulim, proveniente da Imerys Rio Capim Caulim, localizada no município de Barcarena – PA.

Figura 2.6 – Imagem de satélite do depósito de resíduo de caulim.



2.2.1.3 Cobre

O resíduo de cobre é produto do tratamento de minérios como a calcopirita e a cuprita, contém elementos como ferro, alumina, óxido de cálcio, sílica. Cerca de 2,2 toneladas de resíduos de cobre são gerados para cada tonelada de produção do metal, consequentemente, aproximadamente 24,6 milhões de toneladas de resíduos são gerados a cada ano, com base na produção mundial de cobre (ÇORUH *et al.*, 2006).

A escória de cobre e os resíduos de flotação são, geralmente, eliminados sem tratamento prévio em áreas em torno da instalação industrial, promovendo a deterioração ambiental daquela região (ÇORUH *et al.*, 2006).

As duas maiores beneficiadoras nacionais de minério de cobre encontram-se no estado do Pará, sendo a Salobo Metais S.A. e a Vale S.A. com fatias de aproximadamente 52 % e 22 % da produção beneficiada total nacional, de cerca de 1.113.016 toneladas (ANM, 2017).

A Figura 2.7 demonstra a mina do sossego, localizada no município de Canaã dos Carajás, no estado do Pará, de onde é oriundo o resíduo de cobre utilizado neste trabalho.

Figura 2.7 – Imagem de satélite do depósito do resíduo de cobre.



Fonte: Google Earth, 2019.

2.2.1.4 Cinzas Volantes

A combustão em altas temperaturas de carvão mineral acaba por gerar dois tipos de resíduos: cinzas pesadas e cinzas volantes, ambos igualmente danosos ao meio ambiente (WARPECHOWSKI *et al.*, 1999). São materiais de qualidade heterogênea, cuja composição

depende fortemente das características do carvão utilizado e dos parâmetros envolvendo a calcinação (KIHARA, 1983). Apesar da variação de composição das cinzas, não é incomum encontrar cristais de sílica, alumina e óxido de ferro (MEHTA e MONTEIRO, 1994).

O tamanho das partículas das cinzas volantes variam em diâmetros de menos de 1 até cerca de 300 μm . Essas partículas se formam com resfriamento rápido de gotículas viscosas, fundidas ou até mesmo matéria mineral vaporizada que estava inicialmente presente no produto de combustão. A principal consequência do resfriamento rápido é que apenas alguns minerais terão tempo para cristalizar. No entanto, alguns minerais refratários presentes no carvão pulverizado não irão fundir inteiramente, permanecendo cristalinos (SNELLINGS, 2012).

A respeito dos dados nacionais do volume de geração de cinzas, um total de 1,7 milhões toneladas por ano é estimado, dentre os quais 80 % são do tipo cinzas volantes.

Menos da metade do que é gerado é reutilizado, enquanto que o restante é ou utilizado para recompor minas de carvão desativadas ou simplesmente transferido para bacias de rejeitos (ROCHA JUNIOR, *et.al*, 2012). A Figura 2.8 demonstra a Hydro Alunorte, localizada no município de Barcarena – PA, de onde é oriundo o resíduo de cinza volante utilizado neste trabalho.

Figura 2.8 – Imagem de satélite do depósito do resíduo de cinzas volantes.



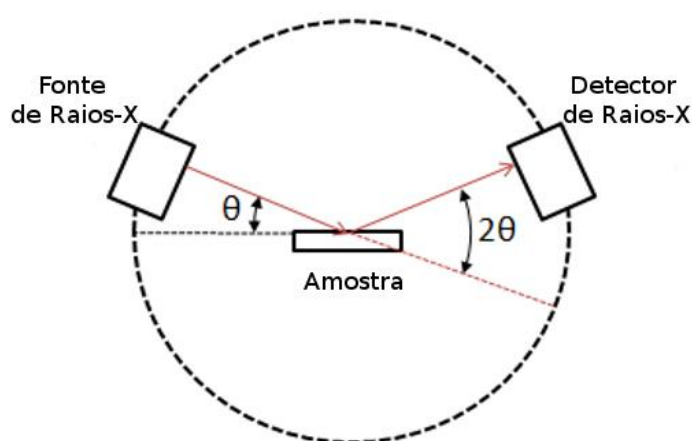
Fonte: Google Earth, 2019.

2.3 Difração de Raios-X (DRX)

No início do século XX, o cientista alemão Max von Laue observou a existência de um fenômeno da interferência construtiva de Raios-X monocromáticos em uma amostra cristalina, descobrindo que tais amostras atuam como redes de difração tridimensionais para comprimentos de onda similares ao espaçamento de seus planos cristalinos (HILGER, 1952; KLUG, 1974). O fenômeno ondulatório da interferência é caracterizado por uma direção da onda definida, apresentando mesma fase e mesma energia em relação à onda de incidência. É importante para o sucesso das análises que as condições presentes na Lei de Bragg sejam respeitadas (BLEICHER, 2000).

A técnica analítica de difração de Raios-X em pó (DRX) é usada, sobretudo, para a identificação de fase de um material cristalino, pois fornece informações sobre as dimensões das células unitárias, sendo útil na análise de minerais e compostos inorgânicos. O material analisado é pulverizado, homogeneizado e é determinada a composição média do volume. A caracterização de sólidos desconhecidos é indispensável para estudos em ciências ambientais e geologia, bem como em ciência e engenharia dos materiais (CULLITY, 1978; MOORE, 1997). A Figura 2.9 exhibe, de maneira simplificada, o funcionamento de um equipamento de DRX.

Figura 2.9 – Esquema de incidência de Raios-X.



Fonte: Laboratório de Física Moderna, Instituto de Física Wataghin, UNICAMP.

<http://sites.ifi.unicamp.br/ifmoderna/conteudos/difracao-de-raios-x/>

2.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

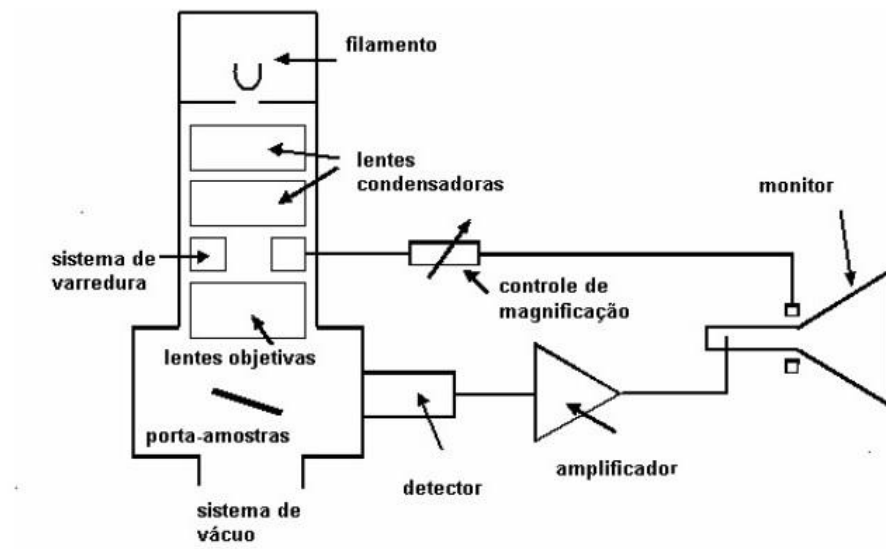
A análise microestrutural dos materiais é de extrema importância para o estudo de suas características e propriedades, dado que o micro influencia diretamente no que é observado no macro. Dentre as diversas técnicas de análise microestrutural, encontra-se a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os primeiros estudos a respeito são datados do início do século XX em trabalhos realizados pelos cientistas Knoll (1935) e Von Ardenne (1938).

O primeiro MEV comercializado remete a década de 60, pela Cambridge instrumentos científicos, com o modelo Stereoscan. Hoje em dia, os modelos mais modernos contam com estruturas digitais que armazenam imagens de maneira e permitem conexão com a internet (DEDAVID, GOMES e MACHADO, 2007).

O MEV consiste, basicamente, em um equipamento capaz de providenciar características sobre a morfologia e a identificação de elementos químicos de uma amostra sólida, com valores na ordem de cinco até menos de um nanômetro (NAGATANI et al. 1987). Outra qualidade a se destacar é a grande profundidade de campo do equipamento, capaz de gerar imagens com aparência tridimensional a partir das amostras utilizadas. A possibilidade de profundidade de foco e de pequenos aumentos se mostra de grande utilidade, tendo em vista que a imagem eletrônica serve de complemento para imagens ópticas (DEDAVID, GOMES e MACHADO, 2007).

A técnica de microscopia eletrônica de varredura em materiais compósitos tem grande utilidade durante a análise fractográfica, pois é possível estudar a morfologia da superfície e correlacionar os mecanismos, causas e modo da falha do material estudado (CÂNDIDO, 2014). A Figura 2.10 demonstra os componentes de um equipamento de microscopia eletrônica de varredura tradicional.

Figura 2.10 – Esquema Detalhado dos componentes do MEV.



Fonte: Adaptado de Dedavid, Gomes e Machado, 2007.

2.5 Ensaios Físicos

A caracterização física com ensaios de absorção de água, determinação de porosidade e massa específica de diversos materiais tem importância destacada para o entendimento e correlação das propriedades exibidas. No caso dos compósitos (seja com fibras ou com partículas) o efeito, por exemplo, da absorção de água, está diretamente relacionado a propriedades mecânicas e dimensionais dos mesmos (MUÑOZ, 2015).

De acordo com a norma NBR 12.766 (1992) da ABNT, ensaios de absorção de água (AA), porosidade aparente (PA) e massa específica aparente (MEA) podem ser realizados mediante a obtenção de dados de massa dos corpos de prova, aplicando-os nas Equações 1, 2 e 3.

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

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

$$MEA = \frac{M_s}{M_u - M_i} \text{ kg/m}^3 \quad (3)$$

Onde M_u é a massa úmida, M_s é a massa seca e M_i é a massa imersa.

2.6 Ensaios Mecânicos

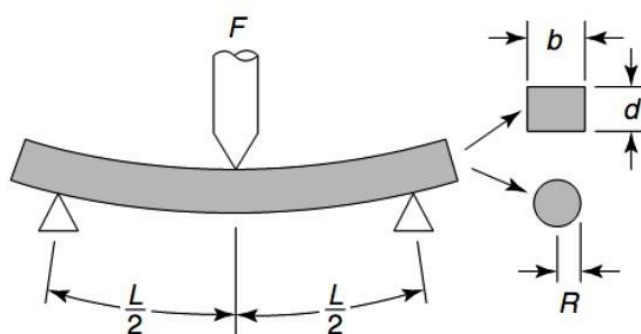
A relação entre uma carga ou força aplicada e a resposta de deformação ou fratura de um material é reflexo direto das suas propriedades mecânicas. A obtenção de dados referentes a propriedades como, por exemplo, ductilidade, tenacidade e módulos de resistência, facilitam o projeto, desenvolvimento e cumprimento de exigências dos materiais, bem como o controle de qualidade e a implementação de fatores de segurança mediante a aplicação desejada (CALLISTER, 2012).

Dentre os principais ensaios mecânicos/destrutivos que podem ser realizados nos materiais compósitos para determinação de suas propriedades, encontram-se os ensaios de flexão e tração (JONES, 1999).

2.6.1 Flexão

De acordo com a norma ASTM D 790, os dados gerados pelo ensaio de flexão são geralmente obtidos para selecionar quais partes do material irão suportar solicitação sem que se flexionem ou fraturem. Na Figura 2.11 pode-se notar o esquema da realização do ensaio, no qual os cálculos são baseados.

Figura 2.11 – Representação esquemática do ensaio de flexão.



Fonte: Callister, 2012.

Dentre as propriedades obtidas durante um ensaio de flexão, está o módulo de ruptura a flexão, de tenacidade, resiliência e elasticidade. A Equação 4 exhibe o cálculo que pode ser realizado da tensão de ruptura à flexão (TRF) em MPa, para um ensaio de três pontos, em um material compósito com seção transversal retangular.

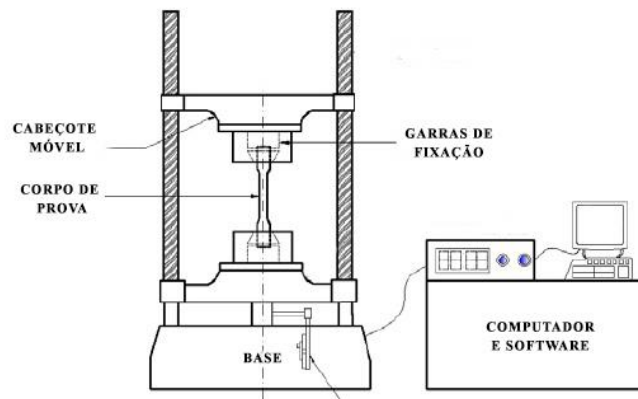
$$TRF = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (4)$$

Onde P é carga do instante da ruptura em Newtons, L é a distância em milímetros entre e b e h são dimensões de altura e largura do corpo de prova, também em milímetros.

2.6.2 Tração

Ao se aplicar uma tensão com característica uniaxial e crescente em um material compósito, é possível mensurar o seu comportamento de maneira precisa até o momento da sua ruptura, que varia dependendo das propriedades de ductilidade, fragilidade e adesão entre a matriz e o reforço estudado. O ensaio de tração permite medir satisfatoriamente diversos parâmetros de resistência mecânica, o que justifica sua ampla utilidade como teste para os materiais compósitos de engenharia, empregados desde estudos laboratoriais até processos de cunho industrial (JONES, 1999). A Figura 2.12 demonstra o esquema básico de um equipamento utilizado para o ensaio de tração.

Figura 2.12 – Esquema de componentes de um equipamento de tração.



Fonte: Adaptado de Sabarinathan, 2012.

Para os materiais compósitos de matriz polimérica, desde que sejam obedecidos os parâmetros estabelecidos pela norma ASTM D 3039, a tensão de resistência à tração (TRT) em MPa pode ser determinada pela relação entre a carga aplicada no corpo de prova com sua área útil, de acordo com a Equação 5.

$$TRT = \frac{F}{A} \quad (5)$$

Onde F é carga aplicada em Newtons, A é área útil da seção transversal do corpo de prova, em milímetros quadrados. O módulo de elasticidade (E) em MPa pode, ainda, ser calculado utilizando-se a Equação 6.

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

No qual TRT é tensão de resistência à tração em MPa e ε é a deformação do corpo de prova.

2.7 Ensaio de Flamabilidade

Segundo Kandola (2001), materiais compósitos, em especial os que apresentam matrizes poliméricas, podem apresentar alta suscetibilidade a queima de evolução de fumaça devido as natureza química dos polímeros e dos materiais que são geralmente utilizados na fase dispersa.

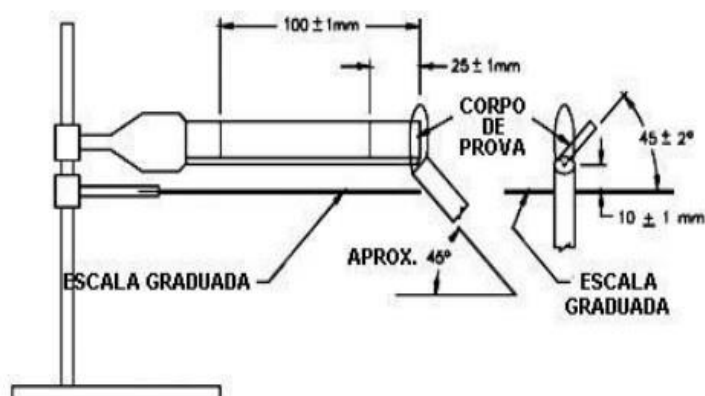
Compósitos reforçados com fibras têm baixo desempenho de resistência à chama, pois as fibras podem atuar como combustível. Já para os compósitos reforçados com partículas, o fator determinante para a propagação da chama jaz nas características da matriz (KANDOLA, 2001). O estudo da flamabilidade de materiais compósitos tem destaque especial nas aplicações que envolvem susceptibilidade de incêndio, tais como revestimento de automóveis, aeronaves e na construção civil (RIBEIRO *et al.*, 2013).

A taxa de propagação de chama pode ser calculada de acordo com os parâmetros da norma ASTM D 635 de flamabilidade horizontal em compósitos poliméricos, através da Equação 7.

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

Onde L é o comprimento útil do corpo de prova em milímetros e t é o tempo, em segundos, no qual a chama leva para percorrer o comprimento útil. O aparato utilizado no ensaio é exibido na Figura 2.13.

Figura 2.13 – Esquema do aparato utilizado durante o ensaio de flamabilidade horizontal.



Fonte: Ribeiro, 2013.

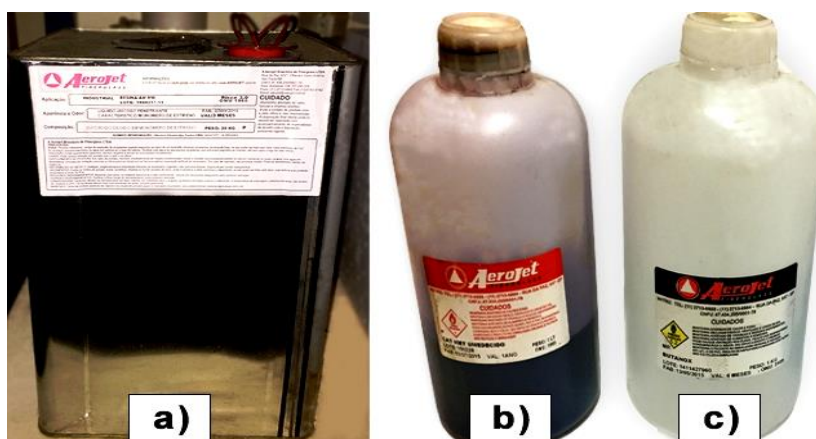
3 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.1 Materiais

3.1.1 Resina e Sistema Catalítico

A Figura 3.1 exibe os constituintes da resina utilizada para a confecção da fase matriz, todos provenientes da empresa AEROJET® Brasileira Fiber Glass Ltda.

Figura 3.1 – Produtos AEROJET® a) Resina Poliéster; b) Ativador; c) Iniciador.



Fonte: Elaborado pelo autor.

