



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

JAMYLLLE FEITOSA DE SOUZA TAVARES

**ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUO INDUSTRIAL DE CAULIM EM  
COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA**

ANANINDEUA

2021

JAMYLLLE FEITOSA DE SOUZA TAVARES

**ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUO INDUSTRIAL DE CAULIM EM  
COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA**

Trabalho de conclusão de curso apresentado como requisito parcial para a obtenção do grau de Bacharela em Engenharia de Materiais, pela Universidade Federal do Pará.

Orientador: Prof. Dr. Edemarino Araujo  
Hildebrando

ANANINDEUA

2021

**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)**

---

T231e Tavares, Janylle Feitosa de Souza.  
Estudo da incorporação de resíduo industrial de caulim  
em compósitos de matriz polimérica / Janylle Feitosa de  
Souza Tavares. — 2021.  
63 f. : il. Color.

Orientador(a): Prof. Dr. Edeamarino Araujo Hildebrando  
Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) -  
Universidade Federal do Pará, Campus Universitário de  
Ananindeua, Curso de Engenharia de Materiais,  
Ananindeua, 2021.

1. Compósito. 2. Resina Poliéster. 3. Resíduo de  
Caulim. 4. Caracterização. I. Título.

CDD 620.11

---


JAMYLLLE FEITOSA DE SOUZA TAVARES

**ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUO INDUSTRIAL DE CAULIM EM  
COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA**

Trabalho de conclusão de curso apresentado  
como requisito parcial para a obtenção do grau de  
Bacharela em Engenharia de Materiais, pela  
Universidade Federal do Pará.

Data de Aprovação: 10/02/2021

**Banca Examinadora**



---

Prof. Dr. Edemarino Araujo Hildebrando  
(FEMat/UFPA – Orientador)



---

Prof. Dr. Deibson Silva da Costa  
(FEMat/UFPA – Examinador Interno)



---

Bela. Ma. Miriane Alexandrino Pinheiro  
(PPGEQ/UFPA – Examinadora Externa)

Ao meu esposo e meu filho, por toda  
compreensão e incentivo durante toda a  
trajetória.

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente à Deus por sua infinita bondade e graça na minha vida, pelo seu cuidado e amor, por ter me sustentado nos momentos mais difíceis.

Ao meu esposo José Nelito por toda compreensão nos momentos de ausência, todo incentivo quando eu pensei em desistir e por acreditar sempre em mim, até quando eu mesma não acreditei que seria capaz.

Ao meu filho lindo Murillo Cezar, por ser tão carinhoso, pelos infinitos abraços quando eu estava sentada estudando, eles foram essenciais para mim.

Aos meus pais Jandilson e Márcia por todo incentivo aos meus estudos desde os primeiros anos de vida. Obrigada por todos os ensinamentos, orações, cuidado e amor. Amo muito vocês.

A minha irmã Mayka, ao meu cunhado Elias e as minhas sobrinhas lindas Manuela e Elisa por estarem sempre presentes em minha vida. Em especial a minha irmã Mayka por todo carinho e atenção em sempre partilhar minhas alegrias e tristezas através das infinitas ligações de vídeo.

A minha tia Maria, ao meu tio André e as minhas primas Ester e Alice por toda ajuda e disponibilidade, por cuidar tão bem do meu bebê sempre que precisei, vocês foram muito importantes.

A minha amiga Jéssica que esteve presente em minha vida desde o início do curso, alguém com quem eu pude contar em todos os momentos.

As minhas amigas Dayse, Josilene, Rute, Nelma, Juliana, Flávia e ao meu amigo Wellington por tornarem meus dias mais alegres.

Ao meu grupo de trabalhos Maria Luiza, Lanna, Lucas e Anderson por todo conhecimento compartilhado. Em especial ao Lucas por toda disponibilidade e contribuição na realização deste trabalho.

Ao meu orientador Prof. Dr. Edemarino Araujo Hildebrando por sua orientação, ensinamentos, dedicação, paciência e atenção.

Ao Laboratório de Engenharia Química (LEQ), Engenharia Mecânica (LABEM) pela realização dos experimentos deste trabalho.

“Só fazemos melhor aquilo que repetidamente insistimos em melhorar. A busca da excelência não deve ser um objetivo, e sim um hábito.”

(Aristóteles)

## RESUMO

A busca cada vez maior por materiais com propriedades específicas, fez com que pesquisadores demonstrassem um maior interesse na área de materiais compósitos. Resíduos industriais que muitas vezes possuem descarte inadequado vêm sendo bastante utilizados como cargas para esses materiais. O presente trabalho tem como objetivo analisar as propriedades físicas, mecânica e de resistência à chama de compósitos poliméricos reforçados com resíduo de caulim. Estes materiais compósitos foram produzidos com matriz poliéster isoftálica e resíduo de caulim in natura e calcinado, variando as frações em massa de 5 % e 10 % de resíduo. Os corpos de prova foram confeccionados utilizando o método *hand lay-up* (manual) em molde metálico. Foram realizados ensaios físicos de absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente, ensaio de tração e de flamabilidade de acordo com as normas ASTM D 570, ASTM D 2734, ASTM D 792, ASTM D-3039 e ASTM D 635, respectivamente. De acordo com os resultados obtidos nos ensaios físicos, os compósitos exibiram aumento de AA, PA e MEA comparado a resina plena. Com relação ao ensaio de tração, o compósito RCI-10 apresentou aumento de 12,18 % comparado à resina plena, com um limite de resistência à tração de 21,92 MPa. No ensaio de flamabilidade os compósitos apresentaram resultados bem menores que os exigidos pelas normas. Em relação ao CONTRAN os compósitos RCI-5 e RCI-10 obtiveram redução da taxa de propagação de 77,42% e 76,15%, respectivamente. E relação o que determina ASTM D 635 os compósitos apresentaram diminuição da taxa em 43,55 % e 40,37 %, respectivamente. Os compósitos não apresentaram variações significativas da taxa de propagação de chama comparado à resina plena. De modo geral, a pesquisa realizada apresentou resultados viáveis, considerando a incorporação de um resíduo industrial como carga mineral, sendo importante ressaltar que o reaproveitamento desse resíduo contribui para a diminuição dos impactos ambientais gerados no seu processo de armazenamento e também diminui custo do produto final, tendo em vista que parte do volume do polímero está sendo substituído por um material de menor valor.

**Palavras-Chave:** Compósito. Resina Poliéster. Resíduo de Caulim. Caracterização.

## ABSTRACT

The increasing search for materials with specific properties led researchers to show a greater interest in the area of composite materials. Industrial wastes that often are disposed inadequately have been widely used as fillers for these materials. The present work aims to analyze the physical, mechanical and flame resistance properties of polymeric composites reinforced with kaolin residue. These composite materials were produced with isophthalic polyester matrix and fresh and calcined kaolin residue, with mass fractions varying from 5% and 10% of residue. The specimens were made using the hand lay-up method (manual) in metallic mold. Physical tests of water absorption, apparent porosity and apparent specific mass, tensile and flammability tests were carried out according to the standards ASTM D 570, ASTM D 2734, ASTM D 792, ASTM D-3039 and ASTM D 635, respectively. According to the results obtained in the physical tests, the composites showed an increase in AA, PA and MEA compared to full resin. Regarding the tensile test, the RCI-10 composite showed an increase of 12.18% compared to full resin, with a limit of tensile strength of 21.92 MPa. In the flammability test, the composites showed results much lower than those required by the standards. Concerning CONTRAN, the RCI-5 and RCI-10 composites reduced the propagation rate by 77.42% and 76.15%, respectively. And in relation to what determines ASTM D 635, composites showed a decrease in the rate of 43.55% and 40.37%, respectively. The composites did not show significant variations in the flame propagation rate in relation to the full resin. In general, the research carried out showed viable results, considering the incorporation of an industrial waste as a mineral load, it is important to emphasize that the reuse of this waste contributes to the reduction of the environmental impacts generated in its storage process and also reduces the cost of the final product, considering that part of the volume of the polymer is being replaced by a material of lesser value.

**Keywords:** Composite. Polyester resin. Kaolin residue. Characterization.

## LISTA DE ILUSTRAÇÃO

<b>Figura 1</b> – Esquema de classificação dos materiais compósitos.....	21
<b>Figura 2</b> – Resina poliéster isoftálica.....	23
<b>Figura 3</b> – Reação processo de cura da resina de poliéster insaturado.....	24
<b>Figura 4</b> – Caulim.....	25
<b>Figura 5</b> – Representação da estrutura da caulinita.....	26
<b>Figura 6</b> – Mina Rio Capim Caulim.....	27
<b>Figura 7</b> – Lagoas de sedimentação de resíduo de caulim.....	28
<b>Figura 8</b> – Desenho esquemático de uma máquina universal de ensaios.....	32
<b>Figura 9</b> – Aparato utilizado no ensaio de flamabilidade.....	33
<b>Figura 10</b> – a) Resina poliéster isoftálica, b) Acelerador e c) Iniciador.....	34
<b>Figura 11</b> – Resíduo de caulim.....	35
<b>Figura 12</b> – Equipamentos utilizados na fabricação dos compósitos.....	36
<b>Figura 13</b> – Difração de Raios X do resíduo do caulim in natura.....	37
<b>Figura 14</b> – Difração de Raios X do resíduo do caulim calcinado.....	38
<b>Figura 15</b> – Fluxograma da confecção dos compósitos.....	40
<b>Figura 16</b> – Corpos de prova para ensaios físicos e suas dimensões.....	42
<b>Figura 17</b> – Máquina Universal de ensaios.....	43
<b>Figura 18</b> – Dimensões dos corpos de prova para ensaio de tração.....	43
<b>Figura 19</b> – Corpos de prova utilizados no ensaio de flamabilidade e suas dimensões.....	45
<b>Figura 20</b> – Etapas de queima do ensaio de flamabilidade: a) Início e b) Fim.....	46
<b>Figura 21</b> – Comparativo entre os resultados de absorção de água e porosidade aparente.....	48
<b>Figura 22</b> – Resultados obtidos de MEA.....	49
<b>Figura 23</b> – Gráfico comparativo do Limite de resistência à tração dos compósitos.....	51

**Figura 24** – Gráfico comparativo quanto à flamabilidade dos compósitos produzidos.

.....53

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> – Propriedades da resina poliéster isoftálica.....	34
<b>Tabela 2</b> – Composição química do resíduo de caulim e comparação com a literatura. ....	39
<b>Tabela 3</b> – Proporções dos componentes utilizados na confecção dos compósitos.	40
<b>Tabela 4</b> – Resultados dos ensaios físicos para compósitos com resíduo de caulim. ....	47
<b>Tabela 5</b> – Resultados obtidos no ensaio de tração. ....	50
<b>Tabela 6</b> – Comparação com a literatura do limite de resistência à tração de compósitos poliméricos com resíduo de caulim. ....	52
<b>Tabela 7</b> – Desempenho dos compósitos quanto à resistência à chama. ....	53
<b>Tabela 8</b> – Comparação entre os resultados obtidos e os parâmetros exigidos.....	54

## LISTA DESIGLASEABREVIATURAS

ASTM	<i>American Society For Testing Materials</i>
AA	Absorção de Água
RCI-5	5 % de Resíduo de Caulim In-natura
RCI-10	10 % de Resíduo de Caulim In-natura
RCC-5	5 % de Resíduo de Caulim calcinado
RCC-10	10 % de Resíduo de Caulim calcinado
CONTRAN	Conselho Nacional de Trânsito
DRX	Difração de raios X
FRX	Fluorescência de raios X
LRT	Limite de Resistência à Tração
MEA	Massa Específica Aparente
Mi	Massa Imersa
Mu	Massa Úmida
Ms	Massa Seca
PA	Porosidade Aparente
RP	Resina Plena

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\rho_c$	Massa específica do compósito
$f_i$	Fração volumétrica
$\rho_i$	Massa específica de cada constituinte
$\sigma$	Tensão de resistência à tração
$A_0$	Área da seção transversal
F	Carga aplicada
$\varepsilon$	Deformação do corpo de prova
E	Módulo de Elasticidade
$v$	Taxa de queima
$l$	Comprimento do corpo de prova
$t$	Tempo de queima.

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>16</b>
<b>1.1 Justificativa</b> .....	<b>17</b>
<b>1.2 Objetivos</b> .....	<b>18</b>
1.2.1 Objetivo Geral.....	18
1.2.2 Objetivos Específicos .....	18
1.2.3 Estrutura do Trabalho .....	18
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>20</b>
<b>2.1 Materiais Compósitos: Definição e Classificação</b> .....	<b>20</b>
2.1.1 Compósitos reforçados com partículas.....	21
2.1.2 Matriz Polimérica .....	21
2.1.3 Resina Poliéster Insaturada.....	22
<b>2.2 Cargas em Compósitos</b> .....	<b>24</b>
2.2.1 Resíduo Industrial de caulim.....	25
2.2.2 Compósitos com resíduo mineral de caulim .....	29
<b>2.3 Ensaio mecânicos</b> .....	<b>31</b>
2.3.1 Ensaio de Tração.....	31
<b>2.4 Resistência à chama</b> .....	<b>32</b>
2.4.1 Ensaio de Flamabilidade.....	33
<b>2 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS</b> .....	<b>34</b>
<b>3.1 Materiais</b> .....	<b>34</b>
3.1.1 Matriz polimérica.....	34
3.1.2 Resíduo industrial de caulim.....	35
<b>3.2 Equipamentos Utilizados</b> .....	<b>35</b>
<b>3.3 Procedimentos Experimentais</b> .....	<b>36</b>
3.3.1 Processamento do resíduo .....	36
3.3.2 Caracterização do Resíduo .....	37

3.3.2.1 Difração de raios X .....	37
3.3.2.2 Fluorescência de raios X .....	38
3.3.3 Confeção dos compósitos .....	39
3.2.4 Ensaio Físicos.....	41
3.2.5 Ensaio de Tração.....	42
3.2.6 Ensaio de Flamabilidade.....	44
<b>4. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>47</b>
<b>4.1 Ensaio Físicos .....</b>	<b>47</b>
<b>4.3 Ensaio de Tração .....</b>	<b>49</b>
<b>4.4 Ensaio de Flamabilidade .....</b>	<b>52</b>
<b>5 CONCLUSÃO .....</b>	<b>55</b>
<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>56</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>57</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A alta demanda por materiais que apresentem alto desempenho que sejam mais resistentes e leves fez com que pesquisadores apresentassem maior interesse na área de materiais compósitos, devido ao fato destes materiais apresentarem combinações de propriedades não encontradas em ligas metálicas, cerâmica, ou material polimérico monolítico convencional (SANTOS, 2007).

