



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

LUCAS REZENDE ALMEIDA

**REAPROVEITAMENTO DO RESÍDUO DE MINÉRIO DE FERRO EM
COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA**

Ananindeua, PA
2020

LUCAS REZENDE ALMEIDA

**REAPROVEITAMENTO DO RESÍDUO DE MINÉRIO DE FERRO EM
COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA**

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.

Coorientador: Me. Bruno Henrique Alves Mendes.

Ananindeua, PA
2020

**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)**

A447r Almeida, Lucas Rezende.
Reaproveitamento do resíduo de minério de ferro em
compósitos de matriz polimérica / Lucas Rezende Almeida. — 2020.
83 f. : il. color.

Orientador(a): Prof. Dr. Deibson Silva da Costa
Coorientador(a): Prof. Me. Bruno Henrique Alves Mendes
Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade
Federal do Pará, Campus Universitário de Ananindeua, Curso de
Engenharia de Materiais, Ananindeua, 2020.

1. Compósito. 2. Resíduo. 3. Minério de ferro. 4.
Caracterização. I. Título.

CDD 620.11

LUCAS REZENDE ALMEIDA

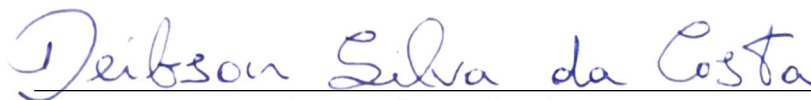
**REAPROVEITAMENTO DO RESÍDUO DE MINÉRIO DE FERRO EM
COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA**

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: 30/11/2020

Conceito: Excelente

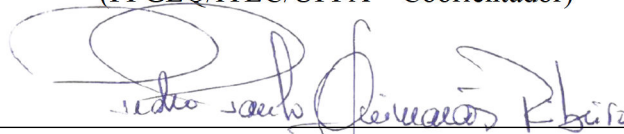
BANCA EXAMINADORA



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



Me. Bruno Henrique Alves Mendes
(PPGEQ/ITEC/UFPA – Coorientador)



Prof. Me. Pedro Paulo Guimarães Ribeiro
(FEMat/CAMPANIN/UFPA – Examinador Interno)



Bela. Brenda Thayssa Figueira Daniel
(PPGEM/ITEC/UFPA – Examinadora Externa)

Ananindeua, PA
2020

Aos meus pais, exemplos de amor, carinho,
honestidade, perseverança e temor à Deus,
modelos a serem seguidos. Orgulho de ser
seu filho!

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por sempre ter sido o meu alicerce independente de qualquer situação.

Aos meus pais, Samuel Silva Almeida e Eni Natalina Rezende Almeida, que são o principal motivo que me fizeram entrar na Universidade, por todo amor, apoio e incentivo, e a minha irmã Laryssa de Nazaré Rezende Almeida Marques pelo apoio e ensinamentos.

Ao meu orientador Prof. Dr. Deibson Silva da Costa e Coorientador Me. Bruno Henrique Alves Mendes pela paciência, confiança, amizade, ensinamentos e dedicação concedida no desenvolvimento deste trabalho e na construção da minha vida acadêmica, sempre esclarecendo e corrigindo minhas dúvidas e erros.

Ao Prof. Dr. Marcos Benedito Caldas Costa pela oportunidade de ser bolsista, pela confiança, amizade e parceria durante essa jornada.

Aos professores da Universidade Federal do Pará, especialmente a Faculdade de Engenharia de Materiais — FEMat por todos os conhecimentos repassados para a minha formação como Engenheiro de Materiais. Agradeço também por todas as oportunidades de crescimento tanto acadêmico quanto pessoal concedida durante esses 5 anos.

Aos colegas de classe que me ajudaram direta ou indiretamente e fizeram dessa caminhada, graduação, ficar mais descontraída.

Ao meu grupo de trabalho e ao meu grupo de estudos "Caveiras" em especial ao Victor Ferreira.

Aos meus amigos Willian Rayol e Gabriel Oliveira cuja ajuda contribuiu para a realização deste trabalho.

A Bela. Brenda Daniel, pela amizade e por ter cedido o resíduo para produção deste trabalho.

Aos meus amigos da Atlético Mercúrio, por toda parceria, descontração e companheirismo.

Ao grupo de pesquisa do LAMPS, pelos incontáveis momentos de ajuda, ensinamento e descontração.

Aos Laboratórios de Engenharia Mecânica do Campus Belém (LABEM) e de Engenharia Mecânica do Campus de Tucuruí (CAMTUC) pelos ensaios realizados.

Enfim, a todas as pessoas que contribuíram de forma direta ou indiretamente para o desenvolvimento da concretização deste trabalho.

RESUMO

Tendo em vista o impacto ambiental causado pela disposição dos resíduos industriais e visando sua aplicação em novos materiais, foram produzidos neste trabalho, materiais compósitos de matriz polimérica com resíduos de minério de ferro com granulometria inferior a 100 *mesh*. Os compósitos foram confeccionados pelo processo manual (*hand lay-up*) associado à compressão, com proporções em volume variando entre 0 %, 10 %, 20 % e 30 %. A matriz utilizada foi a resina poliéster isoftálica, com iniciador na proporção de 1 % em v/v e ativador na proporção de 1,5 % v/v. A análise mineralógica do resíduo foi realizada pela técnica de Difração de Raios-X, análise morfológica foi realizada utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura – MEV e Microscópio Óptico – MO, a análise química foi através da Espectroscopia de Energia Dispersiva – EDS e Fluorescência de Raios X – FRX. Após a etapa de confecção dos materiais compósitos e da elaboração dos corpos de prova, realizaram-se ensaios físicos de absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente segundo as normas ASTM D 570, ASTM D 2734 e ASTM D 792, respectivamente, e os ensaios mecânicos de flexão (ASTM D 790) e tração (ASTM D 3039), com a análise da superfície de fratura realizada utilizando o MEV. A taxa de propagação de chama foi obtida mediante ensaio de inflamabilidade horizontal (ASTM D 635). A análise mineralógica do resíduo apresentou os principais picos correspondentes a hematita, magnetita e quartzo, corroborado pela morfologia do resíduo onde foi possível observar partículas de hematita e magnetita. A análise química apresentou maiores quantidades de óxidos de ferro, alumínio e silício. Observou-se que as propriedades físicas porosidade aparente e massa específica aparente aumentaram e a absorção de água diminuiu conforme elevou-se as composições. Mecanicamente, os compósitos apresentaram resultados superiores ao da resina plena para o ensaio de tração e flexão, obtendo valores mais expressivos para o ensaio de flexão, atuando como carga de reforço para este ensaio. A análise fractográfica demonstrou boa distribuição dos resíduos na matriz e evidenciou os mecanismos de falhas predominantes no compósito. Quanto ao retardo de chamas, a adição do resíduo impactou expressivamente no desempenho do material, chegando a extinguir a chama nas proporções de 20 % e 30 %. Com base nessas análises, produzir compósitos com resíduo de minério de ferro torna-se uma potencial alternativa de reaproveitamento do resíduo, apresentando boas propriedades, o que os torna bom candidato a certas aplicações, tais como painéis, paredes divisórias, forros e outras aplicações desta natureza, além de fomentar a gestão de resíduos e reduzir o impacto ambiental.

Palavras-chave: Materiais Compósitos. Resíduo. Minério de Ferro.

ABSTRACT

In view of the environmental impact caused by the disposal of industrial waste and aiming at its application in new materials, polymeric composite materials with iron ore residues with a particle size of less than 100 mesh were produced in this work. The composites were made using the manual process (hand lay-up) associated with compression, with proportions in volume varying between 0 %, 10 %, 20 % and 30 %. The matrix used was isophthalic polyester resin, with an initiator in the proportion of 1 % in v/v and activator in the proportion of 1.5 % v/v. The mineralogical analysis of the residue was performed using the X-Ray Diffraction technique, morphological analysis was performed using the Scanning Electron Microscope - SEM and Optical Microscope - MO, the chemical analysis was through Dispersive Energy Spectroscopy - EDS and Ray Fluorescence X – FRX. After the stage of making the composite materials and the preparation of the specimens, physical tests of water absorption, apparent porosity and apparent specific mass were carried out according to the standards ASTM D 570, ASTM D 2734 and ASTM D 792, respectively, and the mechanical tests of flexion (ASTM D 790) and traction (ASTM D 3039), with the analysis of the fracture surface performed using the SEM. The flame propagation rate was obtained by means of a horizontal flammability test (ASTM D 635). The mineralogical analysis of the residue showed the main peaks corresponding to hematite, magnetite and quartz, corroborated by the morphology of the residue where it was possible to observe particles of hematite and magnetite. Chemical analysis showed higher amounts of iron, aluminum and silicon oxides. It was observed that the physical properties of apparent porosity and apparent specific mass increased and water absorption decreased as the compositions increased. Mechanically, the composites showed results superior to that of the full resin for the tensile and flexion test, obtaining more expressive values for the flexion test, acting as reinforcement load for this test. The fractographic analysis demonstrated a good distribution of the residues in the matrix and showed the predominant failure mechanisms in the composite. As for flame retardation, the addition of the residue significantly impacted the performance of the material, even extinguishing the flame in the proportions of 20 % and 30 %. Based on these analyzes, producing composites with iron ore residue becomes a potential alternative for reusing the waste, presenting good properties, which makes them a good candidate for certain applications, such as panels, partition walls, ceilings and other applications of this nature, in addition to promoting waste management and reducing environmental impact.

Keywords: Composite Materials. Residue. Iron Ore.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 – Classificação dos compósitos com base na fase dispersa.	19
Figura 2.2 – Representação da reação de obtenção do poliéster insaturado.....	22
Figura 2.3 – Resina Isoftálica.	22
Figura 2.4 – Tipos de cargas em uma matriz polimérica.....	23
Figura 2.5 – Principais reservas mundiais de Minério de Ferro (em toneladas)	28
Figura 3.1 – Fluxograma simplificado com as principais etapas de fabricação do compósito.	30
Figura 3.2 – Materiais: a) resina poliéster insaturada; b) acelerador de cobalto; c) iniciador peróxido de etil-metil cetona (MEK-P) e d) desmoldante.....	31
Figura 3.3 – Resíduo de minério de ferro após o processo de beneficiamento.	32
Figura 3.4 – Equipamentos utilizados: a) Estufa; b) Moinho de bolas; c) Peneira; d) Balança digital; e) Balança analítica; f) Molde metálico g) Prensa hidráulica; h) Máquina de Corte. ...	33
Figura 3.5 – Difratômetro de Raios-X.....	34
Figura 3.6 – a) Microscópio Ótico e b) Equipamentos MEV e EDS.	35
Figura 3.7 –Espectrômetro de Fluorescência de Raios-X.	36
Figura 3.8 – Fluxograma simplificado da fabricação do compósito.	37
Figura 3.9 – a) Corpos de prova para os ensaios físicos e b) balança analítica com aparato. ...	39
Figura 3.10 – Dimensões para os corpos de prova utilizados nos ensaios físicos.....	39
Figura 3.11 – Equipamento utilizado para o ensaio de tração.....	40
Figura 3.12 – Dimensões para os corpos de prova utilizados no ensaio de tração.....	40
Figura 3.13 – Amostras de superfície de fratura para imagem no MEV.....	41
Figura 3.14 – Equipamento utilizado para o ensaio de flexão.....	42
Figura 3.15 – Dimensões para os corpos de prova utilizados no ensaio de flexão e flamabilidade	43
Figura 3.16 – a) Ensaio de flamabilidade horizontal e b) Representação da marcação dos corpos de prova de flamabilidade.....	44
Figura 4.1 – Difratograma de raios-X do resíduo de minério de ferro.	46
Figura 4.2 – Fotomicrografia MEV da amostra do resíduo de minério de ferro com ampliações de 100x (a) e 200x (b).....	47
Figura 4.3 – Análise EDS do resíduo minério de ferro.	48
Figura 4.4 – Micrografia do resíduo minério de ferro com aumento de 50x.	49
Figura 4.5 – Materiais compósitos fabricados.....	51

Figura 4.6 – Análise fractográfica dos compósitos de resíduo de minério de ferro — a) 10 % e b) 30 %. Aumento de 50x.....	59
Figura 4.7 – a) Ensaio de Flamabilidade com corpo de prova Fe 20 % e b) Corpos de prova de Fe após o ensaio.....	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 – Composição química do Resíduo de minério de ferro.....	49
Tabela 4.2 – Resultados dos ensaios físicos para compósitos.....	51
Tabela 4.3 – Dados obtidos com o ensaio de tração.....	56
Tabela 4.4 – Dados obtidos a partir do ensaio de flexão para os compósitos com resíduos de minério de ferro.	60
Tabela 4.5 – Comparativo entre as médias (teste de Tukey) com as respectivas diferenças mínimas significativas (DMS) para cada par analisado.	63
Tabela 4.6 – Comparativo entre as médias (teste de Tukey) com as respectivas diferenças mínimas significativas (DMS) para cada par analisado.	64
Tabela 4.7 – Dados obtidos a partir do ensaio de flamabilidade horizontal.....	66
Tabela 4.8 – Comparação entre o padrão exigido e os resultados obtidos neste trabalho.....	70
Tabela 4.9 – Comparativo entre o resultado obtido neste trabalho e com materiais encontrados na literatura.	70

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 4.1 – Comparativo entre a massa específica, absorção de água e porosidade aparente dos compósitos com resíduo de minério de ferro com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$). ...	54
Gráfico 4.2 – Comparativo com frações de outros materiais em função da absorção de água:	55
Gráfico 4.3 – Gráfico força x alongamento linear para o resíduo de minério de ferro.	57
Gráfico 4.4 – Comparativo de desempenho a tração dos compósitos com resíduo de minério de ferro com os respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).	58
Gráfico 4.5 – Comparativo de desempenho a resistência à flexão dos compósitos com resíduo de minério de ferro.	62
Gráfico 4.6 – Gráfico das diferenças entre as médias dos níveis do Fator.....	63
Gráfico 4.7 – Gráfico das diferenças entre as médias dos níveis do Fator.....	65
Gráfico 4.8 – Gráfico comparativo com desempenho quanto à flamabilidade dos compósitos com resíduo de minério de ferro e os respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).	69

LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

A	Área útil da seção transversal
AA	Absorção de água
ANOVA	<i>Analysis of variance</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CONTRAN	Conselho Nacional de Trânsito
CP's	Corpos de Prova
DRX	Difração de Raios-X
E	Módulo de elasticidade
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva
F	Carga instantânea
Fe	Minério de ferro
FRX	Fluorescência de Raios-X
HB	<i>Horizontal burning</i>
ICDD	<i>International Centre for Diffraction Data</i>
MEA	Massa específica aparente
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
M_i	Massa imersa
MO	Microscópio Óptico
M_s	Massa seca
M_u	Massa úmida
NBR	Norma Brasileira
PA	Porosidade aparente
TRF	Tensão de ruptura à flexão
TSD	<i>Tukey Significant Difference</i>
UFPA	Universidade Federal do Pará
ε	Deformação de engenharia
σ	Tensão de resistência à tração
ρ	Massa específica

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
1.1	Objetivos	16
1.1.1	Objetivo Geral.....	16
1.1.2	Objetivos Específicos	16
1.1.3	Estrutura do Trabalho	17
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
2.1	Compósitos	18
2.2	Matrizes	19
2.2.1	Matrizes Poliméricas.....	19
2.2.1.1	Resina Poliéster.....	21
2.3	Reforço/Carga	23
2.3.1	Particulados.....	24
2.3.1.1	Minério de Ferro	28
3	MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	30
3.1	Materiais	31
3.1.1	Matriz Polimérica	31
3.1.2	Resíduo mineral	32
3.2	Procedimentos Experimentais	32
3.2.1	Caracterização do Resíduo Mineral	34
3.2.1.1	Difração de raios X (DRX).....	34
3.2.1.2	Análise Química e Morfologia do Resíduo	34
3.2.2	Confeção dos Compósitos.....	36
3.2.3	Caracterização dos Compósitos	37
3.2.3.1	Físicas	38
3.2.3.2	Mecânicas	39
3.2.3.2.1	Ensaio de resistência à Tração	39
3.2.3.2.1.1	Análise da superfície de Fratura	41
3.2.3.2.2	Ensaio de resistência à Flexão	42
3.2.3.3	Flamabilidade.....	43
3.2.3.3.1	Ensaio de Flamabilidade Horizontal.....	43
3.3	Análise Estatística	44
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	46
4.1	Caracterização do Resíduo Mineral	46

4.1.1	Mineralógica	46
4.1.2	Morfológica	47
4.1.3	Química.....	49
4.2	Confecção dos Compósitos.....	50
4.3	Caracterização dos Compósitos.....	51
4.3.1	Propriedades Físicas	51
4.3.2	Propriedades Mecânicas	55
4.3.2.1	Ensaio de Resistencia à Tração.....	55
4.3.2.1.1	Análise de Superfície de Fratura.....	59
4.3.2.2	Ensaio de Resistencia à Flexão.....	60
4.3.3	Flamabilidade.....	65
4.3.3.1	Ensaio de Flamabilidade Horizontal.....	65
5	CONCLUSÕES E SUGESTÕES.....	72
5.1	Conclusões	72
5.2	Sugestões de Trabalhos Futuros.....	73
	REFERÊNCIAS	74

1 INTRODUÇÃO

Apesar dos recentes avanços tecnológicos na área de engenharia de materiais, os resíduos industriais provenientes dos diversos setores da mineração continuam tendo uma destinação imprópria. Tal destinação acarreta graves problemas ambientais, como a contaminação dos recursos hídricos e a poluição do meio ambiente a exemplo do ocorrido em janeiro de 2019 na cidade de Brumadinho (MG), além de um eventual desperdício mercadológico.

A mineração é uma atividade de grande importância para o Brasil em termos econômicos e, conseqüentemente, sociais. Cerca de 5 % do PIB nacional, conforme destaca Lopes (2014), é proveniente desse ramo industrial. Apesar dos benefícios gerados pela mineração, é inegável que o armazenamento e a disposição dos resíduos oriundos dessa atividade constituem-se num grande desafio ambiental e geotécnico (PASSOS, 2009).

O Estado do Pará é um dos principais detentores de reserva de minério de ferro, possui grande potencial de geração de resíduos em diferentes etapas, desde a extração até o beneficiamento. Esses resíduos podem ser estocados em grandes lagoas, o que inviabiliza grandes áreas de solo.

Portanto, é importante fomentar aplicações para esses resíduos, evitando seu descarte na natureza e gerando avanços por meio de sua utilização na confecção de novos materiais tais como os compósitos.

Os compósitos são distinguidos dos seus materiais constituintes pela sua peculiar rigidez e resistência, provenientes de uma combinação benéfica das propriedades de seus componentes, denominados fase dispersa e matriz (CALLISTER, 2016; CAMPBELL, 2006). Assim, o material compósito apresenta um comportamento mecânico que possibilita sua diversificada utilização em setores industriais, nos quais seus constituintes isolados podem não ser eficientes (CAMPBELL, 2006; VENTURA, 2009; GAY, 2015).

A utilização de resíduos industriais como carga em materiais compósitos surge como uma necessidade, para viabilizar economicamente a utilização desses materiais em diversas aplicações de engenharia. Além das cargas atualmente utilizadas, o uso de resíduos industriais como carga em compósitos, justifica-se principalmente pela conservação do meio ambiente, por serem materiais de difícil decomposição (SANTOS, 2007).

Com isso, foram produzidos compósitos de matriz polimérica de poliéster com resíduos de minério de ferro, visando as caracterizações físicas, mecânicas e de flamabilidade para verificação de sua aplicabilidade.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo Geral

Avaliar a potencial aplicação de resíduo de minério de ferro como alternativa para novos materiais através de sua incorporação em matriz polimérica.

1.1.2 Objetivos Específicos

- Avaliar as características mineralógicas (por Difração de Raios-X), morfológica (por Microscopia eletrônica de Varredura) e química (por espectroscopia de energia dispersiva e Fluorescência de Raio-X) do resíduo de minério de ferro;
- Fabricar compósitos de matriz poliméricas com proporções predefinidas em volume de resíduo de minério de ferro de 0 %, 10 %, 20 % e 30 % analisando a viabilidade de confecção;
- Analisar o efeito da incorporação de resíduo de minério de ferro nas propriedades físicas (Massa específica aparente, Absorção de água, Porosidade aparente), mecânicas (tração e flexão) e de flamabilidade dos compósitos fabricados;
- Analisar, através da fractografia, os mecanismos de falha dominantes para os compósitos produzidos e correlacionar as propriedades exibidas com o aspecto fractográfico.

1.1.3 Estrutura do Trabalho

A seção 1 apresenta uma introdução, objetivos da pesquisa, visando contextualizar a importância e o potencial uso de resíduos industriais, onde destaca-se o resíduo de minério de ferro proveniente dos processos produtivos da indústria siderúrgica para a produção de ferro gusa.

A seção 2 aborda uma revisão bibliográfica acerca dos materiais compósitos com ênfase em resinas poliméricas termofixas. Também é abordado sobre a carga industrial utilizada no trabalho.

A seção 3 expõe a metodologia aplicada à pesquisa, descrevendo os materiais e processos experimentais tais como: a caracterização física, mecânica e inflamabilidade dos compósitos produzidos nesta pesquisa.

A seção 4 apresenta resultados obtidos através da metodologia aplicada, fazendo as análises e discussões sobre os resultados encontrados.

A seção 5 aborda as conclusões obtidas durante a realização da pesquisa de forma sintetizada e sugestões para trabalhos futuros.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 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).

No entanto, o aparecimento destes materiais teve real destaque na segunda metade do século XX com o uso de estruturas compósitas leves para muitas soluções técnicas. Nas décadas de 80 e 90, o uso de compósitos tornou-se muito comum para melhorar o desempenho de veículos espaciais e aviões militares (VENTURA, 2009).

Pode-se dizer que embora não haja uma definição universalmente aceita, de maneira geral, é possível definir um compósito como um produto que apresenta em sua composição, pelo menos dois materiais ou duas fases, sendo uma matriz e um reforço, com propriedades físicas e químicas diferentes, que, quando separados, mantêm suas características, porém quando misturados, formam um composto cuja suas propriedades não são obtidas com apenas um deles (TWE e LIAO, 2003).