O sistema catalítico obedece a seguinte ordem de inserção:

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

As proporções utilizadas de iniciador e o ativador foram de, respectivamente, 1 % e 1,5 % (v/v), baseadas em trabalhos anteriores realizados por CUNHA (2015) e COSTA (2016). A Tabela 3.1 apresenta dados informados pelo fabricante, onde é possível observar as principais características da resina utilizada.

Tabela 3.1 – Ficha técnica da resina utilizada.

Propriedade	Unidade	Medida
Densidade a 25 °C	kg/m ³	0,0011 – 0,00115
Viscosidade Brookfield a 25	cP	500 - 600
Gel Time a 25 °C	min	6 - 8
Intervalo Simples	min	5 - 7
Pico Exotérmico	°C	180 - 200
Índice de Acidez	mg KOH/g	Máximo 15
Teor de Sólidos	%	59 - 63

Fonte: Boletim técnico AEROJET[®].

3.1.2 Resíduos de Lama Vermelha, Caulim, Cobre e Cinzas Volantes

Todos os resíduos industriais utilizados passaram pelo mesmo tratamento, onde foram submetidos à secagem em estufa por oito horas e peneiramento manual utilizando-se uma peneira de 100 mesh (0,149 mm) da série Tyler. A Figura 3.2 demonstra os resíduos após serem classificados e armazenados.

Figura 3.2 – Resíduos industriais após o processo de peneiramento: a) Lama vermelha; b) Caulim; c) Cobre; d) Cinzas volantes.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Os resíduos de Lama vermelha e cinzas volantes foram cedidos pela Hydro Alunorte, o resíduo de caulim pela Imerys Rio Capim Caulim, enquanto que o resíduo de cobre é oriundo da região de Canaã dos Carajás, na mina do sossego.

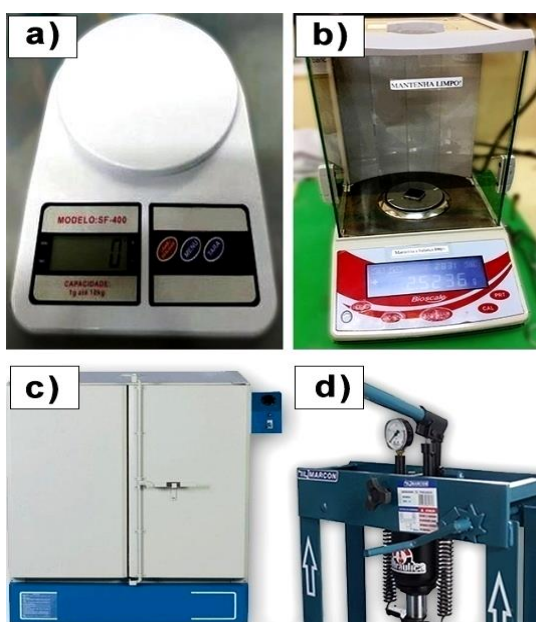
3.2 Procedimentos Experimentais

Todos os equipamentos utilizados neste trabalho encontram-se no Laboratório de Engenharia Química (LEQ – UFPA), na Usina de Materiais (USIMAT) e no Laboratório de Síntese de Materiais Porosos (LAMP).

O processo inicial de preparação dos materiais compósitos consiste na determinação das massas dos constituintes da fase matriz e fase dispersa, procedimentos realizados em uma balança digital, ELETRONIC COMPACT SCALE modelo SF-400. Na etapa de ensaios físicos, utilizou-se uma balança analítica da marca BIOSCALE, modelo FA-2204.

Para o processo de secagem dos resíduos industriais, utilizou-se uma estufa da marca DE LEO – Equipamentos Laboratoriais, T 50 °C a 250 ° C. Na etapa de prensagem, uma prensa hidráulica da marca MARCON, modelo MPH-15, com capacidade de 15 toneladas. Todos os equipamentos mencionados são demonstrados na Figura 3.3.

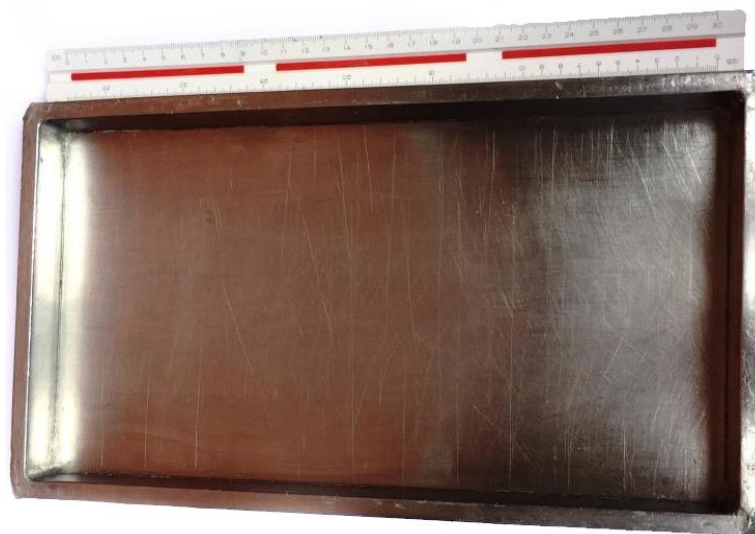
Figura 3.3 – Equipamentos utilizados: a) Balança digital; b) Balança analítica; c) Estufa; d) Prensa hidráulica.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Já para a confecção materiais compósitos (em forma de placas), utilizou-se um molde de aço inoxidável com dimensões de 320 mm x 172,5 mm x 5 mm. O molde pode ser observado na Figura 3.4.

Figura 3.4 – Molde de aço inoxidável.



Fonte: Elaborado pelo Autor.

3.2.1 Caracterização Mineralógica dos Resíduos

A análise mineralógica, realizada com intuito de identificar as fases cristalinas do material, foi realizada através da técnica de Difração de Raios-X, cujas amostras dos resíduos foram preparadas mediante processos de quarteamento e homogeneização, para adequação dos tamanhos dos grãos e aumento da relevância da amostra dos resíduos analisados. As análises foram efetuadas por um o Difratorômetro de Raios-X modelo X'PERT PRO MPD (PW 3040/60 da PANalytical, com Goniômetro PW3050/60 (Theta/Theta) e com tubos de Raios-X cerâmico de ânodo de Cu ($K\alpha_1=1,540598 \text{ \AA}$), modelo PW3373/00, foco fino longo, 2200 W, 60 kv. A Figura 3.5 ilustra o equipamento.

Figura 3.5 – Difratorômetro de Raios-X.



Fonte: PANalytical, 2018.

3.3 Processo de Confecção dos Materiais Compósitos

Os resíduos foram submetidos a um processo de secagem em uma estufa por oito horas e submetidos manualmente a uma peneira de 100 mesh da série Tyler. Os materiais compósitos foram fabricados na Usina de Materiais do Laboratório de Engenharia Química utilizando-se a técnica denominada *hand lay-up*, um método manual para confecção de placas. Através de cálculos pré-determinados, estabeleceram-se composições variando em proporções de 0 %, 5 %, 15 %, 25 % e 35 % em massa, para cada resíduo.

Fez-se, então, o preparo da mistura seguindo a seguinte ordem de colocação (onde cada constituinte foi misturado até ser homogeneizado): resina, ativador (1,5 % v/v), resíduo industrial e iniciador (1 % v/v). Paralelamente, aplicou-se desmoldante no molde metálico para evitar o contato direto com o compósito e facilitar sua retirada após o processo de prensagem. Vazou-se a mistura no molde metálico de maneira uniforme. O molde foi, então, conduzido até uma prensa hidráulica da marca NilMarcon, onde foi submetido por 20 minutos a uma carga fixa de 2,5 t, ou aproximadamente 24.5166 kN.

A elaboração dos corpos de prova foi efetuada utilizando-se um cortador serra mármore e uma mini retífica de marca Dremell para o acabamento. A Figura 3.7 apresenta um Fluxograma com o resumo da fabricação realizada dos materiais compósitos através do método manual.

Figura 3.6 – Fluxograma de fabricação dos compósitos.

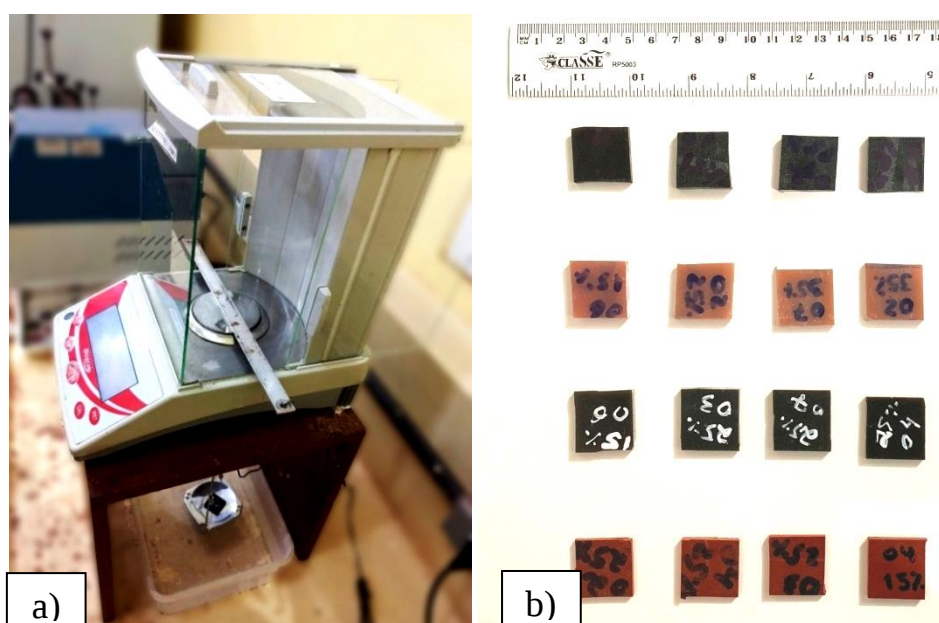


3.4 Caracterização Física

Os ensaios de Absorção de Água (AA), Porosidade Aparente (PA) e Massa Específica Aparente (MEA) foram realizados utilizando-se uma balança analítica e um aparato de suspensão, como demonstrado na Figura 3.11, que também exibe alguns corpos de prova.

Os ensaios seguiram os parâmetros da norma NBR 12.766/1992. Os dados foram coletados e aplicados nas Equações 1, 2 e 3 mencionadas no tópico 2.5.

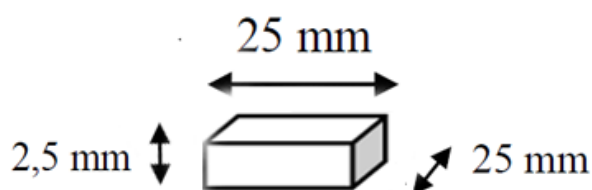
Figura 3.7 – (a) Aparato para medição da massa imersa; b) Corpos de prova para os ensaios físicos.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 3.8 exibe as dimensões do corpo de prova para os ensaios físicos, elaborados utilizando um cortador serra mármore a partir dos compósitos confeccionados.

Figura 3.8 – Dimensões dos corpos de prova para os ensaios físicos.



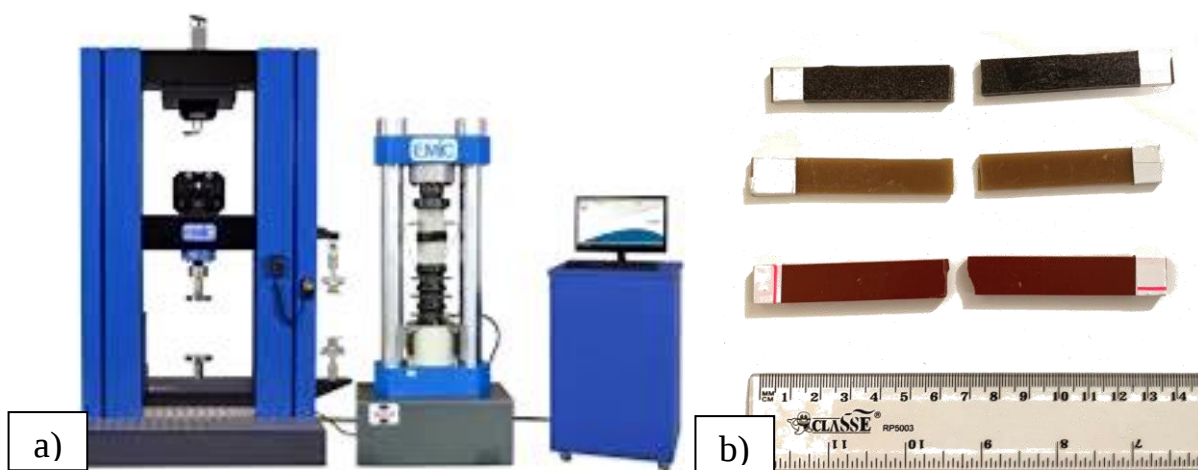
Elaborado pelo autor.

3.5 Ensaios Mecânicos

3.5.1 Flexão

O ensaio de flexão foi realizado em uma máquina da marca EMIC, modelo DL 500 com célula de carga de 5 kN. A velocidade de deslocamento do cabeçote no ensaio foi configurada em 2 mm/min, de acordo com a norma ASTM D 790. O equipamento pode ser visualizado na Figura 3.12 juntamente com alguns corpos de prova após o ensaio.

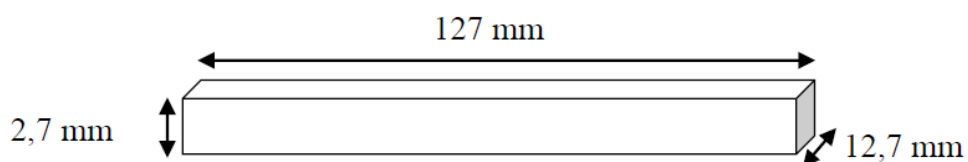
Figura 3.9 – (a) Equipamento utilizado para o ensaio de flexão; (b) Corpos de prova (flexão) fraturados.



Fonte: EMIC, 2014; Elaborado pelo Autor.

A Figura 3.9 exibe as dimensões dos corpos de prova elaborados para o ensaio de flexão.

Figura 3.10 – Dimensões para os corpos de prova utilizados no ensaio de flexão e flamabilidade.

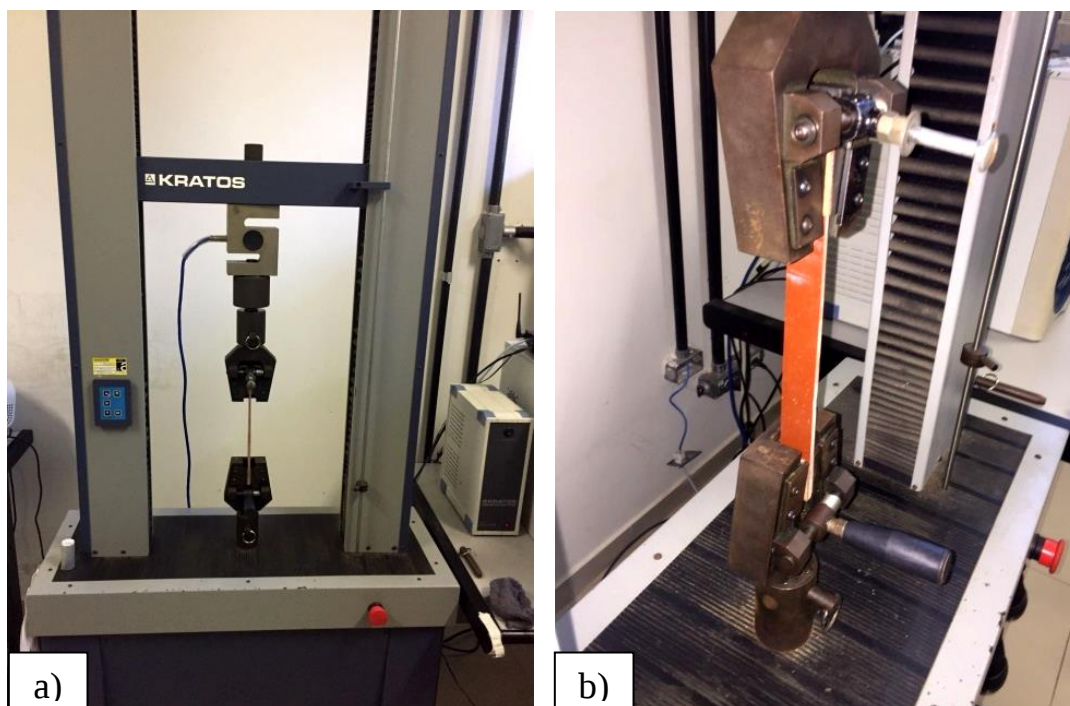


Fonte: Elaborado pelo autor.

3.5.2 Tração

No ensaio de tração, obedeceram-se os parâmetros da norma ASTM D 3039 e o equipamento utilizado foi uma máquina modelo KE 2000 MP da marca KRATOS, configurada com célula de carga de 5000 N a uma velocidade de 2 mm/min. O equipamento pode ser visualizado na Figura 3.13.

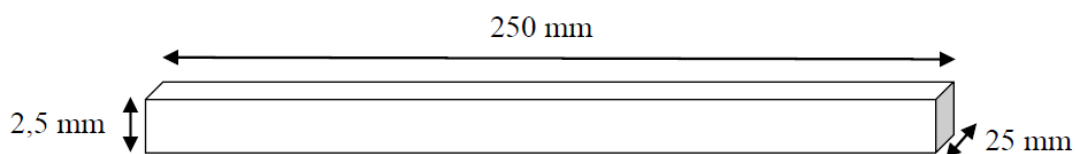
Figura 3.11 – (a) Equipamento utilizado para o ensaio de tração; b) Corpo de prova durante o ensaio.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 3.9 exibe as dimensões dos corpos de prova elaborados para o ensaio de tração.

Figura 3.12 – Dimensões para os corpos de prova utilizados no ensaio de tração.