Esses materiais compósitos são constituídos de uma fase denominada matriz, a qual é contínua e envolve a outra fase chamada de fase dispersa. Alguns materiais com matriz polimérica aos quais são adicionadas cargas são na realidade compósitos com partículas grandes, essas cargas melhoram ou modificam as propriedades do material (CALLISTER Jr., 2016). As geometrias dessas partículas podem apresentar uma grande variedade, porém é necessário que elas sejam equiaxiais, ou seja, apresentem aproximadamente as mesmas dimensões em todas as direções. Para que o reforço aconteça de forma efetiva, as partículas adicionadas precisam estar distribuídas na matriz de forma homogênea (CALLISTER Jr., 2016). Resíduos industriais tem sido objeto de estudo para serem inseridos como carga nestes materiais compósitos, sendo alternativas viáveis na fabricação destes, pois parte do volume do polímero seria substituído por um material de baixo valor agregado. A produção destes resíduos industriais tem se tornado cada vez maior com o avanço da industrialização, e a necessidade de gestão adequada destes resíduos tem se tornado preocupação principalmente na mineração, que é um setor que produz uma grande quantidade de resíduo, quando se considera especificamente a mineração do caulim, largamente explorado no estado do Pará (ANJOS; NEVES, 2011).

No processo de beneficiamento do caulim utilizado para cobertura de papel são gerados dois tipos de resíduos, o primeiro proveniente da etapa de desareamento, possuindo na sua composição basicamente quartzo, representando um volume de cerca de 8 % do material proveniente da mina. O segundo procedente da etapa de centrifugação, separação magnética, branqueamento e filtragem com um volume de cerca de 26 % da produção bruta. Devido a essa grande quantidade de resíduos gerados são necessários os desmatamentos de grandes áreas para a construção de bacias de sedimentação, utilizadas para armazenamento desse

resíduo, causando desta forma um grande impacto ambiental. (BARATA e DAL MOLIN, 2002).

Diante disto, o presente trabalho tem como objetivo a produção de compósitos de matriz poliéster isoftálica com a adição de resíduo de caulim para avaliação de suas propriedades físicas, mecânicas e de flamabilidade.

### **1.1 Justificativa**

O crescente aumento populacional vem desencadeando uma maior exploração dos recursos naturais, o que torna necessário o estudo de materiais renováveis e recicláveis que minimizem ao máximo os impactos ambientais (ARAÚJO *et al.*, 2001).

O setor mineral apresenta grande importância econômica para diversas regiões. Entretanto, produz quantidades absurdas de resíduos industriais e a destinação adequada destes resíduos tem se tornado motivo de preocupação para as empresas e órgãos ambientais (SILVA; VIDAL; PEREIRA, 2001; MENEZES *et al.*, (2007).

A indústria do caulim utilizado para a cobertura de papel produz resíduos na extração e no beneficiamento. As etapas de centrifugação, separação magnética, branqueamento químico e filtragem, são as responsáveis pela maior quantidade de resíduos produzidos, representando cerca de 26 % da produção bruta (BARATA e DAL MOLIN, 2002). No estado do Pará estima-se que o volume de resíduos produzidos seja superior a 10 mil toneladas (BARATA; ANGÉLICA, 2012).

Contudo, a utilização desse resíduo na fabricação de materiais compósitos é uma opção que a cada dia se torna mais viável, pois além de minimizar os impactos ambientais causados na etapa de armazenamento, a sua utilização ainda pode reduzir os custos, tendo em vista que parte do volume do polímero que geralmente é mais caro, estaria sendo substituído por um material de menor valor.

## 1.2 Objetivos

### 1.2.1 Objetivo Geral

Estudar a viabilidade da incorporação do resíduo industrial de caulim em compósitos de matriz de poliéster isoftálico.

### 1.2.2 Objetivos Específicos

- Determinar as propriedades físicas (Absorção de Água, Porosidade Aparente e Massa Específica Aparente) da matriz polimérica plena e dos compósitos confeccionados;
- Avaliar o comportamento mecânico (resistência à tração) dos materiais compósitos produzidos, visando verificar a influência do resíduo caulínico com as diferentes proporções;
- Estudar as propriedades térmicas (ensaio de flamabilidade) do compósito polimérico com o aumento do teor de resíduo visando à efetiva contribuição como aditivo auxiliar no retardamento de chama.

### 1.2.3 Estrutura do Trabalho

A primeira seção apresenta uma breve introdução sobre o tema a ser tratado, uma justificativa para a realização deste trabalho e o objetivo geral e os objetivos específicos do mesmo.

A segunda seção apresenta uma revisão bibliográfica sobre o tema estudado abrangendo materiais compósitos e as técnicas empregadas no processo de caracterização desses materiais.

A terceira seção apresenta os materiais e os procedimentos experimentais realizados na confecção dos materiais compósitos, demonstrando de forma detalhada através de fluxogramas e imagens todas as etapas realizadas.

A quarta seção apresenta os resultados obtidos através da caracterização física, mecânica e de flamabilidade desses materiais compósitos, sendo estes resultados apresentados sob forma de gráficos e tabelas. Apresenta também a discussão desses resultados.

A quinta seção apresenta de forma objetiva as conclusões do trabalho em resposta aos objetivos traçados e apresenta sugestões para trabalhos futuros.

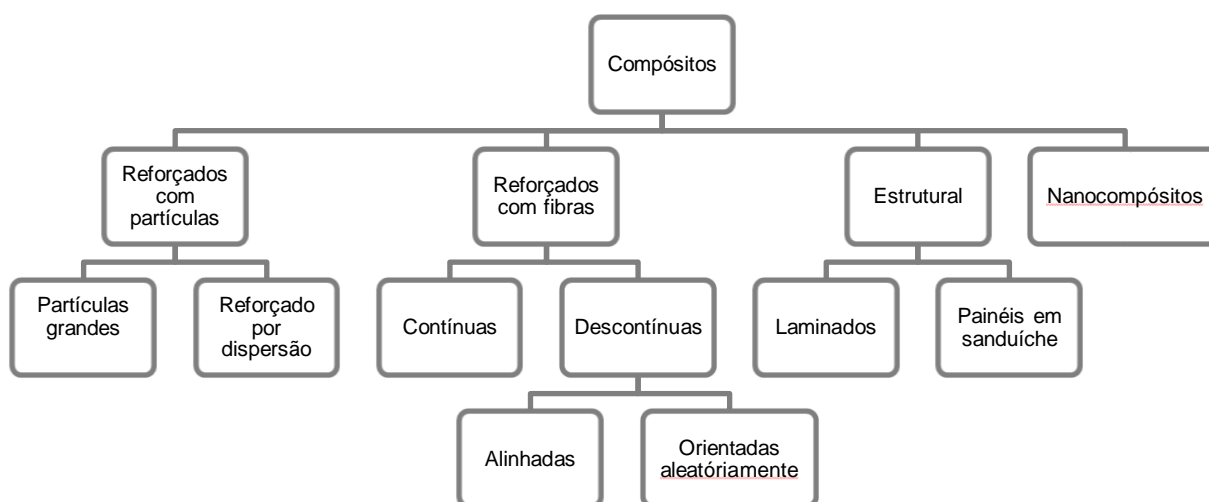
## **2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1 Materiais Compósitos: Definição e Classificação**

Material compósito é a combinação de dois ou mais materiais, que forma um material com propriedades específicas não apresentadas por outro material cerâmico, metálico ou polimérico monolítico convencional. Estes materiais são constituídos por duas fases, uma chamada de reforço ou carga (fase dispersa) e outra fase chamada matriz a qual é contínua, estas fases devem ser quimicamente diferentes e estar separadas por uma interface distinta. A fase matriz dos compósitos pode ser metálica, polimérica ou cerâmica, porém são mais utilizados os materiais metálicos e poliméricos, pois é desejável que o compósito apresente alguma ductilidade. (MARINUCCI, 2011; ASKELAND, 2015; CALLISTER Jr., 2016).

As propriedades apresentadas por estes materiais compósitos são uma associação das propriedades das fases constituintes, tais como, quantidades, formas, tamanhos, distribuição e orientação. Um esquema da classificação dos materiais compósitos está apresentado na Figura 1, onde mostra as quatro divisões: compósitos reforçados com partículas, compósitos reforçados com fibras, compósitos estruturais e nanocompósitos. A fase dispersa quando o reforço está na forma de partícula é equiaxial, ou seja, possui as mesmas dimensões em todas as direções. Já quando se utiliza fibras é possível que esses reforços não apresentem dimensões iguais. Os estruturais apresentam camadas múltiplas e nos nanocompósitos as partículas são da ordem de nanômetros (CALLISTER Jr., 2016; MARINUCCI, 2011).

**Figura 1** – Esquema de classificação dos materiais compósitos.



**Fonte:** Adaptado de Callister Jr., 2016.

### 2.1.1 Compósitos reforçados com partículas

Os compósitos particulados são constituídos por partículas de um ou mais materiais dispersos numa matriz de outro material. Os particulados são inseridos no compósito com o intuito de se obter propriedades incomuns, ou apenas substituir uma parte do volume do polímero/matriz por um material mais barato (ASKELAND, 2015; MARINUCCI, 2011).

A carga recebida pelo compósito particulado é dividida, sendo a maior parte suportada pela matriz e o restante pelas pequenas partículas dispersas que impedem ou dificultam o movimento das discordâncias. O grau em que esse particulado atuará como reforço ou de melhoria do comportamento mecânico dependerá da existência de uma ligação forte na interface matriz-partícula (CALLISTER Jr., 2016).

### 2.1.2 Matriz Polimérica

A fase matriz no compósito pode ser metálica, cerâmica ou polimérica. Em geral é mais comum a utilização de materiais metálicos e poliméricos, pois é necessário que o material apresente alguma ductilidade. Essa fase matriz com

reforço de partículas tem a função de transferir parte da tensão aplicada às partículas, as quais suportam uma fração da carga (CALLISTER Jr., 2016).

Os materiais poliméricos são materiais orgânicos formados por cadeias de carbono, nos quais estão ligados covalentemente a átomos que podem ser de hidrogênio, nitrogênio, oxigênio, cloro, flúor ou enxofre, sendo estes responsáveis por formar quase a totalidade dos materiais poliméricos. A diversidade de materiais formados pela ligação de pouco mais de seis átomos de carbono é tão grande que basta substituir um átomo de uma determinada molécula para formar um material novo apresentando características distintas daquele da molécula original (MARINUCCI, 2011).

Materiais poliméricos podem dividir-se em duas categorias principais: termoplásticos e termorrígidos. De forma geral os termoplásticos quando sujeitos a um aumento de temperatura e pressão possuem capacidade de amolecer e fluir. Já os termorrígidos tornam-se permanentemente rígidos, não amolecem sob aquecimento (CANEVAROLO, 2006).

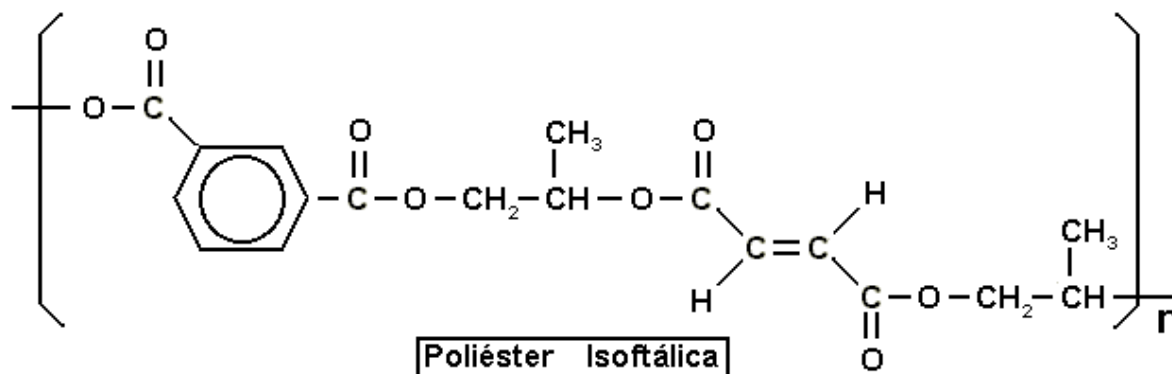
Na fabricação de compósitos para aplicações não-estruturais e semi-estruturais as resinas termorrígidas mais utilizadas são poliésteres insaturados, resinas de viniléster e as resinas fenólicas. As resinas de poliéster podem ser saturadas ou insaturadas. As saturadas são comercializadas na forma de filme ou fibras e resinas termoplásticas. As insaturadas são frequentemente utilizadas na fabricação de materiais compósitos, pois possui um baixo custo, facilidade de processamento e boas propriedades químicas, elétricas e mecânicas (MOURA *et al.*, 2011).

### 2.1.3 Resina Poliéster Insaturada

A utilização de matrizes poliméricas na fabricação de materiais compósitos tem se tornado cada vez maior a nível comercial. Dentre elas, a resina de poliéster está entre as mais utilizadas (MARINUCCI, 2011). As resinas de poliéster pertencem a uma família de polímeros que são formados pela reação de ácidos orgânicos dicarboxílicos e glicóis, desta reação originam-se moléculas de cadeias longas e lineares. Se um desses constituintes principais, ou ambos, são insaturados, isto quer dizer que, se há duplas ligações em sua cadeia molecular, a resina resultante é

insaturada (LEVY NETO; PARDINI, 2018). A Figura 2 mostra a estrutura molecular da resina poliéster isoftálica.