A matriz geralmente é um material contínuo que envolve a fase dispersa. As propriedades de um compósito são decorrentes de fatores como a geometria da fase dispersa, distribuição, orientação e também da compatibilidade interfacial entre os constituintes da mistura. É necessário que haja uma afinidade entre os materiais que foram combinados, pois devem trabalhar juntos respondendo aos esforços físicos do meio. A adesão inadequada entre as fases envolvidas na interface poderá provocar o início de falhas, comprometendo o desempenho do compósito. Por isso é muito importante conhecer as propriedades químicas e físicas dos diferentes materiais que foram combinados, mais especificamente as propriedades das interfaces destes materiais (RIBEIRO *et al.*, 2007).

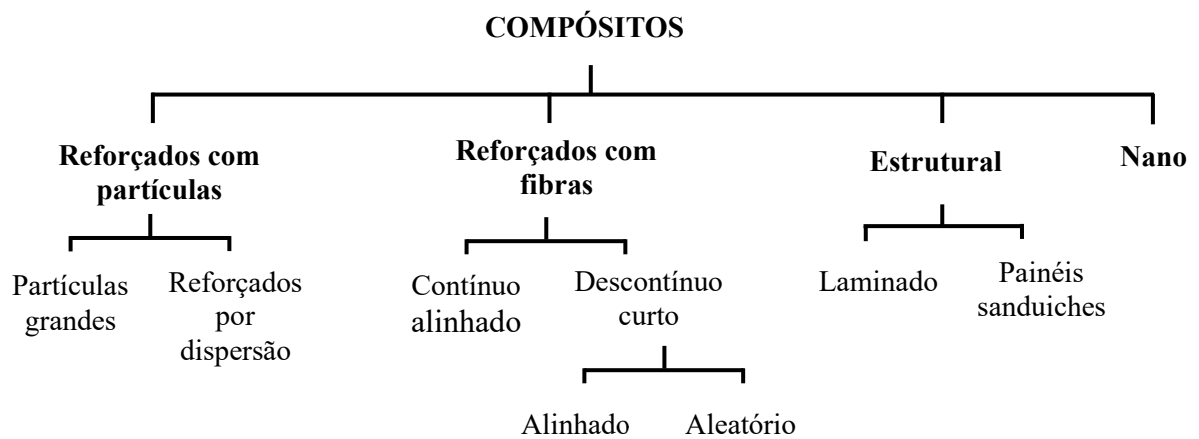
Portanto, além das propriedades individuais de cada componente do compósito, a interface deve ser a mais adequada possível para otimizar a combinação das propriedades envolvidas (SHACKELFORD, 2015).

Com relação as suas características, os materiais compósitos possuem propriedades como alta rigidez, boa resistência mecânica, resistência à corrosão, bom desempenho térmico e

uma de suas maiores vantagens é a baixa densidade, quando comparado a materiais metálicos e cerâmicos, por exemplo.

Observando a característica multifásica e desenvolvendo as classificações para a fase dispersa, podem-se citar quatro grandes tipos: reforços com partículas, reforços com fibra, compósito estrutural e nanocompósitos. A disposição do reforço no compósito irá determinar a conformidade do sistema. As fases do material possuem diferentes papéis que dependerão do tipo e dos componentes do composto (DANIEL e ISHAI, 2006). A Figura 2.1 ilustra a classificação simplificada dos materiais compósitos com base na fase dispersa.

Figura 2.1 – Classificação dos compósitos com base na fase dispersa.



Fonte: Adaptado de Callister, 2016.

2.2 Matrizes

2.2.1 Matrizes Poliméricas

A matriz é a fase contínua de um compósito, e pode dizer-se que tem duas funções principais. A primeira é a de ligar as cargas entre si, agindo como meio de transmissão das solicitações mecânicas a que é submetida a carga. A segunda é a de proteger as cargas do meio ambiente em que se encontra, como por exemplo de danos superficiais como um resultado de abrasão mecânica ou reações químicas (LOURENÇO, 2017).

As matrizes se classificam em: poliméricas, metálicas e cerâmicas. As matrizes poliméricas são as mais utilizadas devido à versatilidade de formulação, boa resistência aliado ao baixo custo de processamento, quando comparadas com outras matrizes (VINCENZINE, 1995).

As matrizes poliméricas podem ser divididas entre termoplásticas e termorrígidas. A principal diferença entre elas está no comportamento característico quando aquecidos, isto é, os termoplásticos são polímeros capazes de serem moldados várias vezes devido às suas características de se tornarem fluidos sob ação da temperatura e depois se solidificarem quando há uma diminuição da mesma. Já os termorrígidos não têm o comportamento de fluidos devido à presença de ligações cruzadas entre as cadeias macromoleculares (SILVA, 2014).

As matrizes termoplásticas são formadas por macromoléculas individuais lineares sem reticulação. Na maioria dos casos, os termoplásticos se caracterizam por apresentarem maior resistência ao impacto e maior tenacidade. Com relação ao seu processamento, podem ser obtidos por injeção ou termoformação, além de poderem ser reciclados (MOURA *et al.*, 2010).

As matrizes termorrígidas são constituídas por polímeros em que as moléculas formam estruturas tridimensionais bastante rígidas e são os mais utilizados na fabricação dos compósitos, isso porque apresentam maior facilidade de impregnação do reforço, visto que estas matrizes apresentam uma viscosidade baixa antes da cura. As matrizes termorrígidas são conhecidas por não permitirem ser reprocessadas, uma vez aquecidos assumem uma forma permanente. Quando os componentes (resina e acelerador e/ou catalisador) são misturados na proporção adequada, dá-se a polimerização e a constituição da estrutura tridimensional, em um processo que se designa habitualmente por “cura” (MARCELO, 2011).

O processo de pós-cura é importante para que se obtenha o máximo em propriedades mecânicas. O sistema rígido resultante é uma rede macromolecular altamente reticulada, infusível e insolúvel, apresentando alta resistência/rigidez mecânica com um mínimo de tenacidade e alta estabilidade térmica (ROSATO, 2005).

As resinas termorrígidas mais usadas e mais baratas são os poliésteres, poliuretanos, vinil-éster e resinas fenólicas. Esses polímeros são comercializados principalmente para fabricação de compósitos, além de uso como adesivo e revestimento. O processamento desses compósitos pode ser realizado em moldes de simples confecção e a disposição dos constituintes pode ser feita à mão ou automaticamente (SILVA, 2014).

A produção desses materiais é limitada pelo tempo de produção. Ainda assim são bastantes utilizados por apresentarem propriedades de resistência maiores (SANTOS, 2006).

2.2.1.1 Resina Poliéster

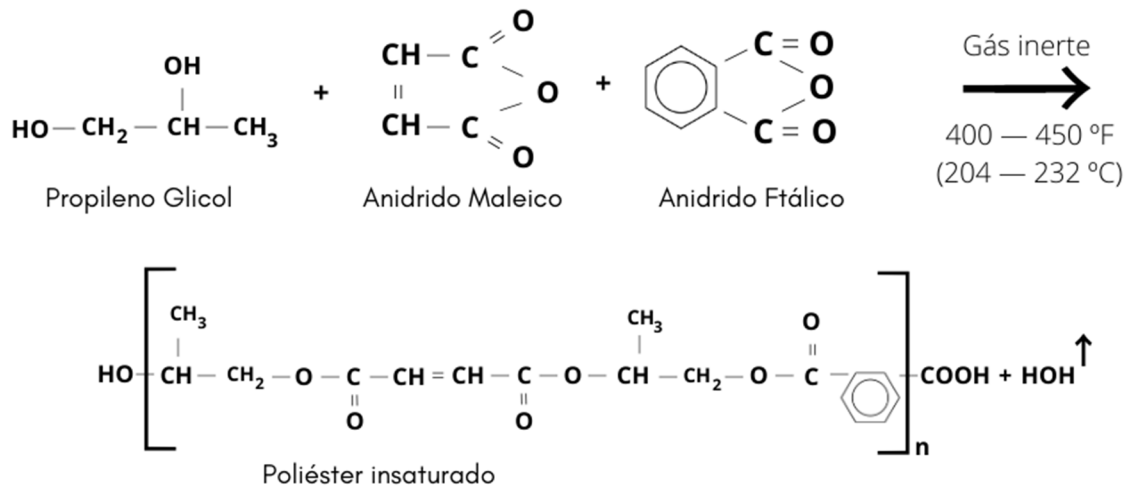
Resina Poliéster Insaturada Isoftálica

Os polímeros da fase matriz geralmente encontram-se como resinas, com cada resina apresentando suas características e propriedades específicas. As resinas são divididas em 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).

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

A Resina poliéster insaturada apresenta uma estrutura composta geralmente de três componentes básicos: ácidos saturados, ácidos insaturados e glicóis. No caso de um poliéster de uso geral, estes componentes consistem de ácido ou anidrido ftálico, ácido fumárico ou anidrido maléico, propileno glicol e um monômero vinílico, comumente o estireno (Figura 2.2). Cada um desses componentes tem uma função básica na obtenção da resina poliéster. O ácido insaturado fornece os pontos reativos para as ligações cruzadas; o ácido saturado determina o grau de espaçamento ou concentração das moléculas do ácido insaturado ao longo da cadeia do poliéster, e o glicol, naturalmente, proporciona os meios para a esterificação e a ponte entre os ácidos para formar o polímero. O monômero vinílico dissolve o polímero formado durante a reação de esterificação e serve de ponte de ligação (reticulação) entre os pontos de insaturação presentes na cadeia do poliéster (NOBREGA, 2007).

Figura 2.2 – Representação da reação de obtenção do poliéster insaturado.

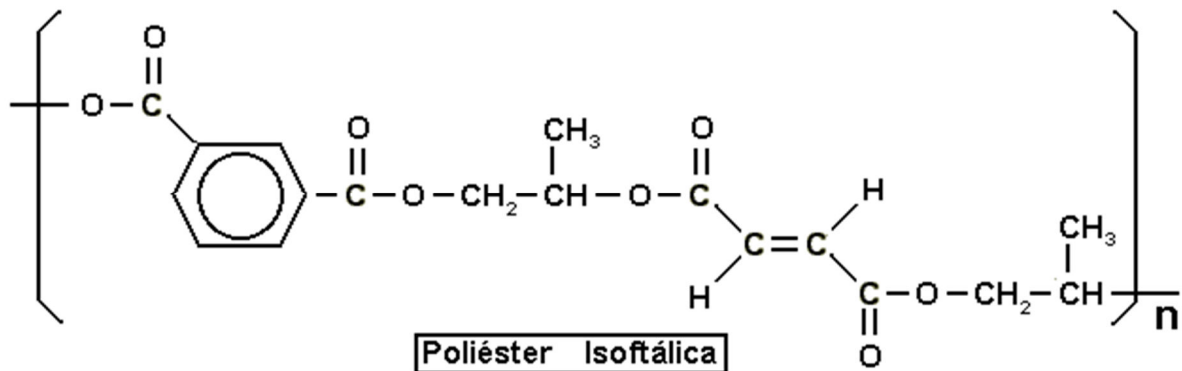


Fonte: Adaptado de Nobrega, 2007.

Dentre os principais tipos de resina poliéster, podemos classifica-las como isoftálica, tereftálica e ortoftálica (CANEVAROLO, 2010).

No caso do poliéster isoftálico, são produzidas a partir do ácido isoftálico e apresentam boas resistências químicas, térmicas e mecânicas. As resinas isoftálicas, Figura 2.3, podem formar poliésteres de alto peso molecular, com cadeias mais longas, pelo fato do ácido isoftálico em sua reação não formar anidrido cíclico e com isso não sofre a desvantagem da regeneração como em outras resinas. As cadeias mais longas proporcionam ao produto uma maior resistência mecânica, química e térmica, além de melhorar a absorção de impacto (SILVA, 2014).

Figura 2.3 – Resina Isoftálica.



Fonte: Silaex, 2020.

2.3 Reforço/Carga

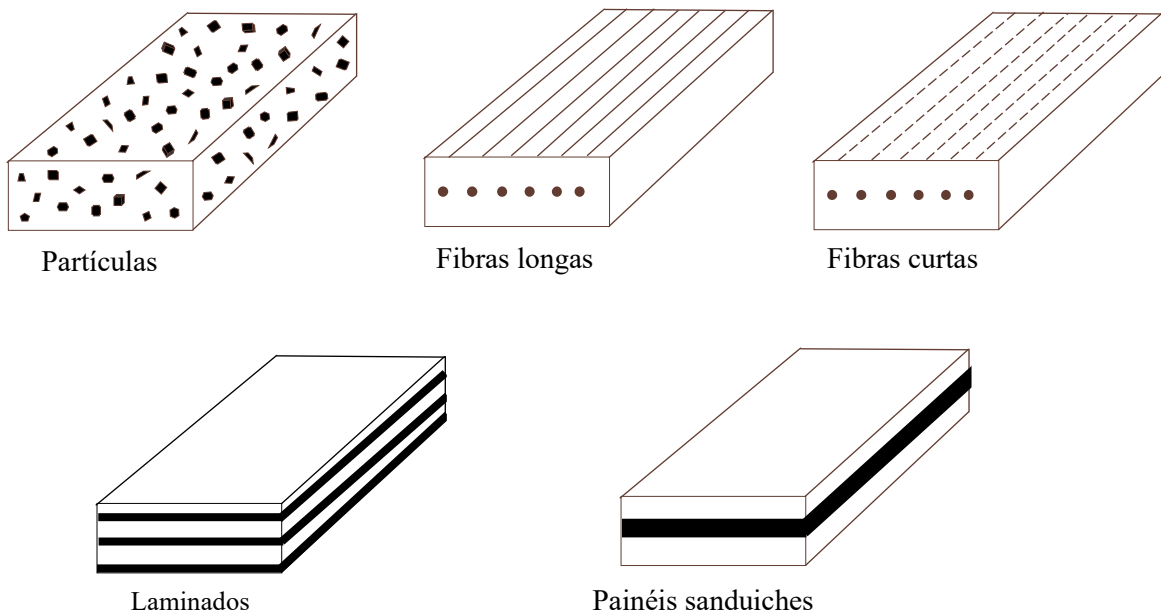
Chama-se de carga ou reforço todo componente insolúvel que quando é adicionado ao polímero modifica uma ou mais propriedades do polímero puro. A carga é a fase responsável pelo desempenho mecânico dos materiais compósitos, pois é ela que suporta a maioria das forças que são exercidas no material compósito.

Para o fabrico de compósitos de matriz polimérica com bom desempenho mecânico, devem ser considerados alguns aspectos relevantes para a escolha da carga, tais como: a tensão de ruptura deverá ser superior à da matriz, geometria conveniente para ser combinado com a mesma, assegurar uma boa adesão, não se deteriorar no contato com a matriz e/ou outros constituintes químicos presentes no compósito, facilidade de manuseio e baixo custo (LOURENÇO, 2017).

As propriedades dos materiais compósitos além de depender das propriedades do material usado para carga e matriz, dependem também da concentração, tamanho, forma, distribuição e orientação da carga (LOURENÇO, 2017).

As cargas podem ser constituídas por partículas, fibras longas ou curtas, laminado ou painéis sanduiches. A Figura 2.4 apresenta os tipos de cargas em uma matriz polimérica.

Figura 2.4 – Tipos de cargas em uma matriz polimérica.



Fonte: Adaptado de Lourenço, 2017.

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.

Cada tipo de carga mineral tem propriedades diferentes e estas são influenciadas, por sua vez, pelo tamanho da partícula, pela forma, dureza, composição química, estrutura cristalina, etc.

As cargas minerais são produzidas por empresas de mineração que as extraem de jazidas minerais, beneficiam e acondicionam em embalagens adequadas ao mercado consumidor (sacos de 20 a 50 kg), sendo que o mercado brasileiro exige granulometria sempre abaixo de 45 µm para a inserção em polímeros (LIMA, 2007).

As principais características consideradas no desempenho de uma carga mineral para produção de um compósito são: propriedades mineralógicas (composição química, estrutura cristalina, propriedades ópticas, dureza, densidade e propriedades físico-químicas de superfície), granulometria, área de superfície específica e relação de aspecto (LIMA, 2007).

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

É importante ressaltar 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).

2.3.1 Particulados

O crescimento do mercado dos materiais compósitos tem sido acompanhado pelo aumento das classes de materiais utilizados na elaboração dos mesmos. Recentemente, o interesse no emprego de partículas na elaboração de materiais compósitos tem crescido em muitas aplicações (CASARIL, 2004).

Partículas (ou particulados) podem afetar de diversas maneiras um compósito, dependendo das suas características. A opção pela utilização de um determinado material deve estar condicionada à sua aplicação e quais os requisitos necessários (AKOVALI, 2001).

Callister (2016) classifica os compósitos com partículas em duas subclassificações chamadas de compósitos com partículas grandes e os compósitos reforçados por dispersão. A

diferença entre eles está baseada no mecanismo de reforço ou de aumento de resistência. O termo grande é usado para indicar que as interações partícula-matriz não podem ser tratadas ao nível atômico ou molecular. Para a maioria desses compósitos, a fase particulada é mais dura e mais rígida que a matriz. Essas partículas de reforço tendem a restringir o movimento da fase matriz na vizinhança de cada partícula. Essencialmente, a matriz transfere parte da tensão aplicada às partículas, as quais suportam uma fração de carga. O grau de reforço ou de melhoria de comportamento mecânico depende de uma ligação forte na interface matriz-partícula.

Para os compósitos que têm sua resistência aumentada por dispersão, as partículas são, em geral, muito menores, com diâmetros entre 10 nm e 100 nm. As interações partícula-matriz que levam ao aumento da resistência ocorrem no nível atômico ou molecular. Enquanto a matriz suporta a maior parte de uma carga aplicada, as pequenas partículas dispersas impedem ou dificultam o movimento das discordâncias. Dessa forma, a deformação plástica fica restrita de tal modo que os limites de escoamento e resistência à tração, assim como a dureza, são melhorados (CALLISTER, 2016).

Os compósitos particulados são resultantes da introdução de componentes que apresentam uma razão de aspecto (relação entre a maior e a menor dimensão – comprimento e diâmetro – do corpo L/D) menor que 3 (CASARIL, 2004). Esses componentes são denominados de cargas particuladas ou não fibrosas, podendo estar na forma de partículas, escamas ou plaquetas. As cargas particuladas podem ser definidas como materiais sólidos, que são adicionados aos polímeros em quantidades suficientes para reduzir custos e/ou alterar as suas propriedades físicas e/ou mecânicas (RABELLO, 2000). Compósitos particulados são encontrados frequentemente em matriz metálica e cerâmica, em que a introdução de partículas visa o aumento na dureza do material e da tenacidade à fratura, respectivamente. Entretanto, para matrizes poliméricas, a introdução de partículas, geralmente, não leva a um aumento substancial das propriedades do polímero. Tal fato ocorre devido ao fato de as tensões não serem efetivamente transferidas da matriz para partículas que são dotadas de pequena área superficial. Além disso, as partículas também podem atuar como agentes nucleadores de trincas e assim contribuir para a redução da resistência mecânica dos compósitos (RABELLO, 2000).

Segundo Sousa (2005), o particulado era empregado com a função principal de reduzir o custo do produto final, já que diminuía a quantidade de polímero empregada. Porém, com o passar do tempo, outras funções foram atribuídas a esses materiais, como aumento de rigidez, de resistência à flexão, temperatura de distorção térmica, condutividade térmica e dureza, passando a ser denominadas de cargas reforçativas.

Outras propriedades podem ser alcançadas, dependendo do tipo de reforço particulado a ser empregado. As principais são: aumento da resistência à tração, à flexão, à abrasão, à chama, química e ao impacto, além de diminuir o encolhimento e o empenamento de peças moldadas (CANDIAN, 2007).

Costa (2016) ao analisar a resistência mecânica (tração e flexão) e flamabilidade dos compósitos de matriz poliéster com incorporação de resíduos de lama vermelha e resíduo de caulim nas proporções de 10 %, 20 %, 30 %, 40 % e 50 % obteve o melhor resultado tanto para a tração quanto a flexão de ambos os resíduos na proporção de 10 % e observou-se que a medida que cresce a quantidade de resíduo no compósito decai as suas propriedades mecânicas. Nesta análise o autor salienta que ambos os resíduos desempenharam função de carga de enchimento e não de reforço, uma vez que apresentou resistências inferiores à matriz poliéster plena. Na análise de flamabilidade ambos os resíduos, independente das proporções utilizadas mostraram uma melhora considerável do retardo de chama, atuando como aditivos com pequeno grau de retardo de chama no material. Corroborando a este estudo, Cunha (2015) observou que a adição de lama vermelha em resina de poliéster insaturado reduz a resistência à tração, em contrapartida há uma melhora efetiva na estabilidade térmica do compósito e no retardo a chama. Estudo similar foi conduzido por Farias (2019) com o resíduo de lama vermelha em proporções de 10 %, 20 %, 30 % e 40 % em resina de poliéster e obteve resultado maiores de resistência a tração quando comparado a resina plena, sendo a composição de 20 % o melhor resultado. A microscopia do material foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura, buscando justificativas para algumas propriedades encontradas. O autor salienta que tal fato pode ser justificado por uma boa impregnação do resíduo na matriz, pela técnica aplicada na fabricação do compósito entre outros fatores e afirma que o resíduo de lama vermelha funcionou como agente de reforço, atribuindo boas propriedades aos compósitos fabricados.

Amuthakkannan (2016) analisou o comportamento da resistência mecânica (tração e flexão) de compósitos de matriz epóxi e resíduo de cobre em proporções de 5 %, 10 %, 15 % e 20 % obtendo os melhores resultados em frações com maiores quantidades de resíduo, para tração e flexão em porcentagem de 20 % e 15 % respectivamente. No estudo de El Banna (2017) com resíduo de cobre com diferentes percentuais de adição chegando a fração mássica máxima de 40 % em matriz de poliéster, observou-se melhores valores de resistência mecânica (tração e flexão) estavam nas maiores frações mássicas, o autor atribui a esse fato a uma melhor distribuição do resíduo dentro do compósito, melhorando a trabalhabilidade, a homogeneização e compactação.