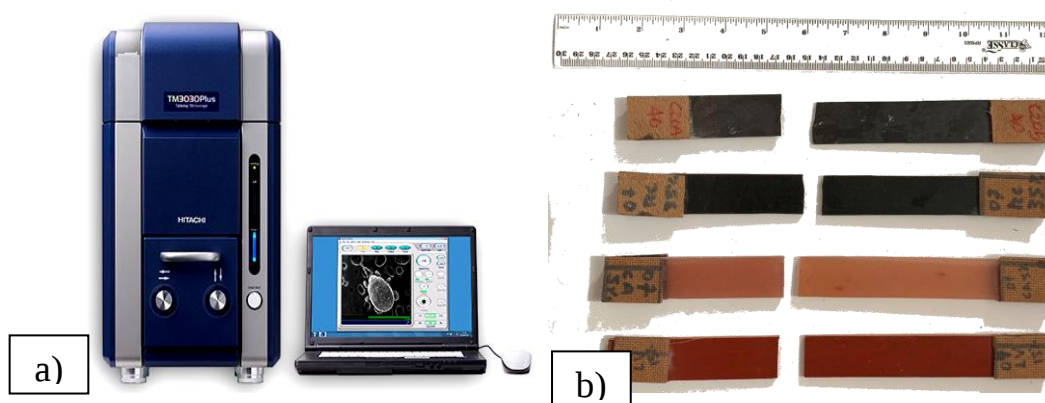


Fonte: Elaborado pelo autor.

3.6 Análise Fractográfica

A análise foi realizada utilizando um equipamento de Microscopia eletrônica de Varredura (MEV), da marca HITACHI, modelo TM 3000. A Figura 3.14 demonstra o MEV e os corpos de prova fraturados que serviram de base para algumas das análises.

Figura 3.13 – a) Microscópio eletrônico de Varredura. b) Corpos de prova de tração fraturados.

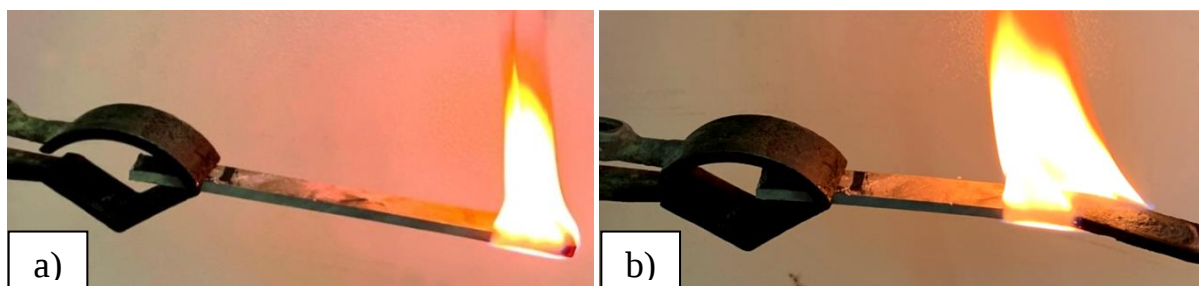


Fonte: Hitachi Ltd., 2017. Elaborado pelo Autor.

3.7 Ensaio de Flamabilidade Horizontal

Realizou-se utilizando um aparato para acoplamento e sustento do corpo de prova (cujas dimensões são as mesmas dos corpos de flexão), juntamente a um bico de Bunsen. A taxa de propagação de chama foi calculada com os dados obtidos do tempo de queima em relação ao comprimento útil do corpo de prova, seguindo as instruções da norma ASTM D 635. A Figura 3.15 demonstra o ensaio.

Figura 3.14 – Ensaio de flamabilidade horizontal.



Fonte: Elaborado pelo Autor.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

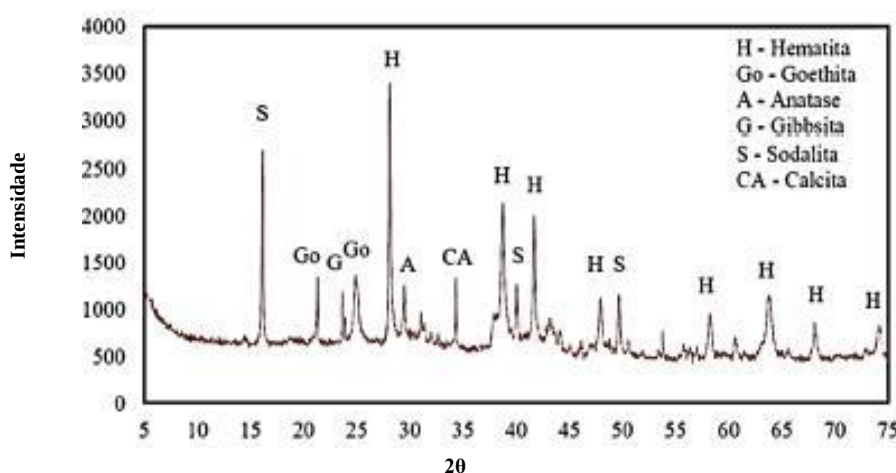
4.1 Materiais de Partida

4.1.1 Caracterizações Mineralógicas dos Resíduos (DRX)

Através dos diversos picos característicos obtidos pela técnica de Difração de Raios-X, é possível identificar-se no difratograma as principais fases minerais presentes em cada amostra.

A Figura 4.1 elucida os resultados obtidos para a análise realizada no resíduo de lama vermelha, onde os principais picos são sinalizados como sendo da hematita (H) - PDF 01-073-2234 e sodalita (S) - PDF 01-089-8955, estando em conforme com trabalhos já realizados por Cunha (2015). As características da lama vermelha podem variar dependendo da técnica empregada durante o processo Bayer e da composição química do minério de bauxita, porém, dado a natureza hidrometalúrgica do processo e a insolubilidade de compostos férricos, há de se esperar a proeminência de picos como o da hematita, que pode ser observado no difratograma.

Figura 4.1 – Difratograma realizado para a amostra de lama vermelha.

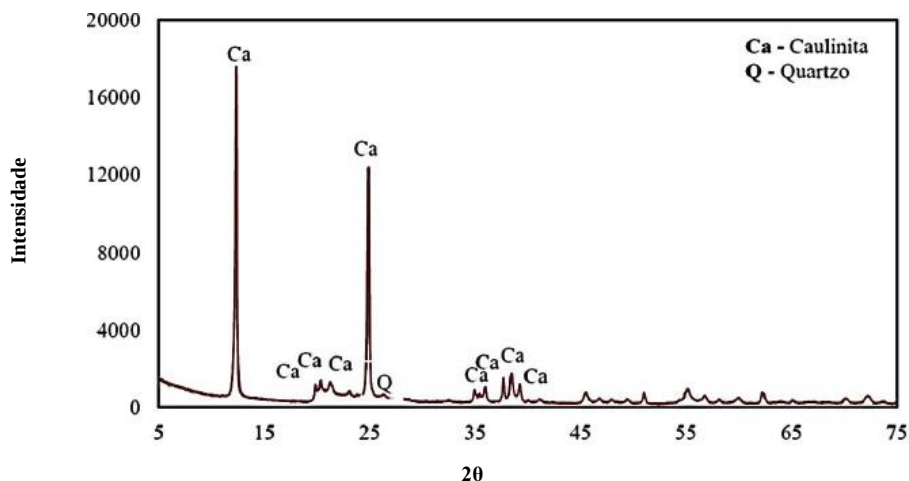


Fonte: Elaborado pelo autor.

Já para o resíduo de caulim, demonstrado na Figura 4.2, são ressaltados os picos de caulinita (Ca) e quartzo (Q), em conformidade com a literatura de referência e trabalhos realizados por Costa (2016) e Mendes (2019). Ambos minerais de acordo com as fichas PDF

14-0164 e PDF 05-0490. A composição química do resíduo de caulim é muito semelhante ao material de interesse que segue para as outras etapas do beneficiamento.

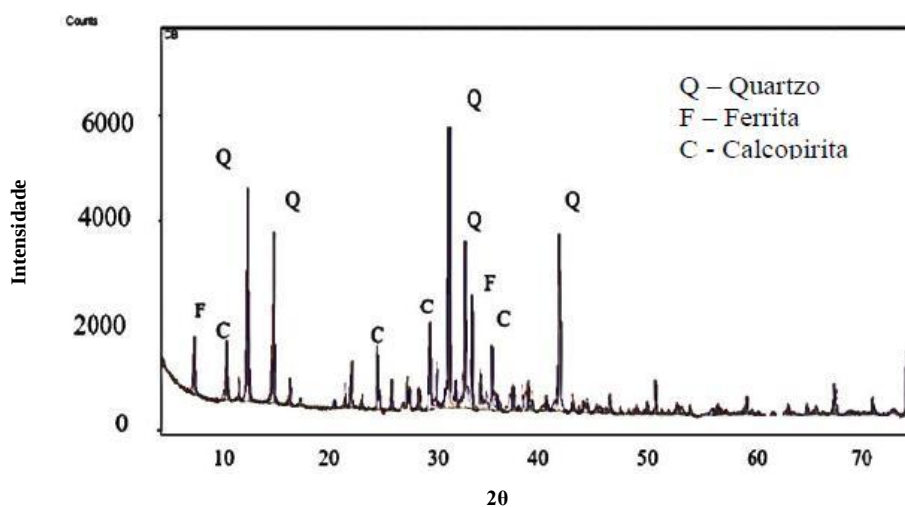
Figura 4.2 – Difratoograma para a amostra do resíduo de caulim.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Para o resíduo de cobre, os minerais de destaque no difratograma da Figura 4.3 são: quartzo (Q) conforme com a ficha pdf 01-087-2096, ferrita (F) em concordância com sua ficha pdf 01-088-1939, além de calcopirita (C) através da ficha pdf 00-001-0842. Apesar da menor ocorrência, outro mineral encontrado foi o clinoclóro, pela ficha pdf 00-029-0701. A presença desses minerais podem ser ratificadas nas análises de trabalhos feitos por Shimizu (2012), Nascimento (2014) e Pereira (2013).

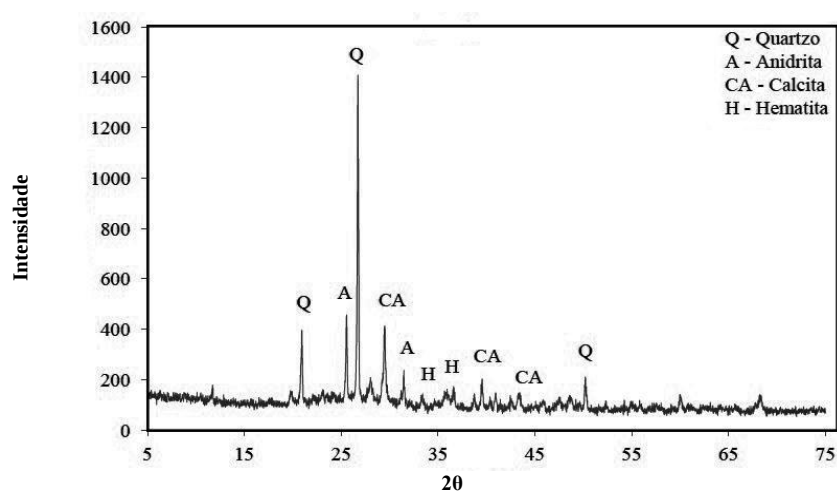
Figura 4.3 Difratoograma realizado para a amostra do resíduo de cobre.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Por fim, para o resíduo de cinzas volantes, a composição química está diretamente relacionada com o tipo de carvão utilizado e com os parâmetros estabelecidos para o processo de calcinação da mesma. É possível observar na amostra do material ensaiado, picos que sinalizam a presença de minerais identificados pelas suas respectivas fichas PDF: quartzo (Q - 03-05-0466), anidrita (A - 01-074-2421), calcita (CA - 00-005-0586) e hematita (H - 01-073-2234). Os resultados estão de acordo com trabalhos semelhantes realizados por Costa (2016) e Siqueira (2011). O difratograma pode ser visto na Figura 4.4.

Figura 4.4 – Difratograma para a amostra do resíduo de cinzas volantes.



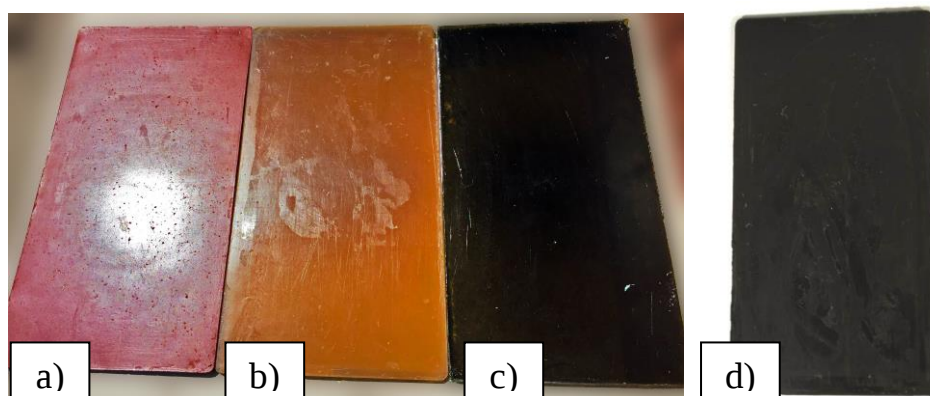
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2 Compósitos

4.2.1 Viabilidade de Confecção

A partir das composições estabelecidas, variando em massa de resíduo nas proporções de 0 %, 5 %, 15 %, 25 % e 35 %, foi possível constatar a viabilidade de confecção de compósitos para todos os resíduos industriais utilizados, através do método manual *hand lay-up*. A Figura 4.5 exibe os compósitos obtidos após o processo de cura total, onde é possível observar uma boa homogeneidade no formato da placa e na distribuição da carga mineral, bem como a ausência de deformações, trincas e outras descontinuidades aparentes que inviabilizariam sua aplicação.

Figura 4.5 – Materiais compósitos fabricados: (a) Lama vermelha; (b) Caulim; (c) Cobre; (d) Cinzas volantes.



Fonte: Elaborado pelo Autor.

Testes com composições de 45 % em massa de resíduos foram realizadas, porém, constatou-se que além da dificuldade de manejo da mistura, o resultado final não era satisfatório em relação às características de homogeneidade do material, sobretudo para o resíduo de cobre. Tal fato ocorre provavelmente por conta da massa específica de alguns dos resíduos, que em proporções mais altas sedimenta com facilidade e acaba prejudicando a distribuição homogênea desejada para o compósito.

4.2.2 Propriedades Físicas

A caracterização física dos materiais compósitos seguiu os padrões estabelecidos pela norma NBR 12.766. A Tabela 4.1 demonstra os resultados de Absorção de Água (AA), Porosidade Aparente (PA) e Massa Específica Aparente (MEA) obtidos para os compósitos com o resíduo de lama vermelha.

Tabela 4.1 – Resultados dos ensaios físicos para o resíduo de lama vermelha.

Proporção resíduo de lama vermelha	Absorção de água (%)	Porosidade aparente (%)	Massa específica aparente (kg/m ³)
Matriz Plena	0,41	0,41	0,00099
LV 5%	0,70	0,86	0,00124
LV 15%	1,08	1,38	0,00130
LV 25%	1,40	1,89	0,00133
LV 35%	1,56	1,98	0,00138

Fonte: Elaborado pelo Autor.

De acordo com Callister (2012), materiais compósitos com partículas grandes seguem a regra das misturas, onde cada fase constituinte do material compósito contribui para as propriedades efetivas do mesmo, sendo tal contribuição dependente apenas da fração volumétrica desses constitutivos. É importante ressaltar que as formulações realizadas através da regra das misturas possibilitam apenas estimativas aproximadas.

A ficha técnica provida pelo fabricante para a resina isoftálica nos informa que a MEA da mesma é de aproximadamente 0,001157 kg/m³, e de acordo com Cunha (2015), a da lama vermelha é 0,00213 kg/m³. A regra da mistura tem, então, suas afirmações ratificadas pelos resultados dos ensaios, onde é notável o aumento de MEA de acordo com o aumento do percentual em massa de lama vermelha no compósito, com um crescimento de 28,3 % para a composição LV(35 %), em relação a matriz plena.

Há também um aumento nos índices de absorção de água e porosidade aparente de acordo com o incremento proporcional de lama vermelha. Ao se relacionar a menor proporção de resíduo na matriz LV (5 %) com a maior proporção utilizada LV (35 %), observa-se que AA e PA, respectivamente, apresentam um aumento de cerca de 55 % e 56,6 %. Tal efeito pode ser explicado tanto pela hidrofília do resíduo que é alta, como também pelo método de fabricação manual utilizado para a fabricação do material compósito, cuja probabilidade de surgimento de discontinuidades tais como vazios, trincas e bolhas são acentuadas na medida

em que a matriz é saturada de resíduos. Apesar de externamente os compósitos fabricados apresentarem um bom aspecto superficial, há sempre a possibilidade de apresentarem defeitos internos que não são notados pela inspeção visual.

A Tabela 4.2 demonstra os resultados para os materiais compósitos utilizando o resíduo de caulim na fase dispersa.

Tabela 4.2 – Resultados dos ensaios físicos realizados para o resíduo de caulim.

Proporção resíduo de caulim	Absorção de água (%)	Porosidade aparente (%)	Massa específica aparente (kg/m ³)
Matriz Plena	0,41	0,41	0,00099
CA 5%	1,18	1,45	0,00127
CA 15%	1,42	1,80	0,00128
CA 25%	1,85	2,48	0,00135
CA 35%	2,07	2,92	0,00141

Fonte: Elaborado pelo Autor.

Como esperado, a regra da mistura também é mantida no caso do resíduo de caulim, cuja MEA é em média 0,00263 kg/m³ de acordo com Mendes (2019). Ao relacionar-se a matriz plena com a maior composição, um aumento na massa específica aparente de 29,8 % é observável, enquanto que os aumentos percentuais para AA, PA ao compara-se as proporção inicial CA (5 %) com a final CA (35 %) são de respectivamente 43 % e 50,3 %.

Em sequência, a Tabela 4.3 ilustra os resultados obtidos para os ensaios físicos realizados com os compósitos contendo o resíduo de cobre.

Tabela 4.3 – Resultados para as proporções utilizando o resíduo de cobre.

Proporção resíduo de cobre	Absorção de água (%)	Porosidade aparente (%)	Massa específica aparente (kg/m ³)
Matriz Plena	0,41	0,41	0,00099
CO 5%	0,95	1,17	0,00123
CO 15%	1,29	1,68	0,00131
CO 25%	1,55	2,13	0,00138
CO 35%	1,94	2,87	0,00148

Fonte: Elaborado pelo Autor.

