



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE RECURSOS
NATURAIS DA AMAZÔNIA - PRODERNA

DEIBSON SILVA DA COSTA

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE RESÍDUOS GERADOS PELA INDÚSTRIA DE
MINERAÇÃO NAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS DE MATRIZ
POLIÉSTER REFORÇADOS COM FIBRAS NATURAIS

Belém-PA
2016



Programa de Pós-Graduação em Engenharia
de Recursos Naturais da Amazônia



Instituto de Tecnologia

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE RESÍDUOS GERADOS PELA INDÚSTRIA DE
MINERAÇÃO NAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS DE MATRIZ
POLIÉSTER REFORÇADOS COM FIBRAS NATURAIS**

DEIBSON SILVA DA COSTA

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais do Instituto de Tecnologia da Universidade Federal do Pará, como requisito necessário à obtenção do título de Doutor em Engenharia de Recursos Naturais.

Orientador: Prof. Dr. José Antônio da Silva
Souza

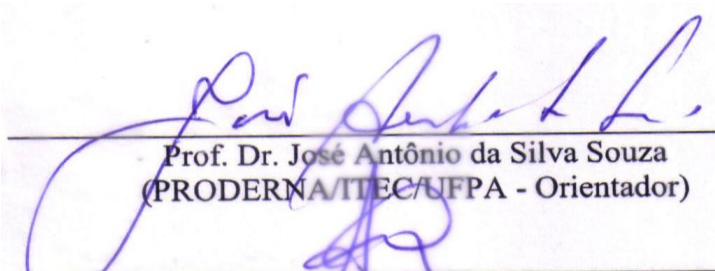
**Belém-PA
2016**

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE RESÍDUOS GERADOS PELA INDÚSTRIA DE
MINERAÇÃO NAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS DE MATRIZ
POLIÉSTER REFORÇADOS COM FIBRAS NATURAIS**

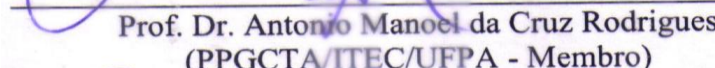
Deibson Silva da Costa

TESE DE DOUTORADO APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
EM ENGENHARIA DE RECURSOS NATURAIS DO INSTITUTO DE TECNOLOGIA
DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ, COMO REQUISITO NECESSÁRIO À
OBTENÇÃO DO TÍTULO DE DOUTOR EM ENGENHARIA DE RECURSOS
NATURAIS.

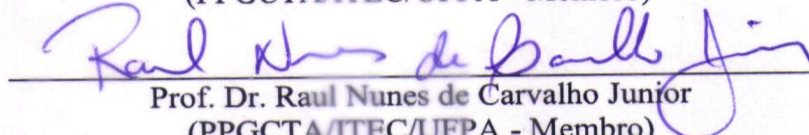
Aprovada por:



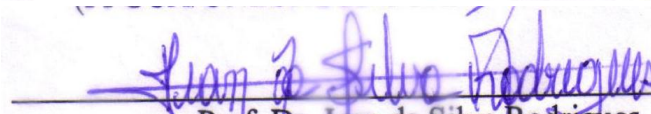
Prof. Dr. José Antônio da Silva Souza
(PRODERNA/ITEC/UFGA - Orientador)



Prof. Dr. Antonio Manoel da Cruz Rodrigues
(PPGCTA/ITEC/UFGA - Membro)



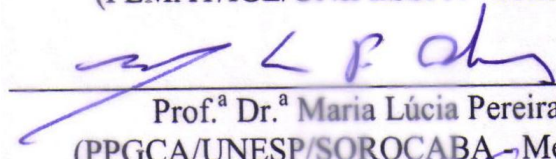
Prof. Dr. Raul Nunes de Carvalho Junior
(PPGCTA/ITEC/UFGA - Membro)



Prof. Dr. Jean da Silva Rodrigues
(FEMAT/IFPA - Membro)



Prof. Dr. Adriano Alves Rabelo
(FEMAT/IGE/UNIFESSPA - Membro Externo)



Prof.ª Dr.ª Maria Lúcia Pereira Antunes
(PPGCA/UNESP/SOROCABA - Membro Externo)

**Belém-PA
2016**

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)
Sistema de Bibliotecas da UFPA

Costa, Deibson Silva da, 1982-

Estudo da influência de resíduos gerados pela indústria de mineração nas propriedades de compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras naturais / Deibson Silva da Costa. - 2016.

Orientador: José Antônio da Silva Souza.

Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Pará, Instituto de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia, Belém, 2016.

1. Materiais compostos- propriedades mecânicas. 2. Fibras textéis. 3. Resíduos industriais. I. Título.

CDD 22. ed. 620.118

"A busca por novos materiais que aliam boas propriedades e minimizam os impactos ambientais são os desafios que o homem deve superar para que tenhamos um mundo melhor."

AGRADECIMENTOS

Este trabalho é a conclusão de vários anos de caminhada. Estou certo de que sem ajuda de várias pessoas esse trabalho não seria possível.

Agradeço primeiramente a DEUS por tudo de bom em minha vida e por permitir que eu siga este plano de vida; mostrando-me que o caminho dos estudos não é o mais simples, porém, é sem dúvida o mais gratificante.

Depois, aos meus pais, Elizabeth (*in memoriam*) e Getúlio, pela confiança cega que sempre depositaram em mim, pelo apoio e incentivo, pelo carinho e pelo colo sempre bem-vindo. À minha mãe Elizabeth (*in memoriam*), minha primeira professora, pelo apoio incondicional aos meus estudos desde os primeiros anos de vida.

Em especial a minha esposa Amanda Santos, agradeço pelo incentivo, amor, carinho e compreensão. Pelo companheirismo no momento em que mais precisei. Só Deus para lhe recompensar por tudo que você fez por mim e por minha mãe.

Aos meus irmãos (Denise, Denílson, Denison e Dariedson), agradeço pela presença constante em minha vida.

Agradeço ao meu orientador, Prof. Dr. José Antônio da Silva Souza, pelos ensinamentos e orientações.

Aos amigos (a) do PRODERNA e do PPGEM, em especial ao Emerson Rodrigues, Genilda Amaral, Iara Ferreira e Wassim El Banna, os quais foram de fundamental importância para a realização desse sonho. E pela preciosa ajuda e muitíssima agradável amizade. Sou eternamente grato a todos vocês e jamais irei esquecer-los por tudo que fizeram por mim na conclusão deste trabalho. Agradeço a Universidade Federal do Pará (UFPA), pela oportunidade de ingresso de estudo a nível superior; ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia (PRODERNA) por me permitir a realização desse sonho; ao Laboratório de Engenharia Química (LEQ), Engenharia Mecânica (LABEM) e ao Instituto de Geociências (IG) pela realização dos experimentos deste trabalho. À Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará (UNIFESSPA) nas pessoas do professor Denílson e professor Mafra pela realizações dos experimentos. Ao CNPQ pela bolsa de doutorado concedida.

Agradeço a todos os meus familiares que contribuíram de maneira direta ou indireta para realização desse sonho. Aos demais que, indiretamente, com um sorriso, uma palavra, um olhar ou no mais completo silêncio, me incentivaram a realizar este trabalho. A todos, o meu muitíssimo obrigado!

DEDICATÓRIA

*A minha mãe Elizabeth Silva da Costa que jamais deixará de existir em minha vida
(in memoriam) e ao meu pai Getúlio Ferreira da Costa.*

Resumo da Tese apresentada ao PRODERNA/UFPA como parte dos requisitos necessários para obtenção do grau de Doutor em Engenharia de Recursos Naturais. (D.Eng.)

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE RESÍDUOS GERADOS PELA INDÚSTRIA DE
MINERAÇÃO NAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS DE MATRIZ
POLIÉSTER REFORÇADOS COM FIBRAS NATURAIS**

Deibson Silva da Costa

Orientador: Prof. Dr. José Antonio da Silva Souza

Área de Concentração: Uso e Transformação de Recursos Naturais

Neste trabalho foram confeccionadas placas de matriz de poliéster insaturada isoftálica puras, compósitos com fibras vegetais (sisal, malva e juta), compósitos com resíduos industriais (lama vermelha, caulim e cinzas) e compósitos híbridos com resíduos e fibras. Os resíduos foram utilizados com granulometria inferior a 100 mesh e as fibras nos comprimentos de 15 mm, dispostas randomicamente dentro da matriz. As fibras foram caracterizadas quanto às suas propriedades físicas, mecânicas e morfológicas. Os compósitos foram confeccionados pelo processo manual (*hand lay-up*) na forma de placas retangulares em molde metálico e prensados. Variaram-se as proporções das frações mássicas dos resíduos em 10 % até a saturação dentro da matriz, a fração mássica de fibras foi fixada em 5 %. Os compósitos foram caracterizados fisicamente (porosidade aparente, absorção de água e massa específica aparente), mecanicamente (tração, flexão e impacto), termicamente (termogravimetria - TGA), mineralogicamente (difração de raios-X - DRX), retardância à chama e morfológicamente (microscopia eletrônica de varredura - MEV). Constatou-se que com a inserção de resíduos e fibras nos compósitos houve incremento das suas propriedades físicas, mecânicas, térmicas e resistência a chama. As propriedades físicas de porosidade aparente, absorção de água e massa específica aparente aumentaram significativamente (6,7 % a 33 %) com a adição dos constituintes (resíduos e fibras). Nos compósitos somente com fibras e nos compósitos de (10 %) resíduos com fibras houve aumento (15 % a 95 %) de suas resistências mecânicas (tração, flexão e impacto). Evidenciou-se uma melhora na estabilidade térmica (10 % a 50 %) dos compósitos com adição dos resíduos. Somente os compósitos com lama vermelha apresentaram uma

capacidade de retardo de chama, obtendo classificação V-2 de acordo com a norma UL-94. As análises morfológicas das superfícies de fraturas foram eficientes na identificação dos mecanismos de falhas e características presentes nos materiais. Os compósitos confeccionados apresentaram boas propriedades, o que os torna bons candidatos a certos tipos de aplicações, tais como painéis, forros, paredes divisórias e portas internas, revestimento interno de automóveis, calhas residenciais e outros tipos de aplicações desta natureza, respeitando as características de aplicações destes materiais.

Palavras-chave: Materiais Compósitos; Recursos Naturais; Fibras Naturais; Resíduos; Propriedades.

Abstract of Thesis presented to PRODERNA/UFPA as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Natural Resources Engineering (D. Eng.)

**STUDY OF INFLUENCE OF WASTE GENERATED BY INDUSTRY OF MINING
IN THE PROPERTIES OF COMPOSITES MATRIX POLYESTER REINFORCED
WITH NATURAL FIBERS**

Deibson Silva da Costa

Advisor: José Antonio da Silva Souza, D. Eng.

Area of Concentration: Use and Transformation of Natural Resources.

In this work, it was produced pure isophthalic unsaturated polyester matrix boards, composites with vegetable fibers (sisal, mauve and jute), composites with industrial waste (red mud, kaolin and ash) and hybrid composites with fibers and waste. The residues were used with a particle size less than 100 mesh and in fiber lengths of 15 mm arranged randomly within the matrix. The fibers were characterized considering their physical, mechanical and morphological properties. The composites were manufactured by a manual process called (*hand lay-up*) in the form of rectangular plates in metal and pressed mold. The proportions of the mass fractions of waste have varied by 10 % until saturation within the matrix, the mass fraction of fibers was fixed at 5 %. The composites were characterized physically (porosity, water absorption and bulk density), mechanically (tensile, bending and impact), thermally (thermogravimetry - TGA), mineralogically (diffraction of rays-X - DRX), flame retardance and morphologically (scanning electron microscopy - SEM). It was found with the insertion of waste and fibers in the composites, an increase of its physical, mechanical, thermal properties and flame resistance. The physical properties of porosity, water absorption and bulk density has increased significantly (6,7 % to 33 %) with the addition of constituents (residues and fibers). There was an increase (15 % to 95 %) in mechanical strength (tensile, bending and impact) of fiber composites and waste (10 %) composites with fibers. It was evident an improvement in thermal stability (10 % to 50 %) of composites with inclusion of waste. Only the red mud composites have presented a flame retardant ability, obtaining V-2 classification according to UL-94 standard.

Morphological analysis of fracture surfaces was efficient in identifying the failure mechanisms and features present in the material. The composites manufactured in this study have resulted in materials with good properties, which makes them feasible candidates for certain types of applications such as panels, liners, partitions and internal doors, an inner lining of automobiles, residential rails and other applications of this nature, respecting the characteristics of these materials.

Keywords: Composite Materials; Natural Resources; Natural Fibres; Waste; Properties.

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO.....	25
1.1 - CONTEXTO GERAL.....	25
1.2 - JUSTIFICATIVA E MOTIVAÇÃO.....	26
1.3 - INEDITISMO.....	28
1.4 - OBJETIVOS GERAL E ESPECÍFICOS.....	30
1.5 - ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO.....	31
CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	32
2.1 - COMPÓSITOS.....	32
2.1.1 - Definição e Classificação dos Materiais Compósitos.....	32
2.1.2 - Compósitos Poliméricos.....	37
2.1.2.1 - Características dos Compósitos Poliméricos.....	38
2.1.2.2 - Fabricação dos Compósitos Poliméricos.....	39
2.1.3 - Influência da Interface nas Propriedades dos Compósitos.....	40
2.2 - MATRIZES.....	42
2.2.1 - Matrizes Poliméricas.....	42
2.2.1.1 - Definição e Classificação de Matrizes Poliméricas.....	42
2.2.1.2 - Resina Poliéster.....	43
2.2.1.2.1 - Resina de Poliéster Insaturada Isofáltica.....	46
2.3 - CARGAS.....	47
2.3.1 - Lama vermelha.....	48
2.3.2 - Caulim.....	50
2.3.3 - Cinzas.....	55
2.4 - FIBRAS.....	58
2.4.1 - Fibras Naturais.....	58
2.4.2 - Fibras Vegetais.....	59
2.4.2.1 - Fibras de Sisal (<i>Agave sisalana</i>).....	60
2.4.2.2 - Fibras de Malva (<i>Urena lobata</i>).....	62
2.4.2.3 - Fibras de Juta (<i>Corchorus capsularis</i>).....	65
2.5 - COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS POR FIBRAS NATURAIS.....	68
2.5.1 - Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras de Sisal.....	73
2.5.2 - Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras de Malva.....	74

2.5.3 - Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras de Juta.....	80
2.6 - FRATURA EM POLÍMEROS E COMPÓSITOS.....	82
2.6.1 - Fratura em Polímeros.....	82
2.6.2 - Fratura em Compósitos.....	82
2.7- FRACTOGRAFIA.....	83
CAPÍTULO 3 - MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS.....	85
3.1 - MATERIAIS.....	85
3.1.1 - Materiais Sintéticos.....	85
3.1.2 - Resíduos Industriais - Lama Vermelha, Caulim e Cinza.....	86
3.1.3 - Fibras Naturais - Sisal, Malva e Juta.....	89
3.2 - PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS.....	91
3.2.1 - Caracterização dos Resíduos Industriais de Lama Vermelha, Caulim e Cinza.....	91
3.2.1.1 - Caracterização Mineralógica.....	91
3.2.1.1.1 - Difração de Raios-X (DRX).....	91
3.2.1.2 - Caracterização Microestrutural.....	92
3.2.1.2.1 - Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV.....	92
3.2.1.3 - Caracterização Térmica.....	93
3.2.1.3.1 - Termogravimetria - (TGA).....	93
3.2.2 - Caracterização das Fibras Naturais de Sisal, Malva e Juta.....	94
3.2.2.1 - Caracterização Física, Mecânica e Microestrutural das Fibras Naturais.....	94
3.2.3 - Processo de Confeção dos Compósitos.....	97
3.2.4 - Caracterização dos Compósitos Confeccionados.....	103
3.2.4.1 - Caracterização Física dos Compósitos Confeccionados.....	103
3.2.4.1.1 - Ensaio de Porosidade Aparente (PA), Absorção de Água (AA) e Massa Específica Aparente (MEA).....	103
3.2.4.2 - Caracterização Mecânica dos Compósitos Confeccionados.....	105
3.2.4.2.1 - Ensaio de Resistência à Tração.....	105
3.2.4.2.2 - Ensaio de Resistência à Flexão.....	107
3.2.4.2.3 - Ensaio de Tenacidade ao Impacto Charpy.....	109
3.2.4.3 - Caracterização Térmica dos Compósitos Confeccionados.....	111
3.2.4.3.1 - Termogravimetria - (TGA).....	111
3.2.4.4 - Caracterização de Flamabilidade dos Compósitos Confeccionados.....	112
3.2.4.4.1 - Ensaio de Resistência à Chama.....	112

3.2.4.4.1.1 - Norma ASTM D635-10.....	112
3.2.4.4.1.2 - Norma UL 94-00.....	113
3.2.4.5 - Caracterização Morfológica dos Compósitos Confeccionados.....	116
3.2.4.5.1 - Microscopia Eletrônica de Varredura - (MEV).....	116
CAPÍTULO 4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	117
4.1 - CARACTERIZAÇÃO DOS RESÍDUOS INDUSTRIAIS.....	117
4.1.1 - Caracterização Mineralógica.....	117
4.1.1.1 - Difração de Raios-X (DRX).....	117
4.1.2 - Caracterização Microestrutural.....	120
4.1.2.1 - Microscopia Eletrônica de Varredura - (MEV).....	120
4.1.3 - Caracterização Térmica.....	121
4.1.3.1 - Termogravimetria - (TGA).....	121
4.2 - CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS NATURAIS.....	123
4.2.1 - Caracterização Física, Mecânica e Microestrutural das Fibras Naturais.....	123
4.3 - PROCESSO DE CONFECÇÃO DOS COMPÓSITOS.....	131
4.4 - CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS CONFECCIONADOS.....	132
4.4.1 - Caracterização Física.....	132
4.4.1.1 - Ensaio de Porosidade Aparente (PA), Absorção de Água (AA) e Massa Específica Aparente (MEA).....	132
4.4.2 - Caracterização Mecânica.....	140
4.4.2.1 - Ensaio de Resistência à Tração.....	140
4.4.2.2 - Ensaio de Resistência à Flexão.....	160
4.4.2.3 - Ensaio de Tenacidade ao Impacto Charpy.....	175
4.4.3 - Caracterização Térmica.....	193
4.4.3.1 - Termogravimetria - (TGA).....	193
4.4.4 - Caracterização de Flamabilidade.....	197
4.4.4.1 - Ensaio de Resistência à Chama.....	197
4.4.4.1.1 - Norma ASTM D635-10.....	197
4.4.4.1.2 - Norma UL 94-00.....	202
CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES.....	207
CAPÍTULO 6 - PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS.....	209
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	210

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1	Produção de alguns materiais nos Estados Unidos. Fonte: PADILHA, (2000).....	34
Figura 2.2	Classificação dos materiais compósitos. Fonte: Adaptado de BRAGA, (2010).....	35
Figura 2.3	Formas de utilização de fibras para fabricação de materiais compósitos. Fonte: Adaptado de BARROS, (2006).....	35
Figura 2.4	Configuração de um painel sanduíche. Fonte: Adaptado de ALMEIDA, (2009).....	36
Figura 2.5	Configuração de um compósito particulado. Fonte: Adaptado de BRAGA, (2010).....	36
Figura 2.6	Esquema da síntese de um éster insaturado. Fonte: LEVY NETO; PARDINI, (2006).....	44
Figura 2.7	Estrutura básica do processo de cura da resina poliéster. (a) poliéster insaturado; (b) monômero de estireno; (c) poliéster curado. Fonte: RODRIGUES, (2008).....	45
Figura 2.8	Ácido Isoftálico.....	47
Figura 2.9	Cadeia Poliéster Isoftálica.....	47
Figura 2.10	Lama Vermelha.....	49
Figura 2.11	Estrutura do Caulim.....	51
Figura 2.12	Caulim.....	55
Figura 2.13	Formato das partículas de cinzas volantes. Fonte: AZEVEDO, (2002).....	57
Figura 2.14	Cinza.....	58
Figura 2.15	Planta de Sisal.....	62
Figura 2.16	Plantação e extração da fibra de malva.....	63
Figura 2.17	Utilização da fibra de malva.....	64
Figura 2.18	Aplicações comerciais da fibra de juta.....	66
Figura 2.19	Processo de extração das fibras de juta na Companhia Têxtil de Castanhal-PA.....	66

Figura 2.20	Energia específica do compósito em diversas idades. Relação água/cimento = 0,38 intervalo de confiança = 95 %. Ensaio de tração na flexão.....	76
Figura 2.21	Imagem por elétrons retro espalhados. Compósitos com fibras de malva. 1: fibra descolada da matriz; 2: macrocristal de hidróxido de cálcio e 3: microfissuras. Fonte: SAVASTANO Jr., (1997).....	78
Figura 2.22	Curvas de força x alongamento das telhas ensaiadas à flexão.....	79
Figura 2.23	Mecanismos de falhas em materiais compósitos reforçados por fibras. Fonte: ANDERSON, (1995).....	83
Figura 3.1	(a) Resina poliéster insaturada; (b) Iniciador e (c) Acelerador de cobalto.....	85
Figura 3.2	(a) Lama vermelha antes da cominuição e (b) Lama vermelha após a cominuição.....	86
Figura 3.3	(a) Caulim antes da cominuição e (b) Caulim após a cominuição.....	87
Figura 3.4	(a) Cinzas antes da cominuição e (b) Cinzas após a cominuição.....	88
Figura 3.5	Fibras de Sisal.....	90
Figura 3.6	Fibras de Malva.....	90
Figura 3.7	Fibras de Juta.....	91
Figura 3.8	Equipamento de DRX. Fonte: BRUKER, (2016).....	92
Figura 3.9	Microscópio eletrônico de varredura.....	92
Figura 3.10	Equipamento de TGA.....	94
Figura 3.11	Os TABs de papel KRAFT (200 g/m ²) com as dimensões de 25 mm x 65 mm.....	95
Figura 3.12	(a) Fibras de sisal, (b) Fibras de malva e (c) Fibras de juta.....	96
Figura 3.13	Caracterização das fibras: (a) Microscópio óptico; (b) Microscópio eletrônico de varredura (MEV); (c) Picnômetro; (d) Máquina de ensaio de tração.....	97
Figura 3.14	Molde metálico para produção das placas de compósitos: (a) Molde aberto e (b) Molde fechado.....	98
Figura 3.15	(a) Fibras no molde metálico aberto, (b) Prensa hidráulica e (c) Serra de bancada.....	101
Figura 3.16	Fluxograma de todo o processo de confecção e preparação dos compósitos.....	102

Figura 3.17	Fluxograma de caracterização das placas de materiais compósitos.....	103
Figura 3.18	(a) Corpos de prova em um recipiente e (b) Aparato para obter a massa imersa.....	104
Figura 3.19	Demonstração do cálculo do módulo de elasticidade. Fonte: CALLISTER Jr., (2000).....	106
Figura 3.20	Dimensões (em mm) dos corpos de prova para ensaios de tração (sem escala).....	107
Figura 3.21	(a) Corpos de prova de ensaio de tração e (b) Máquina universal de ensaio.....	107
Figura 3.22	Dimensões (em mm) dos corpos de prova para ensaios de flexão (sem escala).....	108
Figura 3.23	(a) Corpos de prova de ensaio de flexão e (b) Máquina universal de ensaio.....	109
Figura 3.24	Dimensões (em mm) dos corpos de prova para ensaios de impacto (sem escala).....	110
Figura 3.25	Corpos de prova de ensaio de impacto: (a) Lama Vermelha, (b) Caulim e (c) Cinza.....	110
Figura 3.26	Corpo de prova no porta amostra da máquina de ensaio de impacto. Fonte: RODRIGUES, (2008).....	110
Figura 3.27	Máquina de ensaio de impacto.....	111
Figura 3.28	Aparato para o ensaio da norma ASTM D635-10 visto de frente. Fonte: (ASTM D635-10).....	113
Figura 3.29	Aparato para o teste da UL 94-00. Fonte: Norma UL94, (2000).....	114
Figura 3.30	(a) Dimensões (em mm) dos corpos de prova (sem escala), (b) Corpos de prova para ensaio de retardância à chama e (c) Aparato utilizado para realização dos ensaios.....	116
Figura 3.31	Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).....	116
Figura 4.1	Difração de raios-X da lama vermelha.....	118
Figura 4.2	Difração de raios-X do caulim.....	119
Figura 4.3	Difração de raios-X da cinza.....	120
Figura 4.4	Microestrutura da lama vermelha.....	120
Figura 4.5	Microestrutura do caulim.....	121
Figura 4.6	Microestrutura da cinza.....	121