Rodrigues (2016) estudou a utilização de resíduos de mármore e granito gerados por processos industriais para a obtenção de compósitos poliméricos. Foram utilizadas formulações com até 40 % em volume dos resíduos em relação à resina poliéster matriz. O autor demonstrou que a incorporação de partículas de resíduos de mármore e granito diminuía a taxa de queima do material conforme o aumento do percentual de resíduo, sendo o menor valor encontrado para o compósito com 40 % de resíduo. Segundo o autor isto pode ter ocorrido devido à redução da quantidade do material inflamável que é a resina poliéster. Costa (2017) analisou a obtenção e caracterização de um compósito que utilizava pó de mármore em diferentes proporções como o material de enchimento em resinas de poliéster ortoftálica e tereftálica para a verificação das propriedades mecânicas (tração e flexão). O mesmo concluiu que o resíduo de pó de mármore esteve presente no compósito na função de carga de enchimento, uma vez que todas as formulações estudadas independente da resina utilizada apresentaram resistência mecânica menor que a da matriz.

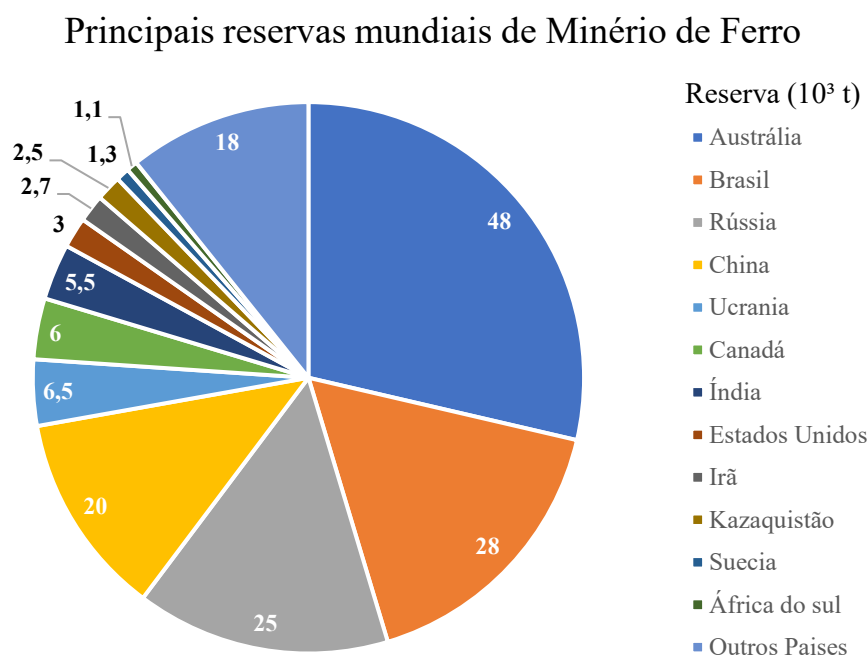
Santos (2007) estudou o comportamento de resistência à flexão utilizando resíduos industriais de poliéster, e EVA (etileno acetato de vinila), além de cargas de areia e diatomita variando a proporção e/ou granulometria inseridas em resina de poliéster ortoftálica. Todas as cargas utilizadas na confecção dos compósitos provocaram uma diminuição da resistência à flexão, sendo a diatomita na proporção de 20 % que obteve melhor resultado de resistência a flexão. Segundo o autor a aplicação de cargas provocou um aumento de porosidade no material, e os microvazios podem agir como concentradores de tensões, reduzindo as propriedades mecânicas dos compósitos.

Teh *et al.* (2008) estudaram três tipos de cargas para produção de compósitos de epóxi para aplicação em encapsulamento eletrônico: sílica fundida, vidro em pó e sílica mineral com diferentes proporções 10 %, 20 %, 30 % e 40 %. Os autores observaram que independente da carga utilizada houve um aumento na estabilidade térmica e em propriedades mecânicas dinâmicas, porém diminui o coeficiente de expansão térmica. A maior resistência a flexão encontrada nos compósitos foi com 40 % de carga, independente da carga utilizada. A morfologia foi analisada através de microscopia eletrônica de varredura que mostrou interação carga-matriz pobre para os compósitos de pó de vidro-epóxi.

2.3.1.1 Minério de Ferro

A indústria de minério de ferro tem grande importância na economia mineral brasileira, sendo responsáveis pela produção primária de vários materiais, permitindo o bem-estar e a melhoria da qualidade de vida das pessoas (MARTINS *et al.*, 2014; BAKULAMBA DEVI *et al.*, 2015). Sobretudo, o Brasil é um dos principais países com recursos minerais no mundo, possuindo, de modo geral, altos teores de ferro em seu minério, dessa forma é considerado um produtor em potencial (MUNDIAL, 2009; GOMES, 2009; PONTES *et al.*, 2015). Em termos de recursos, ocupa a 2ª posição mundial (USGS, 2020). A Figura 2.5 mostra as principais reservas mundiais de minério de ferro.

Figura 2.5 – Principais reservas mundiais de Minério de Ferro (em toneladas)



Fonte: Elaborado pelo autor.

Os principais estados brasileiros detentores de reservas de minério de ferro são: Minas Gerais (81,6 %), Pará (10,6 %) e Mato Grosso do Sul (2,7 %). A produção mundial de minério de ferro em 2016 está estimada em 2,2 bilhões de toneladas (ANM, 2016).

Segundo a resolução do CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE – CONAMA nº 369 de 2006, as atividades de mineração são consideradas de utilidade pública. Entretanto, a exploração de forma indiscriminada bem como a disposição inadequada destes resíduos à superfície do terreno ou em locais pré-selecionados, pode causar diversos problemas

tais como: poluição nas coleções hídricas, alteração da qualidade do ar, subsidências no terreno, desmatamento, ruídos, vibrações, além de interferências nas condições socioeconômicas das comunidades vizinhas.

O minério bruto, ao ser explorado, não se encontra suficientemente puro ou adequado para a utilização industrial. O beneficiamento de minérios é considerado como um tratamento industrial que prepara granulometricamente, purifica ou enriquece minérios por métodos físicos ou químicos, sem alteração da constituição química dos minerais, tornando-os aptos à utilização na indústria metalúrgica (ARAÚJO, 2006; GUIMARÃES, 2011).

Os resíduos de mineração são os subprodutos das atividades de extração das riquezas minerais. Durante a operação de lavra o minério extraído não apresenta uma concentração adequada para ser comercializado, estando composto por minerais úteis, como o ferro concentrado, e minerais de ganga, aos quais corresponde a porção mineral sem valor econômico ou com pequeno valor econômico que ocorrem agregados ao mineral-minério (MILONAS, 2006).

Os resíduos apresentam características mineralógicas, físico-químicas e geotécnicas bastante variáveis, em função da natureza do minério bruto e das etapas do processo de beneficiamento industrial. Estes processos podem ser bem distintos, e mais ou menos complexos em função das técnicas adotadas para a liberação da espécie mineral de interesse econômico (COELHO, 2008).

Os óxidos de ferro de maior ocorrência na mineração são a hematita, a magnetita e a goethita. A hematita é extraída principalmente no estado do Pará, e apresenta teor médio de ferro em torno de 60 %, seu nome é derivado do grego: haima (sangue) devido à coloração avermelhada do seu pó. A hematita é utilizada para produzir ferro-gusa, matéria-prima para a fabricação do ferro fundido (ZINATO, 2016).

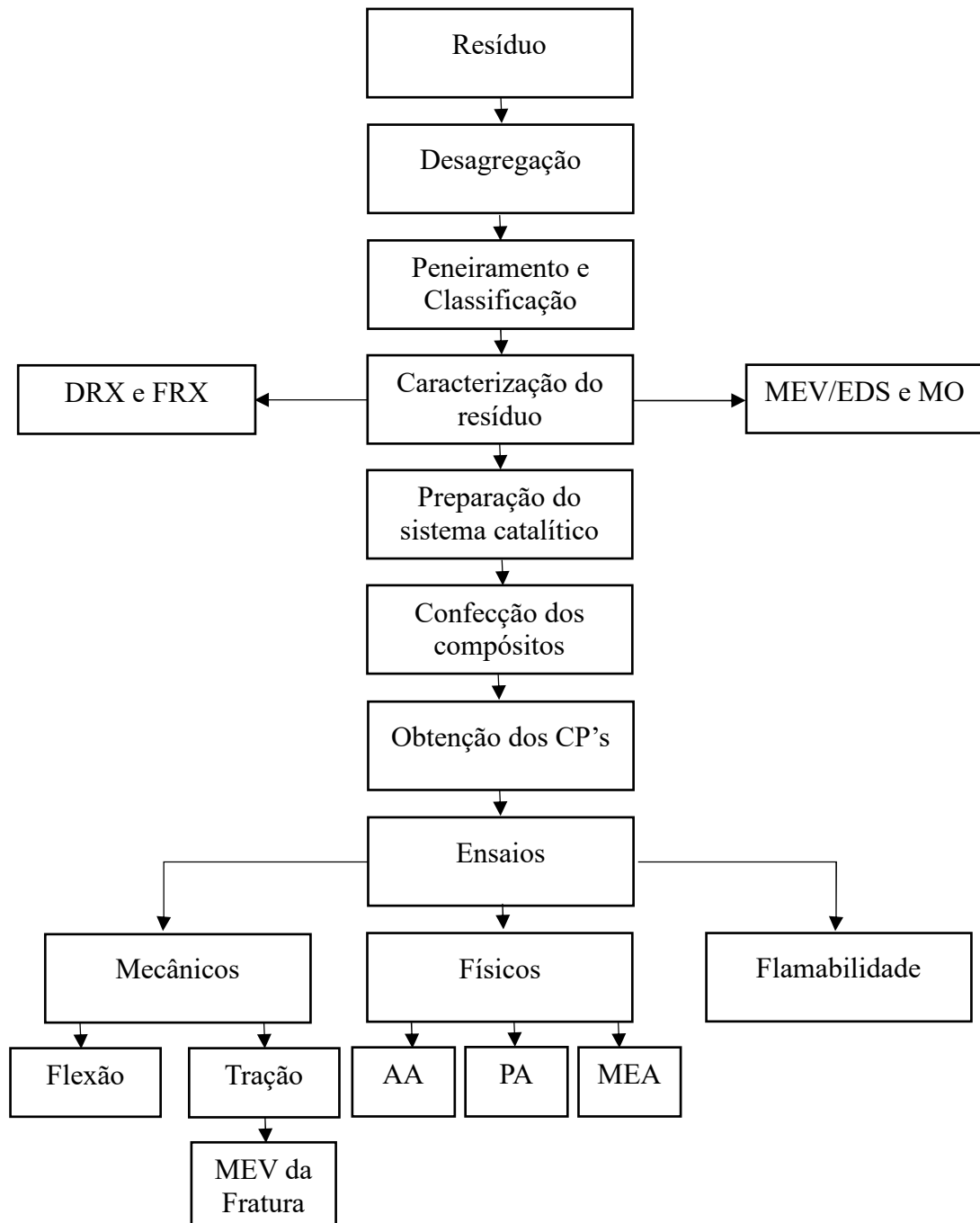
A magnetita (Fe_3O_4) é fortemente magnética, com brilho submetálico, cor preta com tons variados de marrom ou cinza, azul de aço em partes intemperizadas; é opaca em lâmina delgada. Cristaliza-se no sistema de classe hexaocáedrica; comparada a hematita é óxido de ferro mais estável a alta temperatura e baixa pressão (KLEIN, 2002).

A goetita ($\alpha\text{-FeOOH}$) cristaliza-se no sistema ortorrômbico, tem brilho adamantino a opaco, podendo ser sedoso, escamosas ou fibrosas. Sua cor varia de castanho amarelada a castanho escura (KLEIN, 2002).

3 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Os compósitos foram confeccionados na Usina de Materiais, do Laboratório de Engenharia Química (LEQ) da Universidade Federal do Pará - UFPA. A Figura 3.1 apresenta um fluxograma simplificado com as principais etapas de fabricação e caracterização dos compósitos.

Figura 3.1 – Fluxograma simplificado com as principais etapas de fabricação do compósito.



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.1 Materiais

3.1.1 Matriz Polimérica

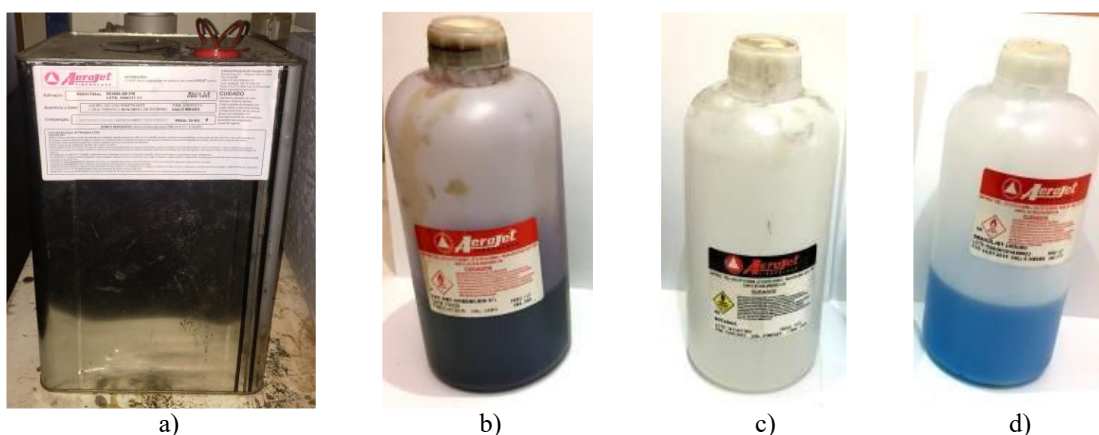
Resina e Sistema Catalítico

Para confecção do compósito utilizou-se como matriz a resina polimérica isoftálica insaturada de nome comercial AM 910, que possui média reatividade, baixa viscosidade, coloração amarelada e boa resistência química. A densidade da resina de acordo com sua ficha técnica é de aproximadamente $1,157 \text{ g/cm}^3$.

Juntamente com a resina utilizou-se o ativador, de nome comercial CAT MET UMEDECIDO (Solução de Octoato de cobalto 1,5 %) em proporção de 1,5 % v/v. O iniciador utilizado neste trabalho foi o de nome comercial BUTANOX M-50 (Peróxido de Metil Etil Cetona - MEK-P) em proporção de 1 % v/v. Para desmoldar foi utilizado o desmoldante de nome comercial Desmojet líquido. Todos os produtos comerciais foram adquiridos da empresa AEROJET® Brasileira Fiber Glass Ltda.

A fabricação obedece a seguinte ordem de inserção: resina polimérica isoftálica insaturada, ativador de cobalto e o iniciador. A Figura 3.2 exibe os materiais utilizados para a confecção do compósito.

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



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.1.2 Resíduo mineral

O resíduo mineral utilizado no trabalho foi o resíduo de minério de ferro, cedido pela empresa SINOBRAS – Siderúrgica Norte Brasil S.A, localizada na cidade de Marabá-PA. Retirou-se a umidade do material em uma estufa com recirculação de ar a 105 °C por aproximadamente 24 horas. Após a secagem, foi submetido a etapas de desagregação e peneiramento em peneira de 100 *mesh* da série Tyler, visando a sua classificação granulométrica e adequação para aplicação nos compósitos.

A Figura 3.3 apresenta o material utilizado após o beneficiamento. A massa específica do resíduo de minério de ferro adotada foi de 4,5 g/cm³, pois segundo a empresa Britanite varia entre 4,5 a 5,3 g/cm³. Dantas (2015) e Souza (2007) estudando o resíduo de minério de ferro obtiveram massas específicas de 3,99 g/cm³ e 4,14 g/cm³, respectivamente. Como o resíduo de minério ferro é formado basicamente por hematita cuja massa específica é em torno de 5,25 g/cm³ e quartzo, com massa específica em torno de 2,65 g/cm³ (PORTES, 2013), os mesmos tendem a apresentar uma faixa de variação da densidade entre estes extremos (PEREIRA, 2005).

Figura 3.3 – Resíduo de minério de ferro após o processo de beneficiamento.



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.2 Procedimentos Experimentais

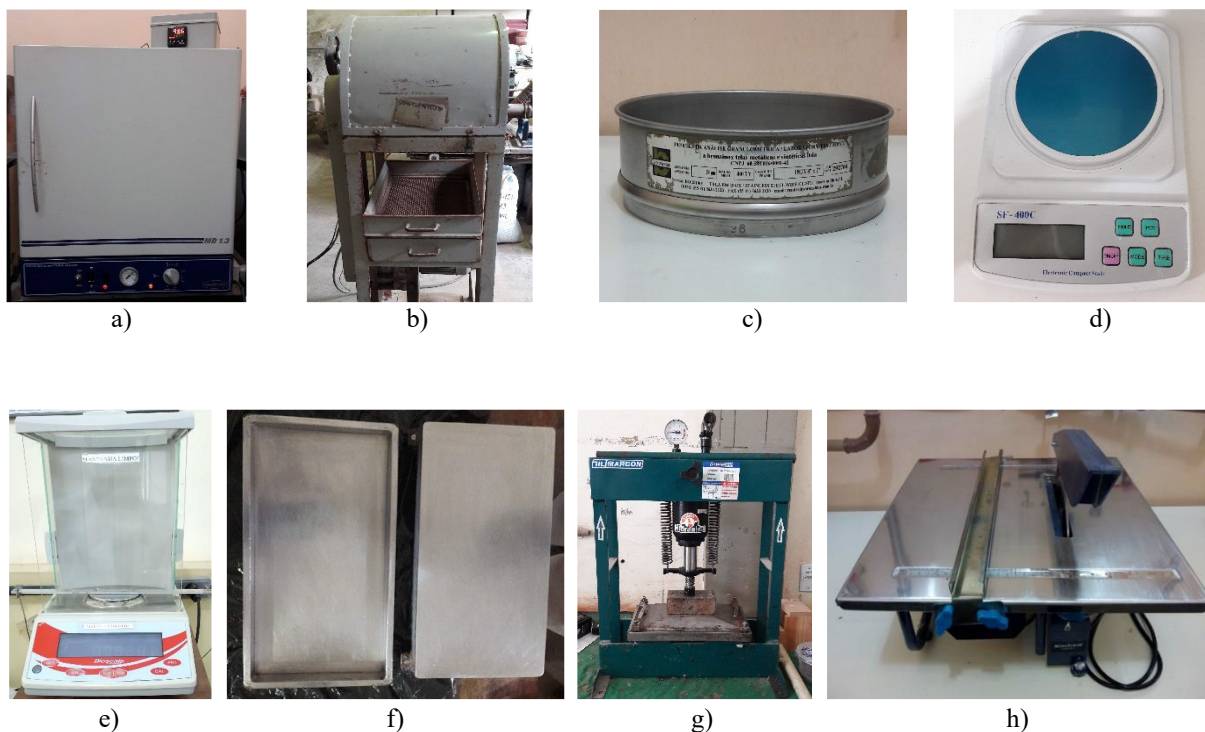
Para iniciar o processo de fabricação do compósito, todos os equipamentos utilizados na execução desta etapa encontram-se no Laboratório de Engenharia Química, na Usina de Materiais e no Laboratório de Materiais Porosos Sintetizados (LAMPS) da Universidade Federal do Pará, campus Belém.

O resíduo de minério de ferro foi submetido a uma série de etapas para sua adequação antes do processo de inserção em compósitos. Inicialmente o resíduo foi seco em estufa da marca DE LEO – Equipamentos Laboratoriais, Temperatura 50 °C a 250 ° C. Para a desagregação utilizou-se o moinho de bolas, seguido de classificação granulométrica em passante da peneira da série Tyler de 100 *mesh*. A determinação das massas dos constituintes utilizados para confecção da fase matriz e fase dispersa foi realizada em balança digital da marca ELETRONIC COMPACT SCALE modelo SF-400. Na etapa de ensaios físicos, utilizou-se uma balança analítica da marca BIOSCALE, modelo FA-2204.

Para confeccionar os materiais compósitos (em formato de placas), utilizou-se um molde metálico de aço inoxidável com dimensões de 320 mm x 172,5 mm x 5 mm. Na etapa da prensagem, utilizou-se a prensa hidráulica da marca MARCON, modelo MPH-10, com capacidade de até 10 toneladas. Para os cortes dos corpos de provas utilizou-se a máquina de corte, EINHELL, modelo BT-TC-9005.

Todos os equipamentos mencionados são apresentados na Figura 3.4.

Figura 3.4 – Equipamentos utilizados: a) Estufa; b) Moinho de bolas; c) Peneira; d) Balança digital; e) Balança analítica; f) Molde metálico g) Prensa hidráulica; h) Máquina de Corte.



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.2.1 Caracterização do Resíduo Mineral

A caracterização do resíduo de minério de ferro se deu através da difração de raios-X, análise química por espectrômetro de energia dispersiva de raios-X (EDS) e espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) e análise morfológica.

3.2.1.1 Difração de raios X (DRX)

A análise mineralógica do resíduo foi feita pela técnica de difração de raios-X (DRX) realizada com intuito de identificar as fases cristalinas do material. O resíduo, antes de ser levado para análise, passou por redução granulométrica através de um pistilo e almofariz para adequação dos tamanhos de grão e conseqüentemente aumento da relevância da amostra.

O equipamento utilizado para a realização da análise foi o difratômetro 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 – Difratômetro de Raios-X.



Fonte: PANalytical, 2020.

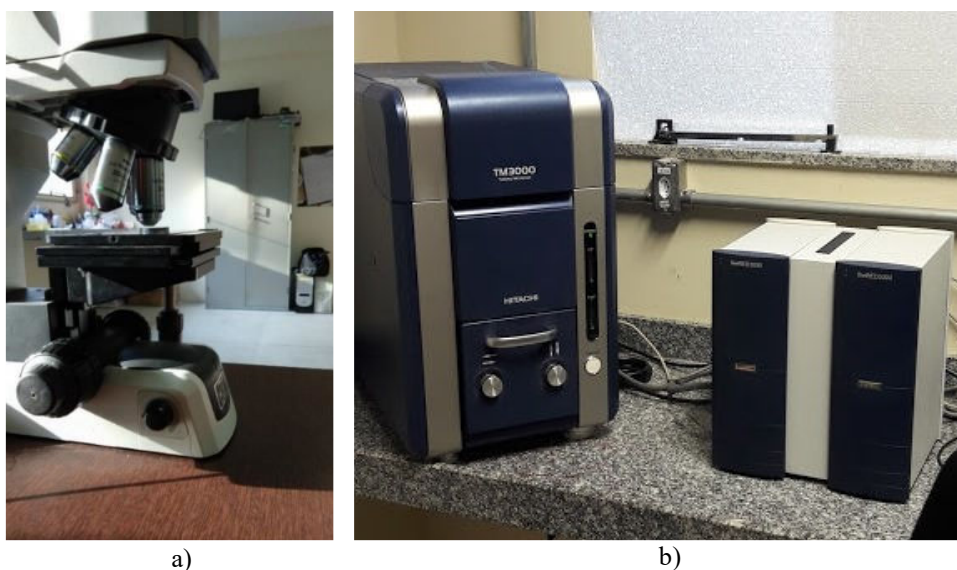
3.2.1.2 Análise Química e Morfologia do Resíduo

A caracterização morfológica do resíduo foi realizada através de um Microscópio Óptico (MO) de marca Nikon, modelo LV-UEPI e Microscópio Eletrônico de Varredura

(MEV) de bancada da marca HITACHI, modelo TM3000, as imagens do MEV foram capturadas por elétrons retroespalhados de um filamento de tungstênio com voltagem de 5,0 kV, visando investigar a morfologia e o tamanho das partículas.