De acordo com El Banna (2017) a massa específica média do resíduo de cobre é de 0,00286 kg/m³, logo nesse caso a regra da mistura também é respeitada, dado o aumento da

massa específica aparente do material a partir do aumento das proporções em massa de resíduo na matriz, com um percentual de 33,1 % para a maior composição em relação a composição sem inserção de resíduos. O resíduo de cobre não possui hidrofília elevada e era esperado, baseado em outros trabalhos, a diminuição nos percentuais de AA e PA a partir do aumento das proporções, o que não ocorreu. Houve um aumento considerável nas taxas, onde AA resultou em 51 % e PA em 59,2 % quando comparadas as composições de CO (5 %) e CO (35 %), o que talvez possa ser explicado tanto pelo método de fabricação e a já comentada probabilidade de surgimento de descontinuidades, bem como pelo teor de umidade do resíduo que pode não ter sido reduzido adequadamente nas etapas de secagem que precederam a confecção do material compósito.

A Tabela 4.4 exibe os resultados dos ensaios físicos utilizando o resíduo de Cinzas Volantes.

Tabela 4.4 – Resultado dos ensaios físicos para os compósitos com resíduo de Cinzas Volantes.

Proporção resíduo de cinzas volantes	Absorção de Água (%)	Porosidade Aparente (%)	Massa específica aparente (kg/m ³)
Matriz Plena	0,41	0,41	0,00099
CV 5 %	1,04	1,28	0,00120
CV 15 %	1,11	1,43	0,00129
CV 25 %	1,25	1,70	0,00137
CV 35 %	1,31	1,96	0,00146

Fonte: Elaborado pelo Autor.

É notável o aumento nos valores de massa específica aparente de acordo com a inserção progressiva de resíduos na matriz. As cinzas volantes possuem MEA média de 0,00270 kg/m³ de acordo com Costa (2016). Ao compara-se a maior composição fabricada CV (35 %), com a composição sem resíduos (matriz plena), observa-se um aumento na massa específica de cerca de 32,19 %. Isso ocorre devido ao aumento da fração volumétrica dos constituintes e é explicado de maneira semelhante aos demais resíduos, através da regra das misturas, onde cada fase do material compósito contribui diretamente para as propriedades efetivas do mesmo. O aumento gradativo nos índices de absorção de água e porosidade aparente também é evidente, e são explicados de forma análoga ao aumento da massa específica aparente.

Ao compararem-se os valores de AA e PA da menor composição confeccionada CV (5 %) com os valores da maior composição CV (35 %), nota-se um aumento de respectivamente

20,6 % e 34,7 %. As formulações utilizando cinzas volantes foram as que apresentaram as menores taxas de crescimento dentre os quatro resíduos, o que pode ser justificado pelo tamanho de partícula desse tipo de resíduo, geralmente muito finas, o que contribui para o preenchimento de vazios e diminuição dos índices de absorção de água e porosidade aparente.

Vale ressaltar que a resina poliéster apresenta característica hidrofóbica, entretanto, todos resíduos utilizados apresentam certo grau de hidrofília. Embora os resíduos sejam submetidos a um processo de secagem antes do processo de confecção, tais características hidrofílicas ainda podem eventualmente favorecer o aumento desses percentuais, que são acentuados na medida em que a matriz é saturada com os mesmos.

4.2.3 Propriedades Mecânicas (Flexão)

O ensaio de flexão nos materiais compósitos confeccionados seguiu as diretrizes da norma ASTM D 790, que explana dois tipos de ensaios: flexão a três pontos ou a quatro pontos, sendo o primeiro o mais utilizado. A Tabela 4.5 demonstra os resultados de tensão de resistência à flexão, obtidos para cada composição.

Tabela 4.5 – Dados obtidos a partir do ensaio de flexão para cada resíduo e sua respectiva composição.

Resíduo/Composição	Tensão de resistência à flexão (MPa)	Alongamento linear (mm)	Módulo de elasticidade (GPa)
Matriz Plena	63,05 ± 9,09	3,39	0,507
LV 5 %	30,79 ± 0,68	1,51	0,114
LV 15 %	32,19 ± 0,62	1,07	0,196
LV 25 %	49,32 ± 1,24	5,18	0,116
LV 35 %	44,15 ± 0,45	2,51	0,139
CA 5 %	57,11 ± 1,51	5,71	0,190
CA 15 %	70,19 ± 0,81	4,43	0,133
CA 25 %	58,79 ± 1,24	3,77	1,169
CA 35 %	68,17 ± 1,76	2,65	1,136
CO 5 %	28,81 ± 1,32	1,41	0,100
CO 15 %	40,72 ± 0,45	1,67	0,153
CO 25 %	48,25 ± 0,94	3,31	0,148
CO 35 %	46,14 ± 1,41	5,15	0,126
CV 5 %	47,19 ± 3,75	1,42	0,106
CV 15 %	49,23 ± 5,09	1,22	0,151
CV 25 %	74,71 ± 3,54	1,55	0,167
CV 35 %	39,85 ± 2,14	1,62	0,174

Fonte: Elaborado pelo Autor.

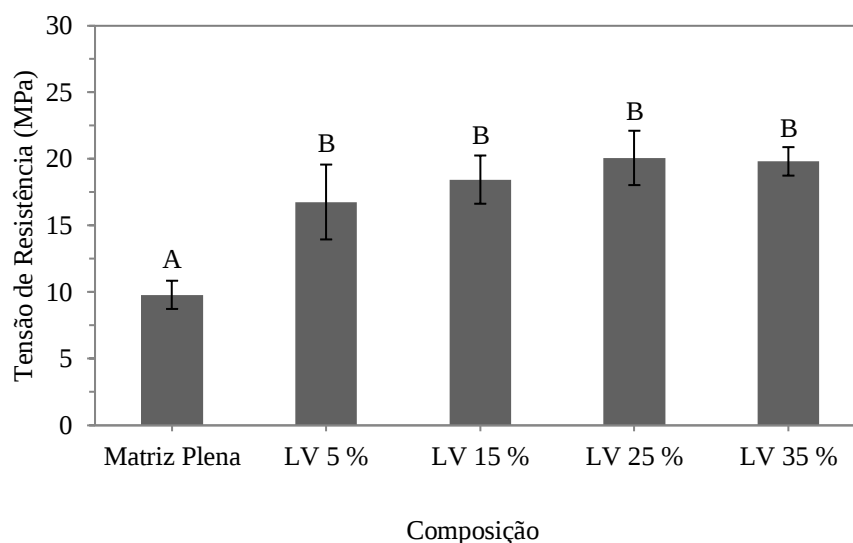
A relação entre uma carga ou força aplicada e a resposta de deformação ou fratura de um material é reflexo direto das suas propriedades mecânicas. A obtenção de dados referentes a propriedades como, por exemplo, ductilidade, tenacidade e módulos de resistência, facilitam o projeto, desenvolvimento e cumprimento de exigências dos materiais, bem como o controle de qualidade e a implementação de fatores de segurança mediante a aplicação desejada (CALLISTER, 2012). Em outras palavras, os dados gerados pelo ensaio de flexão são geralmente obtidos para selecionar quais partes do material irão suportar solicitação sem que se flexionem ou fraturem.

Além disso, de maneira a evidenciar as disparidades entre as composições, realizou-se análise de variância (ANOVA fator único) e Teste de Tukey, através do Software livre *PAST* 3.2, com confiança de 95 % e hipótese nula (H_0) rejeitada para resultados estatisticamente significativos ($p\text{-Valor} > 0,05$). Dessa forma, é possível analisar a significância estatística do efeito da inserção dos resíduos (mediante as composições analisadas) na variável dependente, tida nesse caso como a tensão de resistência à flexão.

Para o resíduo de lama vermelha, a formulação LV (25 %) foi a que exibiu melhor desempenho, com cerca de 49,32 MPa. Já as composições de LV (5 %) e LV (15 %) foram as que exibiram os resultados menos satisfatórios dentre todos os resíduos, com tensões de resistência à flexão de aproximadamente metade do valor obtido para a formulação que não envolve a adição de nenhum resíduo. As explicações para tal comportamento envolvem diversos fatores, sendo o mais provável deles, uma má dispersão e compactação do resíduo na matriz.

A Figura 4.6 exibe o gráfico que ilustra a correlação entre a tensão de resistência à flexão das composições envolvendo o resíduo de lama vermelha, com os respectivos grupos Tukey estudados, onde é possível notar que as frações analisadas são estatisticamente diferentes para o grupo A, e estatisticamente iguais para os grupos B, com probabilidade de significância de $4,80E-10$. Tal análise indica que em relação a matriz plena, a inserção dos resíduos de lama vermelha influenciou significativamente na redução da tensão de resistência à flexão.

Figura 4.6 – Comparativo entre a tensão de resistência à flexão e a inserção de resíduo de lama vermelha na matriz, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).

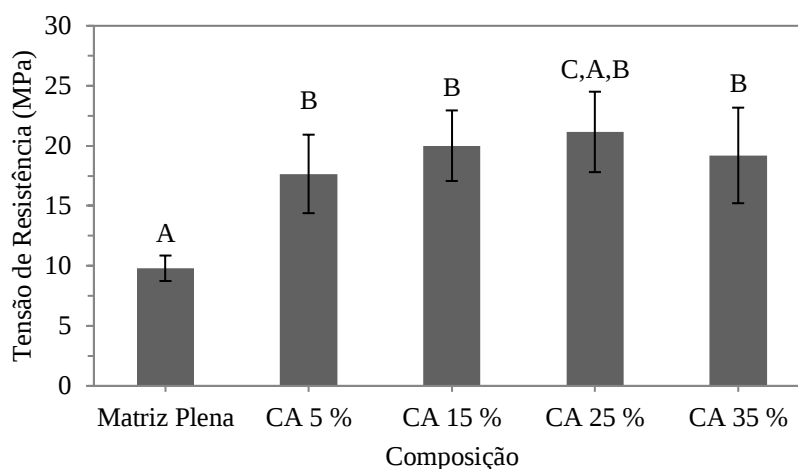


Fonte: Elaborado pelo Autor.

Em relação ao resíduo de caulim, a composição CA (15 %) exibiu um resultado favorável, com uma tensão de resistência de 70,19 MPa, aproximadamente 10,17 % maior que os 63,05 MPa citados, enquanto que as demais composições mantiveram-se menores do que esse patamar.

O valor da probabilidade de significância foi de $2,18E-6$, onde é possível observar no gráfico indicado pela Figura 4.7 que a inserção de resíduos para as composições representadas pelos grupos B influenciou diretamente na diminuição da resistência a flexão para a matriz plena, esta representada pelo grupo A. Entretanto, a composição CA (15 %) identificada pela letra C, não somente foi estatisticamente diferente da matriz plena (grupo A), como também em relação as demais composições (grupos B), por sua vez favorecendo a tensão de resistência à flexão.

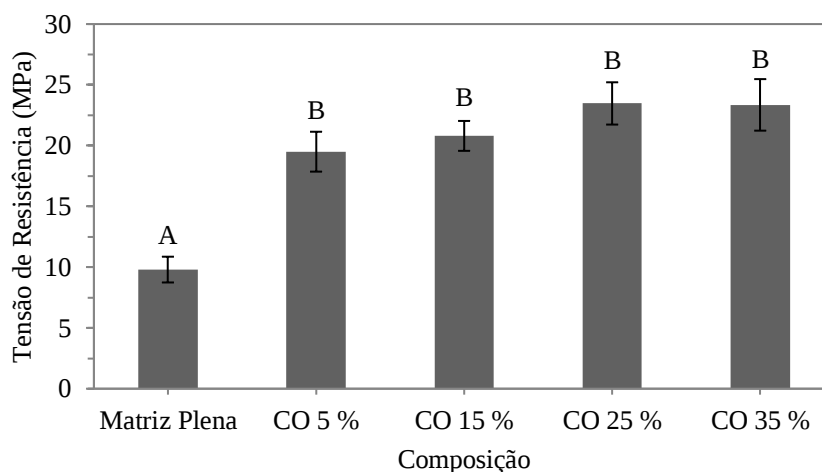
Figura 4.7 – Comparativo entre a tensão de resistência à flexão e a inserção de resíduo de caulim na matriz, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).



Fonte: Elaborado pelo Autor.

A respeito do resíduo de cobre, o melhor resultado foi comprovado pela composição de CO (25 %) que apresentou valores de 48,25 MPa, abaixo do patamar estabelecido pela composição com 0 % de resíduo, com menor composição CO (5 %) também obtendo o menor resultado dentre todas as composições do trabalho. De maneira semelhante a lama vermelha, a representação gráfica para o resíduo de cobre indicado pela Figura 4.8, com probabilidade de significância de, indica que a matriz plena (grupo A) é estatisticamente diferente das composições envolvendo o resíduo de cobre, representados pelos grupos B.

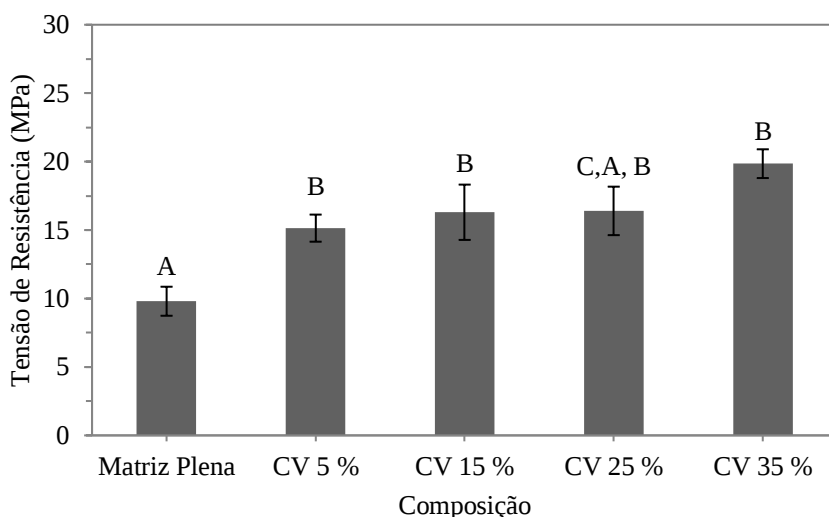
Figura 4.8 – Comparativo entre a tensão de resistência à flexão e a inserção de resíduo de cobre na matriz, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).



Fonte: Elaborado pelo Autor.

Por fim, para as composições envolvendo o resíduo de cinzas volantes, destaca-se a formulação CV (25 %), que obteve uma tensão de resistência à flexão de 74,71 MPa, cerca de 15,60 % maior que o patamar de 63,05 MPa estabelecido pela matriz plena, que não possui adição de resíduos. A probabilidade de significância foi de, e observa-se a partir do gráfico na Figura 4.9, que as composições CV (5 %), (15 %) e (35 %) (grupos B) são estatisticamente iguais entre si e estatisticamente diferente comparados a matriz plena (Grupo A). A composição CV 25 % (grupo C) apresenta-se estatisticamente diferente da dos grupos A e B.

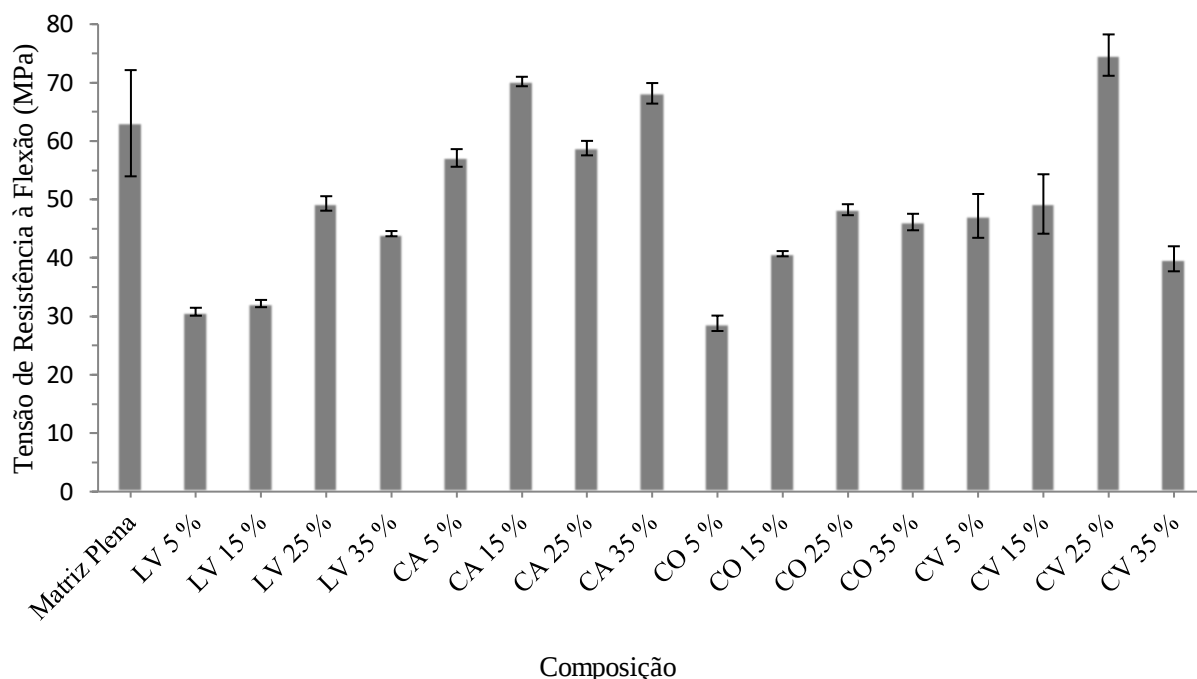
Figura 4.9 – Comparativo entre a tensão de resistência à flexão e a inserção de cinzas volantes na matriz, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).



Fonte: Elaborado pelo Autor.

A Figura 4.10 exibe um gráfico contendo todas as composições, correlacionando as tensões de resistência à flexão de cada resíduo em relação ao patamar estabelecido pela matriz plena.

Figura 4.10 – Representação gráfica dos dados obtidos a partir do ensaio de flexão, para todas as composições.



Fonte: Elaborado pelo Autor.

De maneira geral, não houve um aumento sensível da tensão de resistência a flexão (TRT) em relação a matriz plena, o que já era esperado, tendo em vista que na medida que a matriz é saturada de resíduos, sua massa específica e rigidez aumentam, o que implica na perda gradual de flexibilidade do corpo de prova. Os resíduos, então, atuaram mais como carga do que como reforço efetivo para o caso do ensaio de resistência à flexão, com exceção das composições CA (15 %), CA (35 %) e CV (25 %), que apresentaram TRT's maiores que o patamar da matriz plena e também se mostraram estatisticamente significativos a partir da análise de variância e Teste de Tukey quando comparados a matriz plena. A diminuição da flexibilidade pode ser notada também através da diminuição do módulo de elasticidade, que para a matriz plena manteve-se em torno de 0,507 GPa, enquanto que para todas as composições envolvendo a adição de resíduos o valor manteve-se menor que 0,200 GPa.