Figura 4.7	Gráfico TGA da matriz pura e resíduos.....	123
Figura 4.8	Microscopia eletrônica de varredura: (a) Seção transversal da fibra de sisal embutida em matriz acrílica; (b) Fibra de sisal com vazios entre os feixes de microfibrilas; (c) Aspecto da região de fratura da fibra de sisal após ensaio de tração na fibra; (d) Aspecto superficial da fibra de sisal.....	125
Figura 4.9	Curva de secagem para as fibras de sisal a 105 ± 5 °C.....	126
Figura 4.10	Microestrutura das fibras de malva: (a) Seção transversal da fibra de malva embutida em matriz acrílica; (b) Fibra de malva com os feixes de microfibrilas; (c) Seção fraturada, e (d) Aspecto superficial da fibra.....	127
Figura 4.11	Curva de secagem para as fibras de malva a 105 ± 5 °C.....	128
Figura 4.12	Microestrutura das fibras de juta: (a) Seção transversal da fibra de juta embutida em matriz acrílica; (b) Fibra de juta com os feixes de microfibrilas; (d) Seção da fibra fraturada após o ensaio de tração, e (d) Aspecto superficial da fibra.....	130
Figura 4.13	Curva de secagem para as fibras de juta a 105 ± 5 °C.....	131
Figura 4.14	(a) Placa de matriz polimérica pura, (b) Placa de lama vermelha, (c) Placa de caulim e (d) Placa de cinza.....	132
Figura 4.15	Gráfico PA e AA versus proporções de fibras.....	133
Figura 4.16	Gráfico MEA versus proporções de fibras.....	133
Figura 4.17	Gráfico PA e AA versus proporções de lama vermelha e fibras.....	135
Figura 4.18	Gráfico MEA versus proporções de lama vermelha e fibras.....	135
Figura 4.19	Gráfico PA e AA versus proporções de caulim e fibras.....	137
Figura 4.20	Gráfico MEA versus proporções de caulim e fibras.....	137
Figura 4.21	Gráfico PA e AA versus proporções de cinza e fibras.....	139
Figura 4.22	Gráfico MEA versus proporções de cinza e fibras.....	139
Figura 4.23	Gráfico LRT versus proporções de fibras.....	141
Figura 4.24	Superfícies fraturadas: (a) Matriz polimérica pura, (b) Compósito de sisal, (c) Compósito de malva e (d) Compósito de juta.....	142
Figura 4.25	Gráfico LRT versus proporções de lama vermelha.....	144
Figura 4.26	Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % lama vermelha e (b) Compósito 50 % lama vermelha.....	145

Figura 4.27	Gráfico LRT versus proporções de lama vermelha com fibras.....	147
Figura 4.28	Superfícies fraturadas dos compósitos: (a) Fratura dos compósitos de sisal com 10 % de lama vermelha; (b) Fratura dos compósitos de sisal com 30 % de lama vermelha.....	148
Figura 4.29	Superfícies fraturadas dos compósitos: (a) Compósitos malva com 10 % de lama vermelha; (b) Compósitos malva com 20 % de lama vermelha; (c) Compósitos malva com 30 % de lama vermelha.....	149
Figura 4.30	Superfícies fraturadas dos compósitos: (a) Compósitos de juta com 10 % de lama vermelha e (b) Compósitos de juta com 30 % de lama vermelha.....	150
Figura 4.31	Gráfico LRT versus proporções de caulim.....	152
Figura 4.32	Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % caulim e (b) Compósito 50 % caulim.....	152
Figura 4.33	Gráfico LRT versus proporções de caulim com fibras.....	154
Figura 4.34	Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % caulim com malva, (b) Compósito 20 % caulim com malva e (c) Compósito 30 % caulim com malva.....	155
Figura 4.35	Gráfico LRT versus proporções de cinza.....	157
Figura 4.36	Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % cinza e (b) Compósito 30 % cinza.....	157
Figura 4.37	Gráfico LRT versus proporções de cinza com fibras.....	159
Figura 4.38	Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % cinza com juta, (b) Compósito 20 % cinza com malva.....	159
Figura 4.39	Gráfico RF versus proporções de fibras.....	162
Figura 4.40	Superfícies fraturadas: (a) Compósito sisal e (b) Compósito juta.....	162
Figura 4.41	Gráfico RF versus proporções de lama vermelha.....	164
Figura 4.42	Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % lama vermelha e (b) Compósito 50 % lama vermelha.....	164
Figura 4.43	Gráfico RF versus proporções de lama vermelha com fibras.....	166
Figura 4.44	Superfícies fraturadas: (a) Compósito 30 % lama vermelha com juta, (b) Compósito 10 % lama vermelha com malva e (c) Compósito 10 % lama vermelha com juta.....	167
Figura 4.45	Gráfico RF versus proporções de caulim.....	168

Figura 4.46	Fratura do compósito de caulim.....	168
Figura 4.47	Gráfico RF versus proporções de caulim com fibras.....	170
Figura 4.48	Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % caulim com malva e (b) Compósito 30 % caulim com juta.....	170
Figura 4.49	Gráfico RF versus proporções de cinza.....	172
Figura 4.50	Fratura do compósito de cinza.....	172
Figura 4.51	Gráfico RF versus proporções de cinza com fibras.....	174
Figura 4.52	Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % cinza com sisal e (b) Compósito 20 % cinza com juta.....	175
Figura 4.53	Gráfico RI versus proporções de fibras.....	177
Figura 4.54	Superfícies fraturadas: (a) Matriz pura, (b) Compósito sisal e (c) Compósito juta.....	178
Figura 4.55	Gráfico RI versus proporções de lama vermelha.....	180
Figura 4.56	Fratura do compósito de lama vermelha.....	180
Figura 4.57	Gráfico RI versus proporções de lama vermelha com fibras.....	183
Figura 4.58	Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % LV com sisal e (b) Compósito 30 % LV com juta.....	183
Figura 4.59	Gráfico RI versus proporções de caulim.....	185
Figura 4.60	Fratura do compósito de caulim.....	185
Figura 4.61	Gráfico RI versus proporções de caulim com fibras.....	187
Figura 4.62	Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % CA com sisal e (b) Compósito 30 % CA com juta.....	187
Figura 4.63	Gráfico RI versus proporções de cinza.....	190
Figura 4.64	Fratura do compósito de cinza.....	190
Figura 4.65	Gráfico RI versus proporções de cinza com fibras.....	192
Figura 4.66	Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % CZ com sisal e (b) Compósito 20 % CZ com juta.....	192
Figura 4.67	Gráfico TGA dos compósitos com lama vermelha.....	194
Figura 4.68	Gráfico TGA dos compósitos com caulim.....	195
Figura 4.69	Gráfico TGA dos compósitos com cinza.....	197
Figura 4.70	Compósitos pós queima do ensaio de resistência a chama.....	199
Figura 4.71	Compósitos de lama vermelha pós queima do ensaio de resistência a chama.....	204

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1	Propriedades de algumas fibras naturais comparadas com as principais fibras sintéticas de reforçamento.....	60
Tabela 2.2	Apresenta algumas propriedades mecânicas e físicas das fibras de sisal encontradas por vários autores.....	61
Tabela 2.3	Propriedades da fibra de malva encontrada por diversos autores.....	64
Tabela 2.4	Propriedades da fibra de juta encontrada por diversos autores.....	68
Tabela 2.5	Propriedades mecânicas obtidas no ensaio de tração uniaxial.....	75
Tabela 2.6	Caracterização mecânica e física das fibras de malva e sisal.....	75
Tabela 2.7	Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de malva.....	76
Tabela 2.8	Características físicas e mecânicas das fibras vegetais usadas como reforço na construção civil.....	77
Tabela 2.9	Propriedades estruturais de fibras lignocelulósicas.....	77
Tabela 3.1	Composição química da lama vermelha.....	86
Tabela 3.2	Composição química do caulim.....	87
Tabela 3.3	Composição química da cinza de carvão mineral.....	89
Tabela 3.4	Placas de materiais compósitos produzidas para os procedimentos experimentais do trabalho.....	100
Tabela 3.5	Critérios de avaliação do teste de queima vertical da Norma UL94.....	115
Tabela 4.1	Resultados de TGA em matriz polimérica pura e resíduos.....	122
Tabela 4.2	Resultados da caracterização das fibras de sisal não tratadas.....	123
Tabela 4.3	Estudo comparativo entre resultados das propriedades físicas e mecânicas da fibra de sisal deste trabalho com os resultados encontrados por outros pesquisadores.....	124
Tabela 4.4	Resultados da caracterização das fibras de malva não tratadas.....	126
Tabela 4.5	Estudo comparativo entre resultados das propriedades físicas e mecânicas da fibra de malva deste trabalho com os resultados encontrados por outros pesquisadores.....	127
Tabela 4.6	Resultados da caracterização das fibras de juta não tratadas.....	129
Tabela 4.7	Estudo comparativo entre resultados das propriedades físicas e mecânicas da fibra de juta deste trabalho com os resultados encontrados por outros pesquisadores.....	130

Tabela 4.8	Resultados da porosidade, absorção de água e massa específica.....	132
Tabela 4.9	Resultados da porosidade, absorção de água e massa específica.....	134
Tabela 4.10	Resultados da porosidade, absorção de água e massa específica.....	136
Tabela 4.11	Resultados da porosidade, absorção de água e massa específica.....	138
Tabela 4.12	Resultados da caracterização mecânica (tração) da matriz polimérica pura e compósitos com fibras.....	140
Tabela 4.13	Resultados da caracterização mecânica (tração) da matriz polimérica pura e compósitos com lama vermelha.....	143
Tabela 4.14	Resultados da caracterização mecânica (tração) da matriz polimérica pura e compósitos de lama vermelha com fibras.....	146
Tabela 4.15	Resultados da caracterização mecânica (tração) da matriz polimérica pura e compósitos com caulim.....	151
Tabela 4.16	Resultados da caracterização mecânica (tração) da matriz polimérica pura e compósitos de caulim com fibras.....	153
Tabela 4.17	Resultados da caracterização mecânica (tração) da matriz polimérica pura e compósitos com cinza.....	156
Tabela 4.18	Resultados da caracterização mecânica (tração) da matriz polimérica pura e compósitos de cinza com fibras.....	158
Tabela 4.19	Resultados da caracterização mecânica (flexão) da matriz polimérica pura e compósitos com fibras.....	160
Tabela 4.20	Resultados da caracterização mecânica (flexão) da matriz polimérica pura e compósitos com lama vermelha.....	163
Tabela 4.21	Resultados da caracterização mecânica (flexão) da matriz polimérica pura e compósitos de lama vermelha com fibras.....	165
Tabela 4.22	Resultados da caracterização mecânica (flexão) da matriz polimérica pura e compósitos com caulim.....	167
Tabela 4.23	Resultados da caracterização flexão (flexão) da matriz polimérica pura e compósitos de caulim com fibras.....	169
Tabela 4.24	Resultados da caracterização mecânica (flexão) da matriz polimérica pura e compósitos com cinza.....	171
Tabela 4.25	Resultados da caracterização flexão (flexão) da matriz polimérica pura e compósitos de cinza com fibras.....	173

Tabela 4.26	Resultados da caracterização mecânica (impacto) da matriz polimérica pura e compósitos com fibras.....	176
Tabela 4.27	Resultados da caracterização mecânica (impacto) da matriz polimérica pura e compósitos com lama vermelha.....	179
Tabela 4.28	Resultados da caracterização mecânica (impacto) da matriz polimérica pura e compósitos de lama vermelha com fibras.....	181
Tabela 4.29	Resultados da caracterização mecânica (impacto) da matriz polimérica pura e compósitos com caulim.....	184
Tabela 4.30	Resultados da caracterização mecânica (impacto) da matriz polimérica pura e compósitos de caulim com fibras.....	186
Tabela 4.31	Resultados da caracterização mecânica (impacto) da matriz polimérica pura e compósitos com cinza.....	189
Tabela 4.32	Resultados da caracterização mecânica (impacto) da matriz polimérica pura e compósitos de cinzas com fibras.....	191
Tabela 4.33	Resultados de TGA dos compósitos com lama vermelha.....	194
Tabela 4.34	Resultados de TGA em compósitos com caulim.....	195
Tabela 4.35	Resultados de TGA em compósitos com cinza.....	196
Tabela 4.36	Ensaio de Retardância à chama pela norma ASTM D635.....	198
Tabela 4.37	Ensaio de Retardância à chama pela norma ASTM D635.....	199
Tabela 4.38	Ensaio de Retardância à chama pela norma ASTM D635.....	200
Tabela 4.39	Ensaio de Retardância à chama pela norma ASTM D635.....	201
Tabela 4.40	Ensaio de Retardância à chama pela norma UL94.....	202
Tabela 4.41	Ensaio de Retardância à chama pela norma UL94.....	203
Tabela 4.42	Ensaio de Retardância à chama pela norma UL94.....	205
Tabela 4.43	Ensaio de Retardância à chama pela norma UL94.....	206

NOMENCLATURAS

10CA	10 % de Caulim
10CZ	10 % de Cinza
10LV	10 % de Lama Vermelha
20CA	20 % de Caulim
20CZ	20 % de Cinza
20LV	20 % de Lama Vermelha
30CA	30 % de Caulim
30CZ	30 % de Cinza
30LV	30 % de Lama Vermelha
40CA	40 % de Caulim
40LV	40 % de Lama Vermelha
50CA	50 % de Caulim
50LV	50 % de Lama Vermelha
AA	Absorção de Água
ACI	American Concrete Institute
ASTM	American Society Testing Materials
BD	Bulk Density (g/cm ³)
CA	Caulim
CAMTUC	Campus Tucuruí
CMC	Compósitos de Matriz Cerâmica
CMM	Compósitos de Matriz Metálica
CMP	Compósitos de Matriz Polimérica
CNPQ	Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico
CoNap	Naftenato de Cobalto
CP	Corpos de Prova
CZ	Cinza
DMA	Dimetilanilina
DP	Desvio Padrão
DRX	Difração de Raios-X
F _M	Fração Mássica do Reforço (%)
HB	Horizontal Burning

IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
ICDD	International Center for Diffraction Data
IGE	Instituto de Geociências e Engenharias
IRCC	Imerys Rio Capim Caulim
ISO	International Organization for Standardization
LABEM	Laboratório de Engenharia Mecânica
LABMEV	Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura
LEQ	Laboratório de Engenharia Química
LRT	Limite de Resistência à Tração
LV	Lama Vermelha
MEA	Massa Específica Aparente
MEK	Metil Etil Cetona
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
M_i	Massa Imersa
MO	Microscopia Óptica
MOE	Módulo de Elasticidade
MP	Matriz Polimérica
MPa	Mega Pascal
MRFB	Metal Reforçado com Fibra de Boro
M_s	Massa Seca
M_u	Massa Úmida
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora
PA	Porosidade Aparente
PB	Paraíba
PDF	Powder Diffraction File
PEPB	Polietileno de Baixa Densidade
PM	Perda de Massa
PP	Polipropileno
PPGEM	Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
PPSA	Empresa Brasileira de Administração de Petróleo e Gás Natural
PRFC	Polímero Reforçado com Fibra de Carbono
PRFV	Polímero Reforçado com Fibra de Vidro
PRODERNA	Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais

Res.	Resina
RF	Resistência à Flexão
RI	Resistência ao Impacto
RIM	Resin Injection Molding
RN	Rio Grande do Norte
R-RIM	Reinforced RIM
RTM	Resin Transfer Molding
RTMS	Real Time Multiple Scanning
T _D	Temperatura de Decomposição
TGA	Análise de Termogravimetria
UFPA	Universidade Federal do Pará
UL	Underwriters Laboratories
UNIFESSPA	Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará
UV	Ultra Violeta

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

1.1 CONTEXTO GERAL

Todas as atividades humanas, no início do século XXI são marcadas pela busca de um equilíbrio entre o retirar e o repor, quando se trata de recursos naturais, porém o conceito de sustentabilidade é dubio quando estiver relacionado com bens naturais não renováveis, em destaque os minerais, ou seja, ou descobre-se e coloca-se em prática maneiras mais racionais do uso dos recursos naturais, ou se terá cada vez mais desequilíbrios climáticos, poluição do ar, das águas e dos solos e uma consequente baixa da qualidade de vida de um número cada vez maior de pessoas. Neste foco está o extrativismo mineral, que como bem não renovável, precisa ser mais bem explorado e utilizado, demandando novas leis de tributação e uma política de extração destes bens, que possam trazer mais retorno para as populações mais afetadas e diretamente ligadas aos pólos de extração mineral.

Estes projetos no século XXI precisam ser direcionados por políticas que possam obter mais retorno econômico e social para as populações afetadas, priorizando a questão ambiental, mitigando os danos aos ecossistemas, principalmente reestruturando a cadeia produtiva com a verticalização industrial, sempre que possível com instalações industriais nos próprios municípios de origem ou vizinhanças, melhorando a qualidade de vida das cidades envolvidas com o extrativismo mineral.

Os materiais denominados não convencionais vêm cada vez mais sendo objetos de pesquisas científicas e estudos práticos de aplicação. Em diversos campos nos setores industriais, o uso de materiais compósitos já são uma realidade há algumas décadas e vem ganhando mais espaço em vários segmentos pelo fato de possibilitarem uma boa sinergia entre os diferentes componentes que os formam, resultando numa gama de propriedades muitas vezes mais interessantes do que as dos componentes isolados.

A principal diferença que se tem a partir da década de 70 é o reconhecimento dos aspectos ambientais envolvidos nos processos de produção e consumo como sendo tão importantes quanto os econômicos, o que levou a intensas discussões e realizações de conferências e estudos sobre o meio ambiente, culminando no surgimento de termos como eco-desenvolvimento e desenvolvimento sustentável (MARTINS, 2004).

Já durante o século 21, a questão ambiental tornou-se uma preocupação mundial, com o novo paradigma da sustentabilidade, e a maioria das nações mundiais passaram a reconhecer a urgência necessária na solução dos problemas concernentes a tal questão. O desenvolvimento é agora visto como o crescimento econômico aliado a questões sociais e sendo consciente em relação aos aspectos ambientais.

A partir de então, a adequação dos processos produtivos e o uso de materiais ecologicamente corretos, com origem em fontes renováveis, tem se mostrado um tópico prioritário em diversos estudos, estando os compósitos reforçados por materiais naturais e resíduos, como as fibras vegetais e os resíduos minerais, entre os de maior relevância.

Assim, este estudo, propõem o desenvolvimento de um material compósito polimérico reforçado por fibras vegetais e resíduos (lama vermelha, caulim e cinzas) provenientes da indústria mineral que apresente características que atendam os referidos aspectos, mostra-se relevante neste campo de pesquisa, sendo importante do ponto de vista econômico e social quando pode representar uma alternativa que agrega valor para o uso das fibras de sisal, malva e juta, além do tradicional artesanato feito por comunidades que conseguem seu sustento por meio destas espécies vegetais. Além de dar um destino adequado ou menos agressivo ao meio ambiente para os resíduos minerais.

1.2 JUSTIFICATIVA E MOTIVAÇÃO

Grande parte do avanço tecnológico na engenharia atual se deve ao estudo de novos materiais e suas possíveis aplicações, tanto na substituição de materiais usuais quanto em novas áreas. Os setores aeronáutico e aeroespacial são exemplos desses avanço ligado aos compósitos reforçados com fibras de carbono e outros tipos de reforços mais resistentes e menos densos que certas ligas metálicas. Esse desenvolvimento tecnológico que se vivencia diariamente depende também das pesquisas desenvolvidas no campo dos materiais.

Os compósitos representam um grande passo na constante tentativa de otimização de materiais, visando sempre obter maior economia de matéria-prima, ocasionando menor custo de produção, porém, sem perda de qualidade do produto final.

Muitos produtos e equipamentos são produzidos com materiais compósitos como, por exemplo, suportes para circuitos impressos, telhado de casas, moldes para

concreto, painéis de automóveis, lanchas, aviões, tubulações e até artigos esportivos como raquetes de tênis e quadros de bicicleta (GAY *et al.*, 2003).

Observa-se, contudo, que as relações do homem com o ambiente ao seu redor estão cada vez mais em foco. De maneira muito mais constante ouve-se falar de novas políticas ambientais e protestos sociais sobre a utilização dos recursos verdes.

Tais fatos evidenciam a necessidade das pesquisas atuais atenderem não só aos aspectos econômicos e sociais como também aos ambientais, na busca de um novo conceito de material que leva em consideração não somente desempenho mecânico, custo e disponibilidade, mas também aspectos ambientalmente relacionados, como biodegradabilidade, renovabilidade e uso consciente de energia, acompanhado pela promoção de desenvolvimento econômico e social de uma parcela populacional de baixa renda (AMICO, 2010).

Em países tropicais, produtos e resíduos gerados pela agroindústria e indústria mineral podem constituir importante fonte de matéria-prima para a produção de componentes construtivos, científicos, tecnológicos, sociais e econômicos, permitindo o aproveitamento das fibras vegetais e dos resíduos minerais.

Potenciais apresentados pelo Brasil, como ser um dos países com maior biomassa do mundo e maior extensão territorial cultivável, devem ser levados em consideração devido a grande possibilidade de descobertas de novas fibras com propriedades atraentes (MARINELLI *et al.*, 2008). Os estudos na área de materiais compósitos na região amazônica ainda são escassos se comparados às outras regiões do país, mesmo apresentando grande potencial no cultivo de fibras naturais.

A mineração é uma atividade industrial importante e necessária, embora possa produzir impactos ambientais nas fases de extração, beneficiamento, refino e fechamento de mina. Ela tem sido considerada uma atividade que tem causado problemas de poluição sonora, da água e do ar, erosão e subsidência do terreno. Também têm sido associadas à mineração questões sociais, como: conflitos pelo uso do solo, depreciação de imóveis circunvizinhos, geração de áreas degradadas e transtornos ao tráfego urbano. No contexto urbano, os impactos da mineração são agravados pela proximidade entre áreas mineradas e aquelas habitadas. É o caso das vibrações, ruídos e dos impactos visuais causados pelos altos volumes de rocha e terra movimentadas (SOUZA, 2010).

Em termos gerais, os maiores problemas ambientais não se devem à mineração moderna, que dispõe de meios técnicos e recursos para manter a situação sob controle,

de acordo com as legislações ambientais e atendendo às expectativas e reivindicações das populações locais. Uma parcela significativa dos problemas vividos atualmente foi herdada do passado, em forma de passivo ambiental. Os rejeitos das minas contêm substâncias nocivas ao ambiente e ao homem, que continuam a causar problemas mesmo depois do fim do ciclo minerário.

A geração de resíduo na indústria de mineração na Amazônia preocupa a sociedade como um todo, em face de crescente implantação de grandes projetos de mineração em municípios próximos aos grandes centros urbanos, e as implicações ambientais inerentes aos descartes de imensas massas de resíduo gerado nos processos de produção da indústria minero-metalúrgica.

Considerando o meio ambiente, justifica-se o trabalho pelo aproveitamento de fibras e pela possível substituição de produtos convencionais, sobretudo aqueles à base de madeira, contribuindo assim, para evitar o desmatamento das florestas no Brasil.

Cientificamente, justifica-se pelo entendimento dos mecanismos de reforço entre as fibras naturais e as matrizes poliméricas, bem como a utilização dos resíduos industriais e a possibilidade de obter compósito com boas propriedades.

Do ponto de vista econômico e social, o trabalho justifica-se pelo custo inicialmente baixo, quando comparado com fibras sintéticas, como a fibra de vidro ou de carbono, podendo assim ser um incentivo para o desenvolvimento regional e da agropecuária familiar no Brasil que possui importância fundamental na geração de renda e empregos no interior do país, contribuindo de forma inédita com a produção e caracterizações dos compósitos poliméricos com uso de resíduos industriais (lama vermelha, caulim e cinzas) com as fibras vegetais (sisal, malva e juta).