**Figura 2** – Resina poliéster isoftálica



Fonte: Sakamoto, 2020.

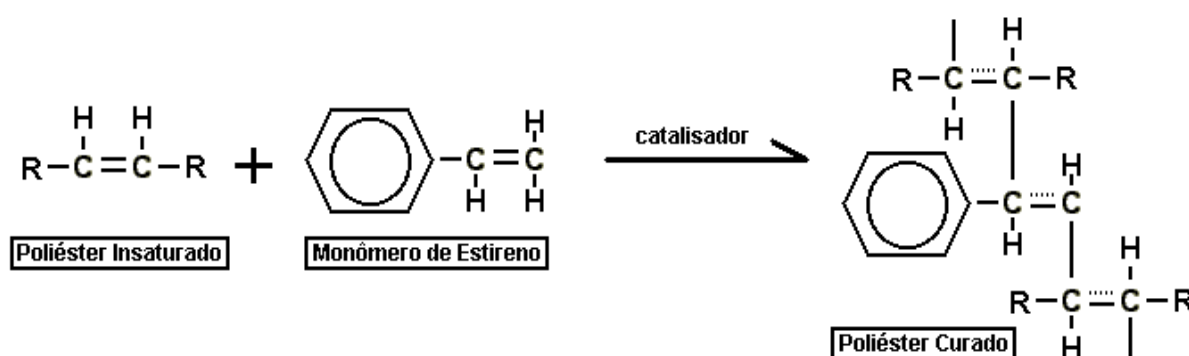
A reação de síntese que ocorre na resina poliéster é uma reação de polimerização por condensação em etapas, esta reação, consiste na condensação sucessiva dos grupos funcionais reativos, com isto, há o aumento do tamanho das moléculas até que estas atinjam o tamanho de uma cadeia polimérica. A reação de um diácido com um glicol (diálcool) gera como produto um éster e subproduto a água. O acontecimento repetido desta reação de esterificação, leva à formação de um poliéster (CANEVAROLO, 2006).

Segundo Targa *et al.*, (2009), os principais tipos de resinas de poliéster insaturado são: resina ortoftálica, tereftálica, isoftálica e bisfenólica.

A formulação da matriz polimérica contendo a resina poliéster é feita através da adição de iniciadores também chamados no cotidiano de catalisadores e aceleradores. Esses iniciadores de cura proporcionam a interligação das macromoléculas criando uma rede tridimensional de ligações químicas, iniciando a cura da resina. Os iniciadores principais são: o peróxido de metil etil cetona (MEKP) e o peróxido de benzoíla (BPO). A ativação desses iniciadores de cura é feita por promotores de cura (aceleradores), sendo os mais usuais as aminas terciárias ou sais de cobalto, vanádio, cobre ou manganês, sendo os dois primeiros mais utilizados. A reação de cura dessa resina é possível devido ao rompimento das insaturações presentes nos átomos de carbono do ácido insaturado (MARINUCCI, 2011).

A decomposição dos catalisadores adicionados à resina gera radicais livres e esses radicais livres atacam as insaturações no poliéster ou nos monômeros de baixa massa molar, como exemplo o estireno, para dar início ao processo de polimerização em cadeia, a qual dá origem a um copolímero estireno-poliéster, formando assim uma rede tridimensional termorrígida. A Figura 3 apresenta a reação durante o processo de cura de resinas de poliéster insaturado (LEVY NETO; PARDINI, 2018).

**Figura 3** – Reação processo de cura da resina de poliéster insaturado.



Fonte: Sakamoto, 2020.

## 2.2 Cargas em Compósitos

Segundo Askeland (2015), compósitos particulados são projetados para apresentar combinações de propriedades incomuns, não apenas melhorar a resistência.

De forma geral, as cargas são inseridas aos polímeros para melhorar a resistência à abrasão, o limite de resistência à tração e a compressão, a tenacidade, estabilidade dimensional e térmica, entre outras. Os polímeros que contém carga podem ser chamados de materiais compósitos. As cargas mais utilizadas são pó de madeira, pó de sílica e areia, vidro, argila, talco, calcário (MOURA *et al.*, 2011 e CALLISTER Jr., 2016).

Com frequência essas cargas são inseridas para substituir parte do volume do polímero, que geralmente é mais caro, reduzindo desta forma o custo do produto final. O tamanho das partículas pode variar de 10 nm, até dimensões

macroscópicas. É necessário que as partículas estejam bem distribuídas na matriz para que o reforço seja efetivo (CALLISTER Jr., 2016).

Algumas propriedades dos compósitos particulados dependem apenas das propriedades individuais e da quantidade relativa. Podem-se prever precisamente essas propriedades através da regra da mistura Equação 1 apresentada a seguir.

$$\rho_c = \sum(f_i \rho_i) \quad (1)$$

Onde  $\rho_c$  é a massa específica do compósito,  $f_i$  é a fração volumétrica e  $\rho_i$  é a massa específica de cada constituinte.

### 2.2.1 Resíduo Industrial de caulim

De acordo com Souza Santos (1984), o termo caulim é utilizado para denominar uma argila que queima na cor branca e, na sua forma beneficiada, é constituída principalmente por caulinita. Segundo Mártires (2009), outras substâncias também estão contidas sob forma de impureza no caulim, sendo estas, quartzo, areia, mica, feldspato e óxidos de titânio e ferro. A Figura 4 mostra o caulim.

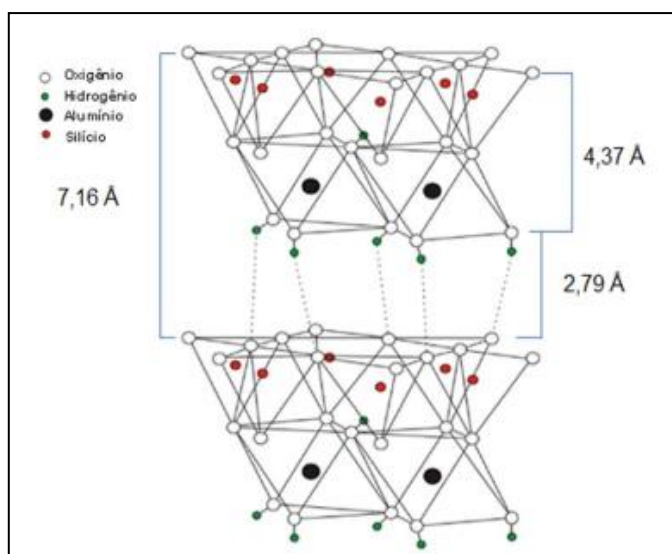
**Figura 4** – Caulim.



**Fonte:** Marinho, 2020.

A caulinita apresenta em sua composição teórica 39,50 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 46,54 % de  $\text{SiO}_2$  e 13,96 % de  $\text{H}_2\text{O}$ ; porém, pode ocorrer algumas pequenas variações na sua composição. A caulinita apresenta uma estrutura do tipo 1:1, formada por folhas tetraédricas de silício e octaédricas de alumínio, um lado da folha contém alumínio recoberto com agrupamentos OH e o outro de oxigênio, conforme representado na Figura 5 (LUZ *et al.*, 2008; SILVA e SANTANA, 2013).

**Figura 5** – Representação da estrutura da caulinita.



**Fonte:** Silva e Santana, 2013.

Existe uma diversidade de indústrias que utilizam o caulim como matéria-prima, tais como a indústria de papel, cerâmica, tinta, plástico, concreto, vidros, borracha, cosmético, farmácia, catalisadores, fertilizantes entre outros (SILVA; GARRIDO; MEDEIROS, 2011). A sua principal aplicação se dá na indústria de papel, por ser um mineral quimicamente inerte em uma ampla faixa de pH, possuir uma coloração branca, fatores que o torna ótimo para aplicação como cobertura e carga (MÁRTIRES, 2009).

Segundo Silva, Garrido e Medeiros (2011), o consumo de caulim na indústria de papel representa cerca de 45 % de todo caulim produzido no mundo. Aproximadamente 16 milhões de toneladas das 37 milhões de toneladas de caulim beneficiado no mundo são utilizados na indústria do papel. O Brasil é responsável por aproximadamente 7 % da produção mundial de caulim e as reservas brasileiras de caulim estão avaliadas em 28 % da estimativa mundial.

Os depósitos localizados no estado do Pará pertencem a três empresas exploradoras de caulim, Imerys Rio Capim Caulim S/A - IRCC, Pará Pigmentos S/A - PPSA e a Companhia Brasileira de Equipamento – CBE. Sendo a primeira e a segunda exploradoras de caulim para revestimento e cobertura na indústria do papel e a última, explora o caulim para aplicação na indústria de cimento como pozolana. Economicamente estas empresas apresentam uma grande importância. Porém, durante o seu processo de beneficiamento grandes quantidades de resíduos são gerados causando um grande impacto ambiental na sua etapa de armazenagem. (ROCHA Jr.; ANGÉLICA; NEVES, 2015).

A Imerys Rio Capim Caulim S/A - IRCC localizada em Ipixuna do Pará está em operação desde 1996 e possui a maior planta de beneficiamento de caulim do mundo e 71 % de participação na produção de caulim no Brasil (Imerys Rio Capim Caulim S/A). A Figura 6 mostra a mina Rio Capim Caulim em Ipixuna no Pará.

**Figura 6** – Mina Rio Capim Caulim.



**Fonte:** Imerys Rio Capim Caulim S/A.

Para a obtenção do caulim inicialmente é feita a extração do minério bruto, eliminação da areia e em seguida o material é disperso em água e levado até a etapa de beneficiamento, onde acontece a centrifugação, separação magnética para retirada do ferro e branqueamento químico, após o material é filtrado e secado gerando o produto final que é transportado por minerodutos até o ponto de embarque (MÁRTIRES, 2009).

Dois tipos de resíduos são gerados no processo de beneficiamento, o primeiro proveniente da etapa de desareamento, possuindo na sua composição basicamente quartzo, representando um volume de cerca de 8 % do material proveniente da mina. O segundo procedente da etapa de centrifugação, separação magnética, branqueamento e filtragem com um volume de cerca de 26 % produção bruta (BARATA e DAL MOLIN, 2002). A Figura 7 apresenta algumas lagoas de sedimentação de resíduo de caulim.

**Figura 7** – Lagoas de sedimentação de resíduo de caulim.



**Fonte:** Cabral, (1991) apud Barata e Dal Molin, 2002.

Diversas pesquisas foram desenvolvidas com o intuito de aproveitar estes materiais e com isso minimizar os impactos ambientais causados pelos resíduos da indústria do caulim, dentre elas Dantas (2017), avaliou a inserção de resíduo de caulim na resina poliéster teraftálica para produzir as paredes laterais de um forno solar alternativo. Rocha Júnior *et al.*, (2015), utilizou 3 tipos de caulim para síntese de zeolita tipo faujasita (X,Y): Caulim de enchimento e *tubepress*, produto e semiproduto do processo de beneficiamento e o resíduo caulínico denominado caulim duro ou *flint*, objetivando a comparação entre eles. Mendonça *et at.*, (2017), avaliou a viabilidade da utilização do resíduo de caulim em composições cerâmicas para produção de blocos cerâmicos para utilização na construção civil.

## 2.2.2 Compósitos com resíduo mineral de caulim

Algumas questões ecológicas e do meio ambiente vêm fazendo com que sejam realizados estudos relacionados à utilização de resíduos industriais. Tais estudos vêm contribuindo para que haja uma destinação adequada a esses materiais que muitas vezes são dispostos ao meio de forma inadequada, poluindo o meio ambiente. Um exemplo é o desmatamento de grandes áreas realizado para a construção de lagoas de sedimentação utilizadas no armazenamento do resíduo gerado pela indústria do caulim.

Barbosa *et al.*, (2020) avaliaram mecanicamente compósitos com fibras de bambu com comprimento de 15 mm e resíduo de caulim flint. De acordo com os resultados do autor os compósitos fabricados mostraram um desempenho semelhante ao da matriz plena, destacando-se os compósitos com 20 % de resíduos de caulim e 3 % de fibra de bambu apresentando uma resistência de 22 MPa. As análises morfológicas das superfícies de fratura evidenciaram, principalmente, fenômenos de fibras dispostas transversalmente na direção do carregamento e fibras rompidas.

Costa *et al.*, (2015) verificaram a influência de tecido de fibra de juta e resíduo de caulim em compósitos poliméricos. Os compósitos de tecido de fibra de juta com proporção de 10 % de caulim apresentaram melhores resultados de resistência mecânica (55,32 MPa). Segundo a análise da fratura realizada pelo autor, nesta proporção o compósito apresentou uma melhor distribuição dos tecidos de fibra de juta dentro da matriz, compactando toda a superfície analisada, melhorando a ancoragem entre as fibras/carga/matriz. Em proporções maiores de resíduo de caulim o compósito apresentou um decaimento da resistência. O autor acredita que isso tenha ocorrido pelo fato de que nos compósitos com 20 % e 30 % de caulim, a mistura entre a resina e o caulim torna-se bastante viscosa e aumenta dificuldade de impregnação total das fibras, formando regiões secas (regiões de fibras não envolvidas por resina) dentro dos compósitos.

Santos *et al.*, (2019) estudaram o efeito da adição de resíduos de cobre e caulim em matriz poliéster, através do ensaio de tração, onde verificou-se que os compósitos com até 30 % de resíduo de caulim apresentaram resistência maior que o compósito de cobre. Segundo o autor isso acontece porque a caulinita que é

predominante no material apresenta boa reatividade à matriz polimérica. Já os compósitos com a adição de resíduo de cobre apresentaram melhores resultados somente em proporções superiores, devido às características mineralógicas do quartzo.

Moraes *et al.*, (2019) investigaram a influência da adição de resíduos de caulim e lama vermelha como retardantes de chama em compósitos poliméricos. Os melhores resultados obtidos pelo autor foram na proporção de 35 %, com valores de taxa de propagação bem menores do que o máximo exigido pela resolução 675 do CONTRAN. Os valores foram 11,98 mm/min para o compósito com resíduo de caulim e 10,39 mm/min para o compósito com resíduo de lama vermelha. Segundo o autor, a composição química e mineralógica dos resíduos, com a presença de minerais como o quartzo, contribuem para o efeito de retardância à chama. Mecanicamente as proporções de 5, 15 e 25 % de caulim apresentaram valores de resistência superiores aos dos compósitos com lama vermelha.