A este equipamento, foi acoplado o sistema espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDS), modelo SwiftED3000, visando identificar quais elementos químicos encontram-se presentes em pontos determinados da amostra. A Figura 3.6 apresenta o Microscópio Eletrônico de Varredura e o espectrômetro de energia dispersiva de raios-X.

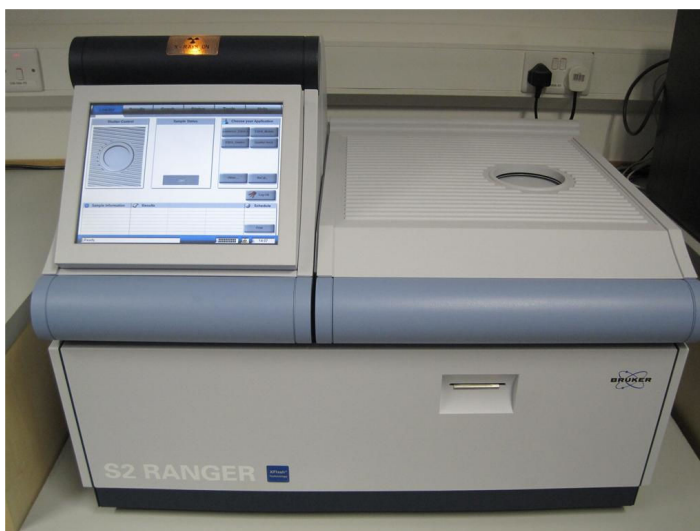
Figura 3.6 – a) Microscópio Ótico e b) Equipamentos MEV e EDS.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A determinação da composição química quantitativa da amostra foi realizada por Fluorescência de raios-X, por um espectrômetro da marca Bruker, modelo S2 Ranger AXS GmbH, conforme mostra a Figura 3.7.

Figura 3.7 –Espectrômetro de Fluorescência de Raios-X.



Fonte: Bruker, 2020.

3.2.2 Confeção dos Compósitos

Os compósitos foram confeccionados na Usina de Materiais do Laboratório de Engenharia Química da Universidade Federal do Pará, por método manual (hand lay-up) associado à compressão. Inicialmente o resíduo de minério de ferro foi submetido ao processo de secagem em uma estufa por 8 horas e submetido a classificação do material particulado em peneiras de 100 mesh. Através de cálculos pré-determinados, estabeleceram-se composições dos resíduos com base na literatura variando em proporções de 0 %, 10 %, 20 % e 30 % em volume. Rodrigues (2016) estudando o resíduo de mármore e granito e Mendes B. H. A. (2019) analisando o resíduo de caulim, confeccionaram compósitos com resíduos industriais com sucessivos aumentos de 10 % na concentração do mesmo, de modo a se obter boa homogeneização e preenchimento do molde metálico até o limite no qual a homogeneização da mistura ou preenchimento do molde se tornasse comprometido.

Iniciando o processo de mistura dos constituintes que ocorre na seguinte ordem: resina, ativador (1,5 % v/v), resíduo e iniciador (1 % v/v). Adicionou-se na resina o ativador e com o auxílio de um bastão de vidro fez-se a mistura até haver apenas uma fase homogênea no recipiente, incorpora-se o resíduo na mistura homogeneizando-o. Por último adicionou-se o iniciador à mistura para iniciar o processo de cura.

Previamente à produção dos compósitos aplicou-se desmoldante no molde metálico, para facilitar a sua remoção após a prensagem.

A mistura é transferida de maneira homogênea no molde metálico, já posicionado e nivelado na prensa hidráulica. Assim que o material atinge o ponto de gel, para que então a tampa do molde seja sobreposta e a prensagem iniciada a uma carga de 25 kN por vinte minutos.

Após a retirada do compósito do molde metálico, a mesma é disposta sob pesos por cerca de 24 h, decorrido o tempo necessário para o processo de cura, realizou-se o corte das placas para o preparo dos corpos de prova, seguindo as recomendações das normas. A Figura 3.8 apresenta o fluxograma simplificado da fabricação do compósito.

Figura 3.8 – Fluxograma simplificado da fabricação do compósito.



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.2.3 Caracterização dos Compósitos

Para a realização dos ensaios físicos e mecânicos (tração e flexão) foram utilizados 5 corpos de prova para cada composição, enquanto para o ensaio de flamabilidade foram utilizados 10 corpos de prova.

3.2.3.1 Físicas

Após cura dos compósitos, foram preparados corpos de prova para a realização dos ensaios. A caracterização física com ensaios de absorção de água (AA), porosidade aparente (PA) e massa específica aparente (MEA) de diversos materiais são importantes para o entendimento e correlação das propriedades exibidas.

Os ensaios de absorção de água (AA), porosidade aparente (PA) e massa específica aparente (MEA) foram feitos seguindo as normas ASTM D 570, ASTM D 2734 e ASTM D 792, conforme as Equações (1), (2) e (3), respectivamente.

$$AA (\%) = \frac{Mu - Ms}{Ms} \times 100 \quad (1)$$

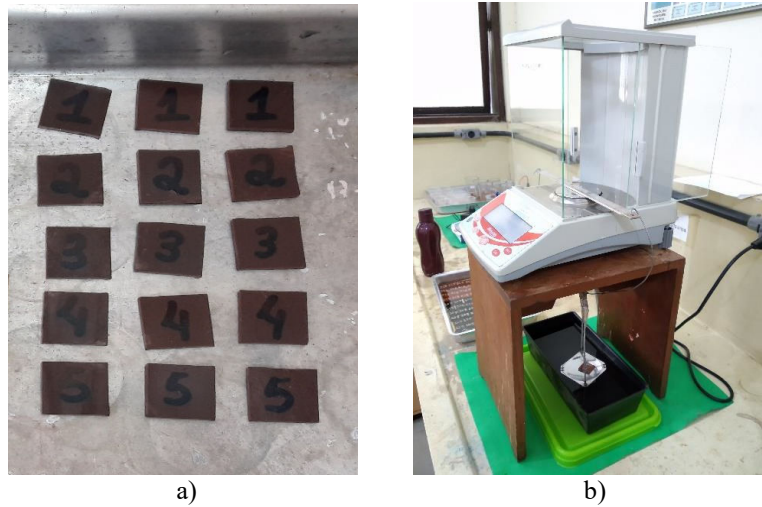
$$PA (\%) = \frac{Mu - Ms}{Mu - Mi} \times 100 \quad (2)$$

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

Onde Mu é a massa úmida, Ms é a massa seca e Mi é a massa imersa, todos em gramas (g).

Para a realização dos ensaios físicos os corpos de prova foram secos em 105 °C por 24 h para a verificação da massa seca, posteriormente foi imersa em água destilada por 24 h a fim de se obter a massa úmida. Em seguida através de um aparato instalado na balança analítica foi possível verificar a massa imersa. A Figura 3.9 apresenta os corpos de prova para os ensaios físicos e a balança analítica com o aparato.

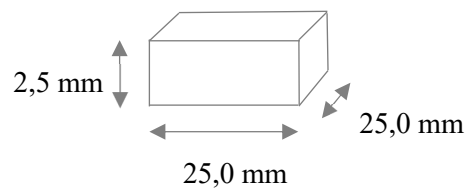
Figura 3.9 – a) Corpos de prova para os ensaios físicos e b) balança analítica com aparato.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Os corpos de prova para os ensaios físicos foram fabricados nas dimensões apresentadas na Figura 3.10.

Figura 3.10 – Dimensões para os corpos de prova utilizados nos ensaios físicos



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.2.3.2 Mecânicas

Os ensaios mecânicos de tração e flexão foram realizados no Laboratório de Engenharia Mecânica do campus Belém – LABEM e no Laboratório de Engenharia Mecânica do campus Tucuruí – LABMEC, respectivamente.

3.2.3.2.1 Ensaio de resistência à Tração

O ensaio de tração é uma análise destrutiva e de curta duração, que permite medir satisfatoriamente diversos parâmetros de resistência mecânica, o que auxilia os projetistas na aplicação do material. A resistência à tração é medida pelo quociente entre a carga aplicada e a

área transversal do corpo de prova, enquanto a deformação representa o aumento percentual do comprimento da peça sob tração. O módulo de elasticidade do compósito é medido pela razão entre a tensão e a deformação, dentro do regime elástico (SILVA, 2003; WASSIM, 2017).

Os compósitos foram caracterizados mecanicamente por meio de ensaio de tração uniaxial, obedecendo-se os parâmetros da norma ASTM D 3039. O equipamento utilizado foi uma máquina modelo KE 2000 MP da marca KRATOS, com célula de carga de 5 kN, a uma velocidade de ensaio de 2 mm/min. O equipamento pode ser visto na Figura 3.11.

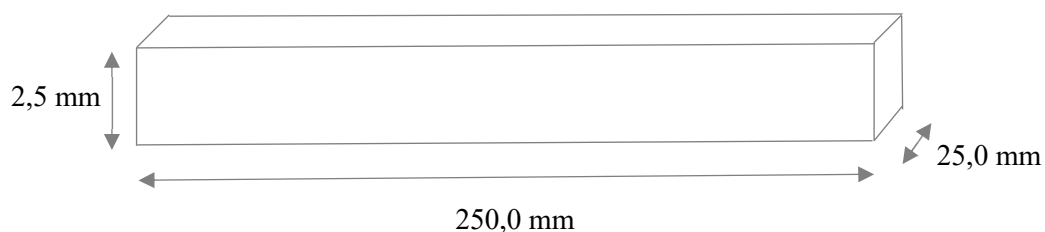
Figura 3.11 – Equipamento utilizado para o ensaio de tração.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Os corpos de prova para esse ensaio foram fabricados nas dimensões apresentadas na Figura 3.12.

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



Fonte: Elaborado pelo autor.

A tensão de resistência à tração (σ) em MPa pode ser determinada pela relação entre a carga aplicada no corpo de prova com sua área útil, de acordo com a Equação 4.

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

Onde F é carga aplicada em Newtons (N), A é área útil da seção transversal do corpo de prova, em milímetros quadrados (mm²). O módulo de elasticidade (E) em MPa pode, ainda, ser calculado utilizando-se a Equação 5.

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (5)$$

No qual σ é tensão de resistência à tração em MPa e ε (adimensional) é a deformação do corpo de prova.

3.2.3.2.1.1 Análise da superfície da Fratura

Após a realização dos ensaios de tração, a superfície de fratura dos corpos de prova foi analisada de forma a se estudar os mecanismos de falha presentes nos compósitos de maior e menor desempenho das séries estudadas (Figura 3.13).

A análise foi realizada utilizando um equipamento de Microscopia eletrônica de Varredura (MEV), da marca HITACHI, modelo TM 3000 conforme ilustrado na Figura 3.7 e micrografias foram capturadas por elétrons retroespalhados, de um filamento de tungstênio com voltagem de 5 kV.

Figura 3.13 – Amostras de superfície de fratura para imagem no MEV.



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.2.3.2.2 Ensaio de resistência à Flexão

O ensaio de flexão também é uma análise destrutiva e de curta duração. É utilizado para determinar as propriedades de Resistência à Flexão, Módulo de Elasticidade, Deformação sob Flexão, etc. É de grande importância o conhecimento dessas propriedades para o controle de qualidade e para avaliar o comportamento dos materiais quando submetidos a uma carga de flexão.

O ensaio foi realizado em uma máquina da marca EMIC, modelo DL 500 com célula de carga de 5 kN, com velocidade de deslocamento do cabeçote configurada em 2 mm/min, de acordo com a norma ASTM D 790. O equipamento pode ser visualizado na Figura 3.14.

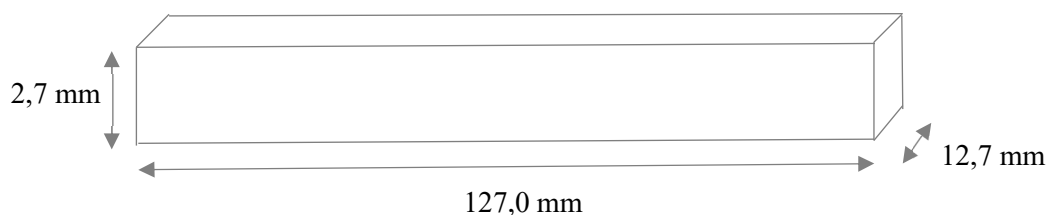
Figura 3.14 – Equipamento utilizado para o ensaio de flexão.



Fonte: EMIC 2020.

Os corpos de prova para esse ensaio de tração foram fabricados nas dimensões apresentadas na Figura 3.15.

Figura 3.15 – Dimensões para os corpos de prova utilizados no ensaio de flexão e flamabilidade



Fonte: Elaborado pelo autor.

A Equação 6 exibe 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.

$$TRF = \frac{3PL}{2Bh^2} \quad (6)$$

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

3.2.3.3 Flamabilidade

3.2.3.3.1 Ensaio de Flamabilidade Horizontal

Em algumas aplicações, evitar a combustão é fundamental, tal fato tem incentivado o desenvolvimento de formulações capazes de retardar a combustão e a velocidade de propagação da chama dessa forma reduzindo a probabilidade de combustão durante a fase de iniciação do fogo (BARBOSA *et al.*, 2014).

A caracterização térmica do compósito foi realizada por meio do ensaio de flamabilidade, conforme a norma ASTM D 635 que visa medir a taxa de queima de materiais poliméricos, o teste é realizado na posição horizontal.

Realizou-se o teste utilizando um aparato para acoplamento e sustento do corpo de prova e um bico de Bunsen para iniciar a queima do material, seguindo as diretrizes da norma ASTM D 635.

Os corpos de prova utilizados foram com as mesmas dimensões dos corpos de prova para o ensaio de flexão. O ensaio consiste basicamente em acompanhar o tempo necessário para

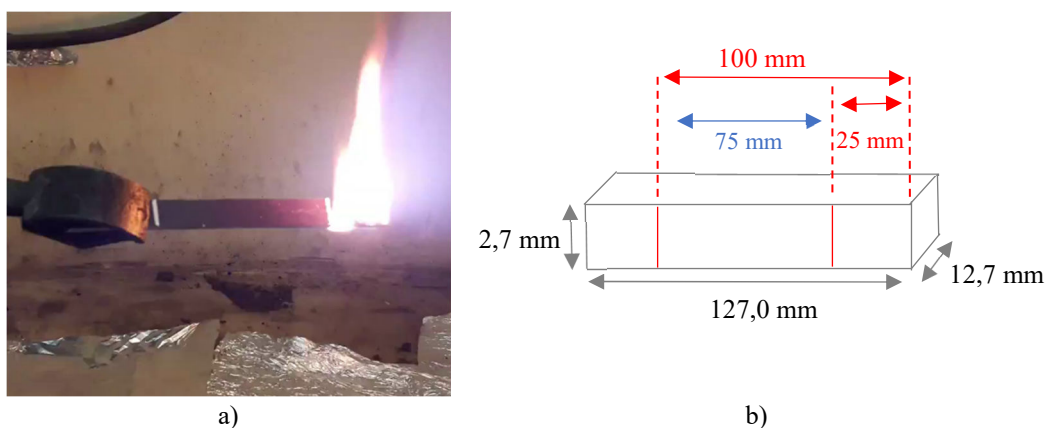
a propagação da chama ao longo dos 75 mm de área útil do corpo de prova (Figura 3.15.b), sendo realizadas 3 repetições para os corpos de prova com queima total e 10 repetições para os materiais em que a chama não se sustentou até atingir a marcação final.

A taxa de propagação de chama pode ser calculada de acordo com os parâmetros da norma, através da Equação 7.

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

Onde L é o comprimento útil do corpo de prova em milímetros (mm) e t é o tempo, em segundos (s), que a chama leva para percorrer o comprimento útil. A Figura 3.16 demonstra o ensaio sendo realizado e as marcações feitas no corpo de prova para o ensaio de flamabilidade.

Figura 3.16 – a) Ensaio de flamabilidade horizontal e b) Representação da marcação dos corpos de prova de flamabilidade.



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.3 Análise Estatística

Os resultados obtidos nos ensaios físicos, tração e flamabilidade foram analisados estaticamente através da análise de variância (ANOVA) de fator único através do software Past 4.03 com uma confiança de 95 %. Para os resultados estatisticamente significativos (p -Valor $> 0,05$) a hipótese nula (H_0) foi rejeitada, indicando que os níveis analisados apresentam efeito significativo na variável dependente. Para os resultados que atendam a condição para rejeição da hipótese nula, ou seja, na qual ao menos um dos níveis seja, em média, estatisticamente diferente dos demais, foi aplicado um teste complementar denominado Tukey (TSD) para

comparação entre as médias, par a par, normalmente utilizado para identificar especificamente qual das análises diferem e quais são similares entre os resultados analisados (MENDES, B. H. A. 2019; BARBOSA *et al.*, 2014).

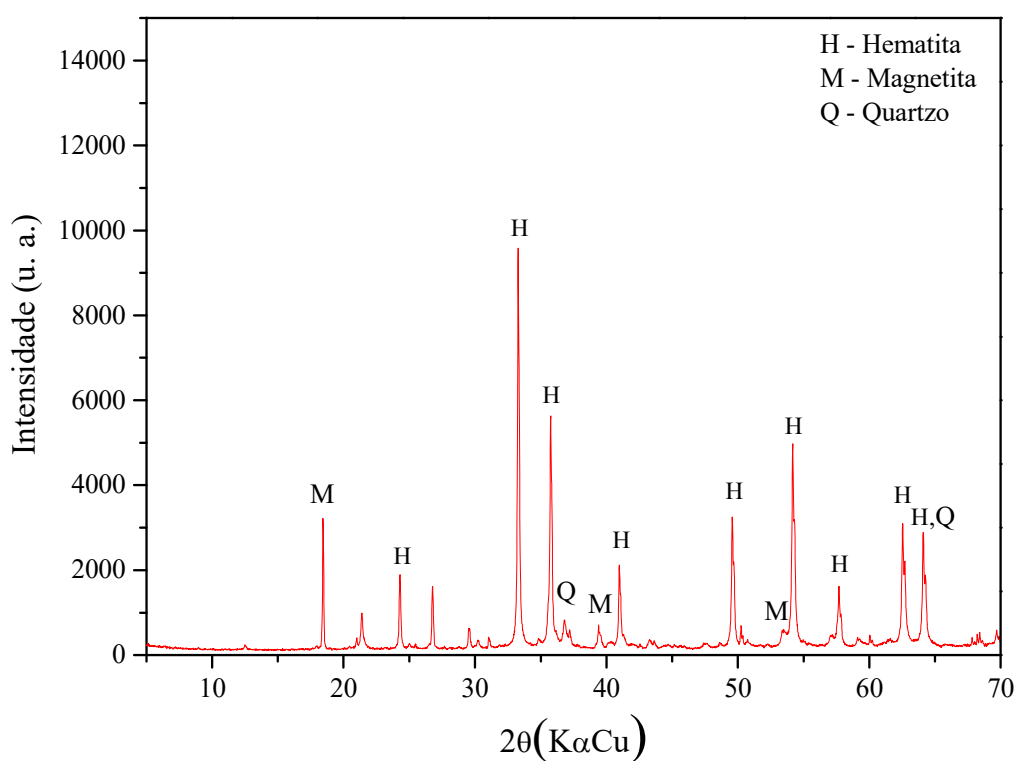
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização do Resíduo Mineral

4.1.1 Mineralógica

As composições mineralógicas foram avaliadas por meio da Difração de Raios-X (DRX), apresentando as principais fases minerais presentes no resíduo na Figura 4.1.

Figura 4.1 – Difratograma de raios-X do resíduo de minério de ferro.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Fazendo a análise do difratograma do resíduo de minério de ferro identificou-se os principais componentes mineralógicos do material de acordo com suas fichas PDF, indexadas na base de dados do *International Centre for Diffraction Data* (ICDD), evidenciando-se os principais picos mineralógicos correspondente a hematita (H) - PDF 00-013-0534, magnetita (M) - PDF 00-019-0629 e quartzo (Q) - PDF 01-083-2466, condizente com os trabalhos de Felipe (2019), Daniel (2018), Correa (2018), Durán (2016) e Pedroso (2020).

De acordo com os dados obtidos é possível verificar que o resíduo estudado é composto basicamente por hematita, magnetita e quartzo. Logo, o resultado encontrado é coerente com

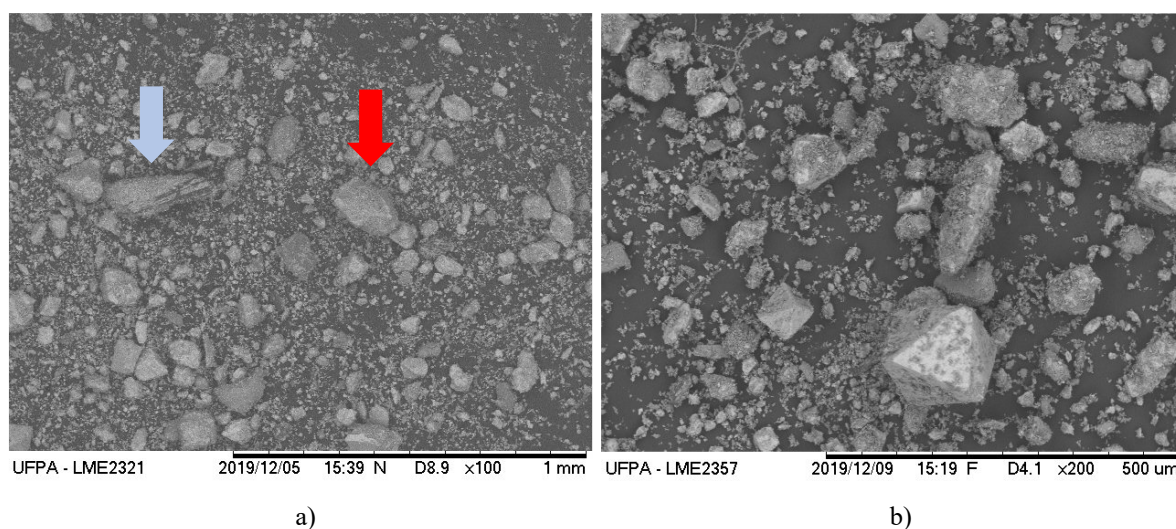
aqueles obtidos na Fluorescência de Raios-X analisados posteriormente, que constatou a presença de óxidos de ferro e óxidos de silício no resíduo, representando cerca de 86,4 % do total. Estes elementos causam influências significativas nas propriedades físicas e térmicas do material compósito.