1.3 INEDITISMO

O estudo aborda compósitos poliméricos com cargas de resíduos industriais e fibras vegetais, tendo como enfoque principal o emprego de matérias residuais, fibras vegetais e técnicas que sejam apropriadas à sua produção.

O estudo com as fibras vegetais de sisal, malva e juta foi realizado para explorar as propriedades dessas fibras ainda pouco utilizadas em compósitos de engenharia. As caracterizações realizadas nas fibras buscaram verificar as propriedades mecânicas, físicas e morfológicas, verificando suas interações com a matriz polimérica de poliéster.

O estudo com os compósitos produzidos com resíduos industriais e fibras vegetais foi realizado para analisar o desempenho das propriedades mecânicas, térmicas, resistência à chama e microestruturais dos compósitos, verificando junto a literatura pesquisada sua eficiência inerente e suas propriedades.

Um desempenho eficiente de novos materiais gerados de fibras vegetais em matriz polimérica significa uma maneira alternativa de causar menos danos ao meio ambiente e ao ser humano. As fibras vegetais utilizadas e seus compósitos não liberam CO₂ para atmosfera, além de todos os processamentos com essas fibras serem extremamente mais fáceis, menos danosos aos equipamentos e para a manipulação pelo homem, quando comparado às fibras sintéticas, além do que é uma alternativa de utilização menos agressiva ao meio ambiente, contribuindo de alguma maneira para dispor de novos materiais, agregando valor ao produto final.

Este trabalho pretende contribuir de forma inédita com a produção e caracterização dos compósitos poliméricos com uso de resíduos industriais (lama vermelha, caulim e cinza) com as fibras vegetais (sisal, malva e juta). Confeccionando e avaliando as propriedades físicas (porosidade aparente - PA, absorção de água - AA e massa específica aparente - MEA), mecânicas (tração, flexão e impacto), térmicas (termogravimetria - TGA), mineralógica (difração de raios-X - DRX), retardância à chama e análises morfológicas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos compósitos poliméricos em forma de placas com matriz pura, compósitos com fibras vegetais (sisal, malva e juta), compósitos em combinação com resíduos industriais (lama vermelha, caulim e cinza) e compósitos híbridos de resíduos industriais reforçados por fibras vegetais.

1.4 OBJETIVOS GERAL E ESPECÍFICOS

- **Objetivo Geral**

- Confeccionar e avaliar as propriedades dos materiais compósitos poliméricos com fibras naturais, compósitos em combinação com resíduos industriais e compósitos híbridos com inclusões de resíduos e fibras naturais. Para se obter um material com boas propriedades e baixo impacto ambiental.

- **Objetivos Específicos**

- Caracterizar mecânica, física e microestruturalmente as fibras vegetais de sisal, malva e juta;
- Confeccionar os materiais e realizar as caracterizações das propriedades físicas (porosidade aparente, absorção de água e massa específica aparente), mecânicas (tração, flexão e impacto), térmicas (termogravimetria), mineralógica (difração de raios-X), retardância à chama e morfológica dos compósitos poliméricos na forma de placa com as seguintes configurações:
 - ✓ Placas de matriz polimérica pura;
 - ✓ Placas de materiais compósitos de matriz polimérica com a inserção das fibras vegetais de sisal, malva e juta;
 - ✓ Placas de materiais compósitos de matriz polimérica com as cargas industriais de lama vermelha, caulim e cinzas, variando-se as proporções das frações mássicas em 10 % até sua saturação;
 - ✓ Placas de materiais compósitos híbridos com as cargas industriais de lama vermelha, caulim e cinzas juntamente com as fibras vegetais de sisal, malva e juta;
- Efetuar uma avaliação da correlação microestrutura / propriedades.

1.5 ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO

No Capítulo 1 enfatiza a introdução, os fundamentos das motivações, ineditismo e da proposição dos objetivos que levaram à pesquisa sobre a produção e caracterização dos compósitos poliméricos com a utilização de resíduos industriais (lama vermelha, caulim, cinza).

O Capítulo 2 apresenta uma revisão bibliográfica acerca de materiais compósitos, suas definições, classificações, processos de fabricação, propriedades e outros elementos importantes para esta pesquisa. Fazendo também uma revisão bibliográfica sobre compósitos poliméricos, fibras vegetais, propriedades dos compósitos e das fibras vegetais, fratura em compósitos. Comentando sobre as cargas industriais utilizadas no trabalho, as matrizes poliméricas.

O Capítulo 3 aborda os materiais e as metodologias experimentais utilizadas neste trabalho.

No Capítulo 4 apresenta os resultados do trabalho fazendo as análises, interpretações e discussões sobre os resultados encontrados.

No Capítulo 5 são formuladas as conclusões obtidas, resultantes de todo o desenvolvimento do trabalho.

No Capítulo 6 apresenta propostas para trabalhos futuros possíveis de serem realizados. E mostra o referencial bibliográfico utilizado no trabalho.

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 COMPÓSITOS

2.1.1 Definição e Classificação dos Materiais Compósitos

Os compósitos são definidos como materiais constituídos por uma mistura de fases macrocomponentes compostas por materiais que, geralmente, são diferentes sob os pontos de vista de composição química e forma. O aglomerante do material é chamado de matriz, que tem por função envolver os componentes, ou seja, compõe a forma do material. A matriz atua ainda como uma base que confere ductilidade e mantém a estrutura coesa e que, em resumo, contribui para que o conjunto se caracterize por boas condições de fabricação e a necessária flexibilidade. Os componentes inseridos na matriz atuam geralmente como substâncias de reforço ou enchimento da matriz, sendo as propriedades dos compósitos dependentes da natureza e das propriedades do reforço e da matriz.

De uma maneira geral, pode-se considerar um compósito como sendo qualquer material multifásico que exiba uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases que o constituem, de tal modo que é obtida uma melhor combinação de propriedades (CALLISTER Jr., 2002).

Em função dos tipos e arranjos dos reforços existentes, os compósitos podem ser classificados em duas grandes áreas: os de reforço particulado e os de reforço fibroso. Caso o reforço seja na forma de fibras, pode-se dispô-las em feixes paralelos entre si, de modo a formar e orientar o reforço em multidireções, multicamadas ou na forma de camadas isoladas ou lâminas. Os compósitos com camadas isoladas podem ser subdivididos em compósitos com fibras contínuas ou fibras curtas (LEVY NETO e PARDINI, 2006).

Embora possuam propriedades mecânicas inferiores quando comparados aos compósitos com fibras contínuas, os compósitos com fibras descontínuas oferecem maior facilidade de processamento a um menor custo. Nos compósitos com fibras descontínuas o carregamento na fibra é função de seu comprimento e geralmente segue a distribuição de *Weibull*. Os extremos das fibras são geralmente pontos concentradores

de tensões, que induzem tensões cisalhantes na interface (SILVA, 2003). As propriedades mecânicas dos materiais compósitos podem ser determinadas através de modelos como a regra das misturas e outros modelos de aproximação.

O interesse dos materiais compósitos está ligado a dois fatores: econômico e desempenho. O fator econômico vem do fato do material compósito ser muito mais leve que os materiais metálicos, o que implica numa economia de combustível e consequentemente, num aumento da carga útil (aeronáutica e aeroespacial). A redução na massa total do produto pode chegar a 30 % ou mais, em função da aplicação dada ao material compósito. O custo de fabricação de algumas peças em material compósito pode ser também sensivelmente menor se comparado com os materiais metálicos. O fator performance está ligado a procura por um melhor desempenho de componentes estruturais, sobretudo no que diz respeito às características mecânicas (resistência a ruptura, resistência à ambientes agressivos, etc.). O caráter anisotrópico dos materiais compósitos é um fator primordial para obtenção das propriedades mecânicas requeridas pelo componente. A leveza juntamente com as excelentes características mecânicas faz com que os materiais compósitos sejam cada vez mais utilizados dentro de atividades esportivas (PEREIRA, 2000).

Os materiais compósitos podem ser de ocorrência natural (osso, madeira, etc.) ou sintética (feitos pelo homem). Quando se deseja projetar um material compósito, o foco principal é atingir propriedades que não existem em nenhum outro material isolado (CALLISTER Jr., 2008).

A configuração de um material compósito contempla a transferência de carga aos componentes mais resistentes, conhecidos como reforços, os quais, frequentemente, estão dispersos em uma matriz, menos resistente, que os envolve. O formato e as características químicas desses componentes (matriz e reforços) são diferentes, mesmo após o processamento, apresentando uma interface bem definida (FERRANTE, 2002).

Um dos reforços mais utilizados para a fabricação de materiais compósitos é a fibra de vidro que, quando combinada com um material polimérico, forma um compósito relativamente rígido, resistente, flexível e dúctil e ainda de baixa densidade, conhecido como Polímero Reforçado com Fibra de Vidro (PRFV). Outro material de notável importância é o Polímero Reforçado com Fibra de Carbono (PRFC) que é formado por fibras de carbono impregnadas em material polimérico e são mais resistentes do que os reforçados com fibra de vidro (CALLISTER Jr., 2008).

Nos PRFV a resistência mecânica é acrescentada pela fibra de vidro que, inserida na matriz polimérica, torna-se um material bastante flexível.

A madeira é um compósito que não passa por processos de fabricação, não sofrendo ação humana, por este fato é conhecida como compósito natural no qual a matriz e os reforços são poliméricos.

A difusão no uso e desenvolvimento dos materiais compósitos foi marcante nos Estados Unidos a partir da Década de 70. Na Figura 2.1 observam-se as curvas representativas da previsão de evolução produtiva de alguns materiais nos Estados Unidos da América (PADILHA, 2000).

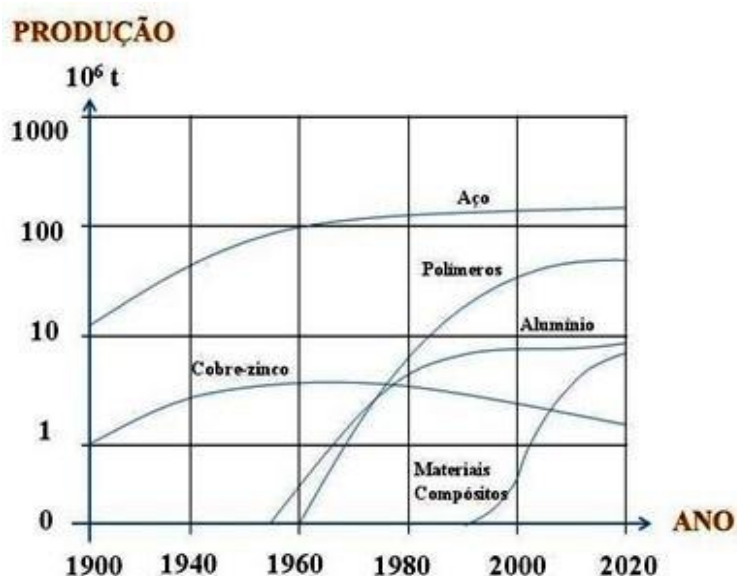


Figura 2.1 – Previsão de produção de alguns materiais nos Estados Unidos. Fonte: PADILHA, (2000).

A tipologia dos materiais compósitos é bastante variável e depende de uma série de fatores. Ao se observar a forma como o material de reforço é distribuído, podem-se classificar os compósitos em fibrosos (reforçados por fibras), laminados (estruturais) e particulados. Observa-se, na Figura 2.2, a classificação dos materiais compósitos (FERRANTE, 2002).



Figura 2.2 – Classificação dos materiais compósitos. Fonte: Adaptado de BRAGA, (2010).

Os fibrosos são formados por fibras contínuas ou descontínuas inseridas na matriz. Como exemplos destes tem-se as madeiras, ossos, PRFV (Polímero Reforçado com Fibra de Vidro), PRFC (Polímero Reforçado com Fibra de Carbono), MRFB (Metal Reforçado com Fibra de Boro). Na Figura 2.3 podem ser observadas as formas de utilização de fibras para fabricação de materiais compósitos (FERRANTE, 2002).

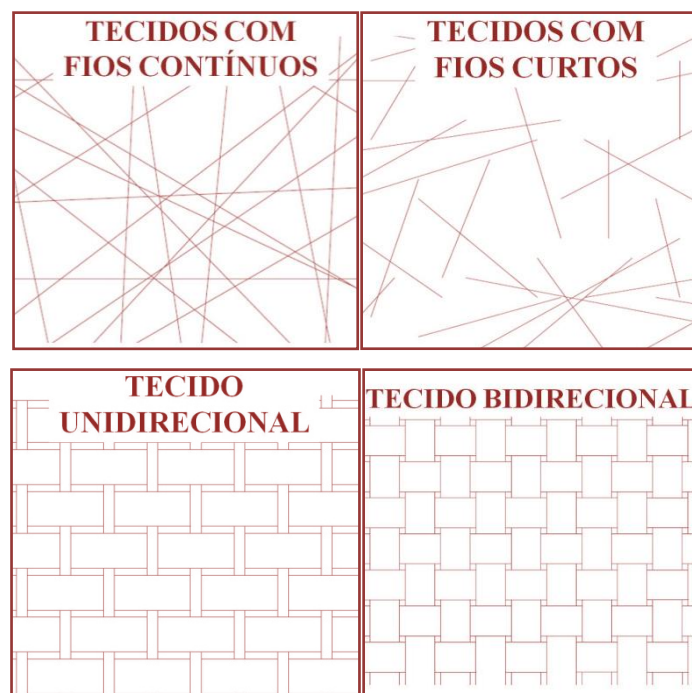


Figura 2.3 – Formas de utilização de fibras para fabricação de materiais compósitos. Fonte: Adaptado de BARROS, (2006).

Os compósitos laminados apresentam camadas diferentes de materiais e dispostos de maneira alternada como, por exemplo, papel impregnado com polímero (FERRANTE, 2002). A configuração de um painel sanduíche pode ser observada na Figura 2.4.

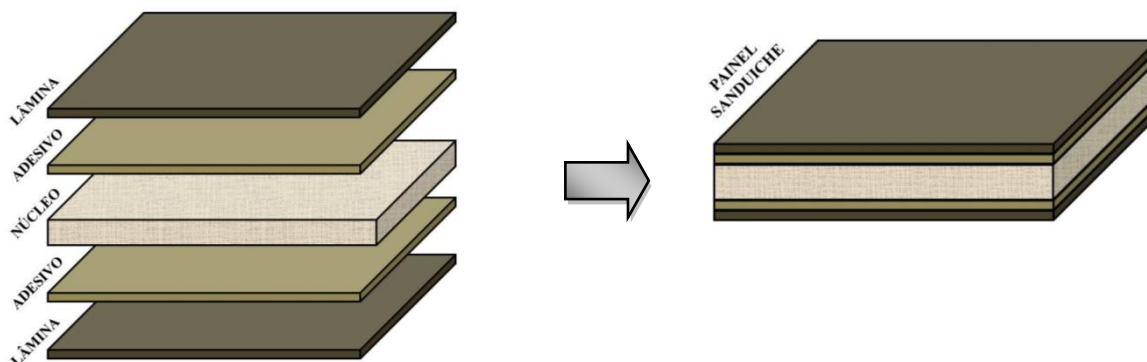


Figura 2.4 – Configuração de um painel sanduíche. Fonte: Adaptado de ALMEIDA, (2009).

Nos particulados os reforços são equiaxiais e muitas vezes apresentam formato esférico. Compósitos de matrizes metálicas ou poliméricas podem ser ótimos exemplos deste tipo de material (FERRANTE, 2002). O compósito particulado tem sua configuração representada na Figura 2.5.

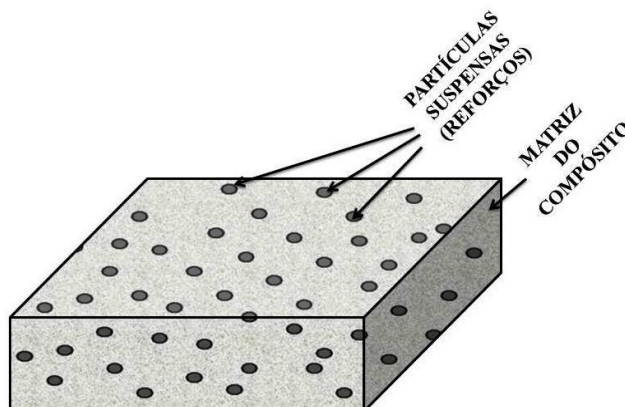


Figura 2.5 – Configuração de um compósito particulado. Fonte: Adaptado de BRAGA, (2010).

Considerando a natureza da matriz, podem ser classificados como: Compósitos de Matriz Polimérica (CMP), Compósitos de Matriz Metálica (CMM) e Compósitos de Matriz Cerâmica (CMC).

Também conhecidos como plásticos reforçados, os compósitos de matriz polimérica possuem em sua estrutura uma fase de material polimérico predominante. Entre os compósitos de matriz polimérica com reforços fibrosos, as matrizes termofixas são as mais aplicadas, pois não necessitam ser moldadas por injeção e, por este motivo,

apresentam menor risco de deteriorização das fibras. As matrizes termoplásticas evoluíram mais lentamente devido ao processo de moldagem por injeção, a elas aplicado, pois este envolve alta temperatura e pressão, promovendo a quebra indesejável das fibras e comprometendo o desempenho do compósito final (TROMBETTA, 2010; FERRANTE, 2002).

Os Compósitos de Matriz Metálica (CMM) são formados por uma matriz de metal dúctil e apresenta uma série de vantagens quando comparado aos compósitos com matriz polimérica como, por exemplo, maiores temperaturas de operação, não são inflamáveis e resistência à degradação por fluidos orgânicos, porém são mais caros (CALISTER Jr., 2008). A aplicabilidade destes compósitos ainda é restrita, porém, muitos compósitos de matriz metálica estão sendo desenvolvidos (VENTURA, 2009).

Nos Compósitos de Matriz Cerâmica (CMC) a matriz é formada por ligas metálicas e não metálicas. Os principais tipos de reforço utilizados nos CMC's são: fibras contínuas, fibras descontínuas e partículas. O carboneto de silício e o óxido de alumínio são usados principalmente como fibras contínuas e fibras descontínuas; como partículas utiliza-se o carboneto de silício. Apresentam propriedades importantes como, alta resistência à oxidação e à deterioração em temperaturas elevadas, porém a tenacidade à fratura é um aspecto que vem sendo melhorado com o desenvolvimento de novos CMC's (CALLISTER Jr., 2008).

2.1.2 Compósitos Poliméricos

São materiais de moldagem estruturais constituídos por uma fase continua polimérica (plástico) reforçada por uma fase descontinua fibrosa e que se agregam físico-quimicamente após um processo de polimerização (curado), ou seja, são também denominados de plásticos reforçados com fibras.

Geralmente a fase descontinua é formada por fibra de vidro, aramida ou de carbono, dependendo da aplicação final. A fase polimérica é normalmente constituída por uma resina termofixa do tipo poliéster insaturada (ortoftálica, tereftálica, isoftálica ou bisfenólica), dissolvida em solvente reativo como o estireno ou ainda uma resina éster vinílica ou epóxi.

Na moldagem destas duas fases ocorre um “endurecimento” polimérico através de um processo de cura, que acopla as duas fases, proporcionando ao material final, propriedades especiais que definem sua moderna e ampla aplicabilidade. Propriedades

como leveza, flexibilidade, durabilidade, resistência e adaptabilidade, transformam os compósitos poliméricos nos materiais do futuro.

Várias resinas termoplásticas e termofixas vem sendo utilizadas como matrizes em compósitos. As resinas termofixas mais utilizadas em compósitos de alto desempenho são as fenólicas, epóxis, bismaleimidas e poliamidas. Essas resinas exibem excelente resistência a solventes assim como a altas temperaturas. Estima-se que mais de três quartos de todas as matrizes de compósitos poliméricos sejam constituídas por polímeros termofixos (MATTEWS *et al.*, 1994 apud PAIVA *et al.*, 1999). Nos últimos anos a procura por materiais ecologicamente corretos têm desenvolvido materiais de matrizes poliméricas com fibras naturais. Os baixos custos destas fibras, originárias de fontes renováveis e inesgotáveis, a baixa densidade, menor abrasão nas máquinas de processamento e a boa adesão a matriz fazem que o uso destas fibras em compósitos estruturais cresça no setor industrial.

2.1.2.1 Características dos Compósitos Poliméricos

- **Leveza** - Devido ao peso específico das resinas e das fibras de reforço, os produtos fabricados a partir dos compósitos poliméricos apresentam um baixo peso específico, o que faz com que sejam amplamente utilizados nas indústrias aeronáutica, naval e automobilística.
- **Resistência Química** - Apresentam excepcional inércia química permitindo sua utilização em ambientes agressivos quimicamente. Além disso, inúmeros aditivos especiais e resinas específicas estão a disposição no mercado para solucionar aplicações que requeiram propriedades além das usuais.
- **Durabilidade** - Apresentam alta durabilidade em consequência de sua composição e ao *crosslinking* polimérico formado durante o processo de moldagem.
- **Resistência Mecânica** - Apresentam excelente resistência mecânica devido as suas características e a variedade de combinações que podem ser realizadas entre as resinas e os materiais de reforço.
- **Resistência às Intempéries** - Apresentam grande resistência aos efeitos do vento, da umidade, do sol e das oscilações térmicas. Além disso, quando características não usuais são requeridas, aditivos como protetores de UV, agentes anti-dust, resinas especiais são amplamente utilizáveis.

- **Facilidade na Manutenção** - Apresentam fáceis e simples técnicas de reparo e manutenção.
- **Flexibilidade Arquitetônica** - Os compósitos têm uma grande vantagem sobre outros materiais estruturais, pois moldes com formas complexas são facilmente adaptáveis aos processos em utilização.

2.1.2.2 Fabricação dos Compósitos Poliméricos

O desenvolvimento e a maneira com que os diferentes componentes dos compósitos são combinados estão intimamente relacionados com seus métodos e processos de fabricação. O processo de fabricação a ser utilizado na fabricação de um compósito depende do que se quer obter como produto final (formato da peça, dimensão, e acabamento) e a escala de produção necessária na fabricação. Kelly e Mileiko (1983), classificam os tipos de processos mais em uso nos plásticos reforçados em função do tipo de molde a ser utilizado: molde aberto ou fechado.

Processos em molde aberto utilizam, em geral, baixa tecnologia e baixa escala de produção. São eles:

- **Laminação manual (*Hand Lay Up*)**: Feltros de fibras enrolados, mechas trancadas, mantas e outros tecidos de fibras são colocados sobre o molde e impregna-se com resina utilizando-se um pincel. Para melhorar o processo de impregnação, são usados rolos como objetivo de eliminar bolhas. O processo continua com a colocação das camadas até a obtenção da espessura (ou configuração) desejada para a peça. O moldado é curado sem calor nem pressão.
- **Laminação à pistola (*Spray Up*)**: Fios cortados e resina são projetados simultaneamente em um molde preparado e um rolo é passado para melhorar o processo de impregnação (diminuindo a presença de bolhas) e antes que a resina endureça.
- **Centrifugação**: Misturas de fibras e resina são introduzidas em um molde rotatório e curadas "in situ".
- **Enrolamento (*Filament Winding*)**: A modelagem é feita através de enrolamento das fibras contínuas (*roving*) sobre molde rotatório. Também podem ser utilizadas mantas ou tecidos intercalados as etapas de enrolamento do *roving*. Este processo é bastante utilizado na fabricação de peças cilíndricas e tubulações.