Bezerra *et al.*, (2010) estudaram a incorporação de resíduo de caulim na composição da madeira reconstituída, buscando melhorar as propriedades dos painéis de MDF- madeira de média densidade. Alguns ensaios de caracterização foram realizados ao resíduo como difratometria de raios X, análise química e granulométrica. O resíduo de caulim foi inserido a partículas de MDF e adesivo de uréia-formaldeído, para obtenção de compósitos em forma de painéis, estes foram caracterizados quanto à absorção de água e resistência a flexão, e os resultados demonstraram viabilidade da incorporação do resíduo ao MDF.

Lima (2017) analisou as propriedades mecânicas de compósitos de polietileno de alta densidade reforçados com caulim nas proporções de 10 % a 30 %. O autor observou-se que conforme houve o aumento da inserção de caulim, houve o aumento da tensão de escoamento, limite de resistência a tração e módulo de elasticidade, o seu melhor resultado apresentou uma resistência de 24,0 MPa correspondente ao compósito com 30 % de caulim.

Os diversos estudos citados acima evidenciam a preocupação referente aos problemas ambientais causados pela grande produção de resíduo gerado pela indústria do caulim. Tais estudos são desenvolvidos com alguns objetivos, dentre eles, o principal é dar uma destinação viável ao resíduo em estudo. Neste sentido, este trabalho avalia a incorporação do resíduo procedente da etapa de centrifugação

no processo de beneficiamento do caulim, em matriz polimérica, e a calcinação desse resíduo para fabricação dos compósitos com o resíduo calcinado e in natura para posteriormente verificar as propriedades físicas, mecânica e de flamabilidade.

### **2.3 Ensaio mecânicos**

Ensaio mecânicos determinam a capacidade que o material tem para transmitir ou resistir aos esforços, que são expressas em função de tensões e/ou deformações. Tensões representam a resposta interna aos esforços externos que atuam sobre uma determinada área em um corpo (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2012).

Os principais ensaios utilizados na determinação das propriedades mecânicas dos materiais são: ensaios de tração, flexão, dureza, impacto, fluência e fadiga (PADILHA, 1997).

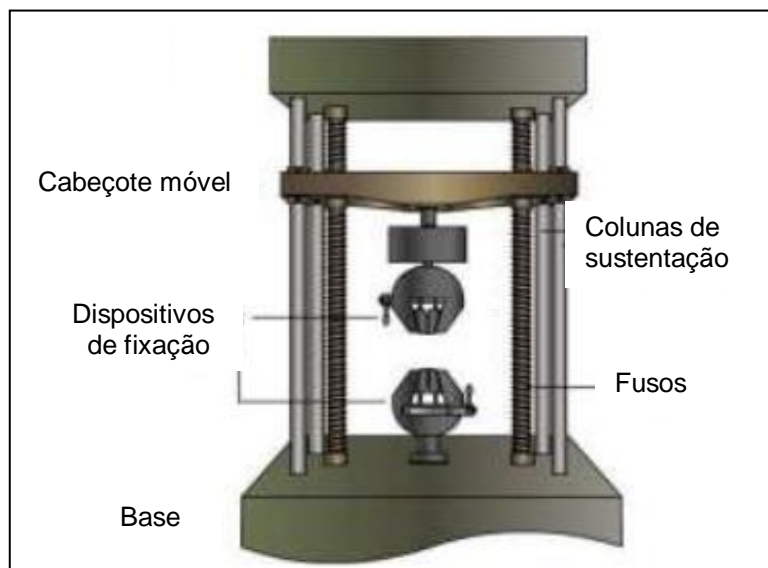
Eles podem ser classificados como destrutivos os que provocam a inutilização parcial ou total da peça e não-destrutivos que não comprometem a integridade da peça (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2012).

#### **2.3.1 Ensaio de Tração**

Este ensaio é o mais utilizado para determinar as propriedades mecânicas dos materiais, por ser realizado de forma rápida e relativamente simples (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2012).

Neste ensaio o corpo de prova é deformado geralmente até a fratura, através de uma carga de tração uniaxial que é aplicada gradativamente nas extremidades dos corpos de prova normatizados. Tipicamente leva alguns minutos para ser realizado e é um ensaio destrutivo. A seção transversal dos corpos de prova pode ser circular ou retangular, devendo seguir padrões e dimensões da norma que padroniza os corpos de prova, que no Brasil é a ABNT. Este ensaio pode ser realizado por uma máquina universal de ensaios (Figura 8). Basicamente a função desta máquina é plotar um gráfico de carga versus deslocamento (CALLISTER, Jr. 2016; FREDEL; ORTEGA; BASTOS, 2020).

**Figura 8** – Desenho esquemático de uma máquina universal de ensaios.



**Fonte:** Fredel; Ortega; Bastos, 2020.

O resultado é registrado geralmente em um computador como carga ou força em função do alongamento. Essas características de carga-deformação são dependentes do tamanho do corpo de prova. Portanto, para se medir a resistência de um material é necessário correlacionar a força aplicada à área de seção da peça (BAYER, 2013; CALLISTER Jr., 2016).

## 2.4 Resistência à chama

O comportamento de queima geral de um material compósito é a somatória dos componentes, mais quaisquer efeitos interativos positivos ou negativos (RIBEIRO *et al.*, 2013).

As matrizes poliméricas possuem baixa resistência ao fogo, logo esses materiais compósitos quando possuem polímero na sua matriz estão suscetíveis a danos causados pelo fogo (RIBEIRO *et al.*, 2013). Segundo Gallo e Agnelli (1998), há diversas maneiras para diminuir a flamabilidade de um polímero, dentre elas, o uso de retardantes de chama reativos (modificação química dos polímeros), uso de retardantes de chama aditivos, aplicação de revestimento anti-chama e a combinação de vários métodos.

A utilização dos aditivos retardantes de chama consiste na incorporação de algumas substâncias, durante a etapa de processamento do polímero. E com a

exposição desses materiais ao fogo ou altas temperaturas, esses aditivos retardantes de chama devem inibir ou suprimir processo de combustão. Essa técnica é a mais utilizada, pois apresenta vantagens em relação a custos de matéria-prima e de incorporação (GALLO; AGNELLI, 1998 e RIBEIRO *et al.*, 2013).

#### 2.4.1 Ensaio de Flamabilidade

De acordo com Martins (2017), a flamabilidade de um material pode ser definida como a facilidade que o material apresenta de queimar-se.

Segundo Gallo e Agnelli (1998), o processo de queima de um polímero pode ser identificado em cinco estágios distintos:

Aquecimento – Fornecimento de uma fonte externa de calor ao material, podendo ser por contato direto com a chama, por contato com gases quentes ou por condução.

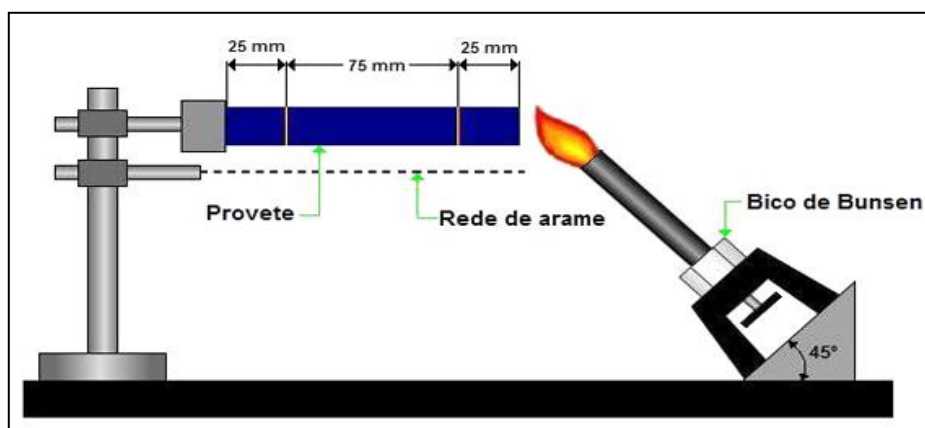
Pirólise - Decomposição dos componentes do material polimérico seguido de liberação de substâncias voláteis.

Ignição – Encontro dos produtos resultantes da etapa de pirólise com o oxigênio, que se difunde em sentido contrário.

Combustão e propagação - Condições geradas nas etapas anteriores desencadeiam reações de combustão altamente exotérmicas.

Extinção – Diminuição de material combustível e oxigênio e conseqüentemente redução e extinção da chama. A Figura 9 ilustra o aparato utilizado no ensaio de flamabilidade.

**Figura 9** – Aparato utilizado no ensaio de flamabilidade.



Fonte: Caetano, 2020.

## 2 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

### 3.1 Materiais

#### 3.1.1 Matriz polimérica

Na confecção do compósito utilizou-se como matriz polimérica a resina poliéster isoftálica (Resina AM 910 AEROJET) com sistema catalítico composto pelo acelerador CAT MET UMEDECIDO (Solução de Octoato de cobalto 1,5 % e iniciador BUTANOX-M50 (Peróxido de Metil Etil Cetona – MEK-P) todos adquiridos na empresa Aerojet Brasileira de Fiberglass LTDA (Figura 10). Algumas características da resina poliéster isoftálica estão listadas na Tabela 1.

**Tabela 1** – Propriedades da resina poliéster isoftálica.

Propriedade	Unidade	Medida
Massa específica a 25 °C	g/cm <sup>3</sup>	1,10 - 1,15
Viscosidade Brookfield a 25°C	cP	500 - 600
Gel Time a 25 °C	min	6 - 8
Intervalo Simples	min	5 - 9
Pico Exotérmico	°C	180 - 200
Índice de Acidez	mg KOH/g	Máximo 15
Teor de Sólidos	%	59 - 63

Fonte: Boletim Técnico Aerojet®.

**Figura 10** – a) Resina poliéster isoftálica, b) Acelerador e c) Iniciador.



Fonte: Elaborado pelo Autor, 2021.

### 3.1.2 Resíduo industrial de caulim

O resíduo inserido como carga no compósito foi o resíduo industrial de caulim procedente da etapa de centrifugação no processo de beneficiamento, o mesmo foi fornecido por uma empresa que realiza o beneficiamento de caulim para cobertura de papel localizada no município de Barcarena-Pa. A Figura 11 mostra o resíduo industrial de caulim.

**Figura 11** – Resíduo de caulim.



Fonte: Elaborado pelo Autor, 2021.

### 3.2 Equipamentos Utilizados

Para a confecção dos compósitos foram utilizados os seguintes equipamentos:

**Estufa** - DE LEO - Equipamentos Laboratoriais, Temperatura 50°C a 250° C (Figura 12a);

**Balança**- ELETRONIC COMPACT SCALET, modelo SF 400 C (Figura 12b);

**Molde metálico** - Dimensões (320 mm x 172,5 mm x 5 mm) (Figura 12c);

**Prensa Hidráulica** - MARCON, modelo MPH-15, com capacidade de 15 Ton (Figura 12d);

**Máquina de corte** - EINHELL, modelo BT-TC 9005 (Figura 12e);

**Balança analítica** – BIOSCALE, modelo FA-2204 (Figura 12f).

**Figura 12** – Equipamentos utilizados na fabricação dos compósitos.



Fonte: Elaborado pelo Autor, 2021.

### 3.3 Procedimentos Experimentais

#### 3.3.1 Processamento do resíduo

Foram utilizados na confecção dos compósitos resíduos de caulim in natura e calcinado, com intuito de realizar análise comparativa com a influência do resíduo com e sem tratamento térmico.

O resíduo in natura foi inicialmente seco em estufa por um período 24 horas à 100° C, em seguida classificado em peneira de 100 *mesh* da série Tyler. Para a preparação do resíduo calcinado, o material in natura foi colocado em um forno mufla à 700° C por 2 horas, posteriormente também classificado em peneira de 100 *mesh* da série Tyler.

### 3.3.2 Caracterização do Resíduo

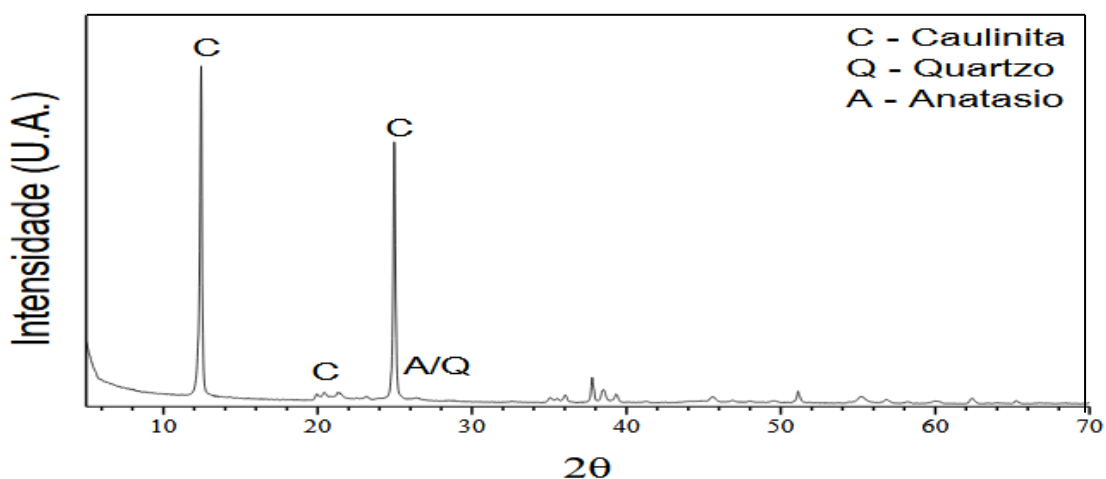
Essa etapa consistiu na determinação da composição mineralógica e química do resíduo de caulim. As características mineralógicas foram determinadas por Brito, (2019), através da análise de Difração de raios X (DRX) utilizando um difratômetro de modelo BRUKER-binary V3, essa análise foi realizada no laboratório de Caracterização Mineral da Faculdade de Geociências. E as características químicas foram determinadas por Hildebrando, (2012), com o auxílio da técnica de Fluorescência de raios X (FRX) através de um espectrômetro Axios-Minerals da PANalytical com tubo de raios X cerâmico, anodo de ródio (Rh) com máximo nível de potência 2,4 kW e amostra no modo de pastilha fundida (1,0 g de amostra para 8,0 g de metaborato de lítio).