A Tabela 4.6 demonstra um comparativo entre a composição CV (25 %), cuja tensão de resistência à flexão foi a maior em comparação as demais composições, com outros materiais compósitos contendo cinzas volantes disponíveis na literatura, elaborados por outros pesquisadores.

Tabela 4.6 – Comparação dos dados de flexão obtidos neste trabalho com a literatura.

Materiais de referência	Fonte	Tensão de resistência à flexão (MPa)
CV 25 %	Este trabalho	74,71
Compósito com 25 % de CV	ALMEIDA (2018)	77,08
Compósito com 25 % de CV	GUMMADIL (2012)	57,39
Compósito com 20 % de CV	FERREIRA (2018)	66,25
Compósito com 20 % de CV	COSTA (2016)	92,30

Fonte: Adaptado dos autores citados.

A partir do comparativo exibido, nota-se que na granulometria estudada, os compósitos contendo as cinzas volantes se mantiveram com tensão de resistência à flexão apresentando-se dentro do intervalo de resultados obtidos por outros autores.

É importante ter em mente que a correlação feita neste trabalho com a de outros autores é apenas uma medida de comparação superficial, levando em conta apenas a composição (fração mássica) realizada neste trabalho e a realizada por outros autores. Pois, além da fração mássica, são diversos os fatores que influenciam nas propriedades mecânicas observáveis: desde a composição química dos resíduos e da resina na fase matriz, até o método de fabricação e os parâmetros utilizados nos ensaios.

4.2.4 Propriedades Mecânicas (Tração)

Ao se aplicar uma tensão com característica uniaxial e crescente em um material compósito, é possível mensurar o seu comportamento de maneira precisa até o momento da sua ruptura, que varia dependendo das propriedades de ductilidade, fragilidade e adesão entre a matriz e o reforço estudado.

O ensaio de tração permite medir satisfatoriamente diversos parâmetros de resistência mecânica, o que justifica sua ampla utilidade como teste para os materiais compósitos de engenharia, empregados desde estudos laboratoriais até processos de cunho industrial (JONES, 1999).

A Tabela 4.7 demonstra os resultados para o ensaio de tração para todas as composições.

Tabela 4.7 – Dados obtidos a partir do ensaio de tração para cada resíduo e sua respectiva composição.

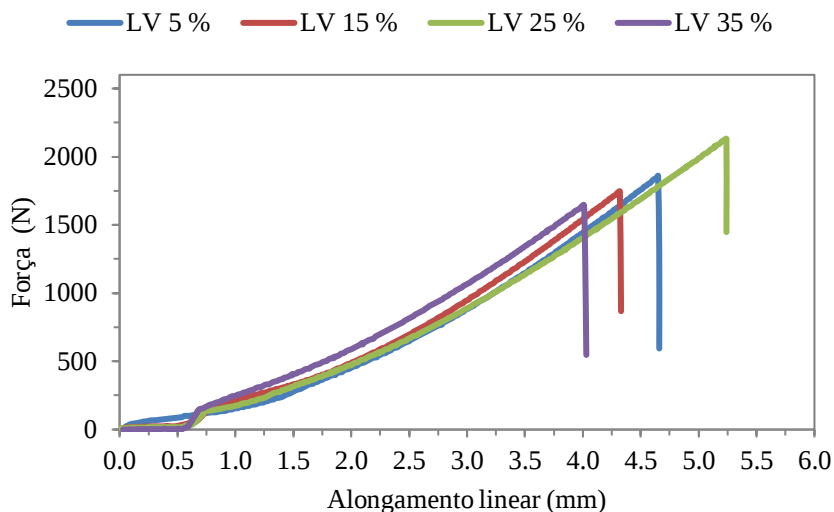
Resíduo/Composição	Tensão de resistência à tração (MPa)	Alongamento Linear (mm)	Módulo de Elasticidade (GPa)
Matriz Plena	9,8 ± 1,06	2,72	0,585
LV 5 %	16,77 ± 2,81	4,62	0,641
LV 15 %	18,45 ± 1,81	4,43	0,628
LV 25 %	20,08 ± 2,04	4,38	0,674
LV 35 %	19,82 ± 1,07	3,80	0,636
CA 5 %	17,66 ± 3,27	1,81	1,277
CA 15 %	20,01 ± 2,94	2,29	1,406
CA 25 %	21,16 ± 3,35	2,37	1,359
CA 35 %	19,20 ± 3,98	2,79	1,335
CO 5 %	19,50 ± 1,64	4,74	0,637
CO 15 %	20,80 ± 1,23	5,21	0,784
CO 25 %	23,47 ± 1,74	5,52	0,803
CO 35 %	23,35 ± 2,12	5,06	0,821
CV 5 %	15,14 ± 0,99	2,41	0,371
CV 15 %	16,30 ± 2,02	2,74	0,500
CV 25 %	16,40 ± 1,77	2,61	0,686
CV 35 %	19,85 ± 1,05	2,82	0,344

Fonte: Elaborado pelo Autor.

Em relação a inserção de lama vermelha na matriz, notou-se que até a composição LV (25 %) houve uma melhora nas propriedades mecânicas chegando a uma resistência de 20,08 MPa. Contudo, na composição de LV (35 %) houve um decaimento da resistência para 19,82 MPa, o que pode ser explicado devido o aumento da porosidade do material que ocorre com o aumento da composição, resultado esse já mencionado durante a análise dos ensaios físicos. Tal aumento de porosidade prejudica a distribuição das tensões sofridas pela matriz para a fase dispersa, diminuindo a resistência mecânica.

A Figura 4.11 exibe o gráfico que relaciona a força (N) ao qual foram submetidos os corpos de prova, e o alongamento (mm) que sofreram mediante a solicitação mecânica, para o resíduo de lama vermelha.

Figura 4.11 – Gráfico força x alongamento linear para as composições com resíduo de lama vermelha.



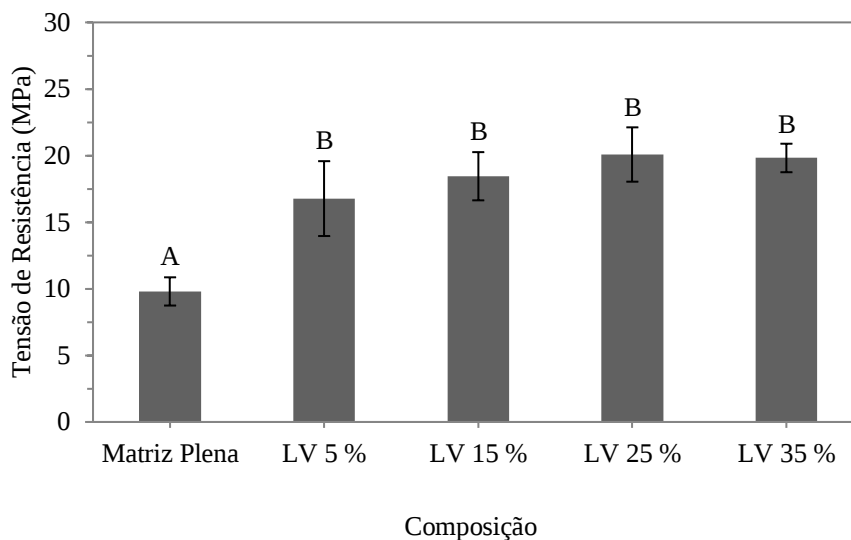
Fonte: Elaborado pelo autor.

O módulo de elasticidade é uma informação valiosa, pois nos informa a rigidez do material. Em outras palavras, é útil para entendermos o grau de resistência mediante a deformação elástica. Para o caso do resíduo de lama vermelha, é perceptível a linearidade da curva durante o regime elástico, até o momento de uma brusca da carga aplicada, configurando uma ruptura do tipo frágil. A composição LV (25 %) foi a que suportou maior carga, de pouco mais de 2000 N, sofrendo um alongamento de cerca de 4,38 mm, com seu módulo de elasticidade mantendo-se em um patamar muito semelhante ao da matriz plena.

De forma a evidenciar as disparidades entre as composições, realizou-se análise de variância através do Software livre PAST, cujos resultados identificaram uma diferença significativa entre as composições com uma probabilidade de significância de 4,20E-04.

Entretanto, a análise comparativa realizada através do teste de Tukey, utilizando o mesmo Software, constatou que somente a composição sem adição de resíduos (matriz plena) diferiu significativamente das composições que envolviam a adição de resíduos quando correlacionadas. A Figura 4.12 exhibe o gráfico que demonstra a correspondência entre a tensão de resistência à tração das composições envolvendo o resíduo de lama vermelha, com os respectivos grupos Tukey estudados, onde é possível notar que as frações analisadas são estaticamente diferentes para o grupo A, e estatisticamente iguais para os grupos B, como mencionado.

Figura 4.12 – Comparativo entre a tensão de resistência à tração e a inserção de resíduo de lama vermelha na matriz, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).

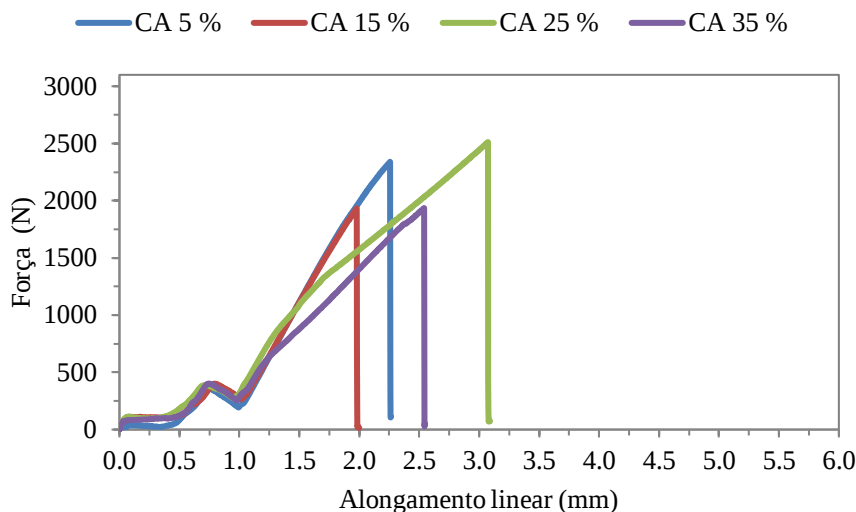


Fonte: Elaborado pelo Autor.

Para o caulim, o desempenho se manteve intermediário aos outros resíduos, com a menor tensão de resistência sendo de 17,66 MPa em CA (5 %), e a maior sendo 21,16 MPa em CA (25 %). Na composição CA (35 %) notou-se um decaimento dessa propriedade mecânica para 19,20 MPa, o que pode ser explicado de maneira semelhante a lama vermelha, pois o caulim também obteve um aumento sensível de porosidade à medida que sua inserção na matriz aumentava.

A Figura 4.13 exibe o gráfico de força x alongamento obtido para os compósitos envolvendo o resíduo de caulim.

Figura 4.13 – Gráfico força x alongamento linear para as composições contendo o resíduo de caulim.



Fonte: Elaborado pelo Autor.

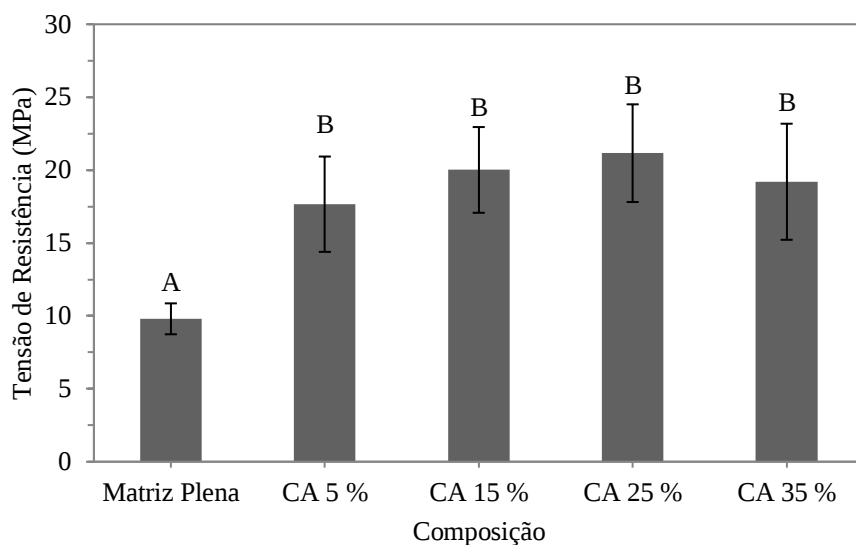
De forma semelhante ao resíduo de lama vermelha, a composição CA (25 %) foi que suportou maior carga e sofreu maior alongamento linear, com valores de aproximadamente 2500 N e 2,37 mm. Apesar do resíduo de caulim ter se mantido com patamares semelhantes aos demais resíduos no que tange sua tensão de resistência à tração, seu alongamento linear foi o menor dentre os demais, o que acaba refletindo no maior módulo de elasticidade, indicando que os compósitos com este resíduo são mais rígidos do que os demais estudados.

Observa-se uma pequena variação no gráfico na região que compreende entre 0,5 mm e 1,00 mm, tal comportamento pode ser atribuído a ausência de pré-carga durante o ensaio, cujo corpo de prova ainda estaria acomodando-se as solicitações realizadas pelo equipamento. A justificativa para a não aplicação de pré-carga nos materiais ensaiados neste trabalho diz respeito a sua característica de fratura frágil, cuja aplicação de pré-carga poderia contribuir ativamente para o processo de fratura e alongamento do corpo de prova, e não teria a função de “ajuste” que, geralmente, é aplicado a materiais com características de fratura dúctil.

A análise de variância para as composições envolvendo o resíduo de caulim obtiveram uma probabilidade de significância de 1,042E-06, enquanto o teste de Tukey evidência que apenas o grupo A é estatisticamente diferente das demais composições, representadas por grupos B.

A Figura 4.14 exibe o gráfico que exibe a relação entre a tensão de resistência à tração das composições envolvendo o resíduo de caulim, com os respectivos grupos Tukey estudados.

Figura 4.14 – Comparativo entre a tensão de resistência à tração e a inserção do resíduo de caulim na matriz, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).

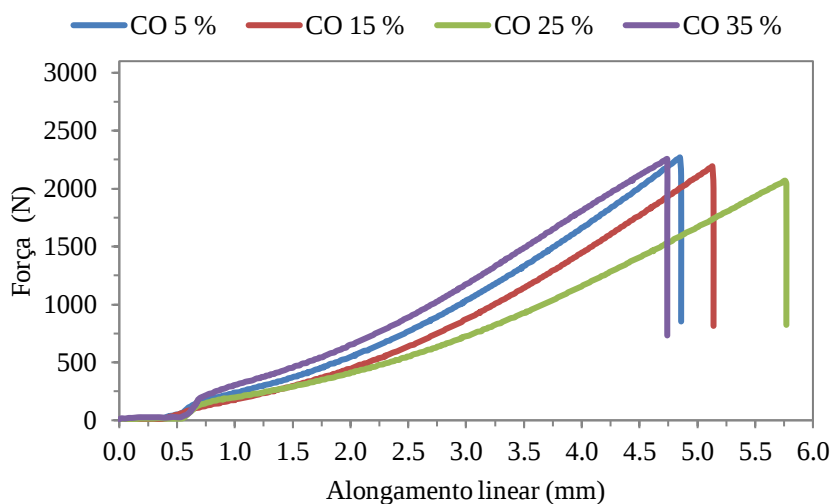


Fonte: Elaborado pelo Autor.

Para o resíduo de cobre, as composições de CO (25 %) e CO (35 %) apresentaram os resultados de tensão de resistência mais altos de todo o trabalho, com respectivamente 23,47 e 23,35 MPa. O que indica que a dispersão e compactação entre o resíduo de cobre e a matriz foi mais eficiente do que nas outras composições, hipótese que pode ser corroborada pelo valores obtidos durante os cálculos de massa específica aparente dos corpos de prova.

A Figura 4.15 exibe o gráfico de força x alongamento obtido para os compósitos envolvendo o resíduo de cobre.

Figura 4.15 – Gráfico força x alongamento linear para as composições contendo o resíduo de cobre.



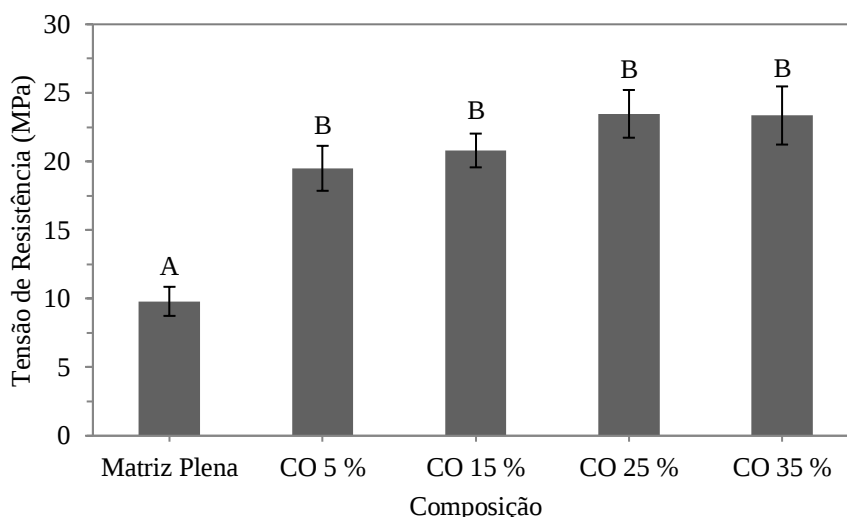
Fonte: Elaborado pelo Autor.

Através do gráfico, nota-se que os materiais compósitos com o resíduo de cobre foram os que apresentaram maior comportamento elástico, com os menores valores de módulo de elasticidade em relação aos outros resíduos, configurando-se com os compósitos menos rígidos dentre todos os fabricados. A composição CO (5 %) foi a que apresentou maior resistência, suportando uma carga de aproximadamente 2250 N, porém foi a composição CO (25 %) que apresentou o maior grau de alongamento linear antes de sua ruptura, com um valor de 5,52 mm.