4.1.2 Morfológica

As análises por MEV/EDS tiveram o objetivo de analisar as morfologias, distribuições dos tamanhos e formatos das partículas, e uma análise química pontual.

Na Figura 4.2 é possível visualizar a amostra e nota-se que o resíduo é um material fino, exibindo boa distribuição do tamanho dos grãos e aspectos morfológicos. A presença de grãos de diferentes tamanhos que, segundo Çoban *et al.* (2016), podem apresentar um desempenho superior por proporcionar melhor sinergia ao compósito.

Figura 4.2 – Fotomicrografia MEV da amostra do resíduo de minério de ferro com ampliações de 100x (a) e 200x (b).



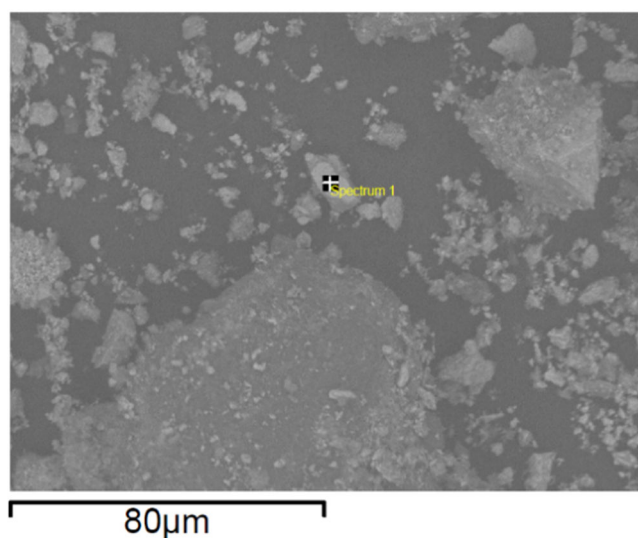
Fonte: Elaborado pelo autor.

A partir da análise morfológica, o resíduo apresentou partículas com formatos irregulares e pontiagudos, a seta azul indica possivelmente grãos de hematita lamelar, face à forma tabular mais alongada. Já a seta vermelha pode indicar grãos de magnetita, por apresentar um formato mais octaédrico (Figura 4.2a), conforme destacado nos trabalhos de Barbosa (2009), Graça (2015) e Mello (2016). Além disso, na Figura 4.2b é possível observar a presença de material muito fino e pulverulento, que está aderido às partículas maiores, que é

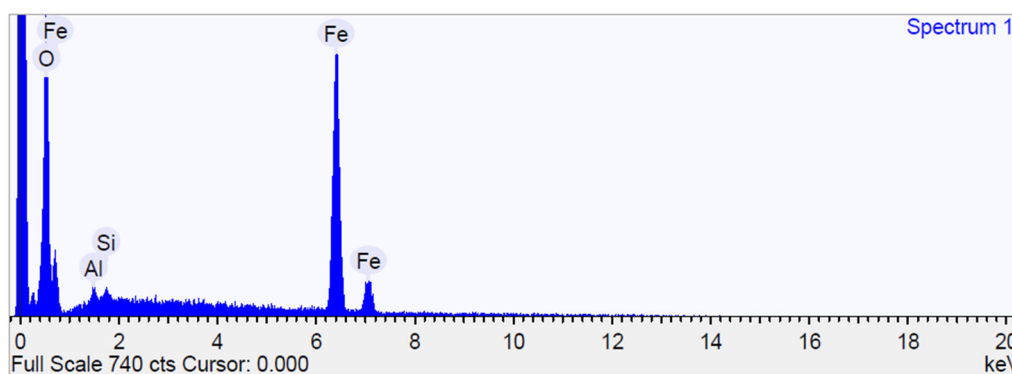
característico dos argilominerais (ANDRADE, 2014). Quanto a esfericidade das partículas, verifica-se que elas apresentam em geral baixa esfericidade.

Em associação à análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizada uma análise química pontual por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) na amostra do resíduo de minério de ferro. A Figura 4.3 apresenta a micrografia e demarca o ponto selecionado para análise por EDS.

Figura 4.3 – Análise EDS do resíduo minério de ferro.



a)



b)

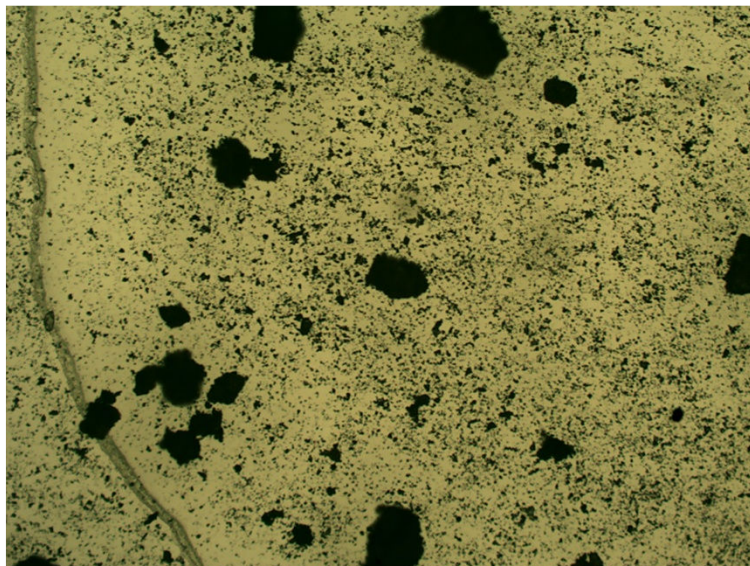
Fonte: Elaborado pelo autor.

De acordo com o gráfico de EDS (Figura 4.3b), foi possível identificar os elementos presentes na amostra. O ponto escolhido mostrou a presença de 72,13 % de Ferro, 26,24 % de Oxigênio, 1,02 % de Alumínio e 0,60 % de Silício. Valores semelhantes foram encontrados por Souza (2007), Bezerra (2017), Pedrosa (2020).

A Figura 4.4 apresenta a microscopia óptica, empregando luz visível que incide sobre a amostra e é refletida até o observador com aumento de 50x. Corroborando ao MEV pode-se

verificar que o resíduo é constituído de partículas de diversos tamanhos e formas com grande quantidade de finos.

Figura 4.4 – Micrografia do resíduo minério de ferro com aumento de 50x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.1.3 Química

A determinação da composição química foi realizada por meio da Fluorescência de Raios-X (FRX). A Tabela 4.1 demonstra a quantidade de cada elemento presente no resíduo.

Tabela 4.1 – Composição química do Resíduo de minério de ferro.

Resíduo de Minério de Ferro	
Componente	%
Fe ₂ O ₃	80,60
SiO ₂	5,83
K ₂ O	0,37
CaO	1,81
Al ₂ O ₃	5,50
MgO	0,31
TiO ₂	0,33
MnO	0,83
P ₂ O ₅	0,27
PF	3,94
Total	99,79

Fonte: Elaborado pelo autor.

Analisando a Tabela 4.1, observou-se que o resíduo de minério de ferro é constituído basicamente de óxido de ferro (Fe_2O_3), em maiores proporções, óxido de silício (SiO_2) e óxido de alumínio (Al_2O_3) em menores proporções, estes correspondem a 91,93 % do total dos compostos apresentados. Os demais compostos representam pouco mais de 3,92 % podendo ser considerados como impurezas.

A perda ao fogo do resíduo foi de 3,94 %, este resultado pode ser associado as características físicas, mineralógicas e térmicas do resíduo e indica que o mesmo pode ser considerado um material inerte (MENDES, B. C. 2019).

Entre os dois elementos químicos encontrados em maiores teores, majoritariamente, tem-se o ferro e o silício. O ferro se encontra principalmente na forma de hematita e magnetita no resíduo, enquanto o silício se encontra, em sua maioria, na forma de quartzo, resultado este que corrobora com os dados obtidos no DRX.

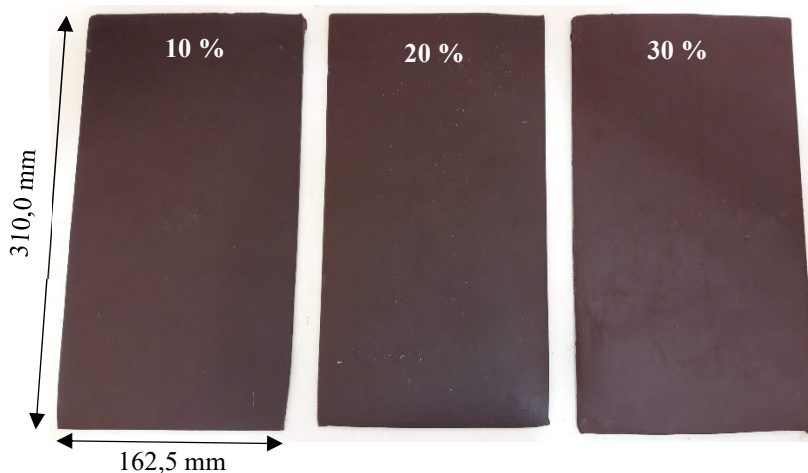
Os resultados encontrados pelo FRX estão condizentes com os trabalhos de Felipe (2019), Daniel (2018), Souza *et al.* (2008), Chaves (2009) e Dantas (2015).

4.2 Confeção dos Compósitos

Viabilidade de Confeção

A partir das composições estabelecidas, variando o volume de resíduo nas proporções de 0 %, 10 %, 20 % e 30 %, foi possível constatar a viabilidade de confeção dos compósitos através do método manual *hand lay-up*, pois as placas apresentaram boa homogeneidade no formato, boa distribuição da carga mineral, boa aparência e bom acabamento superficial, resultando em placas com poucos defeitos, bolhas e vazios. A Figura 4.5 exhibe os compósitos obtidos após o processo de cura total.

Figura 4.5 – Materiais compósitos fabricados.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Testes com composições de 40 % em volume de resíduo de minério de ferro foram realizados, porém, constatou-se que além da dificuldade de manejo da mistura, o resultado final não era satisfatório, pois observou-se dificuldade para homogeneização e preenchimento do molde, visto que a resina atingiu o tempo de gel antes do completo preenchimento do molde.

4.3 Caracterização dos Compósitos

4.3.1 Propriedades Físicas

A caracterização física dos materiais compósitos seguiu os padrões estabelecidos pelas normas ASTM D 570, ASTM D 2734 e ASTM D 792. A Tabela 4.2 demonstra os resultados de Absorção de Água (AA), Porosidade Aparente (PA) e Massa Específica Aparente (MEA) obtidos para os compósitos de resíduo de minério de ferro.

Tabela 4.2 – Resultados dos ensaios físicos para compósitos.

Composição (%)	Absorção de Água (%)	Porosidade Aparente (%)	MEA (g/cm³)
0 %	0,2815 ± 0,0520	0,3447 ± 0,0636	1,2243 ± 0,0007
10 %	0,3826 ± 0,0898	0,6001 ± 0,1415	1,5680 ± 0,0053
20 %	0,3228 ± 0,0271	0,6068 ± 0,0535	1,8795 ± 0,0109
30 %	0,2931 ± 0,0422	0,6479 ± 0,0923	2,2115 ± 0,0084

Fonte: Elaborado pelo autor.

De acordo com os resultados apresentados, notou-se um efeito significativo no aumento da massa específica aparente com a adição do particulado. Levando em consideração que a massa específica da resina de acordo com sua ficha técnica é de aproximadamente $1,157 \text{ g/cm}^3$, enquanto a do resíduo é $4,50 \text{ g/cm}^3$. Os resultados estão de acordo com o exposto pela regra da mistura, onde cada fase constituinte do material compósito contribui para as propriedades efetivas do mesmo (CALLISTER, 2016). É importante ressaltar que as formulações realizadas através da regra das misturas possibilitam apenas estimativas aproximadas. O aumento do MEA dá-se devido ao aumento da proporção de resíduo de minério de ferro a qual possui massa específica maior em relação à matriz.

Embora observa-se um aumento expressivo da massa específica aparente dos compósitos fabricados com o aumento do percentual de resíduo chegando a valores de $2,21 \text{ g/cm}^3$ na proporção de 30 %, obtendo aumento de 80,63 % quando comparado a resina plena, os valores encontrados na literatura estão próximos. Oliveira *et al.* (2019) estudando o resíduo de alumínio encontrou uma massa específica aparente para a proporção de 30 % de $2,06 \text{ g/cm}^3$, El Banna (2016) com o resíduo de cobre na mesma proporção encontrou um resultado de $1,73 \text{ g/cm}^3$. Para efeito de comparação o polímero policloreto de vinila (PVC) que é amplamente utilizado em diversas aplicações industriais possui massa específica de $1,38 \text{ g/cm}^3$. Deste modo pode-se inferir que o aumento da massa específica aparente do compósito com resíduo de minério de ferro não apresenta um impacto significativo na massa específica do material final.

Notou-se também que há um aumento da porosidade aparente em função do aumento da fração mássica na matriz. Esse efeito pode ser associado ao método de fabricação manual utilizado para confecção do compósito, cuja probabilidade da presença de falhas como bolhas, vazios e trincas aumenta na medida em que a matriz é saturada com o resíduo. Apesar dos compósitos fabricados apresentarem um bom aspecto superficial, há sempre a possibilidade de apresentarem defeitos internos que não são notados pela inspeção visual.

Analisando-se à absorção de água, percebe-se que há um aumento em comparação com a resina plena, fato esse já esperado, tendo em vista que a absorção de água em compósitos ocorre essencialmente através da presença de poros e através da interface entre as fases, o que pode indicar maior ou menor compatibilidade entre os componentes (FANG *et al.* 2013). Entretanto, com o aumento do resíduo na matriz polimérica observou-se uma diminuição gradual de absorção de água. A fração mássica de 30 % teve o menor valor de absorção, chegando a valores próximos da resina plena. Tal fato pode estar ligado ao resíduo de minério de ferro não possuir propriedades hidrofílicas, reduzindo assim, a absorção de água do compósito.

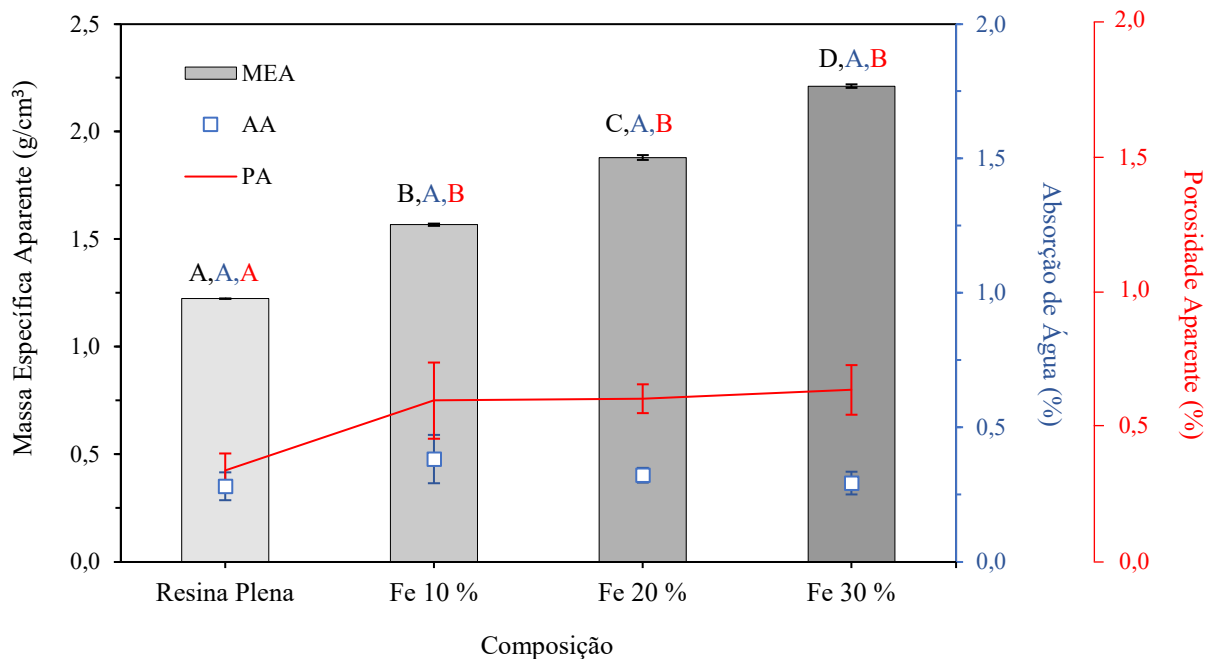
O mesmo comportamento de diminuição de absorção de água com o aumento do resíduo na matriz polimérica foi observado no trabalho de Sahu *et al.* (2019) com o resíduo de pó de pedra inorgânica, Oliveira *et al.* (2019) investigando o resíduo de alumínio, Martins (2008) analisando o resíduo de cinza pesada. Rodrigues (2016) observando o resíduo de mármore e granito, o autor cita que tal fato pode ter ocorrido devido as partículas do resíduo se agruparem em espaços vazios da matriz, reduzindo a possibilidade de absorção de água e El Banna (2016) estudando o resíduo de minério de cobre, segundo o autor esse efeito ocorreu devido ao baixíssimo teor hidrofílico do resíduo.

Os resultados dos ensaios físicos foram tratados pela Análise de Variância (ANOVA) e análise de Tukey. A resina plena e os compósitos foram comparados entre si com intuito de verificação de significância dos materiais analisados. Através do software PAST, por meio da ANOVA de fator único analisaram-se as diferentes porcentagens residuais com relação aos grupos Tukey.

Conforme análise de variância, a adição de resíduo de minério de ferro apresentou efeito significativo para a massa específica aparente e porosidade aparente, com probabilidade de significância de $4,43E-28$ e $3,99E-4$, respectivamente. A absorção de água do compósito foi em média estatisticamente iguais com 95 % de confiança, tendo em vista que a probabilidade de significância foi de 0,05758.

O Gráfico 4.1 apresenta o comparativo entre a massa específica, porosidade aparente e absorção de água em função do percentual de resíduo, com os respectivos grupos Tukey para os níveis estudados.

Gráfico 4.1 – Comparativo entre a massa específica, absorção de água e porosidade aparente dos compósitos com resíduo de minério de ferro com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).



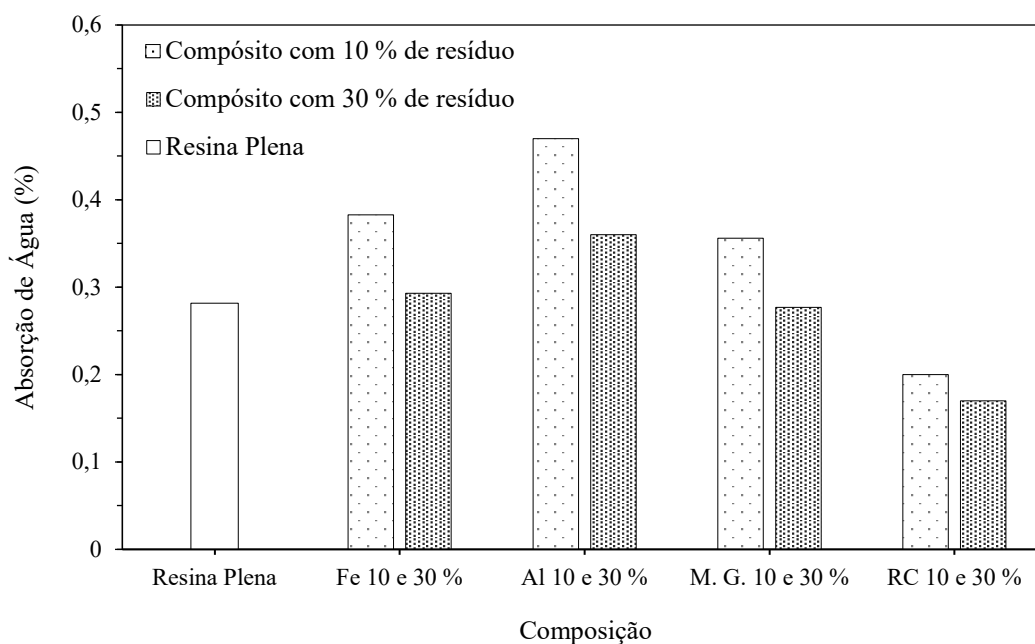
Fonte: Elaborado pelo autor.

De acordo com os grupos de Tukey, todas as frações analisadas apresentaram-se estatisticamente diferente (Grupo A, B, C e D) para a massa específica aparente, enquanto que para a porosidade aparente, os resultados indicam um efeito significativo somente quando se compara as frações com a resina plena, porém quando analisa-se somente as frações de resíduos, nota-se que a adição de resíduo não apresentou influência significativa na propriedade.

Embora perceba-se tendência de aumento com a inserção do resíduo na matriz para a porosidade aparente e diminuição para absorção de água, todas as frações estudadas são estatisticamente iguais.

O Gráfico 4.2 mostra a comparação da absorção de água do resíduo de minério de ferro com as literaturas já citadas a fim de estabelecer o grau de absorção conforme o aumento das proporções de resíduos na matriz em relação as suas propriedades físicas de absorção de água.

Gráfico 4.2 – Comparativo com frações de outros materiais em função da absorção de água:
Resíduos: Minério de Ferro (Fe), Alumínio (Al), Mármore e Granito (M. G.) e Minério de Cobre (RC)



Fonte: Elaborado pelo autor.

Como exposto anteriormente a absorção de água em compósitos ocorre essencialmente através da presença de poros, trincas, descontinuidades e através da interface entre as fases, fator esse que pode ser acentuado com o aumento do resíduo na matriz.