#### 3.3.2.1 Difração de raios X

Os difratogramas do resíduo in natura e calcinado estão apresentados nas Figuras 13 e 14 respectivamente.

O resíduo in natura analisado por DRX mostrou ser constituído essencialmente pelo argilomineral caulinita, caracterizado pelos picos principais em  $2\theta = 12,45^\circ$  (7,11 Å);  $20,42^\circ$  (4,35 Å) e  $24,96^\circ$  (3,57 Å), também observou-se a presença de quartzo e anatásio como minerais acessórios, apresentando picos de menores intensidades.

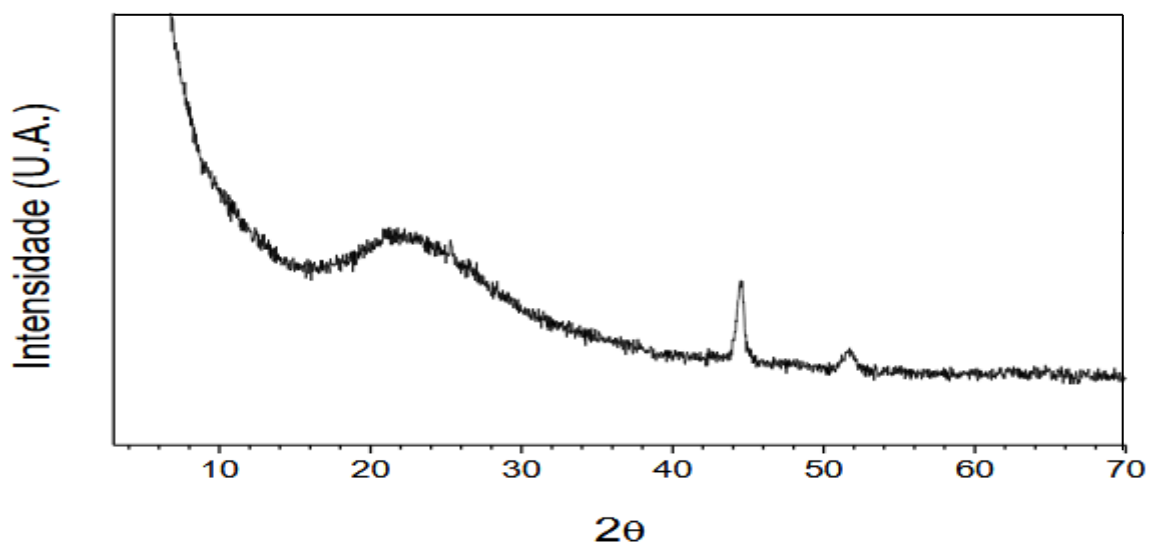
**Figura 13** – Difração de Raios X do resíduo do caulim in natura.



Fonte: Brito, 2019.

No difratograma do resíduo calcinado, observou-se que houve transformação da caulinita em metacaulinita ocasionada pelo completo rompimento da sua estrutura, notou-se o surgimento de uma banda de amorfização caracterizada pela presença de um halo entre  $2\theta = 18^\circ$  a  $30^\circ$ , indicando segundo Azerêdo (2012), a existência de material amorfo contendo principalmente sílica. Estes resultados estão de acordo com as composições mineralógicas encontradas por Hildebrando, 2012; Costa, 2016; Maia *et al.*, 2007; Carneiro *et al.*, 2003 e Rocha Jr.; Angélica; Neves, 2015.

**Figura 14** – Difração de Raios X do resíduo do caulim calcinado.



Fonte: Brito, 2019.

### 3.3.2.2 Fluorescência de raios X

Complementando os resultados encontrados na análise de DRX, a Tabela 2 apresenta a composição química e perda ao fogo do resíduo de caulim, onde nota-se que o resíduo de caulim apresenta sílica e alumina como óxidos predominantes com proporções de 46,51 % e 38,46 % respectivamente, encontrando-se muito próximo dos valores da caulinita teórica. A sílica e a alumina contidas de forma predominante na composição química do resíduo de caulim estão relacionadas em grande parte ao argilomineral caulinita, corroborando com o difratograma apresentado anteriormente.

**Tabela 2** – Composição química do resíduo de caulim e comparação com a literatura.

<b>Componente</b>	<b>Este trabalho (%)</b>	<b>Caulinita Teórica (%)</b>
SiO <sub>2</sub>	46,51	46, 54
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	38,46	39,50
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,94	-
TiO <sub>2</sub>	1,01	-
PF	13,05	13,96

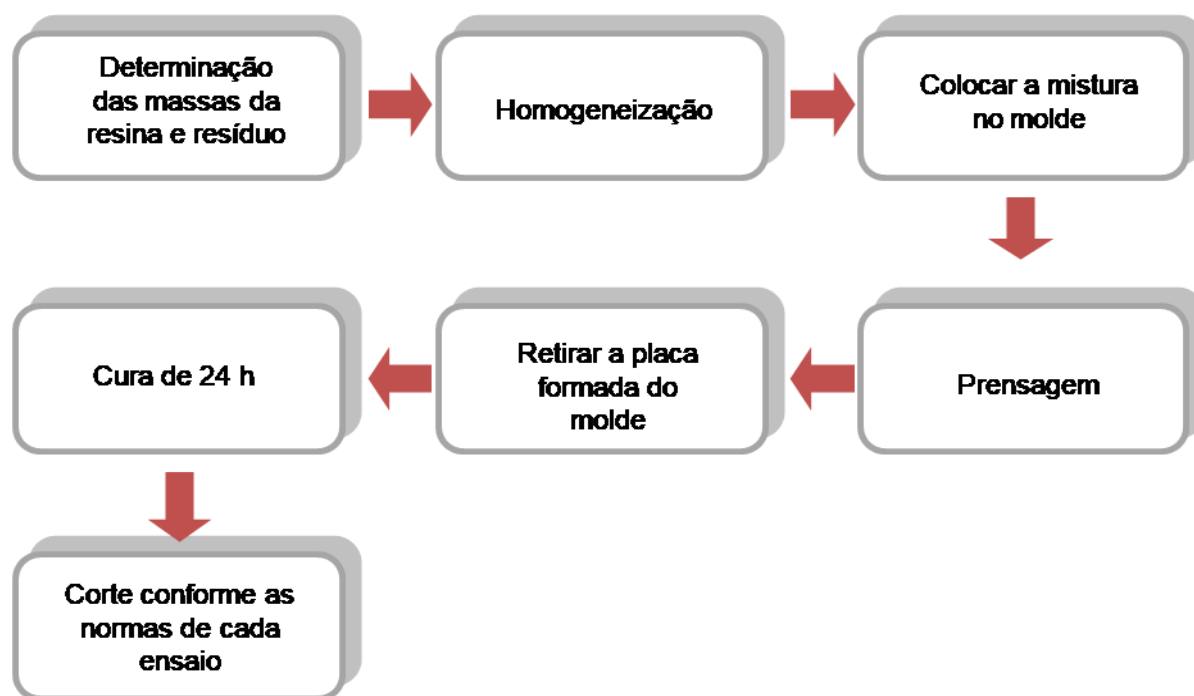
**Fonte:** Adaptado de Hildebrando, 2012.

Outros componentes encontrados no resíduo foram o óxido de titânio estando relacionado ao mineral anatásio e o óxido de ferro não sendo identificado no DRX nenhum mineral relacionado. A perda ao fogo do resíduo no processo foi de 13,05 %, estando associado em parte à reorganização da estrutura da caulinita. Comparando a composição química obtida com os trabalhos de Carneiro *et al.*, 2003; Silva *et al.*, 2011; Al-asade; Al- murshdy, 2008 e Barata; Angélica, 2012, observou-se similaridade de composições.

### 3.3.3 Confeccção dos compósitos

Os compósitos foram confeccionados na forma de placas retangulares de acordo com o formato do molde utilizado, o método adotado para a confecção dos compósitos foi o *hand lay-up* (manual) associado à compressão. Foram confeccionadas placas somente com a resina de poliéster e placas com a matriz e o resíduo de caulim in-natura e calcinado, ambos nas frações mássicas de 5 % e 10 % de resíduo, sendo essas proporções estabelecidas com base na literatura. Barbosa *et al.*, (2020) e Milani, (2015) estudaram a influência de resíduo de mármore e granito e resíduo de policarbonato em compósitos com percentuais que partiram de 5% em massa de resíduo, de modo a se obter uma boa homogeneização e uma boa dispersão do resíduo na matriz. A Figura 15 apresenta o fluxograma do resumo das etapas de confecção dos compósitos.

**Figura 15** – Fluxograma da confecção dos compósitos.



**Fonte:** Elaborado pelo Autor, 2021.

A etapa inicial do processo de fabricação consistiu na determinação da quantidade de material necessário para a confecção das placas, sendo realizada através de cálculos pré definidos. A Tabela 3 mostra as quantidades de cada componente utilizado para a confecção das amostras de Resina Plena (RP), 5 % de resíduo de caulim in-natura (RCI-5), 10 % de resíduo de caulim in-natura (RCI-10), 5 % de resíduo de caulim calcinado (RCC-5) e 10 % de resíduo de caulim calcinado (RCC-10).

**Tabela 3** – Proporções dos componentes utilizados na confecção dos compósitos.

<b>Amostras</b>	<b>Resina (g)</b>	<b>Resíduo (g)</b>	<b>MEKP 1% (ml)</b>	<b>Cobalto 1,5% (ml)</b>
RP	203,13	0	1,7664	2,6496
RCI-5	192,97	23,669	1,6780	2,5171
RCI-10	182,82	47,339	1,5897	2,3846
RCC-5	192,97	23,669	1,6780	2,5171
RCC-10	182,82	47,339	1,5897	2,3846

**Fonte:** Elaborado pelo Autor, 2021.

Após, o resíduo foi levado à estufa a 105 °C por 20 minutos para remoção de umidade superficial. Foi realizada a aplicação do desmoldante no molde metálico para facilitar a retirada da placa. O acelerador de cobalto foi adicionado à resina, seguido da adição do resíduo, a homogeneização foi realizada a fim de minimizar a presença de aglomerados e obter uma boa dispersão na matriz. Ao final foi acrescentado o iniciador e realizada novamente a homogeneização. A mistura foi vazada no molde metálico, foi aguardado o tempo de gel e na sequência o mesmo foi levado a uma prensa hidráulica com carga a fixa de 25 kN, por 20 minutos. Em seguida a placa é retirada e armazenada por 24 horas para a finalização do processo de cura. As placas obtidas foram cortadas utilizando uma máquina de corte, os corpos de prova foram confeccionados conforme as recomendações das normas de cada ensaio.

### 3.2.4 Ensaio Físicos

Para a caracterização física destes materiais compósitos, os corpos de prova foram submetidos a ensaios de Absorção de Água (AA), Porosidade Aparente (PA) e Massa Específica Aparente (MEA) segundo as normas ASTM D 570, ASTM D 2734 e ASTM D 792 respectivamente. As propriedades físicas de AA, PA e MEA foram calculadas a partir das Equações (2), (3) e (4) respectivamente. Este ensaio foi realizado apenas nos compósitos constituídos de resíduo in natura. Para cada compósito avaliado, foram ensaiados seis corpos de prova.

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

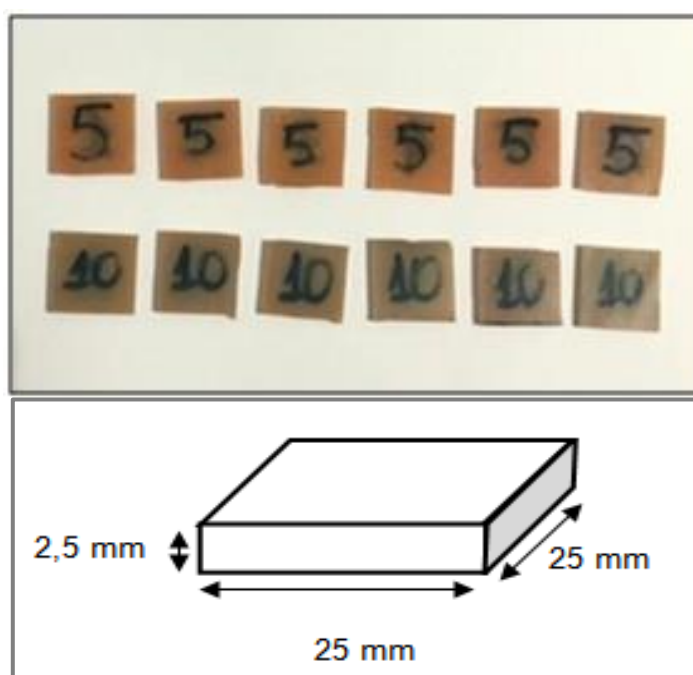
$$PA(\%) = \frac{M_u - M_s}{M_u - M_i} \times 100 \quad (3)$$

$$MEA(g/cm^3) = \frac{M_s - M_u}{M_i} \times \rho_{H_2O} \quad (4)$$

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

Primeiramente os compósitos foram colocados em estufa por 24 horas a uma temperatura de 105 °C para secagem, na sequência foram pesados em uma balança de analítica de marca Bioscale para determinação da massa seca, após foram mergulhados em água destilada por igual período e novamente pesados para verificação da massa úmida e ao final foi determinada a massa imersa dos corpos de prova. A Figura 16 mostra os corpos de provas utilizados neste ensaio e suas dimensões.