A análise de variância para as composições envolvendo o resíduo de cobre obtiveram uma probabilidade de significância de $6,32E-08$, enquanto o teste de Tukey evidência que apenas o grupo A é estatisticamente diferente das demais composições representadas por grupos B. Comportamento esse semelhante aos demais resíduos estudados, o que já é esperado tendo em vista aos patamares de tensão de resistência à tração que não diferem sensivelmente entre as composições e nem entre os resíduos, mas sim somente quando comparados com a matriz plena.

A Figura 4.16 exibe o gráfico que demonstra a correspondência entre a tensão de resistência à tração dos compósitos contendo o resíduo de cobre com os respectivos grupos Tukey estudados.

Figura 4.16 – Comparativo entre a tensão de resistência à tração e a inserção do resíduo de cobre na matriz, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).

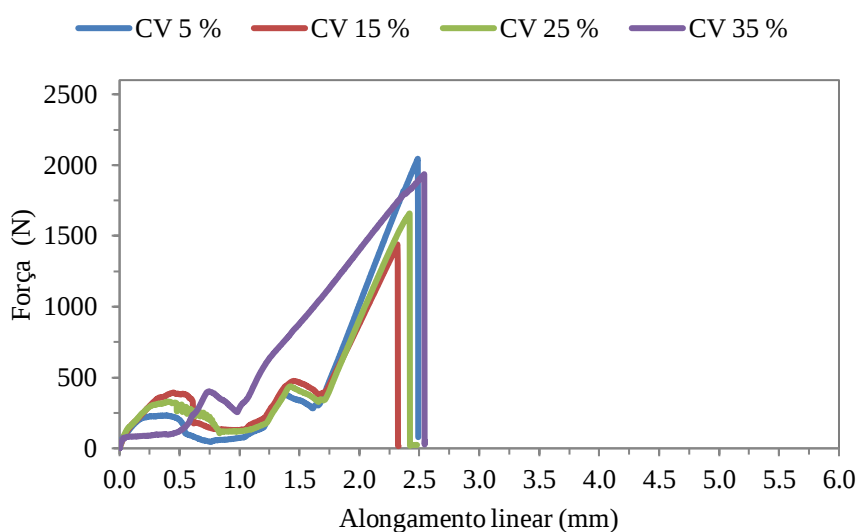


Fonte: Elaborado pelo Autor.

Em relação à inserção de cinzas volantes na matriz, notou-se que até CV (35 %) houve uma melhora nas propriedades mecânicas chegando a uma resistência de 19,85 MPa, um aumento de aproximadamente 31,98 %.

A Figura 4.17 ilustra o gráfico para os resultados obtidos para o resíduo de cinzas volantes.

Figura 4.17 – Gráfico força x alongamento linear para as composições contendo o resíduo de cinzas volantes.



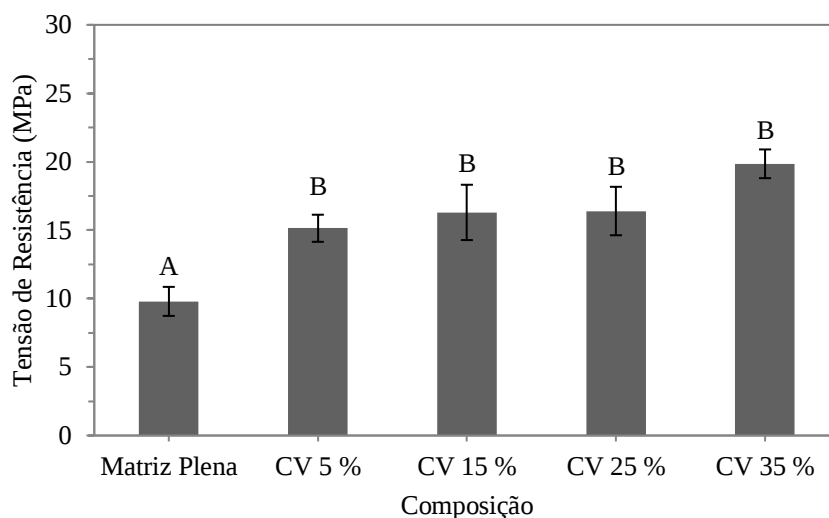
Fonte: Elaborado pelo Autor.

Os compósitos utilizando o resíduo de cinza volante foram os que apresentam menor tensão de resistência à tração em relação aos demais resíduos, mas ainda superior ao patamar estabelecido pela matriz plena, com uma carga suportada de cerca de 2000 N. O alongamento linear se manteve próximo ao do resíduo de caulim, se configurando também como um compósito com maior rigidez em relação aos demais fabricados. O maior alongamento linear ficou por conta da composição de CV (35 %), com um valor de 2,82 mm.

De forma semelhante aos corpos de prova utilizados nas composições envolvendo o resíduo de caulim, os compósitos com cinzas volantes apresentaram um comportamento variável na região do gráfico que compreende 0,5 mm e 1,5 mm, o que também pode vir a ser justificado pela ausência de pré-carga aplicada ao compósito e a acomodação do corpo de prova mediante a solicitação mecanizada realizada pelo equipamento.

A Figura 4.18 Exibe os compósitos com resíduo de cinzas volantes e os respectivos grupos Tukey.

Figura 4.18 – Comparativo entre a tensão de resistência à tração e a inserção do resíduo de cinzas volantes na matriz, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).



Fonte: Elaborado pelo Autor.

Semelhante ao comportamento observado para dos demais resíduos, a análise de variância para as composições envolvendo os compósitos com adição de cinzas volantes obtiveram uma probabilidade de significância de $6,80E-06$. O teste de Tukey demonstrou que para o grupo A constituído por corpos de prova sem adição de resíduos (matriz plena) é estatisticamente diferente das demais composições que envolvem a inserção de resíduos, representadas por grupos B.

Por fim, a Tabela 4.8 exibe um comparativo entre a composição CO (35 %), que obteve o maior valor de tensão de resistência à tração entre as demais confeccionadas, com outros resultados encontrados por outros autores presente na literatura.

Tabela 4.8 – Comparação dos dados de tração obtidos neste trabalho com a literatura.

Material de referência	Fonte	Tensão de resistência à tração (MPa)
CO 35 %	Este trabalho	23,35
Compósito com 30 % de CO	EL BANNA (2017)	34,31
Compósito com 30 % de CO	OLIVEIRA (2016)	18,72
Compósito com 20 % de CO	ALMEIDA (2010)	9,05
Compósito com 20 % de CO	SARAVANAN (2016)	32,98

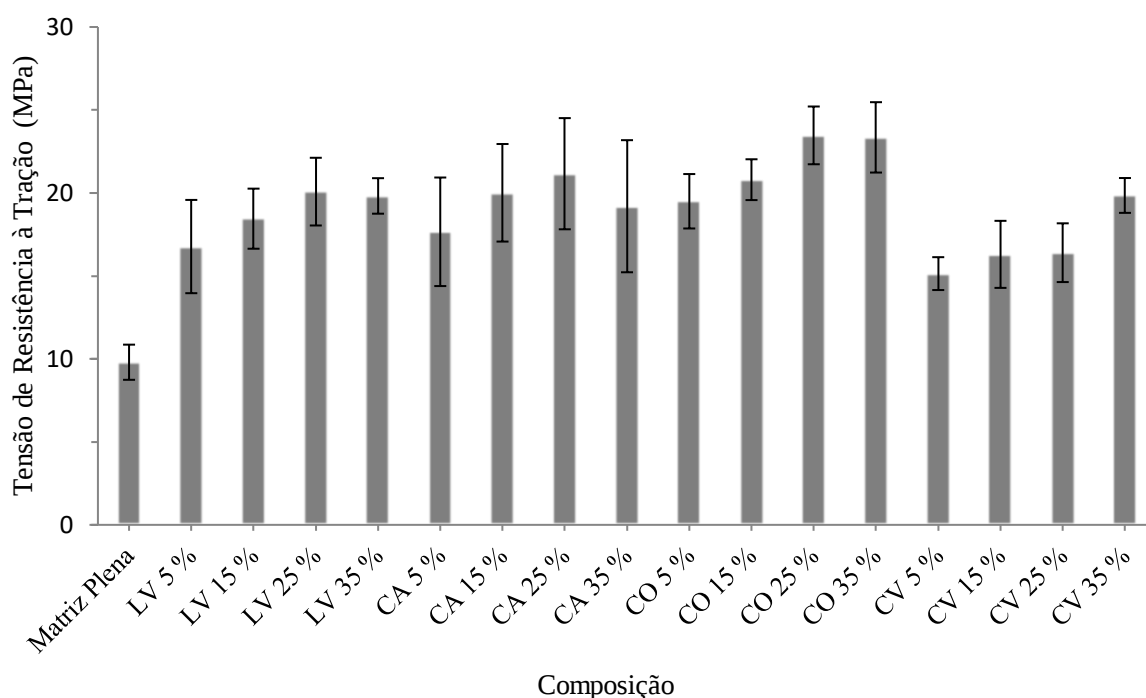
Fonte: Adaptado dos autores citados.

A partir dos dados de referência encontrados por outros autores exibido, nota-se que os compósitos contendo o resíduo de cobre estão de acordo com os demais estudos realizados.

Ressalta-se que no comparativo exibido para o ensaio de flexão, a correlação diz respeito apenas ao quesito composição percentual (fração mássica), e como já foi comentado anteriormente, não só a proporção de particulado inserido na matriz polimérica influencia na tensão de resistência que material compósito irá apresentar: são diversos os fatores de influência, que perpassam desde a eficácia do método de confecção até as características químicas e estruturais desses materiais.

A Figura 4.19 exibe um gráfico contendo todas as composições, correlacionando as tensões de resistência à flexão de cada resíduo em relação ao patamar estabelecido pela matriz plena.

Figura 4.19 – Representação gráfica dos dados obtidos a partir do ensaio de tração, para todas as composições.



Fonte: Elaborado pelo Autor.

É notável que independente do resíduo utilizado, há um aumento nos valores de tensão de resistência à tração em relação a matriz plena. Comportamento justificado principalmente devido ao papel da fase dispersa no compósito quando se trata de solicitações mecânicas, onde a mesma ajuda a distribuir melhor as tensões que são exercidas no interior do material na medida em que o corpo de prova é tracionado.

4.2.5 Análise Fractográfica

A partir do estudo da superfície de fratura, através da utilização da técnica de microscopia eletrônica de varredura, se tornam possíveis a observação, estudo e correlação dos mecanismos, causas e modo da falha do material estudado.

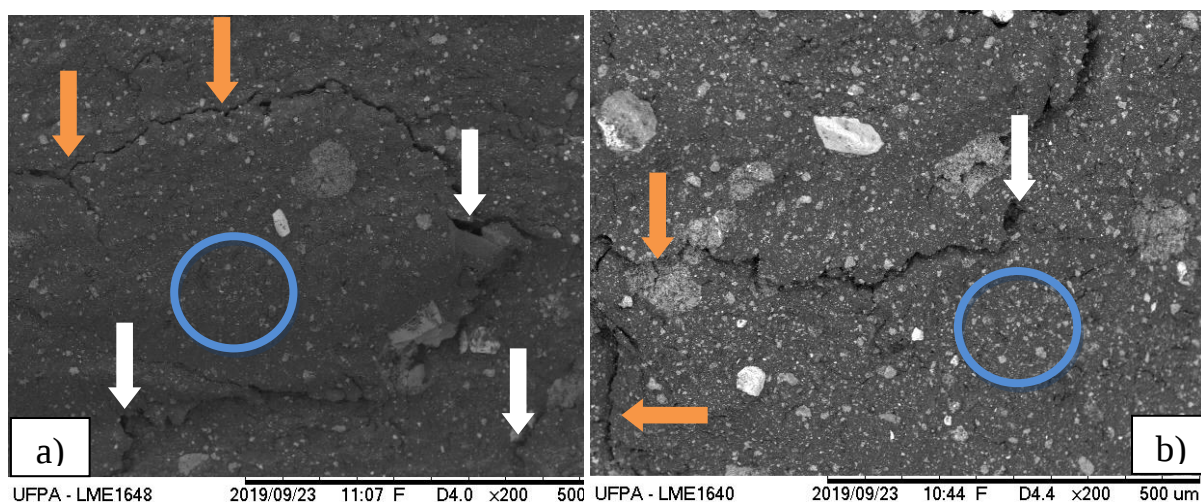
De acordo com Greenhalgh (2009), uma gama de fenômenos podem ser observados a partir da análise fractográfica para os compósitos: desde a qualidade e eficácia do processo de confecção até a micromecânica da propagação de trincas e falhas para elaboração de modelos matemáticos preditivos.

Para o caso dos compósitos poliméricos deste estudo, todos os rompimentos apresentaram aspecto de fratura frágil, caracterizada pela propagação acelerada de trincas, com baixa ou nula deformação plástica na região adjacente ao local de fratura.

Nas micrografias que serão apresentadas a seguir, realizadas a partir do comparativo entre a menor (5 %) e maior composição (35 %) para cada resíduo, é possível observar a presença de porosidades, vazios, microcavidades e desníveis (setas brancas), bem como trincas e indicativos de propagação de trincas (setas laranjas), e a dispersão dos resíduos na matriz (círculos azuis). Todos são contribuintes para o processo de ruptura ou resultados diretos do mesmo.

A Figura 4.20 demonstra a microestrutura e o aspecto fractográfico dos compósitos contendo o resíduo de lama vermelha.

Figura 4.20 – Micrografias obtidas por MEV para (a) menor composição (5 %) e (b) maior composição (35 %) para o resíduo de lama vermelha. Aumento de 200 x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

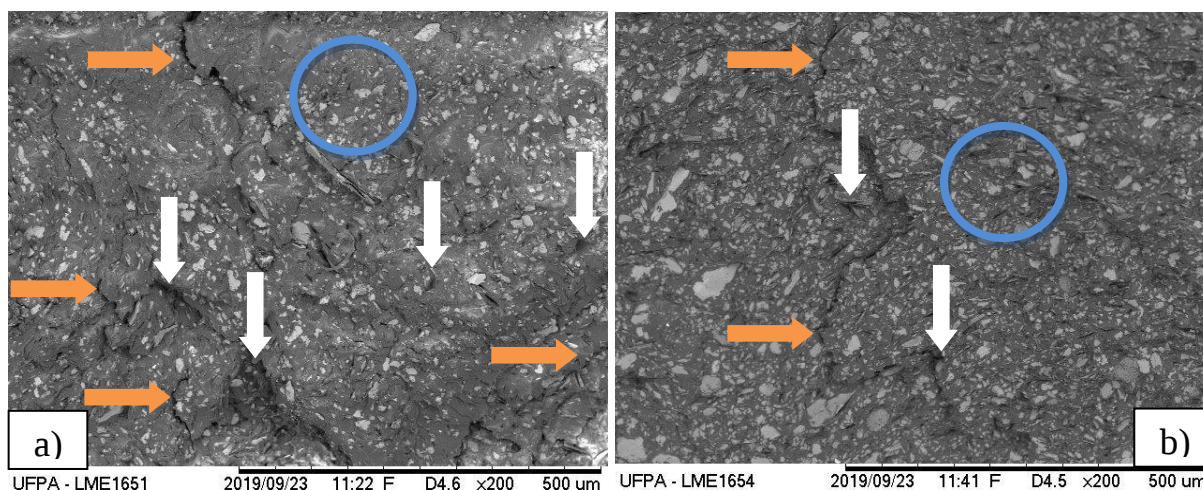
É possível notar, indicado pelos círculos azuis, que o resíduo de LV obteve uma boa distribuição ao longo da matriz, independente da composição. Já as setas em laranja demonstram regiões que apresentam trincas, que por sua vez estão de acordo com as regiões circundantes indicadas pelas setas brancas, onde ocorreu desagregação (desnível) do material. A presença desses tipos de imperfeições são indicativos diretos do processo de fratura.

A respeito das características morfológicas das partículas do resíduo de lama vermelha, Antunes (2012) demonstrou em seu estudo que a maioria das partículas de lama vermelha apresentam diâmetros com uma faixa entre 0,05 mm a 0,002 mm. Formatos tabular hexagonal são geralmente encontrados quando amostras de bauxita são analisadas, por conta da gibsit, porém, tais formatos desaparecem quando o resíduo em si é observado, visto que a presença óxido de ferro é predominante após a retirada do óxido de alumínio pelo processo Bayer, dando lugar a geometrias mais irregulares.

Fatores como dimensões e formatos das partículas podem ser decisivos no momento de formação de agregados, cuja presença pode ser prejudicial tanto para a distribuição adequada das tensões internas quanto para aumento da porosidade do material. Satapathy *et.al* (2010) atribui em seu estudo duas possibilidades para uma eventual redução na resistência à tração de compósitos envolvendo a inserção de LV: a primeira como sendo as fracas ligações químicas na interface entre partícula e matriz, e a segunda como a formação de cantos irregulares devido a geometria assimétrica, o que enfatiza a importância do aspecto morfológico e sua relação com as propriedades mecânicas observadas no material estudado.

A Figura 4.21 exibe as micrografias obtidas para os compósitos com o resíduo de caulim.

Figura 4.21 – Micrografias obtidas por MEV para (a) menor composição (5 %) e (b) maior composição (35 %) para o resíduo de caulim. Aumento de 200 x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

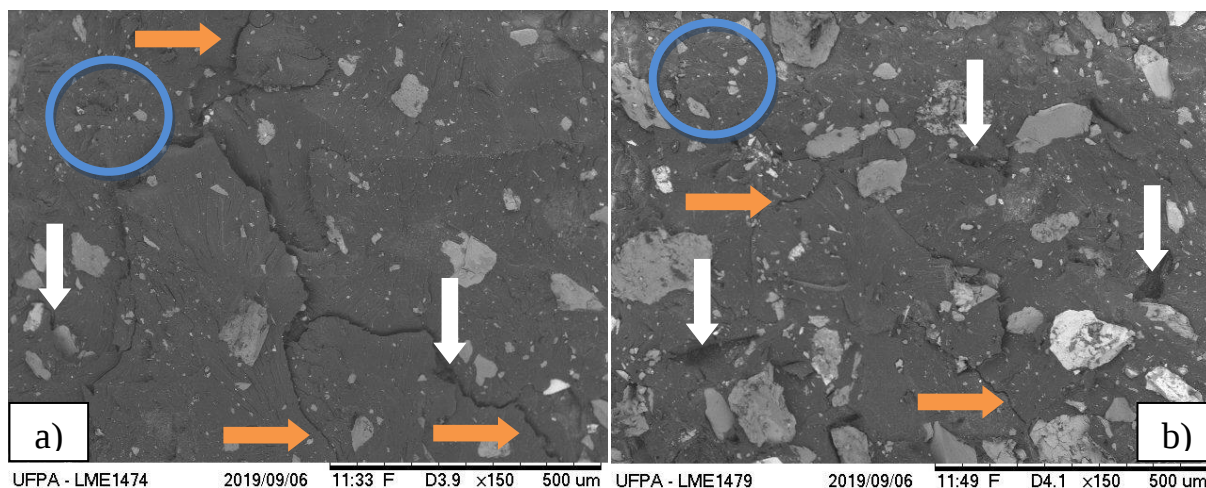
Observa-se um maior número de imperfeições no compósito de menor composição, onde há maior presença de vazios e maior quantidade de disseminação trincas ao longo da superfície. Já na maior composição do caulim, nota-se uma grande trinca transversal a superfície, bem como uma ótima dispersão na matriz.