Os processos em molde fechado são caracterizados pela presença de molde e contramolde, bem como pelo uso de alta tecnologia e produção em média e alta escala. São eles:

- **Moldagem por compressão:** Processo utilizando o pré-impregnado (preg-preg - SMC, BMC, HMC, etc.), ou seja, semi produtos acabados, onde as fibras já se encontram previamente impregnadas pela resina ao serem colocadas no molde aquecido.
- **Injeção:** Processo utilizado para alta produção e na confecção de peças de formas variadas. A injeção da resina é feita por pressão em um molde fechado contendo em seu interior um reforço pré-formado. Os processos mais conhecidos são: RTM (*Resin Transfer Molding*), RIM (*Resin Injection Molding*) e R-RIM (*Reinforced RIM*).
- **Pultrusão:** Neste processo fibras impregnadas com resinas são tracionadas através de moldes aquecidos, produzindo assim a polimerização da resina. É o processo utilizado na obtenção de perfis.

2.1.3 Influência da Interface nas Propriedades dos Compósitos

A adesão na interface fibra/matriz exerce profunda influência sobre as propriedades do material compósito. Se a interação ocorre via ligação química (e não somente via, por exemplo, ligações hidrogênio), as interações são as mais intensas que se pode esperar.

As propriedades mecânicas de polipropileno (PP) reforçado com fibras são fortemente influenciadas pelo tipo e grau de interações interfaciais alcançadas, dependendo da eficiência do agente de acoplagem e do compatibilizante interfacial polimérico usado no compósito.

O modelo clássico da micromecânica de reforço em compósitos poliméricos estipula que a interface polímero/reforço seja composta de uma camada restrita fina e rígida, de perfeita adesão interfacial ou com altas forças friccionais entre fibra e matriz, para assegurar uma eficiente transferência de tensão (PLUEDDEMANN, 1991).

As características interfaciais dos materiais compósitos dependem dos aspectos estruturais das vizinhanças e das propriedades físicas e químicas dos constituintes dos compósitos (RANA *et al.*, 1998).

O desenvolvimento de uma ligação química ou de uma interação de natureza física pode fornecer a adesão desejada entre a fibra e a matriz. Quando essa interação

não ocorre com a intensidade necessária, pode-se recorrer ao uso de modificadores (GAUTHIER *et al.*, 1998; RANA *et al.*, 1998).

Sendo os compósitos considerados materiais multifásicos, a adesão entre o componente de reforço e o componente matricial é considerada um fator de grande importância podendo ser, em muitos casos, determinante para o desempenho do material. A interface entre os elementos apresenta influência dominante sobre as características do conjunto, sendo tão importante quanto às propriedades e características dos materiais empregados, cuja principal função é permitir que ocorra uma adequada transferência dos esforços entre o reforço e a matriz. Consequentemente, ela é a principal responsável pela existência de um trabalho conjunto (HANCOX, 1991; GAY *et al.*, 2003).

Na teoria, geralmente se aceita a premissa de que fibras de maior desempenho tendem a fornecer compósitos de maior desempenho. Porém, isso não ocorre, necessariamente, desta forma. Em muitos casos, durante a solicitação do esforço mecânico, quando a interface é considerada fraca, observa-se que a maioria das fibras é arrancada da matriz, demonstrando assim que o fator crítico não é a resistência da fibra e sim a eficiência da adesão desta à matriz (YOSOMIYA *et al.*, 1989; HOLLAWAY, 1994).

A adesão entre os elementos de um compósito pode ser mecânica ou físico química e está centrada nas características da interface entre eles. Um fator que contribui para uma maior adesão na interface é a atração entre os átomos polares da matriz e da superfície inorgânica de algumas fibras. Essas forças de baixa energia ocorrem somente quando ambos os componentes apresentam similaridade química. Outro fator importante é a possibilidade de existência de ligação química entre os componentes, quando um dos grupos presentes na matriz é capaz de reagir com os grupos polares existentes nas fibras (REZENDE, 2000; FÉLIX, 2002).

A interação química entre as superfícies permite que os esforços mecânicos sofridos pelo material sejam transferidos com mais eficiência da matriz para o reforço, fazendo com que melhorem as propriedades mecânicas do material. Danos inerentes ao descolamento na interface matriz-fibra também podem ser prevenidos pela utilização de materiais com baixos valores de coeficiente de Poisson. Isto significa que, quando solicitadas, elas não vão variar intensamente sua seção transversal, prevenindo problemas de adesão (REZENDE, 2000; MENDONÇA, 2005).

2.2 MATRIZES

2.2.1 Matrizes poliméricas

2.2.1.1 Definição e Classificação de Matrizes Poliméricas

A matriz nos materiais compósitos, além de dar a forma ao produto final, tem por finalidade básica atuar como um meio de transferência de carga para os reforços, através da área de contato entre a fibra e a matriz, e proteger o reforço da abrasão mútua, danos e meios de degradação (CORREIA, 1988).

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

Por reações de polimerização entendem-se aquelas em que substâncias simples (monômeros) reagem entre si, combinando suas moléculas e formando moléculas maiores, caracterizadas pela repetição de uma unidade básica (“mero”). Por essa razão, os produtos desse tipo de reação são também conhecidos como polímeros (MANO, 1985).

O número de vezes que a unidade básica na molécula do polímero é repetida representa o grau de polimerização. Normalmente, maiores graus de polimerização asseguram melhores propriedades físicas do produto e, por isso, o objetivo da produção de polímeros será o de obter os chamados altos polímeros, para materiais plásticos em geral. Entretanto, ao contrário do que ocorrem com os produtos químicos comuns, os polímeros se constituem, na verdade, de uma mistura de moléculas com pesos moleculares variados, estatisticamente distribuídos em torno de um valor médio. Assim sendo, também o grau de polimerização é um valor médio, o qual dá uma indicação do comprimento médio das moléculas presentes na resina (MANO, 1985).

Os polímeros podem ter suas cadeias sem ramificações, admitindo conformação em zigue-zague (polímeros lineares) ou podem apresentar ramificações, cujo grau de complexidade pode ir até o extremo da formação de retículos, resultando então o que se denomina polímero reticulado, ou polímero com ligações cruzadas, ou polímero tridimensional. Como consequências imediatas, surgem propriedades diferentes no produto, especialmente em relação a fusibilidade e solubilidade (ODIAN, 1991).

Os ramos laterais dificultam a aproximação das cadeias poliméricas, portanto diminuindo as interações moleculares, acarretam prejuízo às propriedades mecânicas, “plastificando” internamente o polímero (ODIAN, 1991).

Os polímeros podem ser agrupados em função do tipo de reação utilizada em sua obtenção e quanto à técnica de polimerização empregada. Esses fatores afetam significativamente as características dos polímeros produzidos. Existem quatro técnicas industriais empregadas na polimerização de um monômero: a polimerização em massa, em dispersão, em suspensão e em emulsão. Cada uma destas técnicas possui condições específicas, originando polímeros com características diferentes (BOTELHO, 2006).

Em função do comportamento mecânico, os polímeros são classificados em três grupos:

- **Borrachas ou elastômeros** - possuem longa faixa de elasticidade na temperatura ambiente, baixo módulo e deformações elevadas;
- **Plásticos (termoplásticos ou termofixos)** - possuem como componente principal um polímero orgânico sintético, tendo usualmente por base resinas sintéticas ou polímeros naturais modificados e são passíveis de receber diferentes formas.
- **Fibras** - são filamentos que possuem elevada razão entre o comprimento e sua seção transversal, módulo elevado, deformação relativamente pequena.

2.2.1.2 Resina Poliéster

As resinas de poliéster são de uma família de polímeros formados da reação de ácidos orgânicos dicarboxílicos e glicóis que, quando reagidos, dão origem a moléculas de cadeias longas lineares. Se um ou ambos constituintes principais são insaturados, ou seja, contêm uma ligação dupla reativa entre átomos de carbono, a resina resultante é insaturada. A reação de síntese da resina poliéster é uma reação de polimerização por condensação em etapas, ou seja, a reação de um álcool (base orgânica) com um ácido, resultando em uma reação de esterificação, formando um éster e água (LEVY NETO e PARDINI, 2006). A Figura 2.6 mostra a representação esquemática da síntese de um éster insaturado.

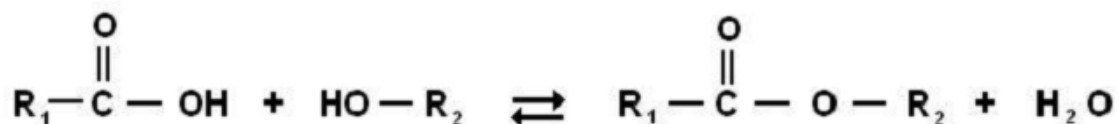


Figura 2.6 – Esquema da síntese de um éster insaturado. Fonte: LEVY NETO e PARDINI, (2006).

A estrutura de um poliéster insaturado é composta geralmente de três componentes básicos: ácidos saturados, ácidos insaturados e glicóis. O ácido insaturado, geralmente ácido maleico ou ácido fumárico, proporciona insaturações dentro da cadeia polimérica, as quais serão pontos reativos durante o processo de cura da resina. O ácido saturado é responsável pela distância entre as insaturações ao longo da cadeia poliéster, e o glicol proporciona o meio para a reação de esterificação e a formação de ligação entre ácidos saturados e insaturados (PEDROSO, 2002).

O polímero de cadeia linear formado é dissolvido em um monômero polimerizável, geralmente o estireno, e o material resultante é a chamada resina poliéster. A resina pode ser curada, formando um polímero termofixo reticulado, através de um processo de poliadição, com o auxílio de um iniciador. Às vezes, o iniciador é ativado por um composto chamado ativador. É usual (embora incorreto) chamar o iniciador usado para curar a resina de “catalisador”. Similarmente, o ativador é chamado de “acelerador” (PEDROSO, 2002). No início da reação, é necessário que as duplas ligações (insaturações) sejam rompidas para que as interligações ocorram. Esse problema pode ser resolvido pelo aquecimento da resina, pela aplicação de radiações eletromagnéticas, ou pela adição dos catalisadores e aceleradores de reação. Os radicais livres do catalisador atacam as insaturações no poliéster ou no estireno, para iniciar a reação de polimerização em cadeia, a qual dá origem a um copolímero estireno-poliéster, formando assim uma rede tridimensional termorrígida (LEVY NETO e PARDINI, 2006).

Como é uma reação de adição em cadeia, não há formação de produtos adicionais. Para cura à temperatura ambiente, o catalisador mais utilizado é o peróxido de metil-etil-cetona (MEKP), utilizado juntamente com os aceleradores naftenato de cobalto (CoNap), ou dimetilanilina (DMA), na proporção de 0 a 0,3 % em massa. As resinas de poliéster insaturado são comercializadas com acelerador de tal forma que o sistema reativo seja obtido pela mistura pré-acelerada com o catalisador. A quantidade de catalisador e acelerador controla a velocidade de reação e, portanto, o tempo de gel e a temperatura máxima atingida durante a reação.

Para moldagem sob pressão a quente, são utilizados catalisadores sem a utilização de aceleradores, e a mistura é estável por um tempo relativamente longo à baixas temperaturas. Uma vez iniciada a reação, por meio de um acréscimo de temperatura, a mistura tem um tempo de gel, pois a reação de polimerização é exotérmica. Curas realizadas à temperatura elevada têm usualmente pouco tempo de duração.

Como há um grande número de ácidos e glicóis disponíveis, há possibilidade de se obter um grande número de variações de resina. Se empregados apenas biácidos insaturados na fabricação das resinas de poliéster, o espaçamento entre as duplas ligações seria curto, resultando em um material frágil e quebradiço. Sendo assim, é necessário que a formação básica do poliéster tenha em sua composição biácidos saturados que atuam como extensores de cadeia. Quanto maior a quantidade e quanto maior a proporção de ácido saturado, mais tenaz será a resina de poliéster depois de polimerizada, e menor encolhimento na cura será observado. A Figura 2.7 ilustra esquematicamente a estrutura básica do processo de cura da resina poliéster.

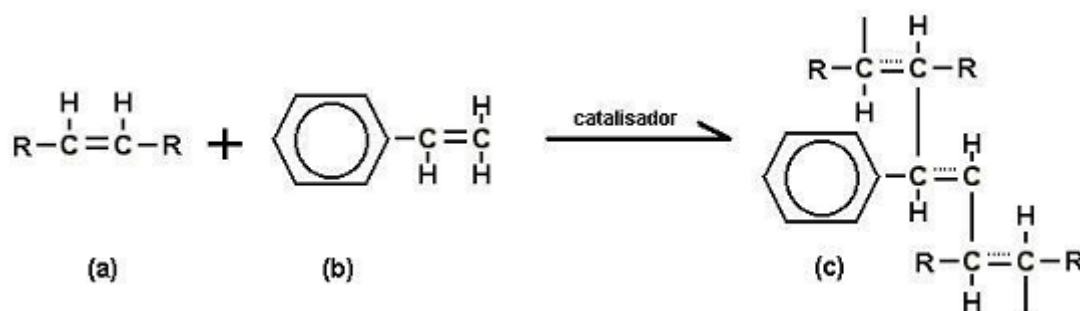


Figura 2.7 – Estrutura básica do processo de cura da resina poliéster. (a) poliéster insaturado; (b) monômero de estireno; (c) poliéster curado. Fonte: RODRIGUES, (2008).

As principais resinas poliéster são as ortoftálicas, as tereftálicas, as isoftálicas e as bisfenólicas. Existem ainda algumas outras variações que são desenvolvidas periodicamente para necessidades específicas como as de ácido HET (melhor resistência química), bromadas (características anti-chamas), *low-profile* (baixa contração), emulsionadas (baixo teor de estireno-ecológica), etc.

As resinas ortoftálicas são aquelas que, na sua composição, são utilizadas como ácidos modificadores o ftálico ou seu anidrido. Suas propriedades mecânicas e químicas são inferiores às demais, devido à dificuldade de se obter polímeros de alto peso molecular. O anidrido ftálico tem forte tendência de se regenerar a partir dos meios ésteres do ácido ftálico (reação reversível), fato que incrementa a presença de espécies de baixo peso molecular, altamente sensíveis ao ataque químico.

As resinas bisfenólicas são produtos da reação simplificada do óxido de propileno e o bisfenol A, resultando no bisfenol A propoxilado que depois reagirá com o ácido insaturado. Por isso este tipo de resina possui poucos pontos sujeitos a hidrólise. Sua estrutura com anéis aromáticos deixa o polímero com uma estrutura mais fechada, tornando-a mais resistente térmica e quimicamente com uma alta dureza. Recomendada principalmente para peças que vão sofrer ataques químicos.

2.2.1.2.1 Resina de Poliéster Insaturada Isoftálica

O poliéster insaturado é produzido quando qualquer dos reagentes contém insaturações, cuja denominação insaturada é proveniente da presença de duplas ligações presentes na sua cadeia molecular. A insaturação do poliéster é dada, geralmente, pelo ácido ou anidrido maleico, assim como pelo seu isômero e ácido fumárico. Esses poliésteres insaturados contêm insaturações ao longo do comprimento da cadeia molecular que, no momento da reação de cura do polímero, serão quebradas pela ação de um catalisador (peróxido orgânico, calor ou radiação), para reagirem novamente entre si, dando origem a um polímero tridimensional de características termoestáveis e, portanto, infusíveis e irreversíveis. As zonas reativas insaturadas $C=C$, presentes na cadeia do pré-polímero, são as que reagem com as moléculas de estireno durante a polimerização (HOLLAWAY, 1994; CASSIS e TALBOT, 1998; BENDEZÚ, 2002).

A adição do monômero de estireno, que também possui insaturações e é considerado o monômero insaturado mais utilizado por motivos técnicos e econômicos, reduz o tempo de copolimerização quando comparado com o tempo que requerem aquelas que são homopolimerizadas, alcançando resistência mecânica rapidamente. A adição de estireno produz o benefício adicional da facilidade na manipulação do material líquido, que deverá ser armazenado, transportado e conformado no molde final (CASSIS e TALBOT, 1998; BENDEZÚ, 2002).

Nas resinas isoftálicas, o ácido isoftálico, representado na Figura 2.8, não forma anidrido cíclico, não sofre a desvantagem de regeneração, como é o caso de outras resinas poliésteres (ortoftálicos), e consequentemente, podem ser obtidos poliésteres de alto peso molecular, ou seja, cadeias mais longas. Tais cadeias conferem ao produto final maior resistência mecânica, pois absorvem melhor impactos. Consequentemente, tornam-se polímeros de maior resistência química e térmica (CASSIS e TALBOT, 1998).

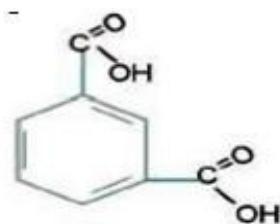


Figura 2.8 – Ácido Isoftálico.

Os grupos ácidos são separados por um carbono do anel de benzeno que aumenta a produção de polímeros com maior linearidade e peso molecular mais elevado na reação da esterificação representado na Figura 2.9 (HANCOX, 1991; CASSIS e TALBOT, 1998).

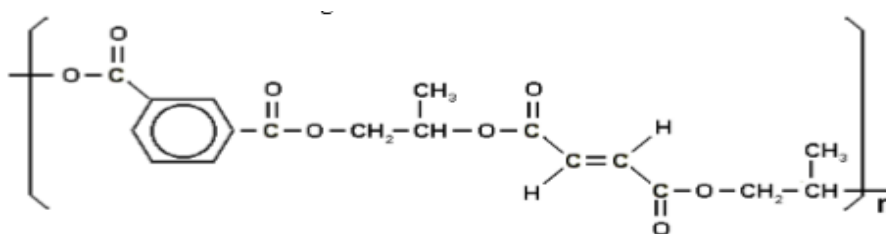


Figura 2.9 – Cadeia Poliéster Isoftálica.

Suas principais aplicações comerciais são a confecção de tanques, tubulações e acessórios reforçados com fibras de vidro, os quais necessitam ser submetidos a ambientes quimicamente agressivos, moldados em processo aberto (laminação manual ou a pistola) ou enrolamento filamentar. Um dos seus usos mais comuns é como camada de revestimento Gel Coats e barreira química para piscinas e banheiras (HOLLAWAY, 1994; CASSIS e TALBOT, 1998).

2.3 CARGAS

Cargas (materiais de enchimento) podem ser adicionadas nas resinas por diversas razões, mas uma das principais é a redução de custos gerais na manufatura. Quase qualquer material pulverizado pode ser usado como carga, sendo os mais comuns oriundos de depósitos naturais (SAROJA *et al.*, 1998). O uso de cargas inertes tem numerosas justificativas para elas serem incluídas numa composição de poliéster, tais como, menor exotermia na cura da resina poliéster, menor retração do material, maior módulo de flexão, maior resistência ao desgaste por abrasão, menor custo do produto

final, pigmentação, tixotropia, retardamento de chama, isolamento elétrico e outras. Porém, como cargas inertes comprometem as propriedades físico-mecânicas, nem sempre seu uso é recomendado. Por isso, antes de se decidir pelo uso devem-se ter em conta as exigências técnicas que o artefato precisa satisfazer (GRISON *et al.*, 1987).

Estudos confirmaram que a dispersão de argilas funcionais em matrizes poliméricas para obter as chamadas estruturas de nanocompósitos exibiram inflamabilidade reduzida, assim como melhoria nas propriedades mecânicas comparados com análogos convencionais. Essa inflamabilidade reduzida é geralmente observada como uma taxa reduzida de calor liberado, assim como um aumento na formação de verniz (NAZARÉ *et al.*, 2006).

Em geral, o mecanismo dos retardantes de chama de nanocompósitos envolve um verniz de material carbonáceo-silicato de alta desempenho que se forma na superfície durante a queima. Isso isola o material submerso e reduz a taxa de perda de massa de produtos de decomposição (RAY e OKAMOTO, 2003).

2.3.1 Lama Vermelha

O óxido de alumínio (conhecido como alumina), na sua forma calcinada (como é obtido pelo processo Bayer), tem seu uso mundial estimado em 50 % para produção de refratários, 20 % para produção de abrasivos e 25 % para a produção de cerâmica. Aluminas calcinadas são usadas tanto em cerâmicas eletrônicas (que constitui componentes integrais de dispositivos eletrônicos como computadores e etc.) como em estruturais. Esmaltes, porcelanas e isolantes elétricos cerâmicos contêm de 5 a 25 % de alumina para aumentar a força e a resistência a impacto (OLIVEIRA, 2013b).

A alumina é obtida industrialmente através do processo Bayer, que usa como matéria-prima a bauxita. A bauxita é um material heterogêneo composto principalmente por um ou mais minerais de hidróxido de alumínio, tal como Gibbsita ($\text{Al}(\text{OH})_3$), Boehmita ($\text{AlO}(\text{OH})$) e diásporo ($\text{AlO}(\text{OH})$) em adição a várias combinações de sílica, alumino-silicatos, óxido de ferro (Fe_2O_3), óxido de titânio (TiO_2) e outras impurezas tais como carbonatos e sulfitos em traços (DJURIC *et al.*, 2010). A Figura 2.10 mostra a lama vermelha.



Figura 2.10 – Lama Vermelha.

As propriedades da lama vermelha variam de maneira significativa de diferentes bauxitas e diferentes métodos de produção, porém, as propriedades básicas são o alto pH (variando de 10 a 12,5) e distribuição extremamente fina de sólidos em suspensão com teor de 15 a 30 % de sólidos. Esse resíduo possui composição química complexa e devido aos altos teores de cálcio e hidróxido de sódio em associação com as grandes quantidades produzidas anualmente, é relativamente tóxico e um sério poluente ambiental (CABLIK, 2007; HIND *et al.*, 1999; LIU e WU, 2012).

Desse modo, muitos pesquisadores têm buscado a utilização da lama vermelha em diversas aplicações industriais, tais como neutralização de solos ácidos (VARNAVAS *et al.*, 2005), enriquecimento de ferro e cálcio em terrenos pantanosos (VARNAVAS *et al.*, 2007), utilização em argamassas (RIBEIRO *et al.*, 2012) e utilização como carga (material de enchimento) em compósitos de matrizes poliméricas (SOUZA, 2008).

Em se tratando de compósitos de matrizes poliméricas, a lama vermelha apresenta uma compatibilidade razoavelmente boa com resinas poliéster. Esse resíduo pode ser utilizado como potencial carga para produzir compósitos de matriz de poliéster de custo efetivo (MAHAPATRA e DATTA, 2011).

Foi evidenciado que a adição de lama vermelha em resina termofixa de poliéster insaturada reduz as resistências à tração e à flexão, provocando um aumento significativo na densidade. (CUNHA *et al.*, 2012). O mesmo foi observado para compósito de poliéster insaturada reforçado com fibra de vidro (PRFV), porém, com aumento significativo não só da densidade, mas também da resistência à abrasão (JENA e SATAPATHY, 2011). Essa mesma redução de resistência à tração foi observada

comparando compósito híbrido de fibras de juta e de vidro em matriz de resina epóxi, com e sem lama vermelha (DASH *et al.*, 2010).

Porém, a redução de resistências pode ser contornada através da adição de fibras de reforço, sendo as fibras naturais muito utilizadas atualmente pelo apelo ambiental. Um trabalho anterior mostrou que compósitos de poliéster reforçado com fibra natural (PRFN), neste caso fibra de sisal, com carga de lama vermelha, apresentaram resistências a impacto e à flexão maiores do que sem lama vermelha (ARUMUNGA PRABU *et al.*, 2012).

Tendo em vista a opção de reforçar com fibras o compósito carregado com lama vermelha, é possível otimizar a composição do compósito com base nas multirrespostas avaliadas. Em um trabalho essa otimização foi feita para compósitos com lama vermelha e fibra de sisal, com base nas resistências à tração, flexão e a impacto, e assim, foi encontrada a composição (teores de lama e fibra, comprimento a fibra e tratamento químico realizado na fibra) ótima, ou seja, a composição que maximiza as resistências avaliadas (ARUMUNGA PRABU *et al.*, 2012).

2.3.2 Caulim

O caulim é uma rocha formada por um grupo de silicatos hidratados de alumínio, principalmente caulinita e haloisita. Essa rocha ainda é constituída de outras substâncias na forma de impurezas como por exemplo: areia, quartzo, palhetas de mica, grãos de feldspato, óxidos de ferro e titânio, etc (CORRÊA, 2009 apud SILVA FILHO, 2014). Embora o mineral caulinita, teoricamente apresente a fórmula $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, outros elementos além do alumínio, silício, hidrogênio e oxigênio encontram-se geralmente presentes na sua estrutura em posições mais complexa e muitas vezes desconhecidas. O caulim apresenta uma estrutura lamelar composta de folhas de tetraedros de Si e octaedros de Al com oxigênios comuns, com formação de uma camada 1:1 (MASCARENHAS *et al.*, 2001) (Figura 2.11.).