**Figura 16** – Corpos de prova para ensaios físicos e suas dimensões.



**Fonte:** Elaborado pelo Autor, 2021.

### 3.2.5 Ensaio de Tração

Os ensaios de tração foram realizados nos compósitos com resíduo de caulim in-natura e calcinado, conforme a norma ASTM D-3039 (American Society For Testing Materials), no laboratório de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Pará. O equipamento utilizado foi uma máquina universal de ensaios (Figura 17), marca KRATOS modelo KE 2000 MP com sistema de aquisição de dados, célula de carga de 5 kN, velocidade de 2 mm/min e comprimento útil para medição entre garras de 180 mm, foram ensaiados seis corpos de prova para cada composição.

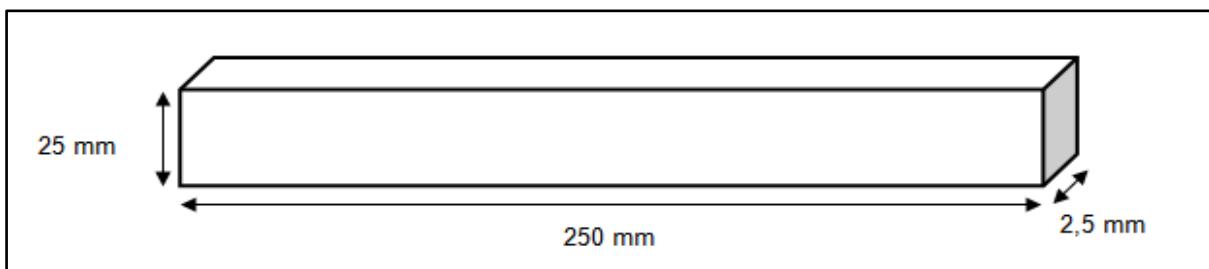
**Figura 17** – Máquina Universal de ensaios.



**Fonte:** Elaborado pelo Autor, 2021.

Os cortes dos corpos de prova foram realizados segundo a norma ASTM D3039. A Figura 18 ilustra as dimensões dos corpos de prova utilizados no ensaio de tração.

**Figura 18** – Dimensões dos corpos de prova para ensaio de tração.



**Fonte:** Elaborado pelo Autor, 2021.

A tensão de resistência à tração ( $\sigma$ ) em MPa pode ser determinada pela relação entre a carga aplicada no corpo de prova com sua área útil, de acordo com a Equação 5.

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (5)$$

Onde  $F$  é a carga aplicada em N e  $A_0$  é a área da seção transversal original em  $m^2$ . A tensão de engenharia é dada em MPa. O módulo de elasticidade ( $E$ ) em MPa, pode ser calculado utilizando a Equação 6:

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

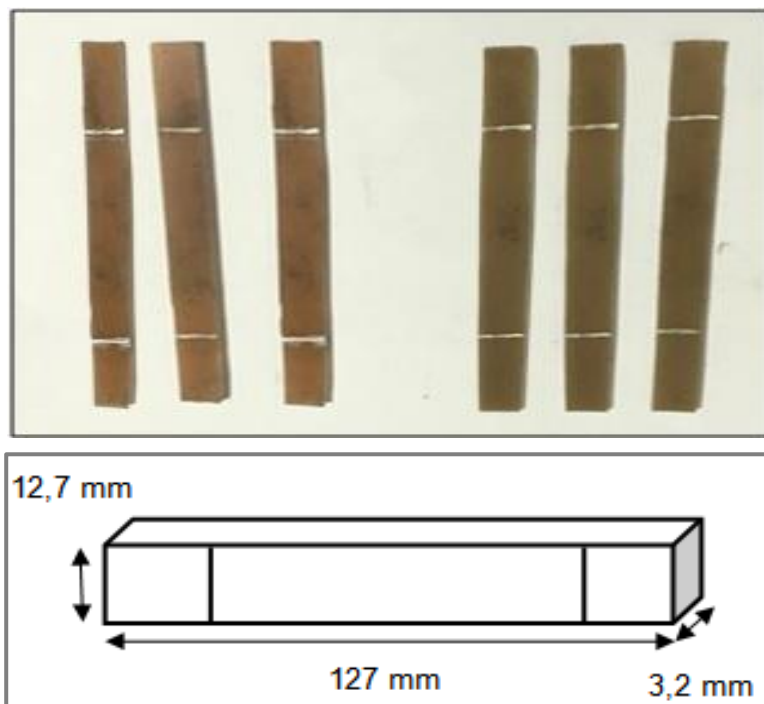
Em que  $\sigma$  é a tensão de resistência à tração (MPa) e  $\varepsilon$  é a deformação do corpo de prova.

### 3.2.6 Ensaio de Flamabilidade

O ensaio de flamabilidade foi realizado de acordo com a norma ASTM D 635, que visa medir a taxa de queima de materiais poliméricos, o teste é realizado na posição horizontal. Os corpos de provas foram confeccionados com dimensões de 127 x 12,7mm conforme mostra a Figura 19. Foram realizadas as marcações nos corpos de prova e em seguida os mesmos foram posicionados de forma horizontal na garra acoplada a um suporte universal, utilizando um bico de Bunsen foi inserida a chama na extremidade do corpo de prova durante 30 segundos. Após a chama atingir a primeira marcação realizou-se a contagem do tempo que até a chama atingir a segunda marcação.

Este ensaio foi realizado somente com os compósitos com resíduo de caulim in natura, devido à ocorrência de problemas técnicos. No processo de calcinação, a caulinita perde suas hidroxilas, sendo estas responsáveis em parte por auxiliar no retardamento de chama. Logo, os resultados esperados neste ensaio com compósitos com caulim calcinado, não seriam tão interessantes.

**Figura 19** – Corpos de prova utilizados no ensaio de flamabilidade e suas dimensões.



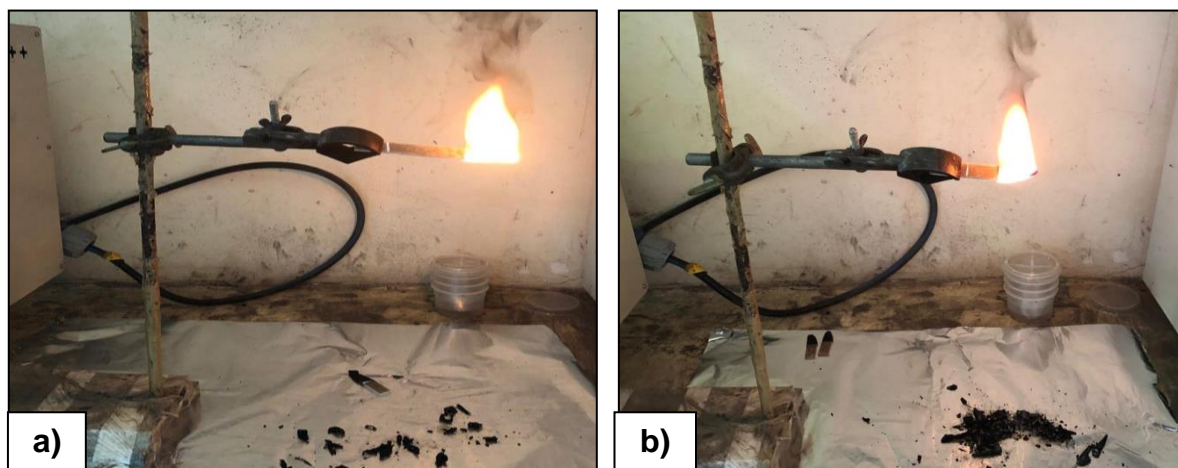
**Fonte:** Elaborado pelo Autor, 2021.

A taxa de propagação de chama pode ser calculada através da Equação (7).

$$v = \frac{60l}{t} \quad (7)$$

Onde  $l$  é o comprimento do corpo de prova (mm),  $t$  é o tempo de queima (s) e  $v$  é a taxa de queima (mm/min). A Figura 20 ilustra as etapas do ensaio de flamabilidade realizado.

**Figura 20** – Etapas de queima do ensaio de flamabilidade: a) Início e b) Fim.



**Fonte:** Elaborado pelo Autor, 2021.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Ensaio Físicos

A Tabela 4 apresenta os resultados de Absorção de Água (AA), Porosidade Aparente (PA) e Massa Específica Aparente (MEA).

**Tabela 4** – Resultados dos ensaios físicos para compósitos com resíduo de caulim.

<b>Amostra</b>	<b>AA (%) (Desvio Padrão)</b>	<b>PA (%) (Desvio Padrão)</b>	<b>MEA (g/cm<sup>3</sup>) (Desvio Padrão)</b>
RP	0,2815 ± 0,0520	0,3446±0,0636	1,2243 ±0,0006
RCI-5	0,4580 ± 0,1254	0,5906 ± 0,1579	1,2913 ± 0,0119
RCI-10	0,3399 ± 0,0435	0,4545 ±0,0581	1,3371 ± 0,0004

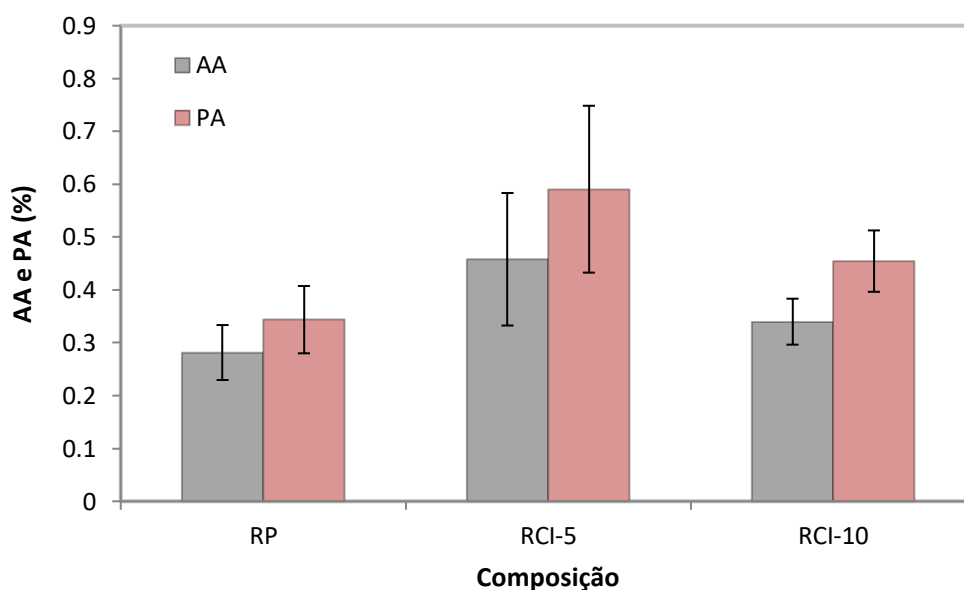
**Fonte:** Elaborado pelo Autor, 2021.

Nota-se que os compósitos apresentam um aumento nos valores médios de absorção de água e porosidade aparente quando comparados com a resina plena. O aumento da AA e PA destes materiais compósitos reforçados com resíduo de caulim, quando comparados com a resina plena (poliéster Insaturado), resultam do fato de o resíduo ter natureza hidrofílica e do fato de que a confecção dos compósitos é realizada de forma manual, o que aumenta a probabilidade da formação de defeitos como bolhas, trincas e vazios. Mendes (2019) e Moraes *et al.*, (2019) incorporaram resíduo de caulim em matriz polimérica, caracterizaram fisicamente e os resultados também apresentaram aumento das propriedades de AA e PA dos compósitos.

O gráfico da Figura 21 apresenta um comparativo entre os resultados de absorção de água e porosidade aparente. O resíduo de caulim apresenta um alto teor hidrofílico, baseado em outros trabalhos era esperado que os compósitos apresentassem uma tendência de aumento nos percentuais de AA e PA conforme houvesse o aumento da inserção de carga no material, o que não ocorreu. O compósito RCI-5 apresentou uma maior absorção de água e porosidade aparente comparado ao compósito RCI-10, acredita-se que a dispersão do resíduo na matriz

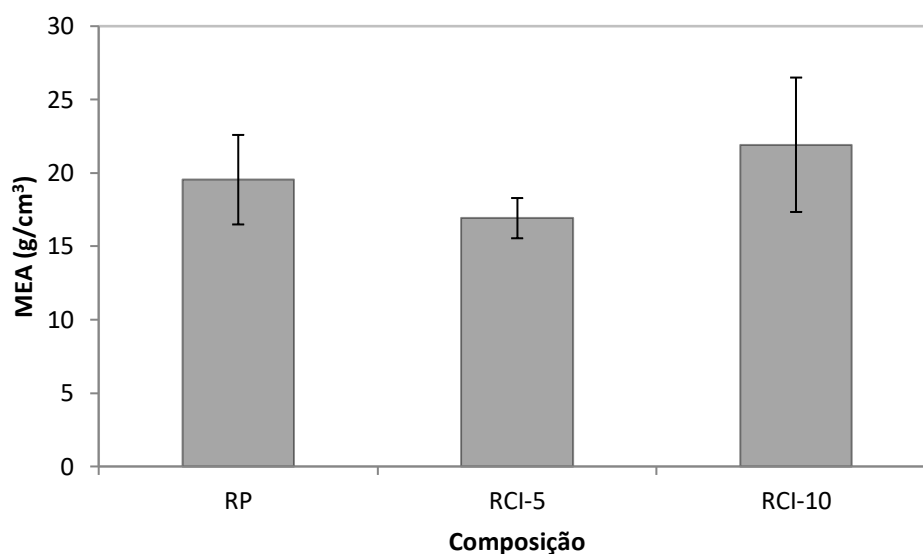
não tenha ocorrido de forma efetiva, sendo ocasionado pelo modo de fabricação (manual) dos compósitos, que favorece a ocorrência de falhas como bolhas e vazios e conseqüentemente uma maior absorção de água e porosidade aparente do compósito RCI-5. Fang *et al.*, (2013) afirma que a absorção de água em compósitos ocorre essencial através da presença de poros e através da interface entre as fases, o que pode indicar maior ou menor compatibilidade entre os componentes.