No entanto, nos resíduos minerais citados há uma redução de absorção de água com o aumento da inserção de resíduo dentro da matriz polimérica, fato este que pode ser explicado pelas características intrínsecas da carga mineral que influenciam diretamente na propriedade final do material compósito (LIMA, 2007; DIAS, 2019).

Outro fator que pode ter interferido na absorção de água é a interface entre os elementos constituintes. Segundo Chawla (2012) o material compósito é resultado não só dos componentes, mas também das condições interfaciais entre eles. As interações que ocorrem nessa região podem ser de caráter físico, químico e mecânico.

4.3.2 Propriedades Mecânicas

4.3.2.1 Ensaio de Resistência à Tração

A realização do ensaio de tração nos materiais compósitos produzidos seguiu a norma ASTM D 3039. Tal ensaio permite medir satisfatoriamente diversos parâmetros de resistência

mecânica, sendo um ótimo recurso para análise do produto para aplicabilidade. A Tabela 4.3 demonstra os resultados para o ensaio de tração.

Tabela 4.3 – Dados obtidos com o ensaio de tração.

Composição (%)	Tensão de resistência à tração (MPa)	Alongamento linear (mm)	Módulo Elástico (GPa)
0 %	21,34 ± 7,06	6,49 ± 1,60	0,63 ± 145,74
10 %	29,06 ± 1,68	8,54 ± 1,09	0,83 ± 52,00
20 %	23,08 ± 0,41	5,66 ± 0,42	0,84 ± 15,93
30 %	22,04 ± 2,53	4,66 ± 0,58	0,96 ± 75,52

Fonte: Elaborado pelo autor.

Nota-se que em todos os compósitos fabricados há um aumento das tensões de resistência à tração em relação à resina plena. Isso pode ter ocorrido devido a fase dispersa, ou seja, sua forma, tamanho, distribuição e orientação que ajuda a distribuir melhor as tensões que são exercidas no interior do material na medida que o mesmo é tracionado (CALLISTER, 2016). Outro fator que pode ter interferido é a presença de tamanhos diferentes de grão do resíduo, como evidenciado no MEV (Figura 4.2), que proporciona melhor sinergia ao compósito, além disso, partículas com formato irregular ou lamelar apresentam melhor resultado quando o material é sujeito a forças de tração (ÇOBAN *et al.*, 2016; JESUS, 2011).

A melhor tensão de resistência foi obtida na composição de 10 %, com 29,06 MPa, a partir dessa proporção observou-se que a tensão de resistência diminui, chegando a resistência de 22,04 MPa na proporção de 30 % de resíduo, o que pode ser explicado devido ao aumento da porosidade do material que ocorre com o aumento da composição, em valores absolutos, resultado esse observado durante a análise dos ensaios físicos.

O mesmo comportamento de diminuição da resistência a tração com o aumento da fração mássica acima de 10 % de resíduo foi observado por Prabu *et al.* (2017) com resíduo de cinza volante, Kashyap *et al.* (2017) analisando o resíduo de lama de cal, Mendes B. H. A. (2019) estudando o resíduo de caulim e Krishna *et al.* (2019) com resíduos hospitalares. Entretanto, Amuthakkannan (2016) e El Banna (2017) ambos e com resíduo de cobre e Ferreira *et al.* (2019) com resíduo de cinza volante, notaram que proporções maiores de resíduo aumentava a resistência a tração.

Fato este que evidencia que cada carga mineral apresenta características próprias (propriedades mineralógicas, granulometria, área de superfície específica e relação de aspecto)

e estas influenciam diretamente a propriedade final do material compósito (LIMA, 2007; DIAS, 2019).

A carga (resíduo), interfere de maneira positiva até certo ponto, ultrapassando, o resíduo satura a matriz acarretando defeitos no material e conseqüentemente diminuindo a sua resistência à tração.

O Gráfico 4.3 relaciona a força (N) ao qual foram submetidos os corpos de prova, e o alongamento (mm) que sofreram mediante a solicitação mecânica.



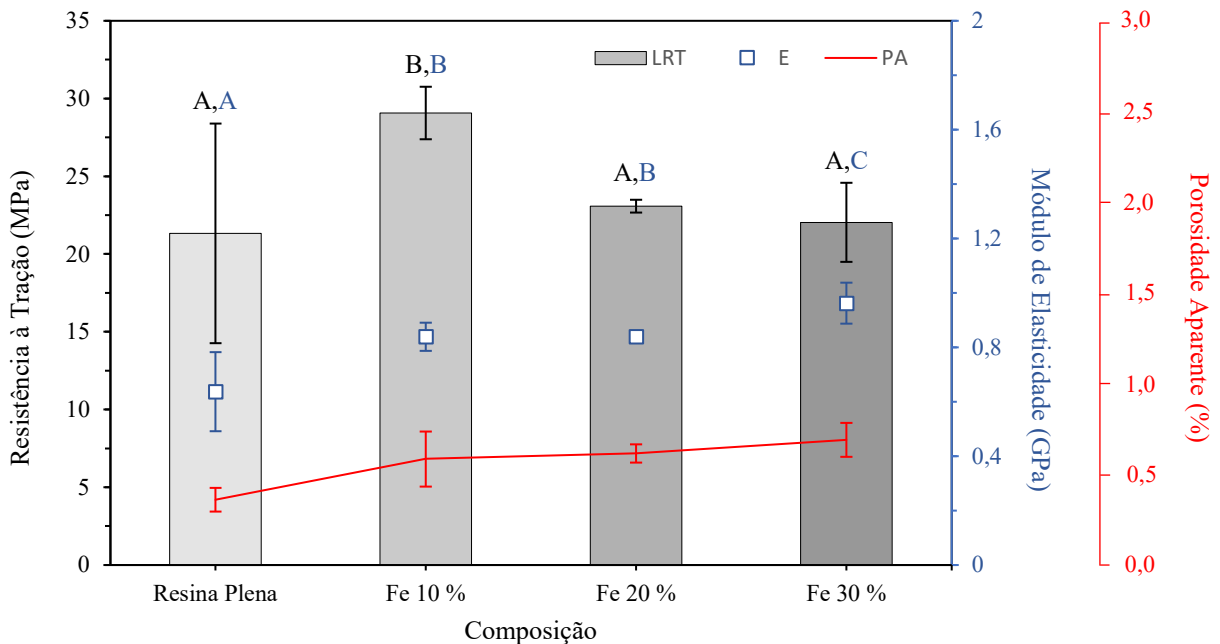
Fonte: Elaborado pelo autor.

Através do gráfico, notou-se que a composição com 10 % de resíduo de minério de ferro suportou uma força superior as demais, aproximadamente 2000 N, sofrendo um alongamento de cerca de 8,54 mm. Além disso, percebe-se linearidade da curva durante o regime elástico, até o momento de uma queda brusca da carga aplicada, configurando ruptura do tipo frágil.

Por meio da Análise de variância (ANOVA) e método de Tukey foram realizadas a comparação entre as frações estudadas com o propósito de evidenciar diferenças significativas entre a resistência à tração e módulo de elasticidade, através do Software livre PAST, nos quais os resultados identificaram uma diferença significativa entre as composições com uma probabilidade de significância de 2,27E-02 e 2,17E-04, respectivamente.

O Gráfico 4.4 apresenta o comparativo entre a tensão de resistência e módulo de elasticidade em função do percentual de resíduo, com os respectivos grupos Tukey para os níveis estudados.

Gráfico 4.4 – Comparativo de desempenho a tração dos compósitos com resíduo de minério de ferro com os respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).



Fonte: Elaborado pelo autor.

Embora todas as proporções estejam com valores maiores que a resina plena para a tensão de resistência, a comparação dos pares indica que o único grupo significativamente diferente dos demais foi o grupo B, de modo que o compósito com 10 % de resíduo de minério de ferro apresentou um comportamento em média superior aos demais. Quanto ao módulo de elasticidade a análise mostrou diferenças entre a resina plena e a fração mássica de 30 %. Entretanto as frações com teor de 10 % e 20 % mostraram-se estatisticamente equivalente entre si. A fração de 30 % foi a que teve maior módulo de elasticidade com 0,96 GPa, adquirindo um aumento de 52 % quando comparado a resina plena.

Este resultado permite sugerir que a adição do resíduo de minério de ferro altera a rigidez do material em relação ao polímero puro, e como exposto anteriormente que adição do mesmo não reduz a resistência a tração do material compósito, pode-se inferir que a incorporação do resíduo no material polimérico, ao mesmo tempo em que não deteriora as propriedades do polímero-base, se mostra interessante como forma de minimizar o efeito danoso deste resíduo no meio ambiente.

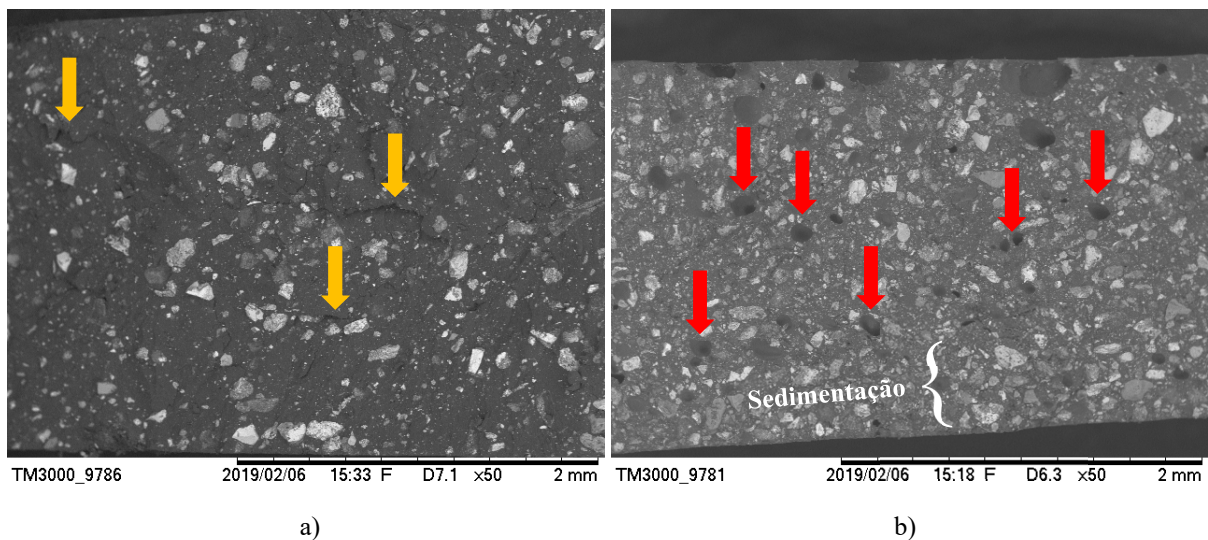
O mesmo comportamento de aumento de módulo de elasticidade com aumento da adição de particulado em material polimérico foi observado por Carvalho *et al.* (2007) com resíduo de Ardósia, Rodrigues *et al.* (2013) com resíduo de lama de retífica e Barbosa (2019) com resíduo de lama vermelha.

Esse comportamento já era esperado visto que partículas rígidas adicionadas aos polímeros geralmente tende a aumentar o módulo de elasticidade e consequentemente a rigidez do material compósito (DALPIAZ, 2006).

4.3.2.1.1 Análise de Superfície de Fratura

Foram realizadas as análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) nos compósitos que foram submetidos ao ensaio de tração, com o objetivo de analisar os mecanismos de falhas das fraturas. A Figura 4.6 apresenta a análise da superfície das fraturas na qual demonstra um comparativo entre as frações com desempenho superior e inferior, 10 % e 30 %, respectivamente.

Figura 4.6 – Análise fractográfica dos compósitos de resíduo de minério de ferro — a) 10 % e b) 30 %. Aumento de 50x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Analisando a Figura 4.6 percebe-se que a determinação do ponto de gel antes da fabricação dos compósitos impactou positivamente na distribuição e dispersão do particulado, minimizando a sua sedimentação e concentração na extremidade inferior do molde. Na superfície de fratura do compósito com 10 % de resíduo (Figura 4.6a) observou-se uma superfície com poucos defeitos, trincas (setas laranjas), vazios, expressivos aglomerados, o que

possivelmente influenciou no desempenho superior. Segundo Bessa (2017) a dispersão das partículas na matriz polimérica é um dos pontos fundamentais para o alcance de propriedades superiores, pois quanto mais homogênea for essa dispersão da carga na matriz, melhor será a transmissão da tensão sofrida pela mesma para a carga.

Na fração de 30 % (Figura 4.6b), notou-se um significativo aumento de imperfeições no compósito, porosidade e vazios (setas vermelhas) facilitando a propagação das trincas, observou-se ainda, que mesmo com a determinação do ponto de gel minimizando a sedimentação, é possível notar um princípio de distribuição desigual do resíduo onde percebe-se uma concentração do resíduo na extremidade da matriz (colchete branco), o que contribui significativamente para o menor desempenho mecânico de tração dos compósitos.

4.3.2.2 Ensaio de Resistência à Flexão

O ensaio de flexão nos materiais compósitos confeccionados seguiu as diretrizes da norma ASTM D 790, sendo o ensaio de flexão de 3 pontos adotado nesse trabalho. Esse ensaio é utilizado para determinar algumas das propriedades mecânicas, sobretudo o limite de resistência à flexão. Tais propriedades são importantes para o controle de qualidade e para avaliar o desempenho dos materiais quando submetidos a uma carga de flexão. Os resultados obtidos no trabalho estão expostos na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 – Dados obtidos a partir do ensaio de flexão para os compósitos com resíduos de minério de ferro.

Composição (%)	Tensão de resistência à flexão (MPa)	Alongamento (mm)	Módulo de elasticidade (GPa)
0 %	65,40 ± 6,06	1,80 ± 0,08	1,80 ± 0,13
10 %	104,04 ± 13,50	3,87 ± 0,22	1,34 ± 0,21
20 %	94,33 ± 6,30	2,38 ± 0,24	1,98 ± 0,16
30 %	85,31 ± 19,16	1,56 ± 0,14	2,76 ± 0,72

Fonte: Elaborado pelo autor.

Analisando os dados da Tabela 4.4, notou-se que todos os compósitos fabricados apresentam valores superiores em relação à resina plena. Souza (2016) atribui tal fato à presença dos particulados que reduzem a mobilidade das cadeias poliméricas, proporcionado pela adesão interfacial entre a matriz e os reforços, aumentando também a resistência de fletir do compósito.

A maior resistência a flexão foi obtida com a composição de 10 % de resíduo, com 104,04 MPa, a partir dessa proporção observou-se que a resistência a flexão diminui, chegando a resistência de 85,31 MPa na proporção de 30 % de resíduo, obtendo um aumento significativo de cerca 59 % e 30 % respectivamente, quando comparado com a resina plena.

O mesmo comportamento de diminuição gradativa da tensão à medida que se aumenta a proporção de resíduo de minério de ferro na resina foi observado nos ensaios de tração.

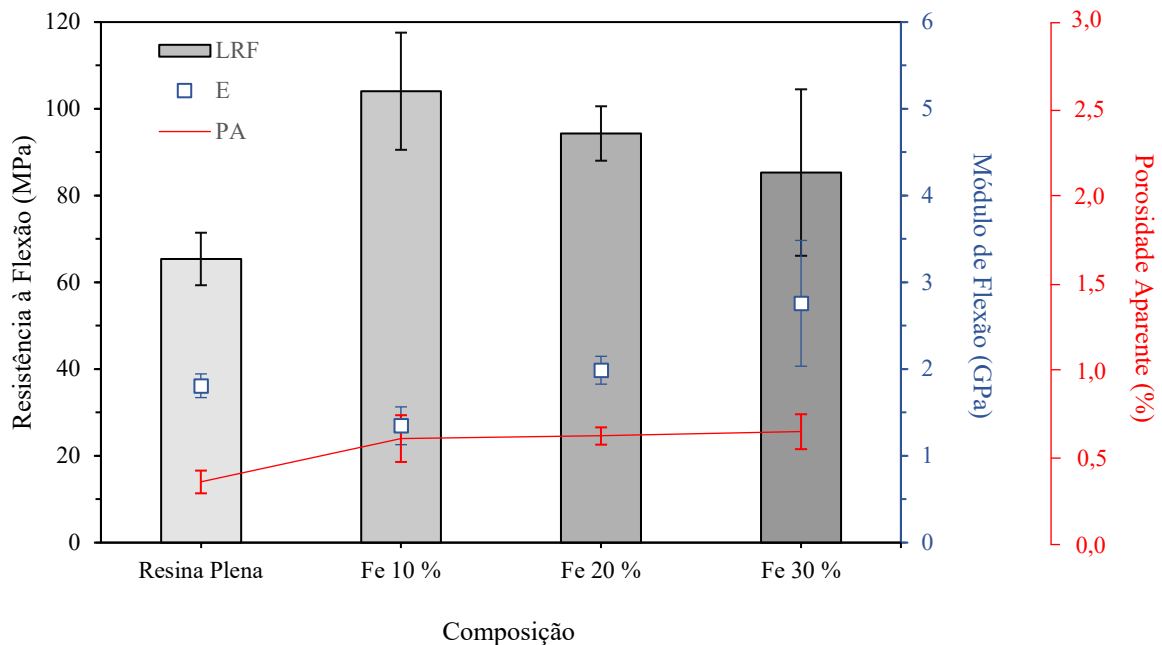
As explicações para tal comportamento envolvem diversos fatores, sendo o mais provável deles, má dispersão e compactação do resíduo na matriz como pode ser visto na análise de superfície a fratura de tração (Figura 4.6b). Segundo Garay (2010) a matriz perde flexibilidade com maiores teores de cargas inorgânicas e aumentam os pontos de falha, com isso diminui a resistência à flexão.

Comportamento similar de aumento de resistência a flexão com inserção de particulado na matriz polimérica foi observado por Gummadi *et al.* (2012) com resíduo de cinza volante, Silva (2017) com carbonato de cálcio e Krishna *et al.* (2019) com resíduos hospitalares. Todos os resíduos citados apresentaram diminuição de resistência a flexão com o aumento de carga particulada a partir da proporção de 10 % na matriz. Entretanto El Banna (2017) estudando o resíduo de cobre e Çinar e Kar (2018) analisando o resíduo de pó de mármore, observaram que proporções maiores de resíduos aumentavam a resistência a flexão do material compósito.

Segundo Madsen *et al.* (2007) o desempenho dos materiais compósitos mostram-se dependentes de vários fatores, dentre os quais a composição e a interação das fases, afetando de modo direto as propriedades dos compósitos.

O Gráfico 4.5 apresenta o comparativo entre a tensão de resistência e módulo de elasticidade em função do percentual de resíduo.

Gráfico 4.5 – Comparativo de desempenho a resistência à flexão dos compósitos com resíduo de minério de ferro.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Observou-se que todas as proporções do resíduo de minério de ferro estão superiores ao patamar da resina plena, nota-se também que conforme aumentou-se a composição a resistência à flexão diminuiu. Dessa forma pode-se inferir que o melhor resultado é obtido com menores teores de resíduo mediante as proporções analisadas, chegando a valores de 104,04 MPa. Quando comparamos o maior resultado (10 %) com o menor resultado (30 %) observou-se um aumento de 21,95 % na resistência a flexão.

Os resultados do ensaio de flexão foram tratados pela Análise de Variância (ANOVA) e análise de Tukey através do Software livre PAST, com confiança de 95 % e hipótese nula (H_0) rejeitada para resultados estatisticamente significativos ($p\text{-Valor} > 0,05$). Deste modo, é possível analisar a significância estatística do efeito da inserção dos resíduos na variável dependente, tida nesse caso como a resistência à flexão, no qual o resultado identificou uma diferença significativa entre as composições com uma probabilidade de significância de $1,12E-02$.

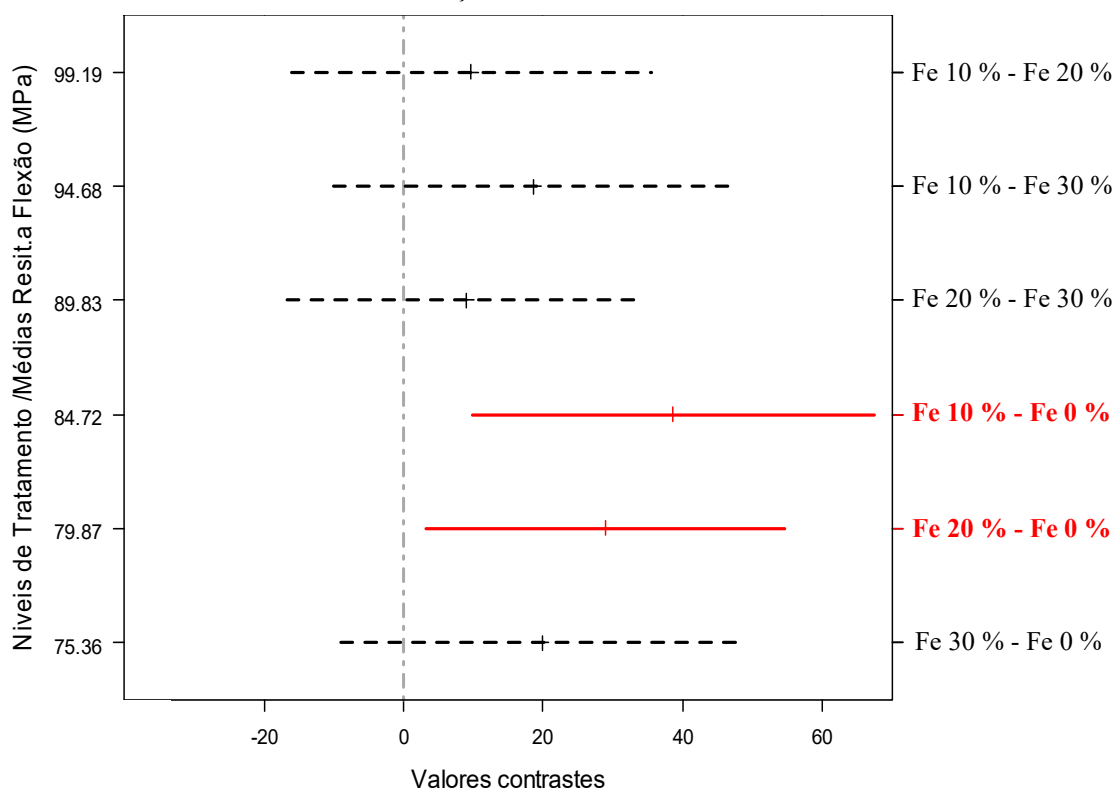
A Tabela 4.5 e o Gráfico 4.6 mostram os resultados do teste de Tukey para os compósitos com resíduo de minério de ferro para a resistência a flexão, identificando essa diferença.