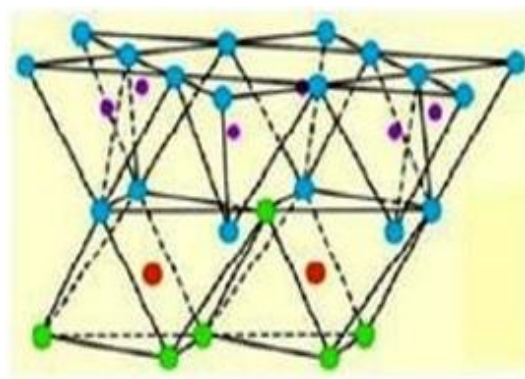


Figura 2.11 – Estrutura do Caulim.

O caulim tem muitas aplicações industriais e novos usos estão sendo constantemente pesquisados e desenvolvidos. É um mineral industrial de características especiais, porque é quimicamente inerte em uma ampla faixa de pH; tem cor branca, apresenta ótimo poder de cobertura quando usado como pigmento ou como extensor em aplicações de cobertura e carga, é macio e pouco abrasivo, apresenta baixa condutividade térmica e elétrica e seu custo é mais baixo (CORRÊA, 2009 apud SILVA FILHO, 2014).

Suas principais aplicações são como agentes de enchimento (*filler*) no preparo de papel; como agente de cobertura (*coating*) para papel couché e na composição das pastas cerâmicas. Em menor escala o caulim é usado na fabricação de materiais refratários, plásticos, borrachas, tintas, adesivos, cimentos, inseticidas, pesticidas, produtos alimentares e farmacêuticos, catalisadores, absorventes, dentifrícios, clarificantes, fertilizantes, gesso, auxiliares de filtração, cosméticos, produtos químicos, detergentes e abrasivos, além de cargas e enchimentos para diversas finalidades. Atualmente há grande variedade de aplicações industriais. Das reservas brasileiras (medidas e indicadas), aproximadamente 97 % encontram-se na região norte do País, nos estados do Pará (Imerys S/A e PPSA), Amapá (CADAM) e Amazonas (Mineração Horboy Clays Ltda). O mercado produtor de caulim apresenta-se concentrado e competitivo. Os Estados Unidos juntamente com a Comunidade dos Estados Independentes, Coréia do Sul, República Tcheca, Brasil e Reino Unido, são responsáveis por 62 % do caulim produzido no mundo. É importante ressaltar que apenas o Brasil disponibiliza o minério já beneficiado para o mercado interno e externo a ser utilizado na indústria de papel, o qual responde por 7 % da produção mundial (SENA e MÁRTIRES, 2007).

Grandes depósitos de caulim com ampla distribuição são encontrados no mundo. Esses depósitos são classificados em dois tipos principais de acordo com sua gênese: depósitos primários, que resultam da alteração hidrotermal ou intempérica de rochas cristalinas, e os secundários que resultam dos processos de erosão e deposição de depósitos primários (MÁRTIRES, 2010).

No Brasil, as reservas são da ordem de 5,0 bilhões de toneladas e concentram-se em sua quase totalidade (93 %) nos depósitos sedimentares dos três maiores distritos caulíniferos do país: Rio Capim, no Estado do Pará; Jari, no Estado do Amapá; e no Estado do Amazonas, no município de Manaus. Neste último distrito se concentram 68 % das reservas conhecidas no país, embora não tenha ainda quaisquer atividades de lavra. Já, nas regiões Sul, Sudeste, Nordeste e Centro-Oeste, a maioria dos depósitos de caulim conhecidos é do tipo primário, derivados de alterações hidrotermais e intempéricas de pegmatitos (regiões Nordeste) e granitos (FARIAS, 2009). Em relação a produção, existem três minas consideradas de grande porte no Brasil, sendo que duas delas estão localizadas no Município de Ipixuna, no Estado do Pará e a terceira em Vitória do Jari, no Estado do Amapá. Essas três minas produzem caulim de alta qualidade para aplicação na indústria de papel, destinado quase que totalmente para o mercado internacional (MONTE *et al.*, 2001).

A indústria de caulim brasileira caracteriza-se por ser fortemente concentrada. Apenas dois grupos empresariais - Cia. Vale do Rio Doce - Vale e Imerys Rio Capim Caulim - IRCC - controlam cerca de 92,5 % do caulim produzido no país. Enquanto a Vale responde por 51,6 %, através de suas controladas CADAM S/A (29,3 %) e Pará Pigmentos S/A - PPSA (22,3 %), a Imerys detém a fatia de 40,9 % da produção. Em conjunto, destinam entre 80 % e 90 % da produção para a indústria de papel na Europa, Ásia e América do Norte, colocando o restante no mercado doméstico. As demais regiões do país produzem caulim para outras finalidades, notadamente para cerâmicas branca e vermelha, cimento, borracha, plástico, tintas, refratários e, também, em menor proporção, para enchimento (*filler*) e cobertura (*coating*) na indústria de papel (FARIAS, 2009).

Segundo Mártires (2010), a produção de papel continuará, por longo tempo, sendo a de maior consumo de caulim de qualidade internacional, como o produzido no Brasil. Isso se deve ao fato do caulim proporcionar maior brilho e também alvura no papel. No período 2010-2030, o crescimento da indústria brasileira de caulim dependerá essencialmente da conquista de fatias sempre maiores do mercado internacional, que

deverá continuar a ser o principal foco de atenção das grandes reservas do caulim. Estima-se um crescimento de 1,2 % a.a no consumo mundial de caulim, partindo-se de um patamar de 23,2 milhões de toneladas em 2010 para 29,4 milhões de toneladas em 2030, com ampliação de 6,0 milhões de toneladas. Neste contexto, para o cenário frágil, com previsão de 10 % de crescimento, ou 600 mil toneladas em 2030, praticamente não haverá necessidade de adicionar capacidade de produção às atuais plantas brasileiras (FARIAS, 2009).

Em relação à questão ambiental e de gestão, as três maiores produtoras têm certificação ambiental ISO 14001/2004 e ISO 9001/2000, enquanto os demais produtores, todos de pequeno porte, carecem de certificação ambiental, embora estejam sujeitos às leis e regulamentos dos estados e municípios onde operam (FARIAS, 2009). No processo de beneficiamento de caulim para produção de papel, na região Amazônica, são gerados dois principais tipos de rejeitos: o primeiro, constituído por partículas de quartzo, e o segundo, mais volumoso, correspondendo em torno de 26 % da produção, constituído principalmente pelo argilomineral caulinita, o qual é armazenado em grandes lagoas de sedimentação em forma de solução aquosa (MARTELLI, 2006; MAIA, 2011).

Segundo Maia (2011), como esse rejeito passou por alguns processos de natureza física e química, o mesmo acabou se tornando um material de grande importância tecnológica, já que é constituído principalmente por caulinita e baixíssima quantidades de impurezas. Tal motivo resultou na utilização do rejeito de caulim da Amazônia como matéria-prima em vários processos e para diferentes tipos de aplicação, como porcelanas para indústria de cimento (BARATA e DAL MOLIN, 2002; BARATA, 2007; LIMA, 2004; LIMA, 2006) agregados na construção civil por (FLORES e NEVES, 1997; FLORES, 2000); na produção de zeólitas (SALDANHA, 2006; MAIA, 2011; MAIA *et al.*, (2007, 2008, 2011, 2013); (PAZ *et al.*, 2010; MORAES, 2008; SERRA, 2009; MORAES, 2010; RODRIGUES, 2010; MENEZES, 2011; SANTOS, 2011; SILVA, 2011).

Caulim é um tipo de argila formada essencialmente de caulinita de granulometria muito fina, possui um alto grau de pureza e geralmente apresenta cor branca após a queima. Suas principais aplicações são como agentes de enchimento e de cobertura na fabricação de papel assim como na composição de massas cerâmicas. Ainda é usado, em menor escala, na fabricação de materiais refratários, plásticos, borrachas, tintas, adesivos, cimentos, inseticidas, produtos farmacêuticos, catalisadores,

fertilizantes, cosméticos, além de cargas e enchimentos para diversas finalidades. O Brasil é o terceiro maior produtor de caulim do mundo, e junto com os Estados Unidos, detêm mais de 80 % de reserva mundial de caulim de valor econômico (LUZ e CHAVES, 2000).

O caulim pode ocorrer em dois tipos de depósito: primário e secundário. O primeiro é encontrado no local de formação pela ação de intemperismo ou hidrotermal, apresentando baixa plasticidade, baixa resistência mecânica a cru. Já o sedimentário, resulta do transporte e deposição de caulins residuais ou argilas cauliníticas por meio de correntes de água e matéria orgânica (SANTOS, 1975).

Na região nordeste, as principais indústrias mineradoras de caulim estão instaladas na região da Província Pegmatítica de Borborema do Seridó, localizada nos municípios do Equador (RN) e Junco do Seridó (PB). Essas mineradoras perdem em torno de 50 % de caulim durante o beneficiamento. Essa grande perda é causada principalmente pela ineficiência dos processos de cominuição e classificação das usinas de tratamento de minérios, para os quais são apresentadas rotas tecnológicas para maximizar a sua recuperação (LEITE *et al.*, 2007).

A deposição deste rejeito constitui uma tarefa delicada, quer por questões econômicas, quer por questões ambientais. Por não possuir valor comercial, ele precisa ser descartado da forma mais econômica possível, minimizando, porém os impactos ambientais resultantes do processo. No caso de rejeitos sólidos secos, a deposição em áreas pré-determinadas tem equacionado o problema, as chamadas “pilhas de resíduos”. Em alguns casos, os rejeitos são utilizados para preenchimento de cavas, na recuperação ambiental de áreas já lavradas (DUTRA, 2005).

A indústria de beneficiamento de caulim gera alto volume de resíduo contendo caulim, mica e quartzo. Devido a utilização do caulim nos diversos setores industriais, a alta produtividade nacional, elevado valor econômico e aliado principalmente uma perda elevada de caulim durante o beneficiamento. A Figura 2.12 mostra o caulim.



Figura 2.12 – Caulim.

2.3.3 Cinzas

O aproveitamento de resíduos industriais como matéria-prima destinada à construção civil vem se consolidando como uma alternativa viável do ponto de vista técnico, ambiental e econômico, pois tende a minimizar ou até mesmo eliminar estes resíduos.

Produtos da combustão do carvão são os subprodutos gerados a partir da queima do carvão mineral nos processos de combustão pulverizada ou leito fluidizado. Estes resíduos são denominados de cinzas. No processo de queima, são gerados os seguintes tipos de cinzas: **Escórias**: são resultantes da queima de carvão granulado em equipamentos de pequeno porte, apresentam granulometria mais grosseira e blocos sinterizados com altos teores de carbono incombusto, variando de 5 a 20 %; **cinzas de fundo (pesadas)**: material que fica segregado no fundo das fornalhas de combustão pulverizada ou fluidizada, portanto de granulometria maior. Apresenta teores de carbono incombusto variando de 1 a 5 %; **cinzas volantes (leves)**: resultam da combustão de carvão pulverizado ou em leito fluidizado. É o material de menor granulometria, constituído, em grande parte, por partículas esféricas com dimensões que variam entre 0,5 μm e 100 μm .

A utilização das cinzas de carvão como subproduto resulta em numerosos benefícios, entre os quais podem ser citados: uma diminuição significativa da necessidade de áreas destinadas aos aterros, a conservação de recursos naturais, um ambiente mais limpo e seguro, a redução de emissão de dióxido de carbono, impulsão no desenvolvimento econômico e a redução geral do custo de geração de eletricidade. Em média 1 kg de carvão produz cerca de 150 g de cinzas, que por sua vez contêm entre

6 g e 24 g de carvão incombustível. Cerca de 20 % dos resíduos precipitam-se no fundo da câmara de combustão (cinzas de fundo), enquanto que os 80 % restantes são compostos de partículas finíssimas (cinzas volantes), que são recolhidas por meio de filtros especiais instalados ao longo do percurso de saída dos gases de combustão (CHERIAF e ROCHA, 1997).

No Brasil, a geração de cinzas de carvão mineral é bastante elevada, estimado em quatro milhões de toneladas por ano, e a tendência é que esse valor aumente devido ao desenvolvimento do setor industrial. Diante disso, a utilização desse subproduto na produção de argamassas e concreto ajuda a minimizar ou estocagem das cinzas geradas. Isto significa que, além de resolver um problema ambiental, o uso das cinzas contribui para as construções de menor custo.

O carvão é constituído basicamente por uma fração orgânica carbonosa as quais diferentes quantidades e composições de matéria mineral inorgânica, estão associadas. Essa matéria mineral é predominantemente constituída de argilas, com menores quantidades de quartzo, pirita, siderita e calcita (STACH, 1975).

Em função das características de queima a maior parte das cinzas produzidas acompanham os gases de combustão e em função disso são chamadas de cinzas volantes (ou leves) em contraste das cinzas pesadas (ou de fundo), que permanecem na caldeira, sendo recolhida periodicamente através de processos secos ou úmidos. Cinzas volantes são resíduos obtidos por precipitação mecânica ou eletrostática dos gases de exaustão de estações alimentadas de carvão. É a mais comum entre as pozolanas artificiais. As partículas de cinzas volantes possuem formato esférico (Figura 2.13) e tem uma finura muito acentuada, com diâmetros compreendidos entre 1 μm e 150 μm . A superfície específica varia, em geral, de 250 m^2/kg a 550 m^2/kg (ALONSO e WESCHE, 1991 apud AZEVEDO, 2002). A forma esférica das partículas é particularmente vantajosa sob o ponto de vista da exigência de água e a elevada superfície específica indica que o material apresenta uma elevada reatividade com o hidróxido de cálcio (NEVILLE, 1995 apud AZEVEDO, 2002). Mehta e Monteiro (1994) mostraram por evidências microscópicas, que a maior parte das partículas nas cinzas volante ocorre como esfera sólidas de vidro, mas, às vezes, pode estar presente um pequeno número de esferas ocas, chamadas cenosferas (completamente vazias) e plerosferas (preenchidas com muitas esferas pequenas) conforme mostra a Figura 2.13.

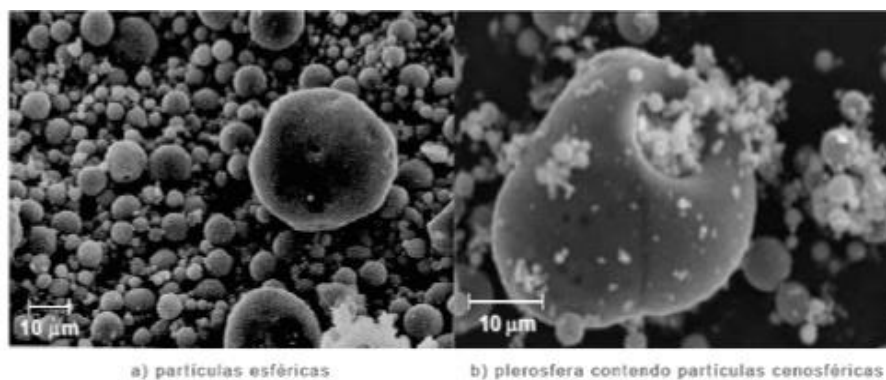


Figura 2.13 – Formato das partículas de cinzas volantes. Fonte: AZEVEDO, (2002).

A variação no tamanho das cinzas depende do tipo de equipamento utilizado na sua coleta. Em instalações antigas, onde a coleta é feita através de coletores mecânicos, a dimensão das cinzas é superior à das provenientes de centrais mais modernas, que utilizam precipitadores eletrostáticos ou filtros de mangas (ACI Committee 232, 1996 apud AZEVEDO, 2002). A norma americana ASTM C 618 classifica as cinzas volantes em dois tipos: classe F e classe C. As cinzas volantes da classe F apresentam baixo teor de cálcio (menos de 10 % de CaO) e são obtidos da queima de antracito ou carvão betuminoso e apresentam propriedades pozolânicas, mas não cimentícias. As cinzas volantes da classe C apresentam alto teor de cálcio (entre 10 e 30 % de CaO) e são produtos da queima de lignito ou carvão sub-betuminoso e tem propriedades pozolânicas e cimentícias.

Segundo Mehta e Monteiro (1994), a composição química é determinada pelo tipo de carvão utilizado e pela quantidade de material incombustível presente no mesmo. Entretanto, a maioria apresenta como principais constituintes cristais de sílica, alumina Al_2O_3 , óxido férrico, Fe_2O_3 , e cal, CaO, além de outros componentes em menores quantidades como MgO, Na_2O , K_2O , SO_3MnO e TiO_2 , bem como partículas de carbono não consumidas durante a combustão.

Cinzas volantes são subprodutos resultantes da combustão do carvão mineral em caldeiras. Para as empresas geradoras, este resíduo torna-se um problema em relação ao descarte final. Desta forma se faz necessário estudar aplicações tecnológicas para essas cinzas. A reutilização de cinzas na formulação de argamassas e concretos é uma alternativa interessante, visto que este material possui atividade pozolânica. Pozolanas são materiais silicosos ou silicoaluminosos que, por si só, possuem pouca ou nenhuma atividade aglomerante, mas que quando finamente divididos e na presença da água, reagem com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente para formar compostos com

propriedades aglomerantes. As pozolanas frequentemente são mais baratas do que o cimento Portland que elas substituem, e possuem a característica de uma hidratação lenta, e sua baixa taxa de desenvolvimento de calor; isto é, de grande importância na construção em massa e é por isso que o cimento Portland-pozolana ou uma substituição parcial do cimento Portland pela pozolana é bastante utilizado (COIMBRA *et al.*, 2002). A Figura 2.14 mostra as cinzas.



Figura 2.14 – Cinza.

2.4 FIBRAS

2.4.1 Fibras Naturais

As fibras naturais podem ser classificadas em vegetais, animais e minerais. Todas as fibras vegetais, como algodão, bambu, juta e sisal têm celulose em sua composição, enquanto fibras de origem animal, tais como lã e seda, consistem basicamente de proteínas.

As vantagens de se utilizar fibras naturais em relação a materiais tradicionais reforçantes, tais como fibras de vidro, talco e mica, são: baixo custo, alta tenacidade, boas propriedades mecânicas e térmicas, redução do desgaste de máquina, facilidade de separação e biodegradabilidade, dentre outras. Já foram relatados na literatura compósitos reforçados com fibra de madeira com propriedades específicas similares aos compósitos de polipropileno com fibra de vidro (FINKLER *et al.*, 2005).

2.4.2 Fibras Vegetais

As fibras vegetais são classificadas de acordo com a sua origem e podem ser agrupadas em fibras de semente (algodão), fibras de caule (juta, linho, bambu, cânhamo), fibras de folhas (bananeira, sisal, piaçava, curauá, abacá, henequém), fibras de fruto (coco) e fibras de raiz (zacatão). As fibras oriundas do caule ou das folhas são chamadas fibras duras e são mais utilizadas como reforço em compósitos poliméricos (SILVA, 2003).

De forma sucinta, podem-se enumerar as principais vantagens das fibras vegetais, que são as seguintes: baixa massa específica; maciez e abrasividade reduzida; recicláveis, não tóxicas e biodegradáveis; baixo custo; estimulam zona rural e baixo consumo de energia na produção. Já entre as desvantagens e limitações pode-se citar: acentuada variabilidade nas propriedades mecânicas e baixa estabilidade dimensional; alta sensibilidade a efeitos ambientais, tais como variações de temperatura e umidade; as de origem vegetal sofrem significativa influência referente ao solo, época da colheita, ao processamento após a colheita e à localização relativa no corpo da planta; baixas temperaturas de processamento, isto é, não toleram mais que 200 °C durante a consolidação no interior da matriz de um compósito (LEVY NETO e PARDINI, 2006).

Para os compósitos com resinas termorrígidas essa característica não é limitante, uma vez que a cura das resinas ocorre, geralmente, em temperaturas inferiores a 200 °C (SILVA, 2003). Outras desvantagens são a falta de uniformidade de propriedades, que dependem da origem das fibras, da região do plantio e da habilidade manual durante a colheita e a alta absorção de umidade, que pode causar o inchaço das fibras. A absorção de umidade pode ser drasticamente reduzida pela modificação química das fibras e pela boa adesão na interface fibra/matriz. Na Tabela 2.1 são apresentados dados comparativos das propriedades mecânicas e físicas de fibras naturais vegetais com relação as fibras sintéticas de reforçamento convencionais.

Tabela 2.1 – Propriedades de algumas fibras naturais comparadas com as principais fibras sintéticas de reforçamento.

Fonte	Fibra	Diâmetro Médio (μm)	M. Específica (g/cm³)	Resist. Tração (Média) (MPa)	Módulo Elasticidade (GPa)	Along. (%)
SOYKEABKAEW <i>et al.</i> , (2004)	Juta	69,90	0,268	425,40	-	1,9
SOYKEABKAEW <i>et al.</i> , (2004)	Linho	210,30	0,294	663,00	-	5,0
OKUBO <i>et al.</i> , (2004)	Bambu	106	-	441,00	35,90	1,3
SHIBATA <i>et al.</i> , (2005)	Kenaf	140	0,749	223,00	14,49	-
SHIBATA <i>et al.</i> , (2005)	Bagaço de Cana	394	0,344	89,00	4,52	-
TORRES e CUBILLAS, (2005)	Sisal	223,53	-	234,30	-	-
IDICULA <i>et al.</i> , (2006)	Banana	120	1,35	550	20	5 - 6
IDICULA <i>et al.</i> , (2006)	Abacaxi	50	1,526	413	-	3 - 4
WAMBUA <i>et al.</i> , (2003)	Algodão	-	1,51	400	12	3 - 10
IDICULA <i>et al.</i> , (2006)	Vidro	15	2,54	2500	64	3
SILVA <i>et al.</i> , (2006)	Carbono	7,00	1,76	3650	231	1,4
SILVA <i>et al.</i> , (2006)	Kevla 49	12	1,44	3600	112,4	2,4

2.4.2.1 Fibras de Sisal (*Agave sisalana*)

O sisal é um vegetal eminentemente tropical e por isso existem tão poucos plantios comerciais com a fibrosa fora desse ambiente. Pertence ao gênero *Agave*, que engloba um grupo bem definido de plantas de consistência herbácea e escapo floral saliente, que podem atingir 12 ou mais metros de altura. O arranjo regular de suas folhas, aliado à posição altaneira do seu escapo floral, confere-lhe aparência de invulgar beleza onde quer que seja cultivada. A denominação *Agave* dada ao gênero é derivada, apropriadamente, de *agavos* que em grego, significa admirável, magnífico. O sisal pertence à classe Monocotiledônea, série Liliflórea, família Agavaceae, subfamília Agavoidea, gênero *Agave*, espécie *A. sisalana* (SILVA e BELTRÃO, 1999).

A extração de fibras a partir das folhas de sisal envolve o corte e a descorticação das mesmas, seguidos de lavagem, secagem e da limpeza das fibras. As folhas de sisal são estruturas tipo sanduíche, e a partir de cada uma delas pode-se extrair de 700 a 1400

fibras, que variam de 0,5 a 1 metro em comprimento (OLKSMAN apud LEVY NETO e PARDINI, 2006).

Cada fibra de sisal é constituída por uma centena de fibras elementares ligadas entre si. Possui um alto teor de celulose, excelentes propriedades de resistência à ruptura e alongamento e boa resistência à ação da água salgada (SILVA, 2003).

As fibras de sisal, assim como as fibras vegetais em geral, constituem-se, basicamente, 74 % de celulose, 10 % hemicelulose e 7 % lignina, sendo por isso chamada alternativamente de fibras lignocelulósicas (SILVA e BELTRÃO, 1999).