**Figura 21** – Comparativo entre os resultados de absorção de água e porosidade aparente.



**Fonte:** Elaborado pelo autor, 2021.

A Figura 22 mostra um gráfico com os resultados de MEA da resina plena e dos compósitos. A massa específica aparente (MEA) da resina isoftálica utilizada, é aproximadamente 1,15 g/cm<sup>3</sup> segundo informa sua ficha técnica, enquanto do caulim de acordo com Luz (2008) é em média 2,6 g/cm<sup>3</sup>. De acordo com os resultados apresentados nota-se um comportamento linear de crescimento da massa específica aparente conforme há o aumento do material particulado, relacionando a resina plena com a maior proporção (RCI-10) nota-se um aumento de 9,21 %.

**Figura 22** – Resultados obtidos de MEA.

**Fonte:** Elaborado pelo Autor, 2021.

Estes resultados estão em conformidade com a regra da mistura, a qual apresenta que a composição de cada componente do material compósito favorece para as propriedades reais do mesmo (CALLISTER, 2016). Ressaltando que as formulações realizadas através da regra das misturas possibilitam apenas estimativas aproximadas. O aumento da MEA é consequência do aumento da proporção de resíduo de caulim inserido no compósito, a qual possui massa específica maior em relação à matriz.

### 4.3 Ensaio de Tração

Os testes de resistência à tração foram realizados nos compósitos poliméricos com a inserção da carga in natura e calcinada, e foi possível avaliar a influência do resíduo nas proporções de 5 % e 10 %. Os resultados estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5 – Resultados obtidos no ensaio de tração.

Composição	Limite de Resistência à Tração (MPa)	Alongamento (mm)	Módulo de Elasticidade (GPa)
RP	19,54 ( $\pm$ 3,05)	4,84	0,8102
RCI-5	16,92 ( $\pm$ 1,37)	5,53	0,6560
RCI-10	21,92 ( $\pm$ 4,58)	5,43	0,9114
RCC-5	12,73 ( $\pm$ 1,08)	4,36	0,8588
RCC-10	17,62 ( $\pm$ 3,48)	5,15	0,6956

Fonte: Elaborado pelo Autor, 2021.

O limite de resistência à tração (LRT) das diferentes composições analisadas indica que com a adição do resíduo calcinado à matriz polimérica o compósito apresentou uma tendência de diminuição da resistência à tração.

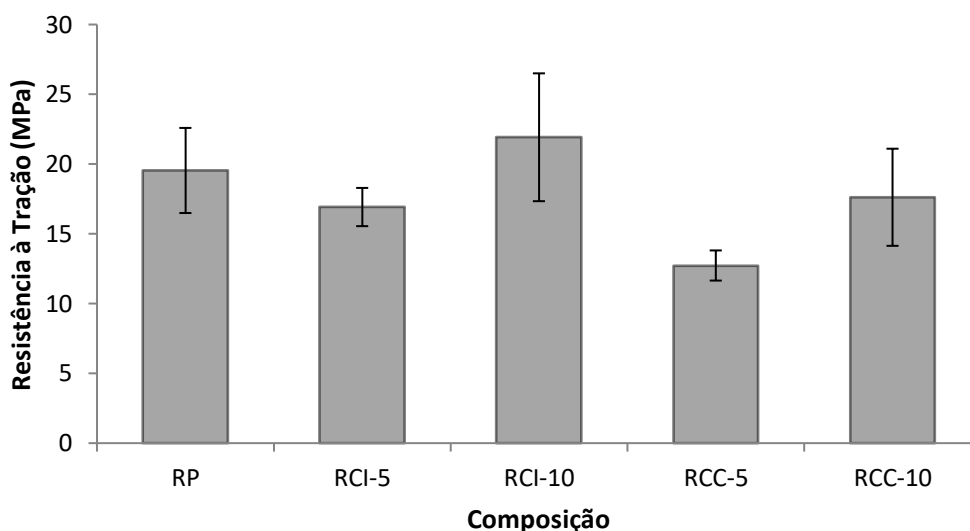
Observou-se que os compósitos RCC-5 e RCC-10 apresentaram valores limite resistência à tração menor quando comparados com o resultado da resina plena, evidenciando que o resíduo calcinado não desempenhou a função de reforço efetivo e sim função de carga de enchimento passiva, não apresentando melhorias do limite de resistência à tração dos compósitos.

O compósito RCI-5 também apresentou uma diminuição desta propriedade coincidente com a maior porosidade do material. Segundo Costa (2016), o aumento da porosidade é responsável por uma diminuição na resistência à tração. Como já mencionado, o aumento da porosidade pode ter sido consequência da etapa de fabricação realizada de forma manual, onde aumenta a probabilidade da formação de bolhas e vazios no material.

Já o limite de resistência à tração do compósito RCI-10 apresentou um aumento no valor médio de 12,18 % em relação à resina plena, apresentando uma resistência de 21,92 MPa, indicando que houve uma boa dispersão do material particulado na matriz, ratificado pelo resultado de absorção de água, onde nota-se que os compósitos nesta composição não sofreram significativas alterações. Quanto ao modo de elasticidade, os resultados apresentaram aumento de 12,49% do

compósito RCI-10 em relação à resina plena. E os demais compósitos não mostraram variações significativas. A Figura 23 apresenta o gráfico comparativo do limite de resistência em função do teor de carga.

**Figura 23** – Gráfico comparativo do Limite de resistência à tração dos compósitos.



**Fonte:** Elaborado pelo Autor, 2021.

Os autores da Tabela 6 inseriram resíduo de caulim em compósitos poliméricos em diversas proporções e foi possível perceber que até 30 % de carga inserida é possível obter-se um aumento da propriedade mecânica de tração. Acima dessa porcentagem há uma saturação do resíduo, dificultando a homogeneização, e compactação na interface matriz/carga e conseqüentemente uma diminuição da resistência. A Tabela 6 apresenta uma comparação entre melhores resultados de limites de resistência à tração de compósitos de matriz polimérica e resíduo de caulim ensaiados pelos autores das literaturas pesquisadas.

**Tabela 6** – Comparação com a literatura do limite de resistência à tração de compósitos poliméricos com resíduo de caulim.

Literatura	Fração Mássica	Resistência à tração (MPa) (Desvio Padrão)
<b>Poliéster/RCI-10 Este Trabalho</b>	<b>10 %</b>	<b>21,92 (± 4,58)</b>
Poliéster/Caulim Flint BARBOSA <i>et al.</i> , 2018	30 %	25,76 (± 4,38)
Poliéster/Caulim Ferruginoso MENDES, 2019	10 %	19,76 (± 1,62)
Poliéster/Caulim MORAES <i>et al.</i> , 2019	25 %	21,16 (± 3,35)
Poliéster/Caulim COSTA, 2016	10 %	23,83 (± 1,13)
PEAD/Caulim LIMA, 2017	10 %	19,60 (± 0,55)

**Fonte:** Elaborado pelo Autor, 2021.

Com base no comparativo apresentado nota-se que o compósito com a inserção de 10% de resíduo de caulim in natura apresentou um bom desempenho mecânico.

#### 4.4 Ensaio de Flamabilidade

O ensaio de flamabilidade busca verificar o desempenho de materiais em situações de real incêndio.

Compósitos poliméricos apresentam facilidade de ignição e propagação de chama, pelo fato da matriz polimérica ter baixa resistência ao fogo. Devido a ampla classe de aplicações, a análise do comportamento desses materiais quanto à resistência ao fogo é muito importante (RIBEIRO *et al.*, 2013 e ALVES *et al.*, 2014). Para análise da taxa de propagação de chama dos materiais existem diversos ensaios e normas. De acordo com as finalidades desse trabalho, foram utilizadas a norma ASTM D 635 e a resolução n° 498 do Conselho Nacional de Trânsito (CONTRAN). A Tabela 7 apresenta os resultados obtidos neste ensaio.

**Tabela 7** – Desempenho dos compósitos quanto à resistência à chama.

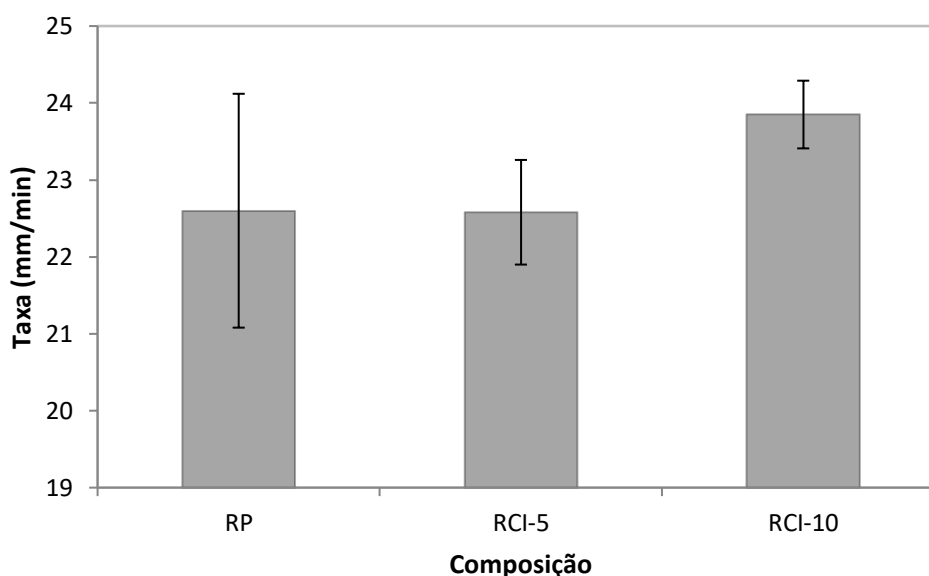
<b>Amostras</b>	<b>Taxa de Propagação (mm/min)</b>
RP	22,60± 1,52
RCI-5	22,58± 0,68
RCI-10	23,85± 0,44

**Fonte:** Elaborado pelo Autor, 2021.

A resina plena apresentou uma taxa de propagação adequada em relação ao exigido pela norma utilizada, com uma taxa de 22,60 mm/min, aproximadamente 43,5 % menor que o limite exigido que é de 40 mm/min. E com a inserção do resíduo de caulim na matriz, os resultados indicaram que não houve variações significativas em relação à resina plena.

Mendes (2019) analisou o comportamento quanto à resistência à chama de compósito com resíduo de caulim ferruginoso e o resultado da taxa de propagação de chama para o compósito com 10% de resíduo foi de 22,93 mm/min. Bem próximo aos resultados dos compósitos analisados neste trabalho.

A Figura 24 apresenta o gráfico comparativo entre as diferentes composições produzidas e suas taxas de queima.

**Figura 24** – Gráfico comparativo quanto à flamabilidade dos compósitos produzidos.

**Fonte:** Elaborado pelo Autor, 2021.

Todos os corpos de prova ensaiados obtiveram queima completa e através dos resultados obtidos pode-se afirmar que a resina plena e os compósitos com resíduo de caulim possuem classificação HB, pois apresentaram taxas de propagação de chama inferior a 40 mm/min, segundo o que determina a norma ASTM D 635.

O Conselho Nacional de Trânsito (CONTRAN) através da Resolução nº 498 de 29 de julho de 2014, determinou que os materiais empregados nos revestimentos internos de veículos não devem exceder a velocidade de propagação de chama de 100 mm/min. A Tabela 8 apresenta um comparativo entre os parâmetros exigidos e os resultados obtidos.

**Tabela 8** – Comparação entre os resultados obtidos e os parâmetros exigidos.

<b>Normas/Composição</b>	<b>Taxa de propagação (mm/min)</b>
CONTRAN 498	100
ASTM D 635	40
RCI-5	22,58
RCI-10	23,85

**Fonte:** Elaborado pelo Autor, 2021.

Ao observar a Tabela 8 é possível perceber que os compósitos RCI-5 e RCI-10 apresentaram resultados bem menores que os exigidos, nota-se uma diminuição da taxa de propagação de 77,42% e 76,15%, respectivamente, relação ao que determina o CONTRAN. E em relação ao que determina a norma ASTM D 635 obteve-se uma redução de 43,55 % e 40,37%, respectivamente. Com base no comparativo apresentado nota-se a alternativa de fabricar compósitos com resíduo de caulim apresentou resultados viáveis.

## 5 CONCLUSÃO

Este trabalho avaliou o efeito da inserção de resíduo de caulim nas propriedades físicas, mecânicas e de flamabilidade comparando-as com as propriedades da resina pura.

- Com relação às propriedades físicas, os compósitos exibiram resultados de aumento de AA e PA comparado a resina. Os resultados de massa específica aparente apresentaram uma tendência de aumento conforme houve o acréscimo de resíduo na matriz.

- De acordo com os resultados obtidos no ensaio de tração, o compósito RCI-10 apresentou um aumento de 12,18 % em relação à resina plena, com um limite de resistência a tração de 21,92 MPa.

- Os compósitos apresentaram resultados bem menores que os exigidos pelas normas. Em relação ao CONTRAN, os compósitos RCI-5 e RCI-10 obtiveram redução da taxa de propagação de 77,42% e 76,15%, respectivamente. E em relação ao que determina ASTM D 635 os compósitos apresentaram diminuição da taxa em 43,55 % e 40,37 %, respectivamente. Os compósitos não apresentaram variações significativas em comparação à resina plena.

De modo geral, a pesquisa realizada apresentou resultados viáveis, considerando a incorporação de um resíduo industrial como carga mineral em materiais compósitos, sendo importante ressaltar que o reaproveitamento desse resíduo contribui para a diminuição dos impactos ambientais gerados no seu processo de armazenamento e também diminui custo do produto final, tendo em vista que parte do volume do polímero está sendo substituído por um material de menor valor.

## SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar a confecção dos compósitos em outras proporções de resíduo de caulim.
- Realizar tratamento químico do resíduo de caulim para fabricação dos compósitos.
- Analisar a influências de diferentes granulometrias nos ensaios físicos e de tração.
- Analisar as propriedades mecânicas de flexão e impacto.