Tabela 4.5 – Comparativo entre as médias (teste de Tukey) com as respectivas diferenças mínimas significativas (DMS) para cada par analisado.

Comparações	XA-XB	DMS	Conclusão
Fe 10 % - Fe 0 %	38,641	28,849	Difere Significativamente
Fe 20 % - Fe 0 %	28,934	28,849	Difere Significativamente
Fe 30 % - Fe 0 %	19,915	28,849	Não Difere Significativamente
Fe 20 % - Fe 10 %	9,706	28,849	Não Difere Significativamente
Fe 30 % - Fe 10 %	18,725	28,849	Não Difere Significativamente
Fe 30 % - Fe 20 %	9,019	28,849	Não Difere Significativamente

Fonte: Elaborado pelo autor.

Gráfico 4.6 – Gráfico das diferenças entre as médias dos níveis do Fator.



Fonte: Elaborado pelo autor.

As frações mássicas de 10 %, 20 % e 30 % de resíduo apresentaram resultados equivalentes, indicando que não há nenhuma diferença significativa entre eles, entretanto é significativa a inclusão do resíduo na matriz, pois quando comparados com a resina plena, estes tratamentos apresentam significativa diferença (10 % e 20 %), sendo que o compósito reforçado com 10 % de resíduo de minério de ferro apresentou a maior resistência a flexão.

Em relação ao módulo de elasticidade no ensaio de flexão observa-se que há o aumento de sua rigidez com aumento da fração de resíduo, obtendo valores superiores ao da resina plena.

Dessa forma pode-se inferir que maiores proporções de resíduo de minério de ferro na matriz polimérica aumentam significativamente a rigidez do material compósito. O compósito com proporção de 10 % de resíduo de minério de ferro apresentou módulo de elasticidade a flexão menor que valor da resina plena, ou seja, este compósito apresenta menor rigidez. Quando se compara o maior valor de módulo de flexão (30 %) com o menor valor (10 %) observa-se um aumento de 106 % no módulo de flexão.

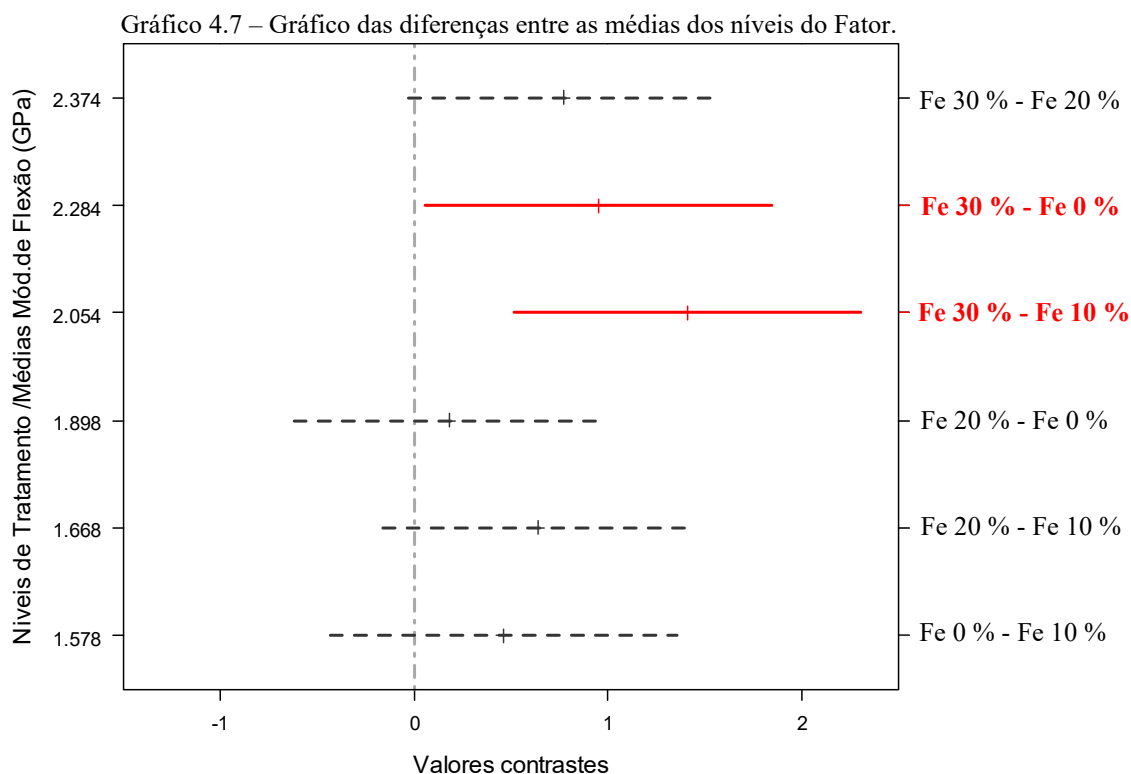
O aumento do módulo de resistência a flexão com aumento da proporção de resíduo já era esperado, tendo em vista que na medida que a matriz é saturada de resíduos, sua massa específica e rigidez aumentam, o que implica na perda gradual de flexibilidade do corpo de prova. Este mesmo comportamento foi observado por Costa (2016) com resíduo de caulim e El Banna (2017) estudando o resíduo de cobre.

A Tabela 4.6 e o Gráfico 4.7 mostram os resultados do teste de Tukey para os tratamentos dos compósitos com resíduo de minério de ferro para o módulo de flexão, identificando quais os materiais que se diferem.

Tabela 4.6 – Comparativo entre as médias (teste de Tukey) com as respectivas diferenças mínimas significativas (DMS) para cada par analisado.

Comparações	 XA-XB 	DMS	Conclusão
Fe 10 % - Fe 0 %	0,459	0,897	Não Difere Significativamente
Fe 20 % - Fe 0 %	0,179	0,897	Não Difere Significativamente
Fe 30 % - Fe 0 %	0,951	0,897	Difere Significativamente
Fe 20 % - Fe 10 %	0,639	0,897	Não Difere Significativamente
Fe 30 % - Fe 10 %	1,411	0,897	Difere Significativamente
Fe 30 % - Fe 20 %	0,772	0,897	Não Difere Significativamente

Fonte: Elaborado pelo autor.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Com base nesses resultados pode-se afirmar que houve diferença significativa apenas entre Fe 30 % - Fe 0 % e Fe 30 % - Fe 10 %. As demais proporções apresentaram resultados equivalentes, indicando que não há nenhuma diferença significativa entre a resina plena e as proporções de 10 % e 20 % de resíduo. A diferença significativa pode ser observada principalmente entre a proporção de 30 % de resíduo com relação as outras frações apresentando o maior módulo de resistência a flexão.

4.3.3 Flamabilidade

4.3.3.1 Ensaio de Flamabilidade Horizontal

A realização do ensaio de flamabilidade nos materiais compósitos produzidos seguiu a norma ASTM D 635. 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).

As matrizes poliméricas geralmente apresentam baixa resistência a chama, não sendo indicadas a aplicações mais propensas à ocorrência de incêndios, devido sua natureza química

orgânica, sendo mais suscetível ao processo de combustão. Essa característica dos polímeros ainda representa uma importante limitação no que diz respeito à sua utilização em várias aplicações industriais devido ao risco de incêndio e conseqüentemente perigo de fogo (FERREIRA, 2015). Entretanto, o resíduo de minério de ferro, por possuir carga inorgânica, com sua constituição apresentando minerais como hematita, magnetita e quartzo (todos observados através do ensaio de DRX), são menos suscetíveis à queima. A Tabela 4.7 demonstra os resultados para o ensaio de flamabilidade horizontal e o percentual de redução na taxa de queima quando comparada a resina plena.

Tabela 4.7 – Dados obtidos a partir do ensaio de flamabilidade horizontal.

Composição (%)	Taxa de Propagação (mm/min)	Redução (%)
0 %	22,60 ± 1,52	-
10 %	21,42 ± 0,96	5,22
20 %	3,91 ± 1,13	82,70
30 %	0,61 ± 0,14	97,30

Fonte: Elaborado pelo autor.

Entre as diversas matrizes poliméricas, existem dois tipos em relação à propagação de chamas, as que têm baixa resistência à chama e as que têm características atrativas em relação à velocidade de propagação. Dessa maneira, a resina utilizada na confecção dos compósitos demonstrou taxa de propagação adequada em relação ao exigido pela norma utilizada, com um valor de 22,60 mm/min, cerca de 43,50 % menor que o patamar de 40 mm/min estabelecido pela norma ASTM D 635.

Notou-se, que a partir da inclusão do resíduo de minério de ferro na matriz, houve tendência de diminuição na taxa de propagação de chama. 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.

Segundo Ullah (2014) a incorporação de particulados inorgânicos, com baixa flamabilidade, pode atuar na redução da quantidade de material combustível disponível para a propagação da chama, o que explicaria a progressiva redução na taxa em função do aumento no teor de particulado.

Pode-se afirmar que todos os materiais compósitos fabricados neste trabalho 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.

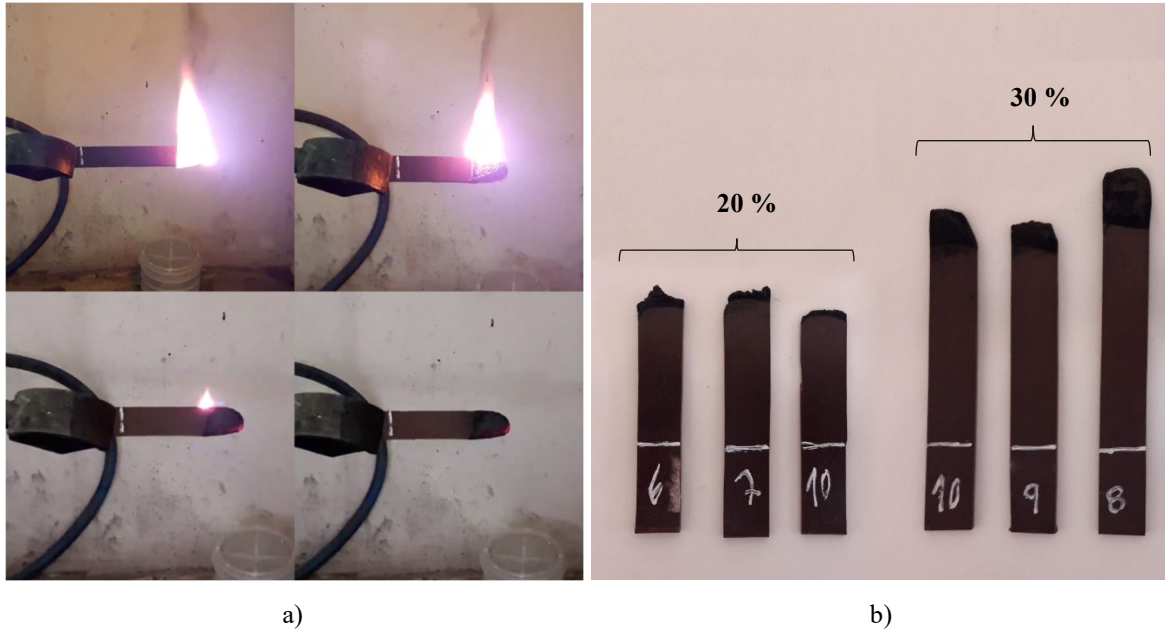
Vale enfatizar que nas amostras com incorporação de 20 % e 30 % de resíduo, as chamas se auto extinguíram, conferindo-o potencial característica de resistência a chama. Tal fato pode ser explicado, sobretudo, pela composição química e as fases mineralógicas associadas ao resíduo de minério de ferro.

O resíduo de minério de ferro contém em sua composição química alguns óxidos (Fe_2O_3 , SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , TiO_2 , MnO , MgO), sendo a maior parte da composição constituída basicamente por óxidos de ferro, seguido por óxidos de silício e óxidos de alumínio, como exposto no FRX. Algumas pesquisas envolvendo óxidos metálicos constataram retardância de chamas para materiais como Fe_2O_3 , Al_2O_3 e MnO .

Cunha (2015) estudando o resíduo de lama vermelha encontrou consideráveis valores para os óxidos de ferro, alumínio e silício e constatou que tais elementos influenciam significativamente nas propriedades térmicas dos compósitos poliméricos. De acordo com Velasco (2002) alguns pesquisadores usam grandes cargas de alumina (Al_2O_3), em torno de 40 % sobre o peso da matriz polimérica para alcançar o efeito anti-chamas desejado. Complementando o exposto, Rabello (2000) afirma que óxido de alumínio (Al_2O_3) age como uma camada protetora na superfície do material, reduzindo a difusão do oxigênio para o meio reativo, o que dificulta a troca de calor e, portanto, a propagação do fogo. Utstester (2018) comenta que o óxido de magnésio metálico após ser aquecido, liberando água, pode absorver o calor e assim, atingir o objetivo de retardador de chama.

A Figura 4.7 apresenta o corpo de prova do minério de ferro na proporção de 20 % auto extinguindo a chama no ensaio de flamabilidade horizontal (a), e alguns corpos de provas de 20 % e 30 % ao término do ensaio (b), onde é possível perceber a influência da carga adicionada e a extinção da chama antes de atingir a marcação final, o que ratifica o efeito positivo para o retardo de chamas.

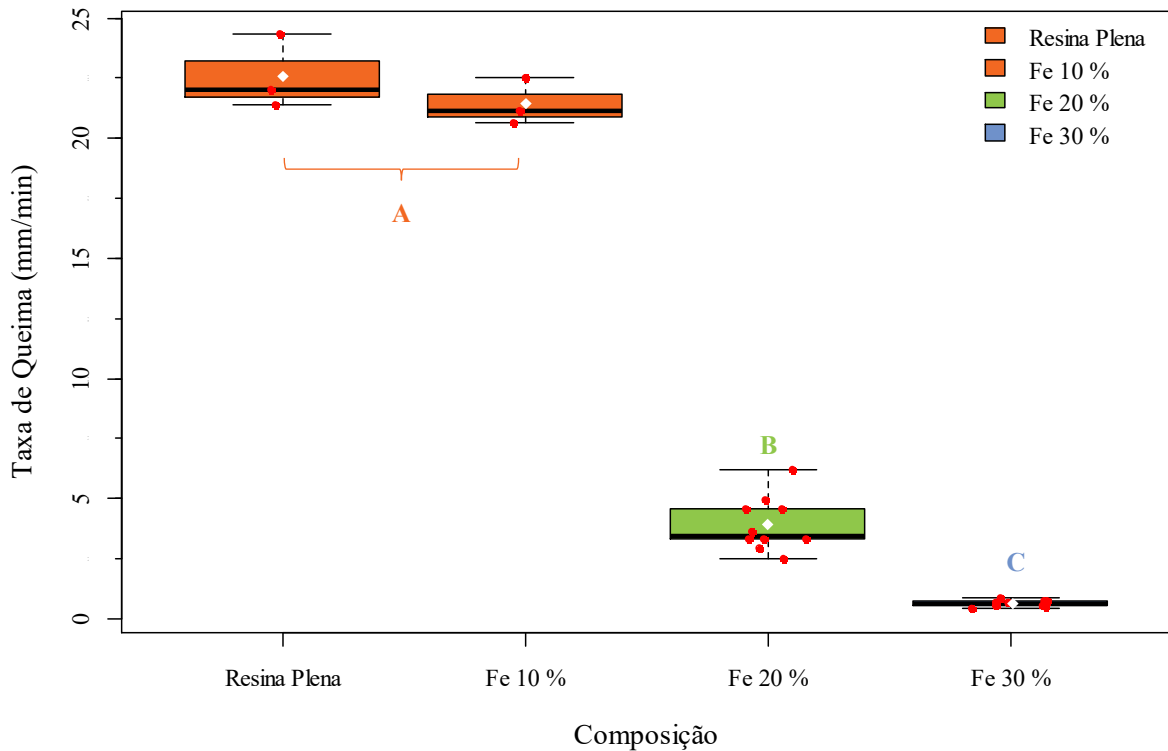
Figura 4.7 – a) Ensaio de Flamabilidade com corpo de prova Fe 20 % e b) Corpos de prova de Fe após o ensaio.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Além disso, de forma a evidenciar as disparidades entre as composições, realizou-se análise de variância através do Software livre PAST, nos quais os resultados identificaram uma diferença significativa entre as composições com uma probabilidade de significância de $2,74E-22$. O Gráfico 4.8 apresenta o comparativo entre as diferentes frações e suas taxas de queima, onde fica evidente a diferença entre as respostas das composições produzidas, com resultados expressivos para os maiores teores de carga, dentro do limite estudado.

Gráfico 4.8 – Gráfico comparativo com desempenho quanto à flamabilidade dos compósitos com resíduo de minério de ferro e os respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).



Fonte: Elaborado pelo autor.

A análise dos resultados observado pelos boxplots demonstra tendência na redução da taxa de queima do compósito, conforme ocorre o aumento na quantidade de resíduo de minério de ferro, como citado anteriormente. Entretanto, a comparação dos pares indica que a adição de resíduo em sua menor proporção não apresentou efeito significativo para a taxa de queima, sendo a fração de 10 % de minério de ferro equivalente à resina plena.

A influência observada na resposta do material é expressiva para percentuais mais alto do resíduo (20 % e 30 %), quando exposto à chama, reduzindo significativamente a velocidade de queima e extinguindo a mesma. O melhor resultado foi obtido na proporção de 30 % de resíduo de minério de ferro, alcançando melhora de 97,30 % em relação à resina plena.

No âmbito nacional, segundo o Conselho Nacional de Trânsito (CONTRAN) resolução 498 – 2014, exige que os revestimentos internos da indústria automobilística tenham uma velocidade de propagação de chama de 100 mm/min, enquanto que em outros países com pesquisas avançadas na área, esse valor é estabelecido em 80 mm/min.

A Tabela 4.8 apresenta uma comparação entre a composição de 30 %, estabelecido como melhor resultado, e os padrões exigidos pelas normas e diretrizes, no qual é possível observar o desempenho obtido durante os ensaios.

Tabela 4.8 – Comparação entre o padrão exigido e os resultados obtidos neste trabalho.

Normas/Composição	Taxa de Propagação (mm/min)
CONTRAN 498	100,00
ASTM D 635	40,00
Fe 30 %	0,61 ± 0,14

Fonte: Elaborado pelo autor.

Comparando-se os resultados obtidos com os exigidos pelas normas, nota-se que todos os materiais compósitos fabricados neste trabalho apresentaram excelentes resultados, pois apresentaram valores bem menores do que os exigidos. Em relação à norma do CONTRAN 498, a fração de 30 % obteve-se redução de 99,39 % na taxa de propagação para o resíduo de minério de ferro. Para o valor estabelecido pela ASTM 635, a redução foi de aproximadamente 98,47 %.

A Tabela 4.9 apresenta um comparativo entre a taxa de propagação de chama de polímeros e compósitos poliméricos com inserção de resíduos industriais, com melhor desempenho no ensaio de flamabilidade horizontal encontrados nas literaturas.

Tabela 4.9 – Comparativo entre o resultado obtido neste trabalho e com materiais encontrados na literatura.

Materiais de Referência	Fonte	Taxa de propagação (mm/min)
Poliéster Isoftálico (P.I.)	Este trabalho	22,60
P.I./Fe 30 %	Este trabalho	0,61
P.I./Lama Vermelha 60 %	COSTA (2016)	12,42
P.I./Cinza Volante 25 %	ALMEIDA <i>et al.</i> (2019)	20,18
P.I./Alumínio 30 %	OLIVEIRA <i>et al.</i> (2019)	11,17
P.I./Caulim 30 %	MENDES B. H. A. (2019)	12,83
P.I./Cobre 10 %	EL BANNA (2017)	14,51
PEAD/Catalisador de FFC 60 %	MARTINS (2017)	5,00
Polietileno (PE)	ASTM D 635	15,20
Polietileno Tereftalato (PET)	ASTM D 635	192,00
Polietileno de alta densidade (PEAD)	OLIVEIRA <i>et al.</i> (2017)	26,90

Fonte: Elaborado pelo autor.

Com base no comparativo apresentado, percebe-se que praticamente todos os polímeros e materiais compósitos citados, apresentam boa taxa de propagação quando comparado com as normas e diretrizes já comentadas neste trabalho. Os menores valores de taxa são para os compósitos com inserção de resíduos, visto que com a inserção do mesmo há redução da quantidade do material inflamável utilizado (polímero). Entretanto, não depende somente da quantidade de material de resíduo utilizado (fração mássica), a influência nas propriedades, variam desde o método de confecção até as características físicas e químicas de cada resíduo e resina utilizada.

5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES

5.1 Conclusões

A utilização do resíduo de minério de ferro é uma alternativa viável na aplicação em compósitos de matrizes de poliéster, visto que a técnica utilizada para a fabricação das placas retangulares foi satisfatória, apresentando placas livres de defeitos ao longo de sua superfície e com boa homogeneidade, constatando que é possível a confecção dos compósitos através do método *hand lay-up* até um limite mássico de 30 %.

A caracterização do resíduo de minério de ferro se mostrou condizente com outros resíduos minerais já estudados por outros pesquisadores, apresentando em suas fases elementos minerais (hematita, magnetita, silício, alumínio) totalizando 91,93 % de todos os componentes observados, sendo estes importantes para o retardamento de chamas em materiais compósitos.

Os ensaios físicos dos compósitos exibiram resultados de aumento de massa específica aparente e porosidade aparente com aumento da proporção de resíduo na matriz de 41,03 % e 7,96 % respectivamente quando se compara 10 % de resíduo com 30 %, entretanto a absorção de água diminuiu 23,39 % quando se compara a menor proporção de resíduo (10 %) com a maior (30 %).

Para o ensaio mecânico de tração dos compósitos, apesar da tendência de melhora nas propriedades mecânicas do compósito pelo fato de obter valores superiores à resina plena, admitindo um aumento de 36 %, vale ressaltar que o mesmo ainda não atuou como reforço efetivo, mas desempenhou um papel de carga de enchimento.

Para o ensaio de flexão todos os compósitos fabricados obtiveram resultados satisfatórios, obtendo valores superiores à resina plena. Isso mostra a viabilidade do uso do resíduo como reforço para materiais compósitos, principalmente para proporções de 10 % e 20 % que obtiveram um aumento de 59 % e 30 % respectivamente quando comparado a resina plena.