A fibra de sisal possui seção transversal arredondada, porém irregular e variável, decrescendo em direção às extremidades livres das folhas. Além disso, a resistência à tração das fibras de sisal não é uniforme ao longo das mesmas. Todos estes fatores contribuem para elevar a variação das propriedades mecânicas das fibras, influenciando, conseqüentemente, na qualidade dos compósitos (LEVYNETO e PARDINI, 2006). A Tabela 2.2 mostra os resultados de algumas propriedades mecânicas e físicas das fibras de sisal.

Tabela 2.2 – Apresenta algumas propriedades mecânicas e físicas das fibras de sisal encontradas por vários autores.

Autor	Diâmetro (μm)	M. Específica (g/cm^3)	Resist. Tração (MPa)	Alongamento (%)
CARVALHO, (2005)	482,16	1,591	218,3 $\pm$ 51,3	7,07 $\pm$ 3,95
SAVASTANO Jr., (2004)	204	1,387	-	-
SILVA (2003)	194	-	176 $\pm$ 63,36	2,2 $\pm$ 0,04
TORRES e CUBILLAS, (2005)	223,53	-	234,30 $\pm$ 75,10	-
SILVA e BELTRÃO (1999)	223,50	-	268,11	2,08
IDICULA <i>et al.</i> , (2005)	205 $\pm$ 4,3	1,41	350 $\pm$ 7	6 - 7
WAMBUA <i>et al.</i> , (2003)	-	1,33	600 - 700	2 - 3
MISHRA <i>et al.</i> , (2003)	50 - 200	1,45	468 - 640	3 - 7

O sisal é uma importante fibra nacional utilizada principalmente em cordoaria e artesanato, mas que pode ter seu valor agregado multiplicado se utilizado como reforço de compósitos poliméricos. O sisal é uma fibra lignocelulósica leve e atóxica, que apresenta alto módulo e resistência específica (GASSAN e BLEDZKI, 1999)

O sisal custa aproximadamente dez vezes menos que a fibra de vidro e, ao contrário desta fibra inorgânica, causa menos danos por abrasão aos equipamentos e moldes. Entre outras vantagens do sisal podemos apontar a facilidade de modificação superficial, característica das fibras vegetais, sua abundância no Brasil, facilidade de cultivo, o fato de ser um material biodegradável que provem de fonte renovável, além de apresentar boas propriedades como isolante térmico e acústico (AMICO *et al.*, 2001).

As propriedades de compósitos reforçados por fibras vegetais dependem de fatores como adesão fibra/matriz, fração volumétrica de fibra, orientação e configuração das fibras (formas e dimensões), entre as mais importantes (AZIZI *et al.*, 2004). A Figura 2.15 mostra a planta de sisal com suas folhas de onde são extraídas as fibras.



Figura 2.15 – Planta de Sisal.

2.4.2.2 Fibras de Malva (*Urena lobata*)

A malva (*Urenalobata*, linn) pertencente à família malváceas é uma planta anual, herbácea e bem adaptada às condições de várzea cultivada nos estados do Amazonas e Pará, desde os anos 30.

As fibras extraídas desta planta nativa, são utilizadas na fabricação de papel, vestuário e tecidos para estofados e tapetes, sobretudo, na confecção de sacaria para acondicionar produtos como açúcar, café, castanha de caju e cacau, e apresenta grande potencial de utilização na construção civil (SAVASTANO Jr., 2000).

A malva origina uma fibra de maior resistência que a produzida pela juta, porém menos sedosa e brilhante. São plantadas juntas, em sistema de consórcio, sendo que a

juta em várzea baixa e a malva em várzea alta, ambas em terras muito férteis (SABBÁ, 1993).

As fibras de malva são oriundas do cultivo desta espécie, devido às suas diversas aplicações nas indústrias nacionais e internacionais; representam uma grande oportunidade de investimento, através de explorações produtivas e com técnicas específicas, além do fato de se contrapor ao uso da fibra sintética que podem causar danos ao meio ambiente, em função da sua difícil decomposição após o descarte. As fibras de malva levam cerca de dois anos para se decomporem após o seu desuso, não agredindo o meio ambiente.

A fibra de malva tem ganhado visibilidade como planta de bom valor comercial pela praticidade e facilidade de cultivo em locais não encharcados.

Trata-se de uma planta que possui uma produtividade alta em um pequeno período de tempo, que ao ser feita a retirada da fibra por um processo de maceração ela libera uma fibra longa de aspecto amarelado e superfície áspera.

Por sua planta possuir uma fibra com um grau de resistência bastante significativo, vem ganhando seu espaço no setor comercial por serem práticas e fáceis de cultivar em locais que não sejam encharcados.

A malva produz fibras têxteis similares às tradicionalmente utilizadas na fabricação de papel, vestuário, barbantes e tecidos para estofados e tapetes (COSTA *et al.*, 2012c). Cultivada como planta ornamental pela beleza das suas flores, a malva é uma planta pertencente à família das Malváceas, originária da Europa, e pode atingir até cerca de 1 metro de altura. Popularmente, recebe vários nomes, como malva-de-botica, malva-maior ou malva-selvagem. É uma planta usada em fitoterapia e apreciada como hortaliça desde o século VIII A.C. A Figura 2.16 ilustra a extração da malva e ao fundo sua plantação.



Figura 2.16 – Plantação e extração da fibra de malva.

Esta planta vegeta espontaneamente nos continentes europeu, africano e americano. No Brasil, desenvolve-se bem em locais de clima mais ameno, como a região Sul. Dos 40 gêneros da família das malváceas existentes no mundo, 20 deles são encontrados na flora indígena brasileira, ou são cultivados, como o algodoeiro, o quiabo, a alteia, etc. A Figura 2.17 indica a utilização da malva no processo de fabricação de artesanatos.



Figura 2.17 – Utilização da fibra de malva.

A fibra de malva constituem-se, basicamente, 69,07 % de celulose, 11,64 % hemicelulose e 26,63 % lignina (GUIMARÃES, 2014).

A Tabela 2.3 ilustra as propriedades físicas e mecânicas da fibra de malva reportados por outros autores.

Tabela 2.3 – Propriedades da fibra de malva encontrada por diversos autores.

Autor	Diâmetro (mm)	M. Específica (g/cm ³)	Resist. Tração (MPa)	Alongamento (%)
SAVASTANO Jr., (2000)	-	1,409	160	5,2
OLIVEIRA, (1998) apud MARGEM, (2014)	0,042	1,374	180	4
SATYANARAYANA <i>et al.</i> , (2007)	-	1,41	161	5,5
AGOPYAN e SAVASTANO Jr., (1997)	0,0426	1,40	160	5

2.4.2.3 Fibras de Juta (*Corchorus capsularis*)

Dentre as fibras naturais com potencial de aplicação, destaca-se a juta (*Corchorus capsularis*), cultivada em climas úmidos e tropicais na região norte do país, que produz uma fibra de alta resistência, que quando misturada a polímeros, pode dar origem a produtos com menor densidade, podendo apresentar grandes aplicações (ALBUQUERQUE NETO *et al.*, 2007).

A fibra de juta possui baixo custo, abundância, maleabilidade e apresenta um bom conjunto de propriedades como, por exemplo, elevado módulo e resistência específica. Compósitos reforçados por essa fibra podem ser usados em telhados de casas populares, painéis e partes de carros, placas para indústria eletrônica, mesas e divisórias para escritório, orelhões, bancada para laboratórios, tanques de armazenamento, e outros (MELLO *et al.*, 1995).

Planta introduzida no Brasil no início do século XX é um arbusto que atinge de 3 a 4 metros de altura, pertencente à família das tiliáceas, com nome científico de *Corchorus capsularis*, Linn (RANGANATHAN e QUAYYUM, 2000). Originária da Índia é cultivada intensamente na Amazônia para obtenção de suas valiosas fibras têxteis. A juta é composta de 64 % de celulose, 12 % de hemicelulose, 12 % de lignina, graxa e outras substâncias (MORASSI, 1994; RANGANATHAN e QUAYYUM, 2000). Revela-se como uma fibra densa, fortemente aglomerada e de difícil isolamento em filamentos elementares.

A juta é a segunda fibra têxtil mais cultivada no mundo, perdendo apenas para o algodão. Ela é cultivada principalmente no Paquistão, na Índia e na China. Sua resistência e módulo de elasticidade são relativamente elevados, permitindo seu uso como reforço. A Figura 2.18 mostra aplicações de fibras de juta em sacarias.



Figura 2.18 – Aplicações comerciais da fibra de juta.

A planta da juta semeia-se em Março ou Abril, e quatro meses depois, após a queda das flores, faz-se a colheita cortando o caule da planta. O tecido de juta é um dos mais utilizados depois do algodão. É totalmente versátil, econômico, forte e durável. Não estraga facilmente sob a exposição de luz solar (SANTOS, 2009). A Figura 2.19 ilustra o processo de extração da fibra de juta.



Figura 2.19 – Processo de extração das fibras de juta na Companhia Têxtil de Castanhal-PA.

O exame ao microscópio revela uma fibra densa, fortemente aglomerada e de difícil isolamento em filamentos elementares. A juta normalmente é utilizada na produção de embalagens e sacos devido a sua robustez. Sua coleta exige que os trabalhadores entrem em áreas pantanosas, com água até a cintura. A planta é batida até que sobrem apenas as fibras, que são retiradas da casca do caule pelo processo de maceração. A juta inclui cerca de 100 espécies. É uma das fibras naturais mais baratas e é atualmente a fibra com o maior volume de produção no processo de extração (FARUK *et al.*, 2012).

O tratamento superficial da fibra visa melhorar as propriedades da interface fibra/matriz de modo a garantir a efetividade desta no desempenho mecânico do compósito. Esmeraldo (2006) fabricou compósitos de matriz fenólica reforçada com fibras de juta e coco. As fibras de juta foram tratadas com solução de NaOH nas concentrações de 5 e 10 % a 75 °C por seis horas. Ele observou que os compósitos ensaiados em tração apresentaram um ganho de 28 % de resistência quando tratados com a concentração de 5 % de NaOH.

Saha *et al.*, (2010) estudaram o efeito sobre a resistência à tração e dimensões da fibra de juta sob tratamento alcalino com NaOH em concentrações variando de 0,5 a 18 %, à temperatura ambiente (30 °C) e a 90 °C, com tempo de imersão das fibras na solução variando de 30 min. a 24 horas. Posteriormente parte das fibras foram ainda submetidas a vapor a 103 kPa, a 125 °C, por períodos de 30 a 90 minutos. Os resultados indicaram que o diâmetro das fibras de juta foi diminuído em 23,4 % após tratamento alcalino a 4 %, à temperatura ambiente. Do mesmo modo para 30 min. de tratamento com solução alcalina de 1 % a 90 °C observou-se uma redução de diâmetro de 32,1 % em relação ao diâmetro médio das fibras não tratadas. O tratamento por 30 minutos com solução alcalina a 0,5 % seguido pelo tratamento com vapor, reduziu o diâmetro médio das fibras de juta em 38,2 %. Quanto à resistência à tração uniaxial das fibras, o tratamento com NaOH a 4 % durante 30 min. à temperatura ambiente incrementou a resistência em 50 % em relação às fibras não tratadas (370 ± 134 MPa) e o alongamento de ruptura foi incrementado em 54 %. Foi verificado um aumento de 40 % para a resistência à tração uniaxial, após o tratamento a 90 °C com NaOH a 1 % durante 30 minutos, em comparação com a das fibras não tratadas, com aumento correspondente no alongamento de ruptura de 23 %. O tratamento alcalino seguido do tratamento com vapor a 125 °C produziu um incremento de 65 % na resistência à tração das fibras de

juta, comparado à resistência das fibras não tratadas, com elevação do alongamento até a ruptura em 38 %.

A Tabela 2.4 ilustra o diâmetro médio, massa específica e resistência à tração da fibra de juta reportados por vários autores.

Tabela 2.4 – Propriedades da fibra de juta encontrada por diversos autores.

Autor	Diâmetro (μm)	M. Específica (g/cm^3)	Resist. Tração (MPa)
TARGA <i>et al.</i> , (2009)	-	1,22	147
ESMERALDO, (2006)	81	-	300 $\pm$ 10
SAHA <i>et al.</i> , (2010)	-	-	370 $\pm$ 134
ROY <i>et al.</i> , (2012)	62 $\pm$ 14	-	337
SOYKEABKAEW <i>et al.</i> , (2004)	69,6	-	425,3
FARUK <i>et al.</i> , (2012)	-	1,30	393 - 773
ALVES <i>et al.</i> , (2010)	-	1,45	450 - 550

Fonte: RODRIGUES, (2014).

2.5 COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS POR FIBRAS NATURAIS

Compósitos reforçados por fibras naturais têm atraído a atenção da comunidade científica principalmente porque eles estão se transformando em uma solução alternativa para as fontes de petróleo em esgotamento. A produção de materiais 100 % à base de fibras naturais como substituto aos produtos à base de petróleo não é uma solução econômica. A solução mais viável seria a de combinar os recursos petrolíferos e os de base biológica para desenvolver um produto de baixo custo, com diversas aplicações. A aplicação de compósitos reforçados por fibras naturais tem se estendido a quase todos os campos (JOHN e ANANDJIWALA, 2008).

Biocompósitos estão emergindo como uma alternativa viável para compósitos reforçados com fibras de vidro. As fibras naturais têm vantagens sobre fibras sintéticas ou artificiais (por exemplo, vidro e carbono) em áreas como o baixo custo, baixa densidade, propriedades mecânicas específicas competitivas, reduzido consumo de energia, o sequestro de dióxido de carbono e biodegradabilidade. A combinação de biofibras como kenaf, cânhamo, linho, henequen e sisal com matrizes poliméricas de fonte não renováveis e renováveis, para a produção de materiais compósitos que sejam competitivos com os compósitos sintéticos, requer atenção especial à interface biofibra-

matriz, e sua aderência resultante, bem como para os métodos de processamento utilizados para produzir estes materiais (DRZAL *et al.*, 2003). Existem muitos parâmetros que afetam o desempenho de um compósito reforçado com fibras naturais. O grau e tipo de adesão não podem ser calculados quantitativamente, embora a sua importância seja bastante reconhecida. A razão de aspecto tem um efeito considerável sobre as propriedades do compósito, pelo que é importante conservar o comprimento da fibra, tanto quanto possível durante as operações de processamento. A razão de aspecto da fibra deve estar no intervalo de 100-200 para uma eficácia máxima. A orientação da fibra tem um efeito significativo sobre as propriedades do compósito. Durante o processamento, as fibras tendem a orientar ao longo da direção do fluxo fazendo com que as propriedades mecânicas variem em diferentes direções (JOHN e ANANDJIWALA, 2008).

A utilização de compósitos poliméricos reforçados com fibras vegetais não é recente e as primeiras patentes datam da década de 60. A partir da década de 90, uma visão mais realística e ecológica do processo industrial fez ressurgir o interesse em materiais renováveis, tais como as fibras e os óleos vegetais, principalmente na indústria automotiva. Associado aos aspectos ecológicos há também os aspectos tecnológicos e as vantagens econômicas no uso destes materiais. A questão social é também um forte argumento para o incentivo da produção destes compósitos, uma vez que estes materiais são geralmente oriundos de regiões economicamente pobres (SILVA, 2003).

Fibras vegetais já foram largamente empregadas no passado na indústria automobilística, como foi o caso de compósitos de látex de borracha natural reforçados com fibra de coco para uso em estofamentos de automóveis. No entanto, a partir da década de 60 estes começaram a ser gradativamente substituídos pelas espumas de poliuretano. Essa substituição se deve, puramente, a maior produtividade e menor custo da espuma, sem levar em conta o seu menor desempenho e questões ambientais e sociais. A fibra vegetal apresenta maior perspirabilidade (capacidade de absorver umidade da transpiração humana), o que proporciona maior conforto, essencial para os motoristas profissionais de táxi, ônibus e caminhões, que ficam longos períodos de tempo sentados. A geração de empregos rurais é outro aspecto importante do uso de fibras vegetais. Ainda hoje, veículos de primeira linha de empresas no exterior, tais como Mercedes Benz da Alemanha, utilizam estofamentos com fibras vegetais. Outra vantagem do uso de fibras vegetais é a sua não toxidez. A espuma de poliuretano à base

de isocianato libera durante a sua combustão o gás cianídrico, altamente tóxico (MATTOSE *et al.*, 1996).

As fibras vegetais mais utilizadas como material de reforço em compósitos poliméricos são as fibras de sisal, coco, juta e banana, além de fibras de madeira, bagaço e bambu (ROWELL *et al.*, 1997).

Khanam *et al.*, (2007) estudaram compósitos híbridos de poliéster insaturado reforçados com fibras curtas de sisal / seda nos comprimentos de 1, 2 e 3 cm, obtiveram resultados de resistência a tração para os compósitos híbridos nos comprimentos de fibras de 1, 2 e 3 cm não tratadas de 16,57 MPa, 18,94 MPa e 17,54 MPa, respectivamente; para ensaios de flexão de 33,49 MPa, 46,18 MPa e 34,02 MPa; e para ensaio de compressão 136,68 MPa, 145,47 MPa e 133,47 MPa. E para os compósitos híbridos de fibras (1, 2 e 3 cm) tratadas quimicamente, obtiveram para tração 20,86 MPa, 23,60 MPa e 21,31 MPa, respectivamente; para ensaio de flexão de 50,45 MPa, 54,73 MPa e 53,81 MPa; e para ensaio de compressão 179,70 MPa, 197,97 MPa e 171,76 MPa. Obtendo uma melhora significativa das propriedades mecânicas dos compósitos com os tratamentos químicos.

Joseph *et al.*, (1999) confeccionaram compósitos de polipropileno isotático reforçado com fibras curtas de sisal nos comprimento de 10 mm processados a temperatura de 165 °C, encontrando resultado para resistência a tração de 28,70 MPa. Foi observado o aumento da resistência do compósito com o aumento da temperatura de processamento do compósito.

Venkateshwaran *et al.*, (2011) estudaram compósitos puros e híbridos de matriz epóxi com fibras de banana / sisal de comprimento de 15 mm. Foram encontrados os resultados para o compósito de banana puro no ensaio de tração 16,12 MPa, para o ensaio de flexão 57,33 MPa e para ensaio de impacto 13,25 J/m². Para o compósito de sisal puro, a tração foi de 21,20 MPa, a flexão de 62,04 MPa e o impacto de 22,54 J/m². Já para os híbridos banana / sisal apresentaram na razão (75/25) a tração de 17,39 MPa, a flexão de 58,50 MPa e o impacto de 15,57 J/m². O híbrido banana / sisal na razão (50/50) a tração foi de 18,66 MPa, a flexão de 59,68 MPa e impacto de 17,90 J/m². O híbrido banana / sisal na razão (25/75) a tração foi de 19,93 MPa, a flexão de 60,86 MPa e o impacto de 20,22 J/m². Este estudo mostrou que a adição da fibra de sisal em banana nos compósitos epóxi de até 50 % em peso resultou no aumento das propriedades mecânica dos mesmos.

Liu *et al.*, (2008) analisaram compósitos de poliéster de alta densidade e polpa de fibras de bambu, encontraram os resultados para tração de 17,5 MPa, flexão de 32,90 MPa e impacto de 2,88 J/m². Os compósitos obtiveram melhores resultados com a adição de compatibilizantes.

Ni (1995), estudou compósitos de matrizes cimentícias reforçados com polpa de bambu, em diferentes proporções e processamentos de fibras. Os resultados de resistência a tração aumentaram de 10 MPa até 22 MPa, em função dos diferentes processamentos das fibras.

Wang *et al.*, (2008) utilizaram compósitos de matriz cloreto de polivinila reforçados com partículas de bambu granular, obtendo resultados de flexão variando entre 1,53 MPa a 7,5 MPa.

Okubo *et al.*, (2004) fabricaram compósitos com matriz de polipropileno com fibras de bambu, com comprimentos de fibras aleatórios, encontrando resultado de tração de 30,30 MPa. A técnica de extração das fibras de bambu usada proporcionou a redução dos espaços vazios em relação à extração mecânica das fibras, melhorando assim, a resistência do compósito.

Mohanty e Nayak, (2010) produziram compósitos de matriz de poliéster de alta densidade reforçados com fibra de bambu de 6 mm de comprimento, em diferentes porcentagens de peso (0 %, 10 %, 20 %, 30 % e 40 %) de fibras. Foram preparadas com e sem tratamento superficial. Os compósitos puros, sem reforço, sem tratamento apresentaram resultados de tração de 21,37 MPa, para flexão de 18,73 MPa e impacto de 78,20 J/m². Para compósitos sem tratamento de peso de 10 % de fibras, a tração foi de 18,58 MPa, a flexão de 22,75 MPa e o impacto de 71,24 J/m². Para compósitos sem tratamento de peso de 20 % de fibras, a tração foi de 22,03 MPa, a flexão de 26,78 MPa e o impacto de 69,62 J/m². Para compósitos sem tratamento de peso de 30 % de fibras, a tração foi de 25,47 MPa, a flexão de 27,86 MPa e o impacto de 57,36 J/m². Para compósitos sem tratamento de peso de 40 % de fibras, a tração foi de 21,21 MPa, a flexão de 25,35 MPa e impacto de 51,21 J/m². Os compósitos com tratamento de peso de 10 % de fibras apresentaram resultados de tração de 21,37 MPa, para flexão 18,73 MPa e impacto de 78,20 J/m². Para compósitos com tratamento de peso de 30 % de fibras, tratados quimicamente a tração foi de 28,54 MPa, flexão de 53,76 MPa e impacto de 73,85 J/m². As propriedades de tração e flexão aumentaram com o aumento da carga de fibra de 10 % para 30 %, além do qual houve um declínio na resistência

mecânica dos compósitos. Além disso, os compósitos tratados apresentaram melhora das propriedades mecânicas, que confirmou a eficiência da adesão matriz/fibra.

Chen *et al.*, (1998) trabalharam com compósito de matriz de polipropileno e polpa de bambu com várias granulometrias e encontrou resultados de tração entre 32 MPa - 36 MPa, obtido com 50 % em peso de fibras de bambu. Este resultado foi 3 (três) vezes maior que os encontrados para os compósitos reforçados com polpa de madeiras.

Coutts *et al.*, (1994) analisaram compósitos de matriz cimentícia reforçados com polpa de bambu e encontraram resultados de resistência a flexão de 18 MPa, valor considerado pequeno em função do comprimento e da porcentagem em peso das fibras inseridas na matriz serem pequena.

Lee e Wang, (2006) examinaram compósitos de matriz termoplástica reforçados com fibras de bambu de comprimento 5 mm e 7 mm. A resistência a tração variou entre 21 MPa a 34 MPa em função do comprimento e da porcentagem em peso de fibras inserida na matriz.

Rajulu *et al.*, (2003) estudaram compósitos com matriz epóxi e poliéster insaturado reforçados com fibras de bambu de comprimento 22 cm tratadas e não tratadas, encontraram resultados de tração para fibras não tratadas variando de 38,30 MPa a 39,50 MPa e para fibras tratadas os resultados ficaram entre 47,80 MPa e 111,0 MPa. O tratamento das fibras conferiu aumento da resistência a tração dos compósitos.

Mandal e Alam, (2010) analisaram compósitos híbridos com matriz poliéster insaturada com fibras de bambu de 5 mm e 10 mm e fibras de vidro de 5 mm. Os compósitos apresentaram resistência a tração que variou de 26,80 MPa a 42,30 MPa. Melhores resistências mecânicas foram alcançadas com maiores teores de fibras de vidro.

As matrizes termorrígidas apresentam um enorme potencial para utilização das fibras vegetais, pois neste caso, podem-se utilizar métodos de processamento bastante simples e de baixo custo, além de utilizar com vantagem fibras contínuas, sem a necessidade de se promover alterações nos procedimentos e/ou equipamentos de processamento (SILVA, 2003).

2.5.1 Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras de Sisal

Na literatura, podem-se encontrar vários trabalhos envolvendo materiais compósitos reforçados com fibras de sisal, como por exemplo, termoplásticos (polietileno, polipropileno) (JOSEPH *et al.*, 2002; ESPERT *et al.*, 2004; MARTIN *et al.*, 2000), termorrígidos (PAIVA, 2006; TRINDADE, 2005; RAZERA, 2004; OKSMAN, 2000), biocompósitos (ALVAREZ *et al.*, 2004) e borracha natural (JACOB *et al.*, 2004).