A boa dispersão colabora para o aumento da resistência mecânica, pois quanto mais homogênea a distribuição da fase dispersa do material particulado em questão, melhor será a transmissão da tensão sofrida pela matriz para o resíduo. Os círculos em azul comparam as dispersões entre as composições, onde é notável uma configuração mais homogênea para a Figura 4.20 (b).

O aspecto morfológico das partículas do resíduo de caulim estão relacionados em maior parte com uma geometria pseudo-hexagonal na forma de pilastras (*booklets*) da caulinita, como demonstrado em estudos realizados por Freire (2018) e Santana (2012). Geralmente as partículas se apresentam como aglomerados com os cristais apresentando características lamelares, onde segundo Kotschoubey (1996) os diâmetros podem variar de 200 nm a 30 μm . Apesar do aspecto morfológico do caulim ser diferente do da lama vermelha, questões de variação de dimensões e a formação de agregados ainda se aplicam e contribuem para alterações nas propriedades mecânicas dos compósitos.

A Figura 4.22 apresenta as microestruturas resultantes para o ensaio realizado nos compósitos com resíduo de cobre.

Figura 4.22 – Micrografias obtidas por MEV para (a) menor composição (5 %) e (b) maior composição (35 %) para o resíduo de cobre. Aumento de 150 x.



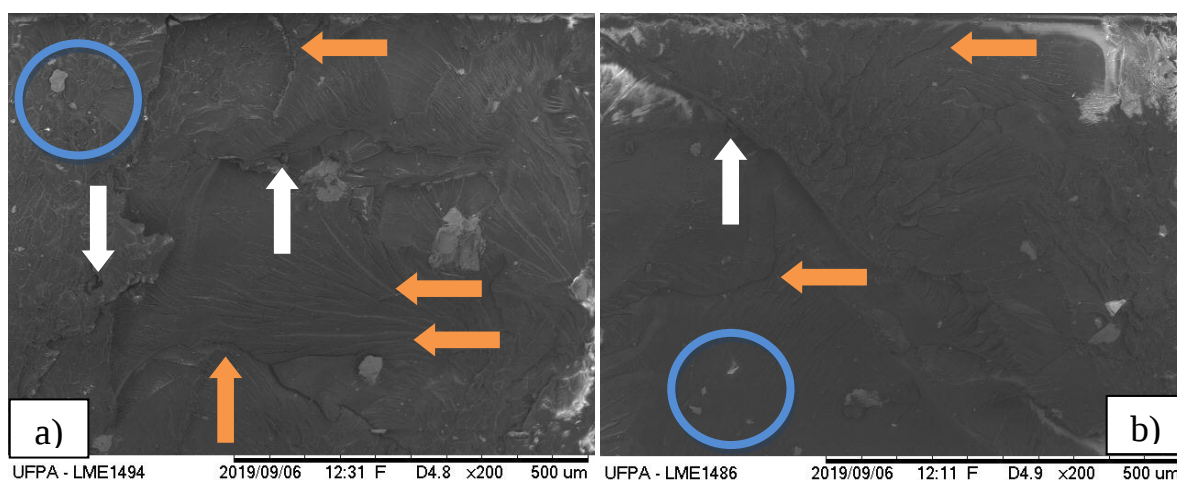
Fonte: Elaborado pelo autor.

O resíduo de cobre tem massa específica aparente maior do que a dos demais resíduos e sedimenta com facilidade durante o processo de homogeneização com a matriz polimérica, tal característica justificaria o aumento gradual de vazios observado entre as composições. Entretanto, observou-se uma boa dispersão ao longo da matriz, o que pode ter colaborado no refreamento da propagação de trincas, apesar do grau de porosidade.

Em um estudo de caracterização conduzido por Nascimento (2014) sobre o resíduo de cobre proveniente da mina do Sossego em Canaã dos Carajás - PA, foram identificados aspectos morfológicos de algumas fases minerais presente no resíduo, como a exemplo da albita e quartzo com formas anédricas e dimensões respectivas em torno de 0,539 mm e 0,515 mm, bem como o clinoclóro com cristais de dimensões médias de 0,0692 mm e formas subédricas. As disparidades nos tamanhos de algumas partículas podem ser observadas de maneira análoga na Figura 4.22.

A Figura 4.23 demonstra a microestrutura e o aspecto fractográfico dos compósitos contendo o resíduo de cinzas volantes.

Figura 4.23 – Micrografias obtidas por MEV para (a) menor composição (5 %) e (b) maior composição (35 %) para o resíduo de cinzas volantes. Aumento de 200 x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A menor composição (5 %) do resíduo de cinzas volantes foi a que obteve menor tensão de resistência à tração quando comparada com os demais resíduos de as demais composições. Tal resultado é corroborado pela grande quantidade de marcas de rios apontadas pelas setas em laranja na Figura 4.22 (a), as marcas de rios são indicativos da direção de propagação do dano, e são produto do crescimento de trincas simultaneamente em dois ou mais planos cristalográficos paralelos, que ao juntar-se formam os chamados degraus. A partir das marcas de rios, pode-se inferir que a concentração de tensão durante a solicitação mecânica foi maior nessas regiões.

Apesar de não ser encontrada uma quantidade elevada de vazios e porosidade da mesma maneira que nos compósitos com resíduo de caulim e cobre (provavelmente por conta da fina granulometria), nota-se que a dispersão de partículas maiores o resíduo de CV (círculos azuis) não foi tão homogênea quanto nos demais, o que aliado ao indicativo das várias marcas de rio pode ratificar a menor resistência mecânica encontrada a partir dos dados obtidos após o ensaio de tração, quando comparado aos outros resíduos.

Estudos conduzidos pela Associação Brasileira de Cimento Portland (1984) com cinzas volantes nacionais exibiram grande variedade morfológica, com grãos vítreos de aspecto esponjoso e coloração escura variando de alguns micrometros até 300 mm, além da presença de geometrias cenosferas e de outros grãos com formatos irregulares. A variedade de dimensões e formatos presentes nas cinzas volantes pode ter contribuído para o processo de ruptura nas regiões cuja dispersão não foi adequada nos compósitos confeccionados.

4.2.6 Ensaio de Flamabilidade

A flamabilidade dos compósitos poliméricos é determinada principalmente pela resina utilizada na matriz. A queima de compósitos poliméricos apresenta algumas características tais como: facilidade de ignição e propagação de chama, relativa taxa de liberação de calor, facilidade de extinção do fogo caso utilizado os meios certos, e, sobretudo, emissão de fumaça com elevado grau de toxicidade (KIM, 2012).

A análise do comportamento do material mediante altas temperaturas é fundamental para avaliar sua resistência, o que facilita a sua classificação e adequação para futuras aplicações (KIM, 2012). Os resíduos industriais, por possuírem grande carga inorgânica, com sua constituição apresentando minerais como quartzo, hematita e calcita (todos observados através do ensaio de DRX), são menos suscetíveis à queima. Já os materiais poliméricos, devido sua natureza química orgânica, são mais suscetível ao processo de combustão.

Existem diversos ensaios, normas e variações que podem ser adotadas para realizar os ensaios de flamabilidade em compósitos. Para as finalidades deste trabalho, foram utilizadas a norma ASTM D 635 e a resolução 675 do Conselho Nacional de Trânsito (CONTRAN). A Tabela 4.9 exibe as taxas de resistência à chama obtidas dos compósitos:

Tabela 4.9 – Dados obtidos a partir do ensaio de flamabilidade horizontal.

Resíduo/Composição	Taxa de Propagação (mm/min)
Matriz Plena	17,42
LV 5 %	19,28
LV 15 %	14,23
LV 25 %	14,29
LV 35 %	10,39
CA 5 %	23,73
CA 15 %	18,25
CA 25 %	19,63
CA 35 %	11,98
CO 5 %	19,89
CO 15 %	19,58
CO 25 %	19,08
CO 35 %	22,26
CV 5 %	24,45
CV 15 %	21,08
CV 25 %	19,12
CV 35 %	17,60

Fonte: Elaborado pelo Autor.

Apesar de diversos tipos de matrizes poliméricas apresentarem baixa resistência a chama, não sendo indicadas para aplicações mais propensas à ocorrência de incêndios, tais como cabines de aeronaves, carros de trens, navios e submarinos, a resina poliéster plena utilizada nos ensaios realizados apresentou uma taxa de propagação adequada em relação ao exigido pela norma utilizada, com um valor de 17,42 mm/min, cerca de 56,45 % menor que o patamar de 40 mm/min estabelecido pela norma utilizada.

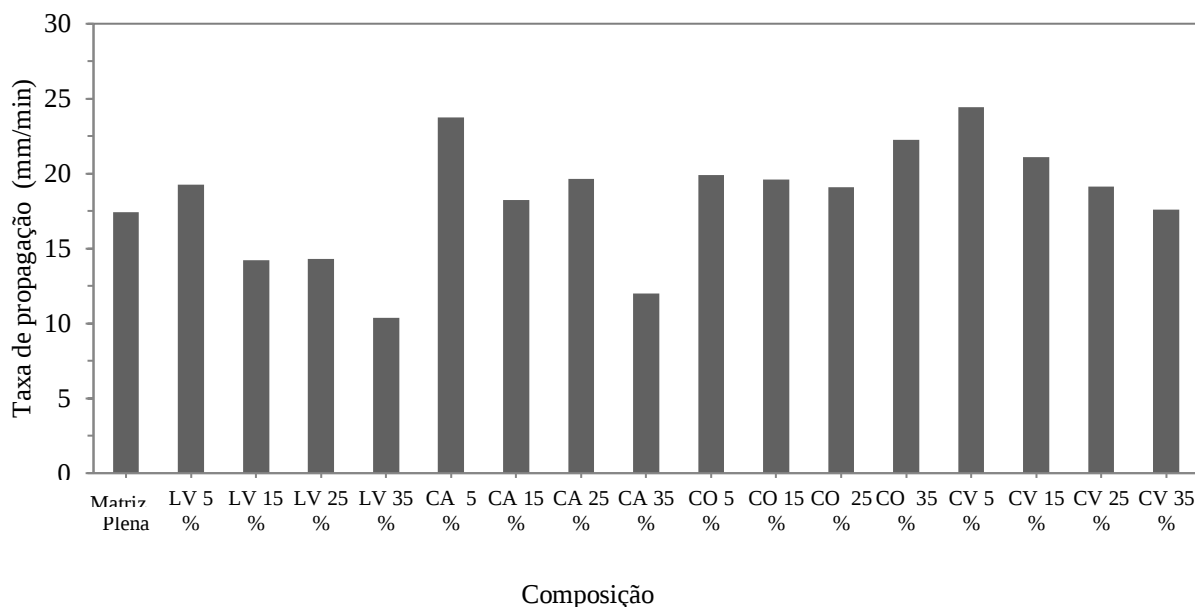
É notável, ainda, que a partir da inclusão dos resíduos na matriz, para algumas composições houve uma tendência de diminuição na taxa de propagação de chama, enquanto outras se mantiveram em um patamar semelhante ao da matriz plena. O efeito de maior retardo da chama e menores taxas de propagação são desejadas, visto que facilitam com que medidas para a extinção da mesma sejam tomadas em situações de incêndio, além de atenuar o volume de gases tóxicos que são liberados no ambiente.

Pode-se afirmar que todos os materiais compósitos fabricados neste trabalho, independente do resíduo utilizado, são classificados como HB. Visto que nas diretrizes da norma utilizada, é informado de que taxas inferiores a 40 mm/min são classificadas como tal.

As composições com resíduo de cobre apresentaram valores no mesmo patamar da matriz plena, mas ainda sim bem menores do que os valores recomendados pelos diversos órgãos. Já para a lama vermelha e o caulim, os resultados foram exímios, com a composição de lama vermelha (LV 35 %) obtendo um percentual de redução de propagação da chama de 40 % em relação a matriz plena. Para o resíduo de caulim, sua maior proporção em massa CA (35 %) promoveu uma redução da propagação de cerca de 31 % em relação a matriz plena. Para o resíduo de cinzas volantes, destaca-se o resultado oriundo da composição CV (35 %), que com uma taxa de propagação de 17,60 mm/min, com valor semelhante ao da matriz plena.

A Figura 4.24 exhibe um gráfico comparativo entre as composições e suas respectivas taxas de propagação.

Figura 4.24 – Gráfico com os dados obtidos a partir do ensaio de flamabilidade, para todas as composições.



Fonte: Elaborado pelo Autor.

Tais reduções podem ser explicadas, sobretudo, pela composição química e as fases mineralógicas associadas a cada um dos resíduos. O aspecto morfológico também apresenta papel de importância, a exemplo do resíduo de caulim, cujo arranjo lamelar da caulitina (fase mineral observada no difratograma apresentado no tópico 4.1) cria uma barreira física que dificulta a difusão de oxigênio e a liberação de voláteis inflamáveis, contribuindo ativamente para a redução do processo de propagação da chama. Outro fator de importante contribuição tem relação direta com a composição química da fase mineral em questão, a exemplo da água estrutural (hidroxila), que é liberada mediante o atingimento da temperatura de desidratação.

Para o resíduo de lama vermelha, dentre algumas fases minerais observadas no seu difratograma tem-se a presença de gibbsita, constituída de partículas de alumina “trihidratada”, que também endossa a relação entre a composição química e a sua contribuição para a diminuição da propagação da chama durante o processo de combustão.

Os resíduos de cobre e de cinzas volantes não obtiveram reduções tão grandes em relação à taxa de propagação encontrada na matriz plena, o que pode estar associado também a sua composição química e aos minerais encontrados, cuja presença elevada de quartzo em ambos os difratogramas de ambos os resíduos pode não contribuir de maneira tão efetiva para a redução da propagação de chama quanto a contribuição cedida pela carga mineral presente nos resíduos de lama vermelha e caulim, discutidas anteriormente. Há de se levar em conta ainda os diferentes aspectos morfológicos entre as partículas dos diversos minerais e que

assim existirão formas de interações físicas diferentes durante o processo de difusão do oxigênio, fundamental para o dinamismo da combustão.

A respeito do âmbito dos regulamentos nacionais, a resolução CONTRAN 675 exige que os revestimentos internos da indústria automobilística tenham uma velocidade de propagação de chama de 250 mm/min, enquanto que em outros países com pesquisas avançadas na área, esse valor é estabelecido em 80 mm/min.

A Tabela 4.10 demonstra uma comparação entre as composições com 35 % (teoricamente as que possuem maior capacidade de retardo de chama, devido a maior quantidade de resíduos/carga inorgânica) e o padrão exigido pelas normas e diretrizes:

Tabela 4.10 – Comparação entre o padrão exigido e os resultados obtidos neste trabalho, para o ensaio de flamabilidade.

Normas/Composição	Taxa de Propagação (mm/min)
CONTRAN 675	250,00
ASTM D 635	40,00
LV 35 %	10,39
CA 35 %	11,98
CO 35 %	22,26
CV 35 %	17,60

Fonte: Elaborado pelo Autor.

Em relação ao valor exigido pela resolução do CONTRAN, obteve-se uma redução de 95,8 % na taxa de propagação para o resíduo de lama vermelha, 91 % para o cobre e 95 %, para o caulim e 93 % para as cinzas volantes. Para o valor estabelecido pela norma da ASTM, as reduções foram de aproximadamente 74 % para a lama vermelha, 44 % para o cobre, 70 % para o caulim e 56 % para o resíduo de cinzas volantes. É notável o excelente desempenho dos materiais compósitos elaborados, que apresentaram valores bem menores do que o exigido pelas normas, garantido sua segurança nas situações de perigo anteriormente citadas.

A Tabela 4.11 apresenta um comparativo entre a taxa de propagação de chama da composição LV (35 %) obtida neste trabalho com alguns materiais poliméricos encontrados na literatura, bem como as taxas para materiais compósitos com resíduos industriais obtidas por outros pesquisadores.

Tabela 4.11 – Comparativo entre o resultado obtido neste trabalho e com materiais encontrados na literatura, para o ensaio de flamabilidade.

Materiais de Referência	Fonte	Taxa de propagação (mm/min)
LV 35 %	Este trabalho	10,39
Polietileno (PE)	ASTM D 635	15,20
Polietileno Tereftalato (PET)	ASTM D 635	192,00
Acrilonitrila butadieno estireno (ABS)	ASTM D 635	27,90
Compósito com 30 % de LV	COSTA (2016)	14,51
Compósito com 30 % de LV	GONÇALVES (2018)	10,20

Fonte: Adaptado dos autores citados.

Com base no comparativo apresentado, nota-se que tanto o compósito com inserção de lama vermelha obtido nesse trabalho quanto os compósitos elaborados por outros autores, apresentam um resultado muito satisfatório para a taxa de propagação de chama quando correlacionados a outros materiais.

De maneira análoga às Tabelas comparativas apresentadas nos tópicos onde foram discutidos os ensaios de flexão e tração, destaca-se que a correlação exibida para o ensaio de flamabilidade diz respeito somente a composição (fração mássica) utilizada neste trabalho e de outros autores, e que a influência nas propriedades observadas percorre por diversos fatores que não só a fração mássica, mas que variam desde o método de confecção até as características físicas e químicas de cada resíduo de resina utilizada, além também dos parâmetros de normas utilizados.