O ensaio de flamabilidade horizontal assegurou a classificação HB para todos os compósitos confeccionados neste trabalho, de acordo com a norma ASTM D 635, garantindo-os com características de resistência a chama. As composições de 20 % e 30 % do resíduo de minério de ferro possibilitou ganhos expressivos em resistência à propagação de chamas, chegando a extinguir a mesma.

Dessa forma, o compósito com resíduo de minério de ferro, a partir das caracterizações realizadas, apresenta boas propriedades, demonstrando-se um bom candidato a certas

aplicações, tais como painéis, paredes divisórias, forros e outras aplicações desta natureza, no entanto, há a necessidade de outros tipos de caracterizações para que assim seja realizada uma aferição maior das propriedades do compósito.

É importante ressaltar que o reaproveitamento de resíduos de minério de ferro contribui de maneira significativa na redução de impactos ambientais gerados pela mineração. Além da vantagem ambiental, o reaproveitamento do resíduo de minério de ferro mostrou vantagens técnicas uma vez que pode agregar valor a um subproduto.

Pôde-se observar a relevância de destinação e reaproveitamento dos resíduos de minério de ferro, visto o expressivo volume de geração, escassez dos recursos na natureza, enorme demanda por espaços e degradação ambiental.

5.2 Sugestões de Trabalhos Futuros

- Verificar a influência de diferentes granulometrias nas propriedades físicas e mecânicas dos compósitos elaborados, utilizando o mesmo ou diferentes resíduos.
- Fabricar e analisar as propriedades das placas de materiais compósitos com outros tipos de resíduos industriais variando as proporções dos resíduos.
- Estudar a inserção de fibras sintéticas e/ou 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.

REFERÊNCIAS

AKOVALI, G. **Handbook of composite fabrication**. Smithers Rapra Publishing, p. 208. 2001.

ALMEIDA, L. R.; FERREIRA V.H.; OLIVEIRA, G. C.; COELHO, H. C. M.; COSTA, D. S.; PINHEIRO, A. P.; COSTA, D. S. **Reaproveitamento de resíduos em compósitos poliéster: influência das cinzas nas propriedades mecânicas e térmica**. In: Engenharia no Século XXI, Volume 3. 1. Ed. Belo Horizonte: Poisson, 2019. Cap. 4, p. 23 - 29. doi:10.5935/978-85-7042-091-6.

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

ANDRADE, L. C. R. **Caracterização de rejeitos de mineração de ferro, in natura e segregados, para aplicação como material de construção civil**. Tese (Pós-graduação em Engenharia Civil). Universidade Federal de Viçosa - UFV -, Viçosa, 2014.

ANM – **Agencia Nacional de Mineração**, 2016.

ARAÚJO, C. B. **Contribuição ao Estudo do Comportamento de Barragens de Rejeito de Mineração de Ferro**. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. 2006.

ASTM D 2734 – Standard Test Methods for Void Content of Reinforced Plastics. Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, 2009.

ASTM D 3039 – American Society For Testing And Materials. Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials. Philadelphia, 2017.

ASTM D 570 – Standard Test Method for Water Absorption of Plastics. Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, 1998.

ASTM D 635 – Standard Test Method for Rate of Burning and/or Extent and Time of Burning of Plastics in a Horizontal Position, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018.

ASTM D 790 – "Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials", Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, 2017.

ASTM D 792 – Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement. Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, 2008.

BAKULAMBA DEVI T.S. *et al.*, **“An Experimental Study on Utilization of Iron Ore Tailings (IOT) and Waste Glass Powder in Concrete”**, Civil and Enviromental Research, v.7, n.9. pp. 18-21. 2015.

BARBOSA, E. C., PINHEIRO, B. C. A., LIMA, S. C. S., SILVA, C. H. O., NASCIMENTO, M., GONÇALVEZ, L. C., **Avaliação de um sistema de medição via índice R&R pelo método da Análise de Variância**. *Sigmae*, Alfenas, v. 3, n. 2, p. 47-54, 2014.

BARBOSA, J. T. L. **Caracterização de compósitos poliméricos feitos com resíduos pós-consumo (poliestireno de alto impacto) e industriais (lama vermelha e fibra de vidro/resina epóxi)**. Dissertação (Mestrado), Universidade Estadual Paulista – UNESP, 2019.

BARBOSA, P. F. **Caracterização microestrutural e textural de agregados de magnetita do quadrilátero ferrífero**. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP, 2009.

BARBOSA, Renata Tatianny Soares Alves; CARVAHO, Laura Hecker; CANEDO, Eduardo Luis. **Inflamabilidade de nanocompósitos de polipropileno/argila organofílica**. *Polímeros*, Piauí, v. 24, n. 3, p. 307-313, 2014.

BESSA, M. L. T. **Estudo da dispersão e adesão de micropartículas de diamante em formulação de compósitos epoxídicos**. Dissertação (Mestrado), Universidade Estadual Do Norte Fluminense – UENF, 2017.

BEZERRA, C. G. **Caracterização do rejeito de minério de ferro (IOT) e avaliação da sua influência no comportamento físico-químico e mecânico de pastas de cimento**. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Rio de Janeiro - UFRJ, 2017.

CALLISTER, W. **Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma introdução**. 9. ed. Rio de Janeiro: Ltc, 2016.

CAMPBELL, F. C. **Manufacturing Technology for Aerospace Structural Materials**. Elsevier Ltd. Library of Congress Control Number: 2006927672, 2006.

CANDIAN, L. M. **Estudo do polietileno de alta densidade reciclado para uso em elementos estruturais**. Dissertação (Mestrado) Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo. Universidade de São Paulo. São Paulo, 2007.

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

CARVALHO, G. M. X.; MANSUR, H. S.; VASCONCELOS, W. L.; ORÉFICE R. L. **Obtenção de Compósitos de Resíduos de Ardósia e Polipropileno**. *Polímeros*, São Carlos, v. 17, n. 2, p. 98-103, jun. 2007. Doi: <https://doi.org/10.1590/S0104-14282007000200008>.

CASARIL, A. **Análise micromecânica dos compósitos com fibras curtas e partículas**. Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC. Graduação em Engenharia de Materiais. Trabalho de Conclusão de Curso. 69f. 2004.

CHAVES, F. L. M. **Estudo da adição do resíduo proveniente da extração de minério de ferro em argilas do Rio Grande do Norte**. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN, 2009.

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

ÇINAR, M. e KAR, F. **Characterization of composite produced from waste PET and marble dust.** Construction and Building Materials. 163. 734-741. 2018. 10.1016/j.conbuildmat.2017.12.155.

ÇOBAN, O.; BORA, M.O.; SINMAZÇELIK, T. **Effect of Mixed Size Particles Reinforcing on the Thermal and Dynamic Mechanical Properties of Al₂O₃/PPS Composites.** Polym. Compos., v. 37, p. 3219–3227, 2016

COELHO, E. F. F. **Estudo do comportamento mecânico de rejeitos de minério de ferro reforçados com fibras sintéticas.** 2008. 83 f. Dissertação (Mestrado em Geotecnia) - Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2008.

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

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

CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE – CONAMA. **Dispõe Sobre os Casos Excepcionais, de Utilidade Pública, Interesse Social ou Baixo Impacto Ambiental, que Possibilitam a Intervenção ou Supressão de Vegetação em Área de Preservação Permanente -APP.** 8p. 2006.

CORREA, A. S. **Estudo dos parâmetros para concentração magnética do minério de ferro proveniente da mina de posse-MG.** Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Minas) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET-MG, 2018.

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, Universidade Federal do Pará – UFPA, 2016.

COSTA, L. C. F. **Obtenção e estudo de um compósito de matriz de poliéster e carga de resíduos de mármore.** Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2017.

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, Universidade Federal do Pará – UFPA, 2015.

DALPIAZ, G. **Estudo do efeito de cargas em compósitos poliméricos particulados em matriz de polipropileno.** Tese de doutorado (Engenharia de Minas, metalúrgica e de materiais), Escola de engenharia da UFRGS, Rio Grande do Sul, 2006.

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

DANIEL, I. M.; ISHAI, O. **Engineering mechanics of composite materials**. 2ª edição. Nova Iorque: Oxford University Press, 2006.

DANTAS, A.A.N. **Caracterização de resíduos oriundos do beneficiamento do minério de ferro para uso em pavimentação**. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN, 2015.

DIAS, A. B. J. **O método rápido dos elementos de contorno com expansão em múltiplos para problemas elástico-anisotrópicos em duas dimensões**. Tese de Doutorado. Universidade de Brasília – UNB, 2019.

DURÁN, S. C. A. **Uso de resíduo de mineração de ferro em processo foto-fenton heterogêneo para a degradação de sulfonamidas**. Dissertação (Mestrado), Universidade Estadual Paulista – UNESP, 2016.

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 (Doutorado) - Universidade Federal do Pará, Instituto de Tecnologia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia. Pará, Belém, 2017.

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

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

FELIPE, R. F. **Produção e caracterização de sínter de minério de ferro com a incorporação de 12% de carepa de laminação utilizando moinha de carvão vegetal como combustível**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2019.

FERREIRA, E. P. C. **Tratamento de argila montmorilonítica para a produção de nanocompósitos poliméricos com retardo de propagação de chama**. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN, 2015.

FERREIRA V.H.; ALMEIDA, L. R.; OLIVEIRA, G. C.; COELHO, H. C. M.; COSTA, D. S.; PINHEIRO, A. P.; COSTA, D. S. **Cinzas Volantes em compósitos poliméricos: análise mecânica e flamabilidade**. In: Engenharia no Século XXI, Volume 3. 1. Ed. Belo Horizonte: Poisson, 2019. Cap. 8, p. 56 - 62. doi:10.5935/978-85-7042-091-6.

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

GAY, D. **Composite materials design and applications**. Terceira edição. CRC Press Taylor & Francis Group, 2015.

GOMES, M. A. **Caracterização tecnológica no aproveitamento do rejeito de minério de ferro**. Dissertação de M.Sc., UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil. 2009.

GRAÇA, L. M. **Implicações Das Propriedades Mineralógicas E Microestruturais Do Minério De Ferro No Processo Industrial De Pelotização**. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP, 2015.

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

GUIMARÃES, N.C. **Filtragem de rejeitos de minério de ferro visando a sua disposição em pilhas**. Dissertação de M.Sc., UFOP, Minas Gerais, Brasil. 2011.

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

JESUS, M. S. **Desenvolvimento de um compósito polímero-metal à base de resina epóxi para aplicações em moldes rápidos**. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC, 2011.

KASHYAP, S. & DATTA, D. **Industrial Lime Sludge waste–HDPE composites — a study of their mechanical, thermal, and morphological properties**. Journal of Thermoplastic Composite Materials. 31. 089270571773828. (2017). 10.1177/0892705717738289.

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.

KLEIN, C. **Mineral Science**, 22 ed., John Wiley & Sons, New York, 641p. 2002.

KRISHNA, K. & VIJAYARANGAN, JAYAKUMAR & BHARATHIRAJA, G. **Mechanical analysis of medical waste reinforced polymer composite**. Materials Today: Proceedings. (2019). 10.1016/j.matpr.2019.07.722.

LIMA, A. B. T. **Aplicações de Cargas Mineraias em Polimeros**. Dissertação (Mestrado) Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Universidade de São Paulo. São Paulo, 2007.

LOPES, M. **Mineração no Brasil atual e sua influência na economia nacional**. Disponível em: <https://tecnicoeminerao.com.br/mineracao-brasil-atual-e-sua-influencia-na-economia-nacional>. 2014. Acesso em 17 janeiro 2020.

LOURENÇO, L. M. G. **Caracterização física e mecânica de compósitos híbridos de matriz polimérica**. Dissertação de mestrado, Leiria, 2017.

- MADSEN, B; THYGESES, A.; LILHOLT, H.; **Plant fibre composite – porosity and volumetric interaction**. Composites Science and Technology, v. 67, p. 1584-1600, 2007.
- MARCELO, F.S.F. MOURA, A. B. MORAIS, A. G. **Materiais compósitos – Materiais, fabrico e comportamento mecânico**. Publinústria, Produção de comunicação Lda. 2011.
- MARTINS, A. L. S., YOKOYAMA, L., FONSECA, F. V, e ALBUQUERQUE, R. C. **Estudo do resíduo gerado no deslamagem do minério de ferro**, In: XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química, pp. 1-8, Florianópolis, S, 2014.
- MARTINS, M. A. M. **Desenvolvimento de um compósito de material polimérico pe com a cinza pesada resultante da queima do carvão mineral**. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC, 2008.
- MARTINS, S. **Resíduo da Fabricação de Catalisadores de FCC Utilizado Como Retardante de Chamas em PEAD Reciclado**. Dissertação (Mestrado), Centro Universitário Estadual da Zona Oeste – UEZO, 2017.
- MELLO, T. R. **Morfologia e relações cristalográficas em agregados de hematita do quadrilátero ferrífero/MG**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação). Universidade Federal do Paraná - UFPR, Paraná, 2016.
- MENDES, B. C. **Reaproveitamento do rejeito de minério de ferro, liberado no desastre envolvendo o rompimento da barragem de fundão (MG), na produção de blocos cerâmicos**. Dissertação (Mestrado), Universidade Estadual de Viçosa – UFV, 2019.
- MENDES, B. H. A. **Estudo da influência da incorporação de resíduo de beneficiamento de caulim nas propriedades de compósitos de matriz polimérica reforçada com fibra de bambu (bambusa vulgaris)**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2019.
- MILONAS, J. G. **Análise do processo de reconstituição de amostras para caracterização do comportamento de barragens de rejeitos de minério de ferro em aterro hidráulico**. Dissertação (Departamento de Engenharia Civil e Ambiental) Universidade de Brasília, 2006.
- MOURA, Marcelo F.S.F.; MORAIS, Alfredo B.; MAGALHÃES, Antônio G. **Materiais compósitos: materiais, fabrico e comportamento mecânico**. 2ª edição. Porto: Publinústria, 2010.
- MUNDIAL, B. Relatório Técnico 18 – **Perfil da Mineração de Ferro**, Ministério de Minas e Energia-MME. Disponível em: <http://www.jmendo.com.br/wp-content/uploads/2011/08/P09_RT18_Perfil_da_Minerao_de_Ferro.pdf>. 2009. Acesso em: 09 março 2020.
- NÓBREGA, M. M. S. **Compósitos de Matriz Poliéster com Fibras de Caroá Neoglaziovia Variegata: Caracterização Mecânica e Sorção de Água**. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) - Centro de Ciências e Tecnologia - Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, Campina Grande: PB, 2007.

OLIVEIRA, G. C.; ALMEIDA, L. R.; SILVA, W. R.; MENDES, B. H. A.; DANIEL B.T.F.; COSTA, D. S.; COSTA, D. S. **Resíduos metálicos de alumínio em compósitos de poliéster: resistência mecânica e flamabilidade.** In: Anais do 74º Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, 2019, São Paulo.

OLIVEIRA, L. C. A., FABRIS, J. D., PEREIRA, M. C., **Óxidos de ferro e suas aplicações em processos catalíticos: uma revisão.** Química Nova, v. 36, n. 1, p. 123-130, 2013.

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

PADULA, V. P. **Caracterização tecnológica de um siter feed hemítico contendo diferentes proporções e tipos de sílica nas frações aderentes, intermediárias e nucleantes.** Dissertação (Mestrado), Escola Minas, Universidade de Ouro Preto, Ouro Preto, 2009.

PASSOS, N. C. S. T. **Barragem de rejeito: avaliação dos parâmetros geotécnicos de rejeitos de minério de ferro utilizando ensaios de campo – um estudo de caso.** Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Civil). Universidade Federal do Paraná, Departamento de Construção Civil, Setor de Tecnologia. Curitiba, 2009.

PEDROSO, C. L. **Compósitos à base de rejeito do minério de ferro, resíduo de concreto, resíduos da produção de celulose e resíduo da produção da cal.** Tese de Doutorado, Universidade Tecnológica Federal Do Paraná – UTFPR, 2020.

PEREIRA, E. L. **Estudo do potencial de liquefação de rejeitos de minério de ferro sob carregamento estático.** Tese de Doutorado, Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP, 2005.

PONTES, B. M. S., DA SILVA, S. M. B., BARROS, M. L. S. C., OLIVEIRA, F. M. C., e ROCHA, M. E. M. C. **Perspectivas de desenvolvimento regional com a exploração das reservas de ferro no município de Caetité.** Bahia. Ciência e Natura, 37. 2015.

PORTES, A.M.C. **Avaliação da disposição de rejeitos de minério de ferro nas consistências polpa e torta.** Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG, 2013.

PRABU, V. & DEEPAK J. J., R. & PANDIAN, AMUTHAKKANNAN & VAIRAVAN, MANIKANDAN. **Usage of industrial wastes as particulate composite for environment management: Hardness, Tensile and Impact studies.** Journal of Environmental Chemical Engineering. 5. (2017). 10.1016/j.jece.2017.02.007.

RABELLO, M. **Aditivação de Polímeros.** São Paulo, Artliber Editora, 2000.

RIBEIRO, A. J. N.; CARVALHO, L. H., ARAÚJO, E. M. **Influência da Adição de uma Carga Nanoparticulada no Desempenho de Compósitos Poliuretano/Fibra de Juta,** Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 17, nº 1, p. 10-15. 2007.

RODRIGUES, D. A.; OLIVEIRA, A. S. M.; SPECHT, R. F.; SANTANA, R. M. C. **Utilização de resíduo de usinagem (lama de retífica) como carga em compósito termoplástico.** 2013.

RODRIGUES, D. N. **Influência da adição de resíduo de mármore e granito em compósitos de matriz polimérica reforçados com fibra de coco.** Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Pará, 2016.

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

SAHU R.; GUPTA M. K.; CHATURVEDI R.; TRIPALIYA S.S.; PAPPU A. **Moisture resistant stones waste based polymer composites with enhanced dielectric constant and flexural strength.** Composites Part B (2019), doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107656>.

SANTOS, A. M. **Estudos de compósitos híbridos polipropileno/fibras de vidro e coco par aplicações em engenharia.** Universidade Federal do Paraná – UFP. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – PPGEM. Dissertação de Mestrado.127 f. 2006.

SANTOS, E. A. **Avaliação mecânica e microestrutural de compósitos de matriz de poliéster com adição de cargas minerais e resíduos industriais.** Universidade Federal Do Rio Grande Do Norte – UFRN. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – PPGEM. Dissertação de Mestrado. 2007.

SHACKELFORD, J. F. **Materials Science for Engineers.** 8.ed. Pearson Prentice Hall. New Jersey – USA, 2015.

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
SILAEx. Disponível em <http://www.silaex.com.br/poliéster.htm>, acessado janeiro de 2020.

SILVA, E. A. **Processamento e caracterização de compósitos de polipropileno/carbonato de cálcio (PP/CaCO₃) para possível utilização na indústria automobilística.** Dissertação (Mestrado). Centro Universitário de Volta Redonda – UniFOA. 2017.

SILVA, I. L. A. **Propriedades e estrutura de compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas de juta.** Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências de Materiais) – Universidade Estadual do Norte Fluminense, Rio de Janeiro, 2014.

SILVA, L. A. **Síntese e caracterização de nanopartículas de hematita e de ferro zerovalente sintetizadas a partir de cloreto férrico.** Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Florianópolis, 2015.

SILVA, R. V. **Compósito de resina poliuretana derivada de óleo de mamona e fibras vegetais.** 139p. Tese (Doutorado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003.

SOUSA, J.A. **Propriedades de Engenharia de Termoplásticos**. Engenharia de Materiais. DEMa, UFSCar, São Carlos. SP, 2005.

SOUZA, C. C. **Efeito da incorporação de resíduo de minério de ferro nas propriedades e na microestrutura de cerâmica argilosa do município de campos dos goytacazes**. Dissertação (Mestrado), Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF, 2007.

SOUZA, C.C.; VIEIRA, C.M.F.; MONTEIRO, S.N. **Alterações microestruturais de cerâmica argilosa incorporada com rejeito de minério de ferro**. *Matéria* (Rio J.), Rio de Janeiro, v. 13, n. 1, p. 194-202, Mar. 2008. <https://doi.org/10.1590/S1517-70762008000100024>.

SOUZA, J. M. **Reaproveitamento da madeira tratada com arseniato de cobre cromatado e isolador elétrico cerâmico para produção de compósito polimérico**. Dissertação (Mestrado). Universidade de Caxias do Sul – UCS. 2016.

TEH, P. L.; JAAFAR, M.; AKIL, H. M.; SEETHARAMU, K. N.; WAGIMAN, A. N. R.; BEH, K. S. **Thermal and mechanical properties of particulate fillers filled epoxy composites for electronic packaging application**. *Polym. Adv. Technol.* V. 19, p. 308-315. 2008.

TWE, M. M. e Liao, K. **Durability of bamboo-glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites**, *Composites Science and technology*. Vol. 63, p. 375-387, 2003.

U.S. GEOLOGICAL SURVEY - USGS, **Mineral Commodity Summaries**. 2020.

ULLAH, S.; AHMAD, F.; SHARIFF, A. M.; BUSTAM, M. A. **Synergistic effects of kaolin clay on intumescent fire retardant coating composition for fire protection of structural steel substrate**. *Polymer Degradation and Stability*, v. 110, p. 91-103, 2014.

UTSTESTER, **Flame retardant material classification**. Disponível em: <https://www.utstesters.com/blog/classifica-o-de-material-retardador-de-chama_b47>. Acesso em: 07 de fevereiro de 2020.

VELASCO, R. V. **Concreto de alto desempenho reforçado com fibras de polipropileno e sisal submetido a altas temperaturas**. Tese (Doutorado) – Programa de pós-graduação de engenharia da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ – COPPE), Rio de Janeiro, RJ. 2002.

VENTURA, A. M. F. M. **Os Compósitos e a sua aplicação na Reabilitação de Estruturas metálicas**. Departamento de Engenharia Química e Biológica, Instituto Superior Técnico, Campus Alameda. Portugal: Ciência e Tecnologia dos Materiais, vol. 21, nº 3/4, 2009.

VINCENZINE, P. **Advanced structural fiber composites**. Itália: Techna Faenza, 1995.

ZINATO, N. L. **Comparação entre as características estruturais e mineralógicas de rejeito de minério de ferro em faixas ultrafinas provenientes de diferentes depósitos e rotas de beneficiamento**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2016.