Luyt e Malunka (2005) estudaram as propriedades térmicas de compósitos de polietileno de baixa densidade (PEBD) reforçados com fibras curtas de sisal. Neste estudo, os autores verificaram que a introdução destas fibras diminuiu a estabilidade térmica da matriz de PEBD sendo esta diminuição proporcional ao volume de fibras empregado.

Alvarez e Vasques (2005) estudaram o efeito de diferentes tratamentos químicos realizados nas fibras de sisal sobre as propriedades de compósitos preparados a partir de matriz polimérica a base de amido conhecida comercialmente como MaterBi-Y®. Neste trabalho, as fibras de sisal foram acetiladas utilizando anidrido acético como reagente. Segundo os autores, o compósito contendo fibras acetiladas apresentou menor absorção de água e maior resistência ao impacto em relação aos compósitos contendo fibras não modificadas. No mesmo trabalho, as fibras de sisal foram submetidas também a tratamento alcalino (solução de NaOH 5 %, durante 2 dias). De acordo com os resultados obtidos, estes compósitos contendo fibras tratadas com solução alcalina apresentaram o melhor desempenho nos testes de resistência a flexão em comparação com os demais compósitos. Entretanto, o tratamento alcalino não alterou de forma significativa a performance do compósito no teste de absorção de água.

Apesar do potencial das fibras de sisal para utilização como reforço em materiais compósitos poliméricos, a sua aplicação ainda não é tão efetiva quanto à de fibras sintéticas e o seu uso ainda requer estudos que indiquem, por exemplo, as matrizes mais adequadas para serem usadas.

Além da já mencionada heterogeneidade na estrutura e composição química, as fibras de sisal também apresentam restrições quanto às condições de processamento. Por serem naturais, o tratamento térmico, normalmente imposto às fibras durante a etapa de confecção dos compósitos, provoca mudanças físicas e químicas. A degradação térmica das fibras causa deterioração das suas propriedades mecânicas. Esta degradação também

resulta em liberação de gases durante o processamento, quando a temperatura atinge valores acima de 200 °C, o que pode criar alta porosidade e baixa densidade, comprometendo o desempenho mecânico do compósito final obtido (GEORGOPOULOS *et al.*, 2005).

Dentre as desvantagens das fibras naturais, como as de sisal, talvez a principal corresponda à sua natureza hidrofílica. Devido ao alto teor de polissacarídeos (hemicelulose e celulose), as fibras de sisal (e outras lignocelulósicas) apresentam alta higroscopicidade em relação às fibras sintéticas. Este caráter hidrofílico tem limitado a sua aplicação como agente de reforço, principalmente em matrizes poliméricas hidrofóbicas, devido à falta de compatibilidade entre os componentes do compósito. Esta falta de compatibilidade leva à materiais com baixa adesão fibra-matriz na região interfacial. A estrutura e natureza da interface fibra-matriz desempenha um papel importante nas propriedades mecânicas dos materiais compósitos, pois é por meio dela que ocorre a transferência de carga da matriz para a fibra (TRINDADE *et al.*, 2005; GEORGOPOULOS *et al.*, 2005; THIELEMANS, 2005).

2.5.2 Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras de Malva

A utilização de fibras lignocelulósicas para reforço em materiais poliméricos não é um novo segmento de pesquisas no meio científico, entretanto, algumas fibras como é o caso da malva ainda são pouco conhecidas e pouco aproveitadas.

A fibra de malva embora muito utilizada para a confecção de cordoaria em geral, tapetes, papel moeda, artesanato e outras várias finalidades, ainda não possuem grande utilização como componente de reforço em produtos industrializados.

Embora suas características conhecidas, como resistência, densidade, demonstrem um grande potencial para uso como material de reforço, poucas iniciativas de aprofundamento destes estudos foram localizadas na literatura.

Souza *et al.*, (2005), observaram as propriedades mecânicas da fibra de malva em conjunto a fibra de juta. Os mesmos autores evidenciaram que a fibra híbrida (juta + malva) apresentou o segundo melhor comportamento de resistência à carga máxima, quando comparada as fibras de coco maduro, coco verde e curauá apresentada na Tabela 2.5.

Tabela 2.5 – Propriedades mecânicas obtidas no ensaio de tração uniaxial.

Tipo de Fibras	Propriedades Mecânicas		
	Carga Máxima (kg)	Alongamento Máximo (mm)	Módulo de Elasticidade (GPa)
Coco Maduro	0,80 ±0,27	9,87 ±2,95	2,8 ±0,26
Coco Verde	0,95 ±0,07	25,5 ±2,82	2,0 ±0,28
Híbrido (juta + Malva)	5,85 ±0,85	2,75 ±0,50	26,2 ±3,21
Curauá	13,93 ±9,75	24,66 ±14,50	31,2 ±4,31

Fonte: SOUZA *et al.*, (2005).

A fibra de malva apresenta ainda bons níveis de resistência à tração semelhante as fibras vegetais usadas na produção de compósitos. Sua resistência é considerada superior à da fibra de Kenaf (planta nativa do sul da Ásia com características similares à da fibra de juta) e em alguns casos, alguns tipos de malva se equiparam ou até mesmo superam à resistência da fibra de juta (COSTA *et al.*, 2012c). Devido à sua resistência é inclusive utilizada como reforço em matrizes poliméricas (SOUZA *et al.*, 2005).

Costa *et al.*, (2012c), durante o desenvolvimento de sua pesquisa comparando as fibras de malva, caracterizaram as propriedades quanto a resistência à tração, alongamento, diâmetro, massa específica e teor de umidade. Os resultados desta caracterização mecânica e física das fibras de malva e sisal estão demonstrados na Tabela 2.6.

Tabela 2.6 – Caracterização mecânica e física das fibras de malva e sisal.

Material	Resist. Tração (MPa)	Alongamento (%)	Diâmetro (mm)	Massa Específica (g/cm³)	Teor de Umidade (%)
Fibra de Malva	296,55 ±88,79	5 ±2,03	0,045 ±0,015	1,48 ±0,01	11 ±0,5
Fibra de Sisal	432,48 ±106,19	6,5 ±3,21	0,250 ±0,05	1,40 ±0,01	12 ±0,5

Fonte: COSTA *et al.*, (2012c).

Costa *et al.*, (2012c) puderam concluir que as fibras de malva apresentaram resultados similares à literatura, com exceção da resistência à tração das fibras, que foi bastante superior à de outros autores pesquisados.

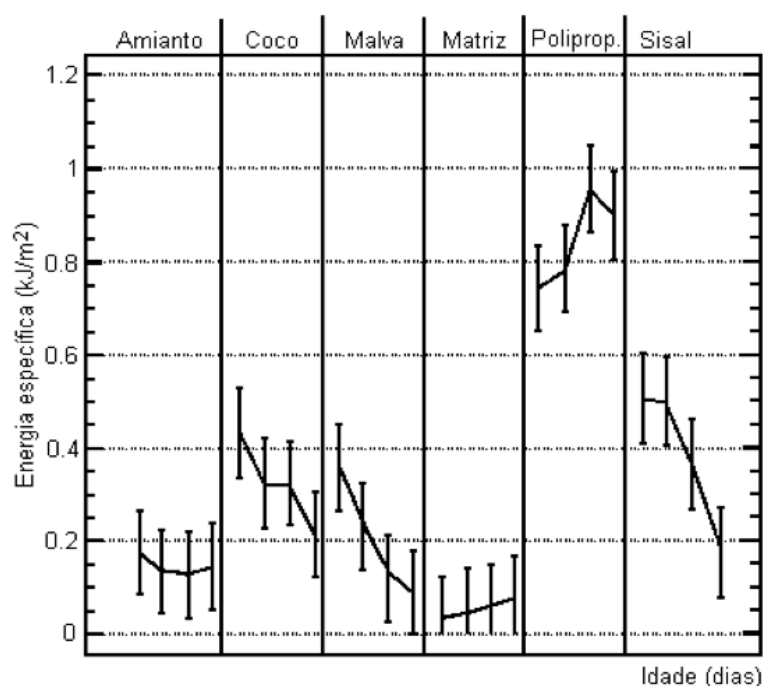
Costa *et al.*, (2013a) ainda obtiveram informações sobre as propriedades mecânicas da fibra de malva em diferentes comprimentos, e observaram resultados semelhante de resistência à tração, independentemente da espessura, como apresentada na Tabela 2.7.

Tabela 2.7 – Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de malva.

Reforço	Fração Mássica Reforço (FM) %	Resist. Tração (σ) (MPa) Média (Desvio Padrão)
Malva 2,5 mm	5,84	25,91 $\pm$ 2,62
Malva 7,5 mm	3,57	25,12 $\pm$ 2,29
Malva 12,5 mm	3,82	25,10 $\pm$ 1,45

Fonte: COSTA *et al.*, (2013a).

Rilem (1984) em seu ensaio de tração em flexão, utilizou equipamento de quatro cutelos, e observou o comportamento da energia específica que diminui passados 180 dias de idade para os compósitos de pastas de cimento Portland, com relação água/cimento igual a 0,38 reforçados com fibras vegetais de malva, coco, sisal, amianto e polipropileno. A Figura 2.20, ilustra a energia específica do compósito em diversas idades.



Legenda: para cada tipo de fibra, as idades se repetem na sequência de 7, 28, 90 e 180 dias.

Figura 2.20 – Energia específica do compósito em diversas idades. Relação água/cimento = 0,38 intervalo de confiança = 95 %. Ensaio de tração na flexão.

Savastano Jr., (2000) incorporando valores de 2 % de fibras em matriz de cimento Portland, em seu trabalho, relacionou 19 fibras potencialmente úteis para aplicação como reforço visando a otimização de custos de produção na construção civil, demonstrado na Tabela 2.8.

Tabela 2.8 – Características físicas e mecânicas das fibras vegetais usadas como reforço na construção civil.

Propriedades	Massa Espec. Real (kg/m ³)	Absorção Máxima (%)	Alongamento na Ruptura (%)	Resistência à Tração (MPa)	Módulo de Elástico. (GPa)
Coco (<i>Cocos Nucifera</i>)	1177	93,8	23,9 a 51,4	95 a 118	2,8
Sisal (<i>Agave sisalana</i>)	1370	110,0	4,9 a 5,4	347 a 378	15,2
Malva (<i>Urena lobata</i>)	1409	182,2	5,2	160	17,4
Celulose para papel imprensa (<i>Pinus elliottii</i> - princ.)	1200 a 1500	400	nd	300 a 500	10 a 40
Bambu (<i>Bambusa vulgaris</i>)	1158	145	3,2	73 a 505	5,1 a 24,6
Juta (<i>Corchorus capsularis</i>)	nd	214	3,7 a 6,5	230	nd
Piaçava (<i>Attalea funifera</i>)	1054	34,4 a 108	6	143	5,6
Banana (<i>Musa cavendishii</i>)	1031	407	2,7	384	20 a 51
Amianto crisotila	2200 a 2600	-	2	560 a 750	164
Polipropileno comum (filam.)	913	-	22,3 a 26,0	250	2,0

Fontes: AGOPYAN e SAVASTANO Jr., (1997). Obs.: nd = informação não disponível.

A Tabela 2.9, traz os teores de massa de celulose, lignina e o ângulo médio θ , formado pelas microfibrilas com o eixo longitudinal da célula.

Os autores Savastano Jr., (2000); Agopyan e Savastano Jr., (1997) em comparação com a Tabela 2.9, observaram que a resistência à tração e o módulo de elasticidade das fibras variam diretamente com o teor de celulose e inversamente o ângulo θ das microfibrilas. Já o alongamento máximo da ruptura aumenta com o ângulo θ , pois é maior o trabalho de fratura necessário para o estiramento das microfibrilas.

Tabela 2.9 – Propriedades estruturais de fibras lignocelulósicas.

Fibras	Celulose (% massa)	Lignina (% massa)	Ângulos das microfibrilas θ (graus)
Malva	76,0	10,0	8
Sisal	78,6	9,9	10 - 22
Coco	53,0	40,8	30 - 49

Fonte: AGOPYAN e SAVASTANO Jr., (1997).

A Figura 2.21, ilustra a imagem de elétrons retro espalhados de compósitos à base de cimento Portland com relação água/cimento igual a 0,38 e 7 dias de idade. Savastano Jr., (1997) observou que a fibra de malva, de baixa densidade, aparece na micrografia, com uma região mais escura. Há nítido aumento da porosidade nas proximidades da fibra, e as fissuras tendem a atravessar a zona de transição (indicação 3 da Figura 2.21).

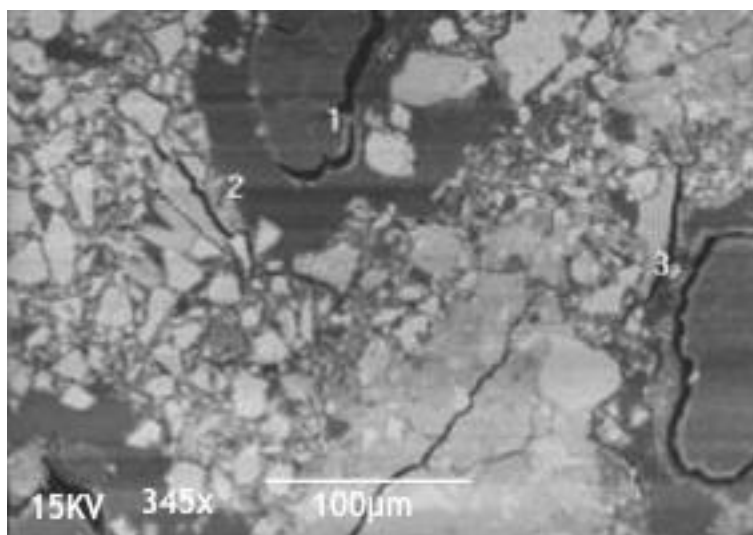


Figura 2.21 – Imagem por elétrons retro espalhados. Compósitos com fibras de malva. 1: fibra descolada da matriz; 2: macrocristal de hidróxido de cálcio e 3: microfissuras. Fonte: SAVASTANO Jr., (1997).

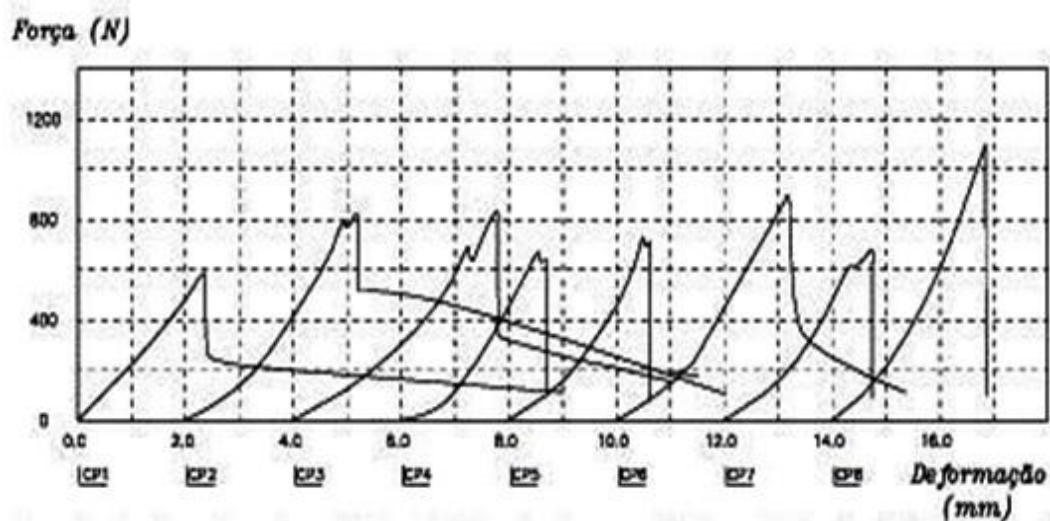
Tolêdo Filho (1997), apresentou resultados para argamassas de cimento reforçadas com fibras naturais permeáveis de malva, que permitem associar baixas resistências mecânicas ao maior volume de vazios, porém com a compensação de aumento da energia absorvida pelas fibras, durante o processo de fissuração da matriz frágil.

Agopyan (1991), observou que o compósito reforçado com as fibras de malva, apresentou absorção de energia elevada, quase 5 vezes maior que o padrão. Neste caso particular, é possível que o aspecto fibrilado da fibra tenha colaborado para a maior superfície de contato fibra-matriz aumentando, assim, a dissipação de energia.

Savastano Jr., (2000), aponta como principal vantagem a representação de um maior potencial de aproveitamento na construção civil, devido à oferta de preços bem inferiores quando comparados com os de outras fibras substitutas (preço internacional de polipropileno por volta de US\$ 900 t), ganha-se com a menor poluição ambiental, maior receita para o setor produtivo e utilização de fibras consideradas não nocivas à saúde do trabalhador da indústria da construção civil.

Savastano Jr. *et al.*, (1997) em seu trabalho, com base em avaliações de disponibilidade e dispersão geográfica no Brasil, promoveu a escolha de seis resíduos de fibras vegetais para uso como componente de reforço em matrizes frágeis e alcalinas como o cimento, e observou que a incorporação de 2 % das fibras de malva, promoveu aumento da ductilidade, os novos compósitos resistiram à cargas no ensaio de flexão, superiores a 680 N, em conformidade com as especificações internacionais (80 % de 800 N), conforme demonstrada na Figura 2.22.

A Figura 2.22, ilustra as curvas de força x alongamento do teste de flexão para telhas com fibras naturais de malva (CP6).



Legenda dos tipos de reforço: CP1 – sisal bucha de campo, CP2 – sisal bucha de “balertwine”, CP3 – coco, CP4 – polpa de eucalipto, CP5 – banana, CP6 – malva, CP7 – coco + polpa de eucalipto, CP8 – padrão sem fibra

Figura 2.22 – Curvas de força x alongamento das telhas ensaiadas à flexão.

Tolêdo Filho *et al.*, (1997), observaram que as fibras de malva impediram a fratura frágil pela provável presença de fibrilas (ramificações superficiais), que aumentam a ancoragem da fibra na matriz, promovendo uma breve manutenção, ou mesmo acréscimo da força aplicada, pelo efeito de reforço das fibras que atravessam a região da microfissura recém-iniciada na matriz. Esse comportamento do compósito resulta da combinação ótima entre fração volumétrica e comprimento das fibras de malva.

2.5.3 Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras de Juta

A juta é uma das fibras naturais mais antigas a ser utilizadas para a produção de compósitos e tem sido mais recentemente, muito utilizada na forma de fios e tecidos tramados em estilo plano para o reforço em matrizes termofixas.

Targa *et al.*, (2009) utilizaram tecido plano de juta de gramatura 280 g/m² para produzir compósitos de matriz de poliéster ortoftálico estudando o efeito do tipo de processo de fabricação sobre as propriedades do compósito. Os autores produziram compósitos por laminação manual, laminação seguida de compressão de 0,5 MPa por 4 horas e infusão à vácuo, submetendo todos os corpos de prova à uma pós-cura à 60° C por 60 minutos. Os resultados mostraram que os compósitos fabricados por laminação manual obtiveram desempenho em tração 34 % inferior ao da matriz plena de poliéster; os compósitos fabricados por infusão alcançaram praticamente o mesmo desempenho da matriz em tração; já aqueles que passaram por compressão de 0,5 MPa foram 29,4 % superiores em tração à matriz de poliéster.

Costa *et al.*, (2013b) estudaram a influência do comprimento das fibras sobre a resistência à tração de um compósito de matriz poliéster reforçado por fibras curtas de juta nos comprimentos de 5, 10, 15 e 20 mm, moldados sem pressão. Os resultados dos ensaios apresentaram um crescimento significativo do limite de resistência à tração à medida que o comprimento da fibra foi aumentando, até o comprimento de 15 mm. Os compósitos fabricados com reforço de fibras de 10 mm apresentaram resistência à tração 8,9 % superior ao alcançado pelos corpos de prova com fibras de 5 mm, e aqueles com reforço de fibras de 15 mm tiveram um desempenho em tração 56,3 % superior aos compósitos com fibras e 5 mm. Os compósitos com fibras de 20 mm apresentaram uma diminuição de 17 % na resistência à tração em relação aos compósitos com fibras de 15 mm, mas ainda assim foram 29,5 % superiores aos com fibras de 5 mm e 19 % superiores aos com fibras de 10 mm.

Raghavendra *et al.*, (1998) produziram por laminação manual seguida de leve compressão compósitos de matriz epóxi reforçados com tecido em estilo plano de juta e comparou as propriedades mecânicas obtidas em tração e flexão com compósitos reforçados com tecido de fibra de vidro produzidos nas mesmas condições. Os ensaios em tração mostraram que os compósitos reforçados com tecido de juta alcançaram desempenho 130 % superior ao limite de resistência à tração da matriz epóxi; já os compósitos reforçados com tecido de fibras de vidro foram 410 % superiores à matriz.

Quando comparado aos compósitos com vidro, os corpos de prova com reforço de juta obtiveram resistência à tração 45 % inferior. A resistência à flexão dos laminados reforçados com fibras de juta e com fibras de vidro foi 71 % e 330 %, respectivamente, maior do que a da matriz epóxi. A fibra de juta alcançou desempenho em flexão 49 % inferior ao obtido pelos compósitos com reforço de fibra de vidro.

Stocchi *et al.*, (2014) fabricaram núcleos tipo colméia (*honey comb cores*) por compressão em moldes especialmente desenvolvidos para tal, utilizando uma matriz termofixa de viniléster reforçada com tecido plano de juta de gramatura 300 g/m². Após o posicionamento dos tecidos e a adição da matriz termofixa, os moldes foram fechados e submetidos a uma pressão de 50 MPa por 1 hora a 80 °C. Por fim, as colméias foram pós-curadas por 2 horas a 140 °C. Os autores caracterizaram as colméias fabricadas em ensaios de compressão e flexão. Para estabelecer uma referência, os pesquisadores compararam o desempenho específico em compressão obtido (MPa/kg) com núcleos comerciais, um de alumínio e outro núcleo constituído de papel de fibra de aramida revestido com resina fenólica. Os resultados de limite de compressão específico mostraram que as colméias produzidas com fibras de juta apresentaram desempenho comparável ao dos produtos comercialmente disponíveis, sendo inclusive ligeiramente superior ao núcleo com alumínio e praticamente três vezes mais resistente em compressão específica que o núcleo de papel de aramida.

Memon e Nakai (2013), fabricaram por pultrusão compósitos tubulares trançados de matriz de PLA e fios de juta e de fibra de vidro. Os autores exploraram as diversas variáveis do processamento, como o ângulo de entrelaçamento (*Braidingangle*), arranjo dos fios na alimentação, espaço entre os fios da trança, razão de enchimento, temperatura de pultrusão, velocidade e força de puxamento dos fios, dentre outras, correlacionando essas variáveis com a qualidade do produto gerado e com as propriedades mecânicas sobre flexão de quatro pontos dos compósitos produzidos. Os resultados demonstraram a viabilidade da produção de compósitos por pultrusão usando fibras naturais, representando, segundo os pesquisadores, um passo importante para a produção economicamente viável de alto desempenho dos produtos biocompostos com seção transversal uniforme.

2.6 FRATURA EM POLÍMEROS E COMPÓSITOS

2.6.1 Fratura em Polímeros

A iniciação e extensão de uma trinca em polímeros requer a ruptura de ligações inter e/ou intra-moleculares. Entretanto, este não é o único mecanismo absorvedor de energia em operação. De fato, existem outros mecanismos absorvedores de energia no processo de fratura dos polímeros e que são, na maioria das vezes, processos viscoelásticos e/ou plásticos de dissipação de energia que ocorrem na região da ponta da trinca (D'ÁLMEIDA, 1994).

Nos polímeros vítreos existem dois mecanismos básicos de absorção de energia. Ambos requerem processos localizados de deformação plástica na ponta da trinca, a saber: i) fibrilamento ou *craze (crazing)* e ii) escoamento (*shearyielding*). A diferença entre estes mecanismos é que o fibrilamento ocorre com aumento de volume, enquanto o escoamento generalizado ocorre essencialmente a volume constante e requer movimento cooperativo de segmentos moleculares.