5 CONCLUSÕES

As placas retangulares fabricadas apresentaram-se livres de defeitos ao longo de sua superfície e com boa homogeneidade, constatando como factível a confecção dos compósitos através do método *hand lay-up*.

Para o ensaio mecânico de flexão, de maneira geral as composições mantiveram-se abaixo do patamar estabelecido pela matriz plena, atuando apenas como carga, o que se justifica pela perda gradual de flexibilidade a partir da inserção de resíduos na matriz polimérica. As exceções ficaram por conta das composições de CA (15 %) e CV (25 %), com tensão de resistência favorável ao patamar da resina, com aumentos respectivos de cerca de 10,17 % e 15,60 %.

Para o ensaio de tração, uma distribuição homogênea durante a etapa de fabricação possivelmente contribuiu para a dispersão e interação entre a matriz e os resíduos, distribuindo melhor as tensões internas durante a solicitação mecânica e favorecendo o aumento da tensão da resistência a tração. A inserção dos resíduos elevou positivamente o patamar estabelecido pela matriz plena, atuando assim como carga de reforço, com destaque para a composição CO (25 %) com uma melhora de aproximadamente de 139,49 %.

A análise fractográfica demonstrou diversas características que estão atreladas ao processo de fratura e de resistência mecânica do compósito estudado, exibindo poros, desníveis, trincas e marcas de rios, bem como a dispersão e distribuição dos resíduos ao longo da matriz: todos encontrados em menor escala nos compósitos que apresentaram os maiores valores de tensão de resistência à tração.

O ensaio de flamabilidade horizontal assegurou uma classificação HB para os materiais confeccionados neste trabalho, de acordo com a norma ASTM D 635, garantindo-os com características de retardado de chama. As composições de 35 % para todos os resíduos obtiveram excelentes resultados, desempenho esse associado diretamente com as fases mineralógicas e composição química de cada resíduo. Os valores de taxa de propagação foram bem menores do que o máximo exigido pela resolução 675 do CONTRAN, com destaque para o resíduo de lama vermelha que obteve uma taxa 95,8 % menor que o padrão nacional exigido.

Destaca-se, assim, a utilidade dos materiais compósitos com resíduos industriais, como opção viável de destinação para os resíduos estudados, que outrora seriam imprópriamente descartados no meio ambiente, ou inconvenientemente armazenados nos pátios das indústrias.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Verificar a influência de diferentes granulometrias nas propriedades físicas e mecânicas dos compósitos elaborados, utilizando os mesmos ou diferentes resíduos.
- Expandir as comparações, realizando a adição de novos tipos de resíduos industriais e na forma de tratamento dos mesmos.
- Estudar a inserção de fibras sintéticas e naturais para a confecção de compósitos híbridos com fibras e resíduos, para verificar os diferentes graus de influência nas propriedades físicas, mecânicas e de flamabilidade.
- Estudar através da técnica de microscopia eletrônica de varredura a interface matriz/reforço e a respectiva influência nas propriedades dos compósitos.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT) – **NBR 10.004**.
“Classificação de resíduos sólidos”. 2004, 71 p.

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

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.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND (ABCP). **Caracterização mineralógica por microscopia de luz transmitida, difratometria de raios-X e análise termodiferencial e termogravimétrica**. Relatório N° 1266. São Paulo, 1984.

ANTUNES, M.; COUPERTHWAITE, S.; CONCEIÇÃO, F.; JESUS, C.; KIYOHARA, P.; COELHO, A.; FROST, R. Red mud from Brazil: thermal behavior and physical properties. **Ind.Eng.Chem. Res.** 2012, v 51, Ed 2, pp 775-779.

ANUÁRIO MINERAL (ANM) 2017. Ano base 2016.

ANJOS, C.M.; NEVES, G.A.; Utilização do resíduo de caulim para a produção de blocos solo-cal. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v.6, n.2, p. 91-96, 2011.

ASKELAND, Donald R. **Ciência e engenharia dos materiais**. Tradução Solange Aparecida Visconti. São Paulo: Cengage Learning, 2014.

ALMEIDA, G. M **Compósitos de matriz poliéster reforçados com resíduos proveniente do beneficiamento de cobre: caracterização mecânica**; trabalho de conclusão de curso, Universidade Federal do Pará – UFPA, 2010.

ALMEIDA, L. R. ; V.H. FERREIRA ; 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: Anais do 23º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2018, Foz do Iguaçu.

BOTELHO K.T. **Síntese de argilas organofílicas e sua incorporação em Polimerização in situ para obtenção de nanocompósitos antichamas de poliestireno.** 81 p. Dissertação de Mestrado – Faculdade de Engenharia Mecânica, Florianópolis: Universidade Federal de Santa Catarina, 2006.

BLEICHER, L.; SASAKI, J. M. **Introdução à difração de Raios-X em cristais.** Fortaleza, 2000.

CALLISTER, W. **Ciência e Engenharia de Materiais - uma introdução.** 8 Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

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

CÂNDIDO, G. M., REZENDE, M. C., DONADON, M. V.; ALMEIDA, S. F. M.. Fractografia de compósito estrutural aeronáutico submetido ao ensaio de tenacidade à fratura interlaminar em Modo II. **Polímeros**, 24(1), PP 65-71, 2014.

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

CORREIA, A.Z. **Métodos e Processos para fabricação de materiais compósitos.** São Paulo: EMBRAER, 1988.

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 de Doutorado, 2016. Universidade Federal do Pará - UFPA.

CONSELHO NACIONAL DE TRÂNSITO (CONTRAN). **Resolução nº. 675** - "Requisitos aplicáveis aos materiais de revestimento interno do habitáculo de veículos e dá outras providências." Diário Oficial da União, Seção 1, página 13534, 09 de setembro de 1986.

COURTNEY, T. H. (2000). **Mechanical Behavior of Materials.** 2 Ed. Long Grove, IL: Waveland Press, Inc. pp. 263–265. ISBN 978-1-57766-425-3.

ÇORUH, S.; ERGUN, O.N.; CHENG, T.; Treatment of copper industry waste and production of sintered glass–ceramic. **Waste Management & Research**, v.24, p. 234-241, 2006.

CULLITY, B. D. 1978. **Elements of X-ray diffraction.** 2nd ed. Addison-Wesley, Reading, Mass.

CUNHA, E. J. S. **Influência do uso do resíduo do processo bayer nas propriedades térmicas e mecânicas de compósitos de base polimérica reforçados com fibra de curauá (*ananas lucidus*).** Tese de Doutorado, 2015.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C.I.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores.** Porto Alegre : EDIPUCRS, 2007. ISBN: 978-85-7430-702-2.

DIVYA, H.V.; NAIK L.L., and YOGESHA B., "Processing Techniques of Polymer Matrix Composites – A Review" **International Journal of Engineering Research and General Science**, vol-4, Issue 3, 2016, PP: 357-362.

EL BANNA, W. R. **Influência do resíduo de flotação de minério de cobre nas propriedades físicas e mecânicas de compósitos de matriz termofixa e fibras de bananeira (*Musa Sapientum*, *Musacae*)**. Tese de Doutorado, 2017.

FARIAS, J.O.G. 2009. **Perfil de Mineração de Caulim** (Relatório Técnico nº 39 do Projeto de Assistência Técnica ao Setor de Energia – Projeto ESTATAL). Secretária de Geologia, Mineração e Transformação Mineral, Ministério Minas e Energia, Brasília 61 p., 2009.

FERREIRA, V. H. ; ALMEIDA, L. R. ; MORAES, M. H. M. ; AZEVEDO, A. C. ; COSTA, D. S. ; SILVA, W. R. ; BANNA, W. R. E. ; COSTA, D. S. **Cinzas Volantes em compósitos poliméricos: análise mecânica e flamabilidade**. In: 23º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2018, Foz do Iguaçu.

FREIRE, F.R.; BERTOLINO, L.C.; LUZ, A.B. **Caracterização mineralógica e tecnológica do caulim da região de Silvania – GO, visando sua utilização industrial**. CETEMN, Rio de Janeiro, 2018.

GREENHALGH, E. **Failure Analysis and Fractography of Polymer Composites**, 1st Edition. Woodhead Publishing: 28th September 2009.

GOOGLE. **Google Earth, imagens de satélite**. Versão 9.2.93.1 (2019). Disponível em <https://earth.google.com/web/>. Acesso em julho de 2019.

GONÇALVES, C.P. ; SENA, S.S.; SANTOS, L.G.S.; REBELO, G.N.; CUNHA, E.J.S.; SOUZA, J.A.S. **Influência na retardância de chama em compósitos poliméricos de poliéster isoftálico insaturado com adição de lama vermelha sedimentada gravitacionalmente**. Anais do 58º Congresso Brasileiro de Química, 2018.

GUINIER, A. (1952). **X-ray Crystallographic Technology**. London: Hilger and Watts LTD. 271 páginas.

GUMMADIL, J.; VIJAY KUMAR¹, G.; 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.

GRISON, E.C.; HOFFMAN, R.S.; LARA, C.S. **Poliéster insaturado**. Universidade Federal de Santa Maria. Maio, 1987.

HOME MADE COMPOSITES (HCM), 2014, acesso em janeiro de 2019, disponível em <http://www.composites.ugent.be/home-made-composites>

JONES, R. M. **Mechanics of composite materials**. 2 Ed. Washington, DC: Scripta Book Company, 1999.

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).

KIHARA, Y. **O estudo mineralógico das cinzas volantes brasileiras: origem, características, e qualidade.** Tese de doutorado (Doutorado em Geociências), Universidade de São Paulo, São Paulo, 1983.

KIM, Y.K. Handbook of Natural Fibres - Natural fibre composites (NFCs) for construction and automotive industries. Woodhead Publishing, Volume 2, 2012, p. 254-27. ISBN 9781845696986.

KLUG, H.; ALEXANDER, L. (1974). **X-Ray Diffraction Procedures.** New-York: John Wiley & Sons,. pp. 120–187

KOTSCHOUBEY, B.; TRUCKENBRODT, W.; HIERONYMUS, B. Depósitos de caulim e argila semi-flint no nordeste do Estado do Pará. **Rev. Bras. Geociências**, v. 26, n. 2, p. 71-80, 1996.

KNOLL, M. Aufladepotential und Sekundäremission elektronenbestrahlter Körper. **Z Tech. Phys.** v.16, 467-475, 1935.

LABORATÓRIO DE FÍSICA MODERNA. Instituto de Física Wataghin, UNICAMP. Disponível em <http://sites.ifi.unicamp.br/ifmoderna/conteudos/difracao-de-raios-x/>

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

MAIA, A. A. B. **Desenvolvimento do Processo de Síntese da Zeólita A e da Sodalita a partir de Rejeitos de Caulim da Amazônia com Aplicações em adsorção.** 2011. Tese (Doutorado em Ciência Geoquímica e Petrologia) Universidade Federal do Pará. Belém. 2011.

MAIA, A. A. B. SALDANHA, E; ANGÉLICA, R.S.; SOUSA, C.A.; NEVES, R.F. Utilização de rejeito de caulim da Amazônia na síntese da zeólita A. **Cerâmica**, v. 53 p. 319-324, 2007.

MARINUCCI, G., **Materiais Compósitos Poliméricos.** 1 Ed. São Paulo: Artliber, 2011.

MÁRTIRES, R.A.C.; **Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM).** Dados de reserva e beneficiamento de caulim, 2008.

MCCRUM, N. G.; BUCKLEY, C. P.; BUCKNALL, C. B. (1997). **Principles of Polymer Engineering.** Oxford ; New York: Oxford University Press. p. 1. ISBN 978-0-19-856526-0.

MEHTA, P.K.; MONTEIRO, P.J.M. **Concreto: estrutura, propriedades e Materiais.** 2 ed, São Paulo, Editora Pini, 1994.

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.

MOORE, D. M. and R. C. Reynolds, Jr. 1997. **X-Ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals.** 2nd Ed. Oxford University Press, New York.

MONTE, M. B. M.; CARVALHO, E. A.; FERREIRA, O.; CABO, S.S. Caulim-CADAM. In: **Usinas de Beneficiamento de Minérios do Brasil**, Ed.: João A. Sampaio, Adão B. Luz e Fernando F. Lins, Rio de Janeiro, CETEM, p. 11-23, CETEM-2001.

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.

NASCIMENTO, J.C.; CORDEIRO, H.C.; CORAL, N.F.A.F.; CORRÊA, J.A.M., MOREIRA; RODRIGUES, E.M.S. **Caracterização de resíduos sólidos da barragem de rejeitos da mina do sossego (Canaã dos Carajás-PA)**. XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química (2014), Florianópolis.

NAGAVALLY, R. R. “Composite Materials – History, types, fabrication techniques, advantages and applications”. **International Journal of Advances in Science Engineering and Technology**, ISSN: 2321-9009, vol-4, Iss-3, Sppl. Issue-2, september 2016. PP: 87-92.

NAGATANI, T.; SAITO S.; SATO, M.; YAMADA, M. Development of an ultra high resolution scanning electron microscope by means of a field emission source and in-lens system. **Scanning Microscopy**. v.11, 901-909, 1987.

OLIVEIRA, L. S.; COSTA, D. S. ; MOREIRA, H. C. ; SOUZA, J. A. S. . Análise da influência do resíduo de cobre e fibra de juta (em fio) nos ensaios de tração e flamabilidade aplicados em compósitos. XXI Congresso Brasileiro de Engenharia Química, 2016, Fortaleza.

PAIVA, J.M.F; TRINDADE, W.G.; FROLLINI, E. Compósitos de matriz termofixa fenólica reforçada com fibras vegetais. **Polímeros: ciência e tecnologia**. pp. 170 à 176. 1999.

PAINTER, P. C.; COLEMAN, M. M. (1997). **Fundamentals of polymer science : an introductory text**. Lancaster, Pa.: Technomic Pub. Co. p. 1. ISBN 978-1-56676-559-6.

PARDINI, L. C., "Pré-formas para Compósitos Estruturais". **Polímeros: ciência e tecnologia**, v. 10, nº2, p. 100-109, 2000.

PEDROSO, A.G. **Desenvolvimento de um processo de manufatura de placas de compósitos poliéster insaturado/fibras de vidro pós-consumo e resina de poliéster insaturado**. Tese (Doutorado em Química) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2002)

PEREIRA, J. S., CARDOSO, D. N. P, GONÇALVES, S. G., FELIPE, A. M. P. F., **Estudos Preliminares do Minério de Cobre da Região de Sossego Carajás**, 2013.

REUSS, A. (1929). "Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle". **Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik**. 9: 49–58. doi:10.1002/zamm.19290090104.

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

ROCHA JUNIOR, C.A.F.; SANTOS, S.C.A.; SOUZA, C.A.G.; ANGÉLICA, R.S.; NEVES, R.F.; Síntese de zeólitas a partir de cinza volante de caldeiras: caracterização física, química e mineralógica, **Cerâmica** 58, PP 43-52, 2012.

SABARINATHAN, C. et.al.; Experimental study on tensile behavior of multi wall carbon nanotube reinforced epoxy composites. **Journal of Applied Sciences Research**. 8. 3253-3259, 2012.

SANTOS, E.A.; **Avaliação mecânica e microestrutural de compósitos de matriz poliéster com adição de cargas minerais e resíduos industriais**. Dissertação de mestrado, UFRN, Natal, 2007.

SANTANA, D.L.; SARAIVA, A.C.F.; NEVES, R.F.; SILVA, L.D. Zeólita A sintetizada a partir a partir de rejeitos do processo de beneficiamento do caulim. **Cerâmica** v. 58 (2012), pp. 238-243.

SARAVANAM et al. **Experimental investigation on mechanical properties of copper slag powder reinforced particulate polymer composite**. International Conference on Engineering and Technology (ICET), 2016.

SATAPATHY, A.; PATNAIK, A. Analysis of dry sliding wear behavior of red mud filled polyester composites using the Taguchi method. *Journal Reinfor Plast and Composites*, v.29 n.24: p. 2883-2897, 2010.

SNELLINGS, R.; MERTENS G.; ELSEN J. (2012). "Supplementary cementitious materials". **Reviews in Mineralogy and Geochemistry**. 74: 211-278. doi:10.2138/rmg.2012.74.6.

SHAFFER, G. D. (Spring 1993). "An Archaeomagnetic Study of a Wattle and Daub Building Collapse". **Journal of Field Archaeology**. 20 (1): 59–75. JSTOR 530354

SHIMIZU V. K. , **Classificação e Caracterização de Tipos de Minérios de Cobre na Mina do Sossego – Região de Carajás**, 2012.

SILVA, J.S. **Estudo do reaproveitamento dos resíduos sólidos industriais na região metropolitana de João Pessoa** (Bayeux, Cabedelo, João Pessoa e Santa Rita) – PB. Dissertação de mestrado, UFPB, João Pessoa, 2004.

SILVA FILHO, E. B.; ALVES, M. C. M. ; MOTTA, M. Lama vermelha da indústria de beneficiamento de alumina: produção, características, disposição e aplicações alternativas. **Revista Matéria**, v.12, n.2, p.322-338, 2007.

SIQUEIRA, J.S. **Reciclagem de resíduo a partir de cinzas de carvão mineral: produção de argamassas**. 91 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia Química), Instituto Tecnológico, Universidade Federal do Pará, 2011.

TARGA, G.N., PIRES, E. N., AL-QURESHI, H.A., BARRA, G.M.O. **Produção e caracterização de um compósito de fibra de juta e resina poliéster insaturada**, N: 10º Congresso Brasileiro de Polímeros, Foz do Iguaçu. Anais.Foz do Iguaçu, PR, Brasil, 2009.

VASILIEV, Valery V., EVGENY, Morozov V., "**Mechanics and Analysis of Composite**", Materials I Composite Materials - Mechanical Properties, First Edition, 2001. ISBN 0-08-042702-2

VOIGT, W. (1889). "Ueber die Beziehung zwischen den beiden Elasticitäts constanten isotroper Körper". **Annalen der Physik**. 274: 573–587. doi:10.1002/andp.18892741206.

VON ARDENNE M. Das Elektronen-Rastermikroskop. Theoretische Grundlagen. Z. **Tech. Phys.** v. 109, 553-572, 1938.

WARPECHOWSKI SILVA, N.I. L. M. Calarge, F. Chies, J. E. Mallmann, O. Zwonok et al . Caracterização de cinzas volantes para aproveitamento cerâmico. **Cerâmica**, São Paulo , v. 45, n. 296, p. 184-187, dez. 1999.