## REFERÊNCIAS

- AL-ASADE, Zuhair J.; AL- MURSHDY, Jasem M. Na Investigationo fKaolin influenceson Mechanical Properties of Unsaturated Polyester Composites. **Journal of Kerbala University**,V. 6, N. 1, March, 2008.
- ALVES, S. T.; BARBOSA, R.; CARVALHO, L. H.; CANEDO, E. L. Inflamabilidade de Nanocompósitos de Polipropileno/Argila Organofílica. **Polímeros**. Teresina, 2014.
- ANJOS, C. M.; NEVES, G. A. Utilização do resíduo de caulim para a produção de blocos solo-cal. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**. V.6, n. 2, p. 91-96. Campina Grande-PB, 2011.
- ARAUJO, E.M; MELO, T.J.A.; CARVALHO, L.H.; ALVES, K.G.B.; CARAVLHO, R.S.; ARAÚJO, K.D.; SOUZA, T.L.F.; SANTOS, J.P. Aproveitamento de resíduo de fibra de vidro proveniente de indústria da Paraíba na produção de compósitos. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE EXENSÃO UNIVERSITÁRIA, **Anais**. Paraíba, 2001.
- ASKELAND, D. R.; WRIGHT, W. J. **Ciência e engenharia dos materiais**. 3. ed. São Paulo: Cengage Learning, 2015.
- 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 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.
- AZÊREDO, A. F. N. **Estudo do resíduo de caulim em argamassas a base de cal quanto às suas propriedades frescas, endurecidas e microestruturais**. 2012. 230 f. Tese (Programa de pós-graduação em engenharia civil) – Centro de Tecnologia e Geociências, Universidade Federal do Pernambuco, Recife, 2012.
- BAYER, P. S.; **Ensaio dos Materiais**. Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia de Santa Catarina. Joinville, 2013.

BARATA, M. S.; ANGELICA, R.S. Caracterização dos resíduos cauliniticos das indústrias de mineração de caulim da amazônia como matéria-prima para produção de pozolanas de alta reatividade. **Cerâmica**, vol.58, n.345, p.36-42, 2012.

BARATA, M.S.; DAL MOLIN, D.C.C. Avaliação preliminar do resíduo caulinitico das indústrias de beneficiamento de caulim como matéria-prima na produção de uma metacaulinita altamente reativa. **Ambiente Construído**, v. 2, n. 1, p 69-78, 2002.

BARBOSA, K. S. L.; MENDES, B. H. A.; SANTOS, A. J. G.; COSTA, D. S.; SOUZA, J. A. S. Compósitos de matriz poliéster isoftálico com carga de resíduo industrial e reforço de fibras naturais curtas. Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração , 73. **Anais**. São Pauo, 2018.

BARBOSA, K. S. L.; MENDES, B. H. A.; EL BANNA, W. R.; COSTA, D. S.; SOUZA, J. A. S.; Incorporação de fibras curtas de bambu e carga de resíduo industrial de caulim flint em compósitos de matriz polimérica. **Brasilian Applied Science Review**. Curitiba, v. 4, n. 3, p. 1065-1073, maio/jun 2020.

BEZERRA, A. F.; LIMA, L. N.; NEVES, G. A.; SOUZA, F. K.; FERREIRA, H. C.; MENEZES, R. R. Incorporação de resíduos de caulim na composição de painéis de partículas de Média Densidade- MDF. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 19, **Anais**. Campos do Jordão, 2010.

BRITO, C. E. C. **Síntese e caracterização de argilominerais micáceos a partir de rejeito do processamento do caulim**. 2019. 70 f. Trabalho de conclusão de curso (Engenharia de materiais) – Faculdade de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Pará. Ananindeua, 2019.

CAETANO, M. J. L. **Flamabilidade: ensaios de resistência à chama. Desenho esquemático de ensaio de resistência à chama**. 2020.

CALLISTER JR.; William D, RETHWISCH, David G. **Ciência e engenharia de materiais** – Uma Introdução. 9. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016.

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

CARNEIRO, B. S.; ANGÉLICA, R. S.; SCHELLER, T.; CASTRO, E. A. S.; NEVES, R. F. Caracterização mineralógica e geoquímica e estudo das transformações de fase do caulim duro da região do Rio Capim, Pará. **Cerâmica**, São Paulo, v.49, n.312, p 237-244, 2003. Doi: <https://doi.org/10.1590/S0366-9132003000400008>

CONSELHO NACIONAL DE TRÂNSITO (CONTRAN). Resolução nº. 498 - **"Requisitos aplicáveis aos materiais de revestimento interno do habitáculo de veículos nacionais ou importados."**, Código de Trânsito Brasileiro – CTB, 29 de julho de 2014.

COSTA, D. S. **Estudo da influência de resíduos gerados pela indústria de mineração nas propriedades de compósitos de matriz poliéster reforçados com fibrasnaturais**. 2016. 226 f. Tese – (Programa de pós-graduação em

Engenharia de Recursos Naturais) – Instituto de tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém-PA, 2016.

COSTA, D. S.; El Banna, R. W.; COSTA, D. S.; SOUZA, J. A. S. Influência da carga de caulim nas propriedades de tração dos compósitos laminados de tecidos de fibras de juta. *In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO*. 8, **Anais**. Salvador, 2015.

CRUZ, D. C. P.; SANTOS, J. E. A.; CASTRO, I.F.G.; SANTOS, A. J. G.; SOUZA, J. A. S. Análise comparativa do ensaio mecânico de tração em compósito polimérico com carga industrial de caulim e lama vermelha. *In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA EM INICIAÇÃO CIENTÍFICA*, 13. **Anais**. Uberlândia/MG, 2019.

DANTAS, I. M. **Estudo de um forno solar tipo caixa fabricado em material compósito de matriz de resina poliéster e resíduos de caulim**. 2017, 86 f, Dissertação (Programa de pós-graduação em engenharia mecânica) - Centro de tecnologia, Universidade federal do Rio Grande do Norte, Natal, 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.

FREDEL, M. C.; ORTEGA, P. BASTOS, E. **Propriedades mecânicas: Ensaios fundamentais**. Vol. 1. Cermat Cerâmica. Disponível em: <[HTTP:cermat.ufsc.br/wp-content/uploads/2015/03/APOSTILA-DO-LABORATORIO-DE-PROPRIEDADES-MEC-160315.pdf](http://cermat.ufsc.br/wp-content/uploads/2015/03/APOSTILA-DO-LABORATORIO-DE-PROPRIEDADES-MEC-160315.pdf)>. Acesso em 2020.

GALLO, J. B.; AGNELLI, J.A.M. Aspectos do comportamento de polímeros em condições de incêndios. **Polímeros**, v.8, n. 1, p.23-38, 1998.

GARCIA, Amauri; SPIM, Jaime A; SANTOS, Carlos A. **Ensaios de Materiais**. 2. ed. LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A. Rio de Janeiro, 2012.

HILDEBRANDO, E. A. **Síntese de zeólita do tipo faujasita utilizando rejeito de caulim da Amazônia como fonte de silício e alumínio**: aplicação como adsorvente. 2012. 144 f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.

IMERYS CAULIM. **Imerys Pará**. Disponível em: <[https://www.imerysnopara.com.br/pagina/?id=1&id\\_categoria=21](https://www.imerysnopara.com.br/pagina/?id=1&id_categoria=21)>. Acesso em: 2020.

LEVY NETO, F.; PARDINI, L. C. **Compósitos Estruturais**: ciência e tecnologia. 2. ed. Amp. Editora Edgard Blucher LTDA. São Paulo, 2018.

LIMA, M. A. **Processamento e avaliação das propriedades mecânicas, reológicas e térmicas de compósitos de polietileno de alta densidade reforçados com caulim (pead/caulim)**. 2017. 91 f. Dissertação (Programa de

mestrado profissional em materiais) - Fundação Oswaldo aranha, Centro Universitário de Volta Redonda. Volta redonda, 2017.

LUZ, A.B.; CAMPOS, A. R.; CARVALHO, E. A.; BERTOLINO, L. C.; SCORZELLI, R. **B. Rochas e Minerais Industriais - Argila-Caulim**. 2. ed. CETEM/MCT. Rio de Janeiro, 2008.

MAIA, A. A. B.; SALDANHA, E.; ANGELICA, R. S.; SOUZA, C. A. G.; NEVES, R. F.; Utilização de rejeito de caulim da Amazônia na síntese da zeólita A. **Cerâmica**. São Paulo, v. 53, n. 327, p. 319-324, jul/set, 2007. Doi: <https://doi.org/10.1590/S0366-69132007000300017>

MARINHO, Gabriela. **Aproveitamento Sustentável do rejeito de caulim**. Minas Jr Consultoria Mineral. Disponível em: <<https://www.minasjr.com.br/aproveitamento-sustentavel-do-rejeito-de-caulim/>>. Acesso em: 11 de novembro de 2020.

MARINUCCI, Gerson. **Materiais Compósitos Poliméricos**. 1. ed. São Paulo: Artliber, 2011.

MARTINS, S. **Resíduo da Fabricação de Catalisadores de FCC Utilizado Como Retardante de Chamas em PEAD Reciclado**. 2017. 122 f. Dissertação (Programa de pós-graduação em ciência e tecnologia de materiais) – Tecnologia de Materiais, Centro Universitário Estadual da Zona Oeste, Rio de Janeiro, 2017.

MÁRTIRES, R. A. C. **Caulim**. Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM). Dados de reserva e beneficiamento de caulim, 2009.

MENDES, B. H. A. **Estudo da influência da incorporação de resíduos de beneficiamento de caulim nas propriedades de compósitos de matriz polimérica reforçada com fibra de bambu (bambusavulgaris)**. 2019. 103. Dissertação (Pós-graduação em Engenharia química) – Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém, 2019.

MENDONÇA, A. M. G. D.; SOUSA, L. M. C.; NETO, V. F. S.; ARAUJO, M. L. R.; SILVA, M. T. R. Aproveitamento de resíduo de caulim na produção de blocos cerâmicos. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE GESTÃO AMBIENTAL. 8, **Anais**. Campo Grande, 2017.

MENEZES, R. R.; ALMEIDA, R. R.; SANTANA, L. N. L.; NEVES, G. A.; LIRA, H. L.; FERREIRA, H. C. Análise da co-utilização do resíduo do beneficiamento do caulim e serragem de granito para produção de blocos e telhas cerâmicos. **Cerâmica**, São Paulo, v. 53, n. 323, abr/jun, 2007.

MILANI, C. **Influência da incorporação de resíduos de policarbonato em compósitos fibra de vidro/Poliéster**. 2015, 45 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia de Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.

MORAES, M. H.; QUEIROZ, D. P.; NASCIMENTO, L. G. S.; SOUZA, J. A. S.; FUJIYAMA, R. T. Caracterização mecânica e resistência à chama de compósitos

poliméricos com adição de resíduos de lama vermelha e caulim. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 23, 2018, Foz do Iguaçu. **Anais**. Ponta Grossa: Atena Editora, 18 de novembro de 2019, p. 74-84.

MOURA, M.F.S.F.; MORAIS, A.B.; MAGALHÃES, A.G. **Materiais compósitos – Materiais, Fabrico e Comportamento Mecânico**. Publindústria, 2011.

PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia Microestrutura e Propriedades**. Hemus Editora Limitada S.A, São Paulo, 1997.

RIBEIRO, L. M.; LADCHUMANANANDASIVAM, R.; GALVÃO, A. O.; BELARMINO, D. D. Flamabilidade e retardância de chama do compósito: poliéster insaturado reforçado com fibra de abacaxi (PALF). **Holos**, v. 1. Rio Grande do Norte, 2013.

ROCHA JÚNIOR, C. A. F.; ANGELICA, R. S.; NEVES, R. F. Síntese de zeólita do tipo faujasita: comparação entre caulim beneficiado e caulim flint. **Cerâmica**. São Paulo, V. 61, N. 358, abr/jun 2015. Doi: <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132015613581900>

SAKAMOTO, Clóvis. **Resina Poliéster Insaturada**. Silaex, 2020. Disponível em: <<https://silaex.ind.br/resina-poliester>>. Acesso em: 10 de novembro de 2020.

SANTOS, E. A. **Avaliação mecânica e microestrutural de Compósitos de matriz de poliéster com adição de Cargas minerais e resíduos industriais**. 2007. 103 f. Dissertação (Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, 2007.

SANTOS, J. E. A.; CRUZ, D. C. P.; CASTRO, I.F.G.; SANTOS, A. J. G.; SOUZA, J. A. S. Análise comparativa de matriz polimérica com rejeito industrial de caulim e cobre. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA EM INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 58, **Anais**. Uberlândia-MG, 2019.

SILVA, A. C.; VIDAL, M.; PEREIRA, M. G. Impactos ambientais causados pela mineração e beneficiamento de caulim. **Revista escola de Minas**, Ouro Preto, v. 54, n. 2, abr/jun, 2001.

SILVA, F. A. N. G.; GARRIDO, F. M. S.; MEDEIROS, M. E.; SAMPAIO, J. A.; LUZ, A. B.; MELLO, L. S.; SILVA, F. T. Alvejamento químico de caulins brasileiros: efeito do potencial eletroquímico da polpa e do ajuste do ph. **Química Nova**. Rio de Janeiro, v. 34, n. 3, p. 262-267, 2011. Doi: <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-0422011000200017>

SILVA, M. S.; SANTANA, G. P. Caulinita: Estrutura Cristalina técnicas físicas de estudo de adsorção. **Scientia Amazonia**, Manaus, v. 2, n. 3, p. 57-70, 2013.

SILVA, N. G.; FARIAS, D.C.; SANTOS, A.J.G.; COSTA, D.S.; SOUZA, J.A.S.; Análise mecânica de tração de resíduo industrial de caulim em compósitos de matriz polimérica. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE QUÍMICA, 58, São Luis, 2018.

SOUZA SANTOS, P. **Ciência e tecnologia de argilas**. Vol. 1. São Paulo: Edgard Blucher, 1989.

TARGA, G. N.; PIRES, E. N.; AL-QURESHI, H.; BARRA, G. M. O. Produção e caracterização mecânica de um compósito de fibra de juta e resina de poliéster insaturado. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS, 10, **Anais**. Foz do Iguaçu, 2019.