2.6.2 Fratura em Compósitos

A caracterização das propriedades dos materiais compósitos não é uma tarefa simples. A primeira questão que surge é como aplicar os métodos padrões, desenvolvidos para materiais homogêneos, aos materiais compósitos. Este é especialmente o caso das propriedades locais, como os parâmetros de resistência ao impacto e tenacidade à fratura (SILVA, 2003). A Figura 2.23 mostra os vários mecanismos de falha que podem ocorrer em compósitos reforçados por fibras. A fratura raramente ocorre de modo catastrófico, mas tende a ser progressiva, com falhas subcríticas dispersas através do material, o que constitui uma vantagem.

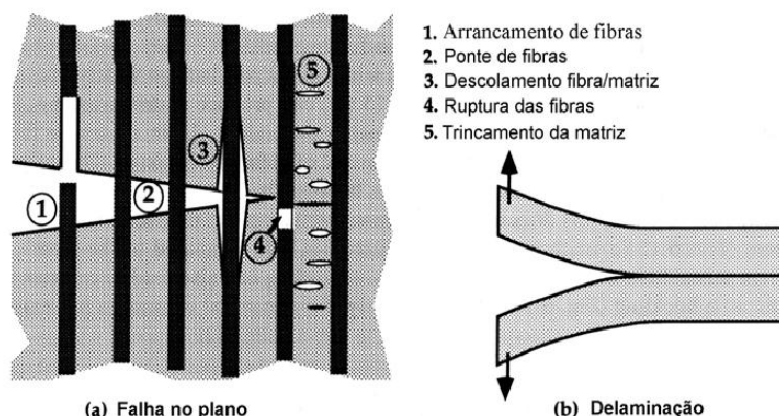


Figura 2.23 – Mecanismos de falhas em materiais compósitos reforçados por fibras.
 Fonte: ANDERSON, (1995).

Os mecanismos de falha que podem ocorrer durante a fratura de um compósito fibrado são: a ruptura das fibras, a deformação e o trincamento da matriz, o descolamento das fibras, o deslizamento interfacial seguido da ruptura das fibras (*pull out*) e ainda o efeito denominado de pontes de fibras (*fiber bridging*), onde as superfícies de uma trinca são interligadas por fibras. Vários destes mecanismos podem atuar simultaneamente durante o processo de fratura de um compósito.

2.7 FRACTOGRAFIA

A fractografia é uma das principais técnicas utilizadas no processo de análise de materiais após falha. Consiste em identificar aspectos fractográficos e estabelecer as relações entre a presença ou ausência desses aspectos com a sequência de eventos da fratura, podendo levar à determinação do carregamento e das condições dos esforços no momento da falha (SOHN e HU, 1995). A fractografia é a chave para se determinar a sequência dos eventos ocorridos durante o processo de fratura e identificar o estado de tensões atuantes no momento da falha. Outros fatores como condições ambientais e defeitos do material podem contribuir para o início e crescimento da fratura e também podem ser avaliados por esta técnica (FRANCO, 2003). O método de observação utilizado na investigação fractográfica, visual, por microscopia estereoscópica, óptica ou eletrônica, deve atentar não só para a identificação e documentação da morfologia da falha, mas também para informações que ajudem a determinar as causas da falha. Assim 3 (três) operações básicas devem ser seguidas: (1) classificação do tipo de falha, (2) mapeamento da trinca e (3) análise química da superfície de fratura. A primeira

classificação, envolvendo o tipo de falha, conduz a duas definições: falhas interlaminares e translaminares. Esta classificação ajuda muito, pois orienta na utilização de diferentes métodos para melhor estudar cada um dos diferentes tipos de fratura. Fraturas interlaminares ou delaminações são melhores analisadas pela direção de propagação da trinca utilizando-se microscopia óptica estereoscópica, enquanto que as fraturas translaminares, onde ocorre o rompimento das fibras, são melhores analisadas por microscopia eletrônica de varredura.

Com uma peça fraturada em serviço, a responsabilidade inicial do investigador é documentar a fratura, tanto com fotos dos aspectos gerais quanto aos detalhes. Neste estágio, informações críticas importantes podem ser asseguradas localizando-se todos os tipos de fratura ocorridos, dando ao investigador um sentimento de quais foram as cargas primárias no evento, qual a sequência de acontecimentos, e que fatos poderiam ter influenciado o início ou durante a falha. Após a definição do tipo de falha ocorrida, vem a etapa mais trabalhosa do processo, que é o exame detalhado da fratura por meio de análises macro e microscópicas. Essas análises requerem que o investigador use técnicas fractográficas específicas para determinar a direção da fratura, o modo como ocorreu e as condições ambientais em que a fratura se processou. Para fraturas translaminares, a ênfase é dada na fratura das fibras, enquanto que na fratura interlaminar a resina recebe mais atenção (FRANCO, 2003).

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.1 MATERIAIS

3.1.1 Materiais Sintéticos

O polímero utilizado no desenvolvimento deste trabalho foi a resina poliéster isoftálica insaturada, com acelerador de cobalto e o iniciador MEK-P (Butanox M-50), produzidos pela empresa AEROJET Brasileira de Fiber glass Ltda e obtida como doação através da empresa INPAR Industrial Ltda-EPP, mostrado na Figura 3.1. A massa específica média da resina foi de $1,125 \text{ g/cm}^3$, segundo dados fornecidos pelo fabricante.

O agente de cura, o iniciador MEK-P (Butanox M-50) foi utilizado na proporção 1 % (v/v), e o acelerador de cobalto na proporção 1,5 % (v/v), seguindo procedimentos utilizados por OLIVEIRA (2013b) que confeccionou placas de materiais compósitos de lama vermelha com fibras de curauá, definindo nessas proporções um tempo eficiente de trabalhabilidade que resultaram em compósitos com boas propriedades.

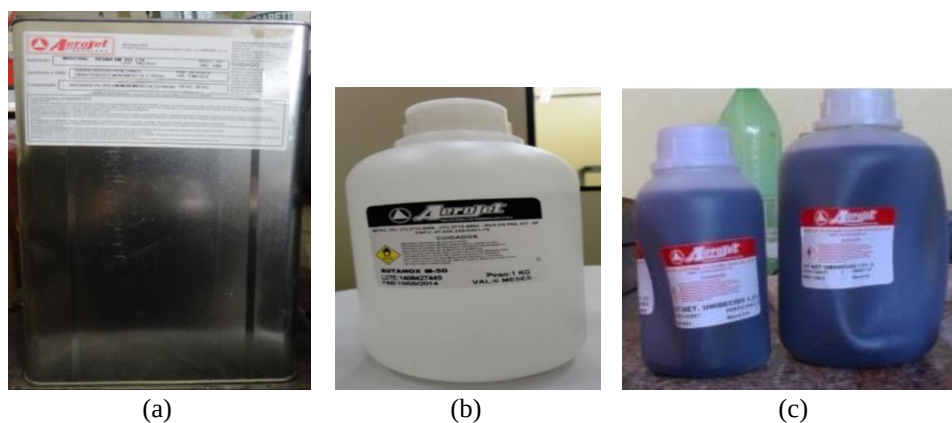


Figura 3.1 – (a) Resina poliéster insaturada; (b) Iniciador e (c) Acelerador de cobalto.

3.1.2 Resíduos Industriais – Lama Vermelha, Caulim e Cinza

- **Lama Vermelha**

A lama vermelha foi fornecida pela empresa Hydro-Alunorte em formatos de torrões ou blocos em misturas com água no seus containeres. O material sofreu secagem em estufa de recirculação por aproximadamente 8 (oito) horas. Após a secagem, a lama vermelha sofreu cominuição e peneiramento manual em peneira de 100 mesh da série Tyler. A Figura 3.2 ilustra a lama vermelha antes e após ser cominuída para ser utilizada no trabalho.



Figura 3.2 – (a) Lama vermelha antes da cominuição e (b) Lama vermelha após a cominuição.

As composições químicas da lama vermelha utilizada no trabalho estão demonstradas na Tabela 3.1 realizada por QUARESMA, (2013).

Tabela 3.1 – Composição química da lama vermelha.	
Constituintes da lama vermelha	(%) massa
Fe ₂ O ₃	29, 538
SiO ₂	17, 283
CaO	1, 082
Al ₂ O ₃	22, 539
TiO ₂	4,56
Na ₂ O	12, 508
V ₂ O ₅	0,28
MgO	0, 148
K ₂ O	0, 027
P.F. (perda ao fogo)	12, 035

Fonte: QUARESMA, (2013).

A massa específica da lama vermelha foi determinada através da metodologia da massa seca e da massa imersa. Apesar de algumas amostras terem apresentado valores que ultrapassavam os limites de controle, o valor médio determinado foi de $2,11 \text{ g/cm}^3$ (OLIVEIRA, 2013b).

- **Caulim**

O caulim utilizado foi fornecido pela empresa Ymerys-Caulim - PA com granulometria elevada e alta umidade. Esse material sofreu secagem em estufa de recirculação por aproximadamente 8 (oito) horas. Após a secagem, o caulim sofreu cominuição e peneiramento manual em peneira de 100 mesh da série Tyler. A Figura 3.3 mostra o caulim antes e após ser cominuído para ser utilizada no trabalho.



Figura 3.3 – (a) Caulim antes da cominuição e (b) Caulim após a cominuição.

As composições químicas do caulim utilizado no trabalho estão mostradas na Tabela 3.2 realizado por RODRIGUES, (2013).

Tabela 3.2 – Composição química do caulim.

Óxidos	Concentrações (%)	Valores Teóricos (%)
Al_2O_3	37,32	39,95
Fe_2O_3	0,53	-
Na_2O	0,19	-
P_2O_5	0,10	-
SiO_2	47,08	46,51
TiO_2	0,42	-
P.F. (perda ao fogo)	14,36	13,95
Total	100	100

Fonte: RODRIGUES, (2013).

A massa específica do caulim adotada foi de $2,60 \text{ g/cm}^3$, valor médio determinado (RODRIGUES, 2013).

- **Cinza**

As cinzas utilizadas foram fornecidas pela empresa Hydro-Alunorte, provenientes das fornalhas das caldeiras e apresentando granulometrias variadas. Esse material sofreu secagem em estufa de recirculação por aproximadamente 8 (oito) horas. Após a secagem, as cinzas sofreram cominuição e peneiramento manual em peneira de 100 mesh da série Tyler. A Figura 3.4 apresenta a cinza antes e após ser cominuída para ser utilizada no trabalho.

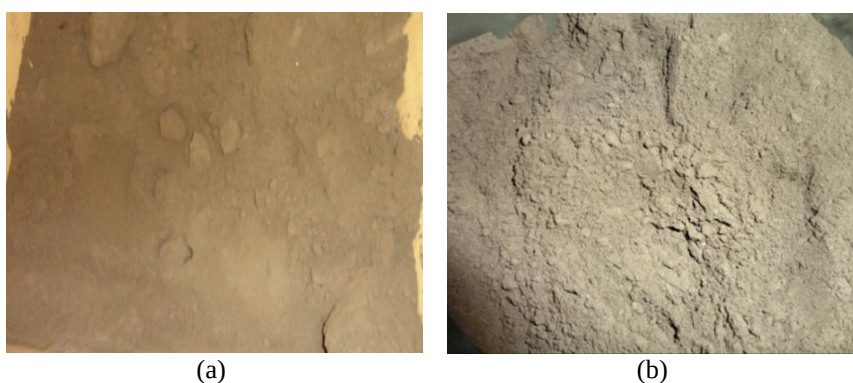


Figura 3.4 – (a) Cinzas antes da cominuição e (b) Cinzas após a cominuição.

As composições químicas da cinza utilizada no trabalho estão demonstradas na Tabela 3.3 realizada por QUARESMA, (2013).

Tabela 3.3 – Composição química da cinza de carvão mineral.

Elementos	Teor*(%)	Teor**(%)
Na ₂ O	0,09	0,941
MgO	0,46	1,836
Al ₂ O ₃	22,71	16,399
SiO ₂	51,71	42,53
P ₂ O ₅	0,08	0,194
S	0,65	-
K ₂ O	0,94	1,61
CaO	2,75	19,005
TiO ₂	0,86	0,897
MnO	0,04	0,073
Fe ₂ O ₃	5,93	7,081
PF	14,35	-
C.Orgânico	10,74	-
CO ₂ total	40,09	-
Cl (ppm)	1030 (ppm)	0,056
SO ₃	-	9,208
ZnO	-	0,014
Rb ₂ O	-	0,011
SrO	-	0,046
BaO	-	0,095
Rb ₂ O	-	0,011

*Fonte: Coletânea Habitare (1999).

**Análises realizadas no centro de Geociências da UFPA.

A massa específica da cinza adotada foi de 2,70 g/cm³, valor médio determinado (SIQUEIRA, 2011).

3.1.3 Fibras Naturais – Sisal, Malva e Juta

As fibras naturais utilizadas foram às fibras de sisal (*Agave sisalana*), malva (*Urena lobata*) e juta (*Corchorus capsularis*).

- **Fibras de Sisal**

As fibras de sisal (*Agave sisalana*) foram obtidas no comércio local da cidade de Belém-PA. As fibras foram utilizadas na forma como foram adquiridas, sem tratamento

superficial e em condições ambientais. A Figura 3.5 mostra as fibras de sisal soltas antes de serem cortadas nos comprimentos desejados.



Figura 3.5 – Fibras de Sisal.

- **Fibras de Malva**

As fibras de malva (*Urena lobata*) foram oriundas da região de Castanhal-PA cedidas pela empresa Companhia Castanhal Têxtil, as quais após o processo de extração, foram mantidas em temperatura e umidade ambiente. Tais fibras foram utilizadas da maneira como extraídas, sem qualquer tipo de tratamento superficial. A Figura 3.6 mostra as fibras de malva soltas antes de serem cortadas nos comprimentos desejados.



Figura 3.6 – Fibras de Malva.

- **Fibras de Juta**

As fibras de juta (*Corchorus capsularis*) oriundas da região de Castanhal-PA cedidas pela empresa Companhia Castanhal Têxtil, as quais após o processo de extração, foram mantidas em temperatura e umidade ambiente. Tais fibras foram utilizadas da maneira como extraídas, sem qualquer tipo de tratamento superficial. As Figuras 3.7 mostra as fibras de juta.



Figura 3.7 – Fibras de Juta.

3.2 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.2.1 Caracterização dos Resíduos Industriais de Lama Vermelha, Caulim e Cinza

Os resíduos industriais de lama vermelha, caulim e cinzas foram caracterizados por análises mineralógicas e microestrutural.

3.2.1.1 Caracterização Mineralógica

3.2.1.1.1 Difração de Raios-X (DRX)

A técnica de difração de raios-X é uma técnica realizada a fim de identificar as fases cristalinas do material.

Para as análises mineralógicas dos resíduos de lama vermelha, caulim e cinza foi utilizado um Difratorômetro de Raios-X modelo X'PERT PRO MPD (PW 3040/60) da PANalytical, com Goniômetro PW3050/60 (Theta/Theta) e com tubo de Raios X cerâmico, de ânodo de Cu ($K\alpha_1=1,540598 \text{ \AA}$), modelo PW3373/00, foco fino longo, 2200W, 60kv. Foi utilizado filtro $K\beta$ de Ni. O detector utilizado foi o X'Celerator, do tipo RTMS (Real Time Multiple Scanning), atuando no modo Scanninge com um active length de $2,122^\circ$. Foram utilizadas as seguintes condições instrumentais: varredura de 5° a $75^\circ 2\theta$, voltagem: 40 kV, corrente: 30 mA, tamanho do passo: $0,02^\circ 2\theta$ e tempo/passo: 5s, fenda divergente de $1/2^\circ$ e anti espalhamento de 1° ; Máscara de 10 mm, movimento da amostra: Spinning, com 1 rotação/s. Estas análises foram realizadas no Laboratório de Difração de Raios X do Instituto de Geociências, UFPA. A aquisição dos dados foi realizada com software X Pert Data Collector, versão 2.1a, e o tratamento dos dados

com software X Pert High Score versão 2.1b, também da PAnalytical, consultando o banco de dados PDF (Powder Diffraction File) do ICDD (International Center for Diffraction Data). A Figura 3.8 ilustra um equipamento de DRX similar ao que foi utilizado nas análises deste trabalho.



Figura 3.8 – Equipamento de DRX. Fonte: BRUKER, (2016).

3.2.1.2 Caracterização Microestrutural

3.2.1.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV

A caracterização microestrutural dos resíduos de lama vermelha, caulim e cinza foram efetuadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da marca HITACHI, modelo TM 3000, Brasil. A Figura 3.9 mostra o microscópio eletrônico de varredura utilizado nas análises microestruturais.

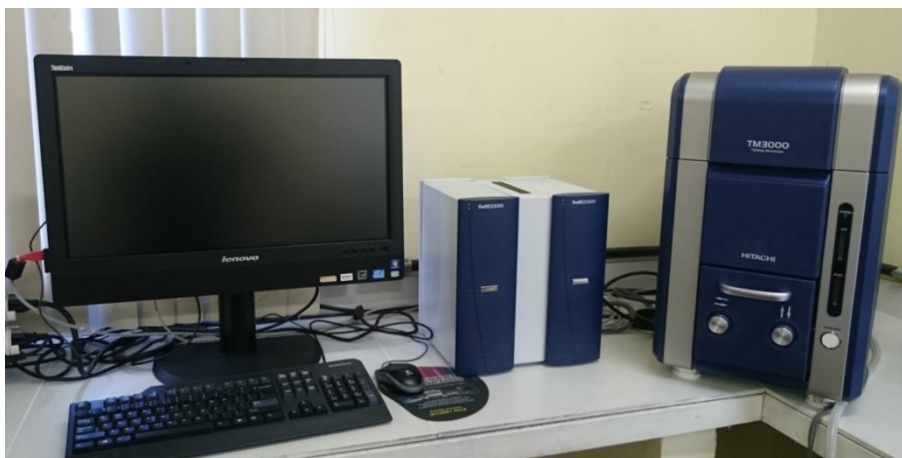


Figura 3.9 – Microscópio eletrônico de varredura.

3.2.1.3 Caracterização Térmica

As análises térmicas envolvem uma série de técnicas que acompanham mudanças nas propriedades físicas ou químicas de materiais em função da temperatura. A análise térmica tem sido usada como uma ferramenta de controle de qualidade em três principais áreas: caracterização, processamento (otimização e monitoramento) e desenvolvimento de materiais. Essas análises térmicas compreendem um conjunto de técnicas através das quais as propriedades físicas de uma substância e/ou de seus produtos de reações são medidas em função da temperatura. A substância é submetida a uma variação controlada de temperatura e sob uma atmosfera específica. A caracterização térmica da matriz polimérica pura e dos resíduos de lama vermelha, caulim e cinza consistiu nos ensaios de termogravimetria - TGA.

3.2.1.3.1 Termogravimetria - (TGA)

A termogravimetria é um método extremamente quantitativo, uma vez que a variação de massa pode ser exatamente determinada. Por meio de ensaio que a amostra é aquecida num ambiente, cuja temperatura está variando de uma maneira pré-determinada, preferencialmente a uma razão linear (RAMACHANDRAN *et al.*, 2003).

As análises térmica termogravimétrica foram realizadas no Laboratório de Materiais do IGE/UNIFESSPA. As curvas de decomposição térmica da matriz polimérica pura e dos resíduos de lama vermelha, caulim e cinza foram obtidas no equipamento modelo DTG-60 Series, marca SHIMADZU com analisador térmico simultâneo STA 1000/1500, da Stanton Redcroft Ltda, com forno cilíndrico vertical, conversor digital acoplado a um microcomputador, termopar constituído de uma liga de platina (87 %)/ródio (13 %), cadinho de alumina para peso das amostras em torno de 10 a 20 mg, trabalhando na faixa de temperatura da ambiente até 1000 °C, com taxa de aquecimento de 10 °C/min. Com atmosfera de nitrogênio com uma fluxo de gás de 40 ml/min. Estas técnicas de termo análises têm como objetivo medir as temperaturas em que a amostra sofre alteração física ou química, como perda de massa, perda de água de cristalização ou transformação de fase, quando é aquecida ou resfriada. Na TG mede-se diretamente a perda de massa da amostra, em função da temperatura em que a amostra está sendo submetida. A Figura 3.10 mostra o equipamento utilizado para análises TGA.



Figura 3.10 – Equipamento de TGA.

3.2.2 Caracterização das Fibras Naturais de Sisal, Malva e Juta

3.2.2.1 Caracterização Física, Mecânica e Microestrutural das Fibras Naturais

As fibras de sisal, malva e juta foram caracterizadas quanto à sua resistência à tração, diâmetro, alongamento, aspecto superficial e morfologia, massa específica e teor de umidade.

Os ensaios de resistência à tração das fibras foram realizados em máquina universal (modelo KE3000MP, marca KRATOS, Brasil) com sistema de aquisição de dados, com célula de carga 5 kN, a uma velocidade de 0,5 mm/min e comprimento útil para medição entre garras de 15 mm. As caracterizações mecânica e física das fibras foram realizadas no Laboratório de Engenharia Mecânica (LABEM) da Universidade Federal do Pará.

Foram ensaiadas 100 (cem) amostras de fibras de sisal, malva e juta de forma a dar confiabilidade nos resultados. As amostras das fibras foram preparadas com suportes de papel KRAFT chamados na literatura de TAB. Os TABs são usados para distribuir uniformemente a carga aplicada na fibra que está sendo ensaiada e também para proteger as fibras de danos por ocasião do posicionamento das garras na máquina de ensaios. Os TABs de papel KRAFT (gramatura de 200 g/m²) com as dimensões de 25 mm x 65 mm foram colados com cianoacrilato (Super Bonder da Loctite) nas extremidade do comprimento útil das fibras, conforme recomendação da norma ASTM D3822-01.

Em complemento ao ensaio de tração, definiu-se o diâmetro médio das fibras, por microscopia óptica, admitindo-se as fibras com uma seção circular, sendo realizadas três medidas ao longo do sentido longitudinal das 100 (cem) amostras de sisal, malva e juta, por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura. A Figura 3.11 ilustra os TABs utilizados para os ensaios de tração das fibras de sisal, malva e juta.

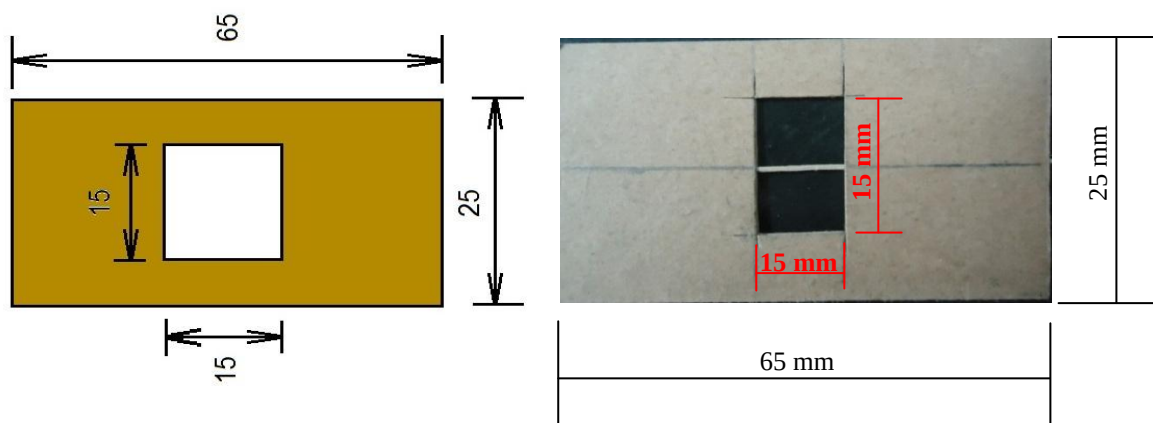


Figura 3.11 – Os TABs de papel KRAFT (200 g/m²) com as dimensões de 25 mm x 65 mm.

A microestrutura das fibras foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), realizadas no Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura - LABMEV do Instituto de Geociências da UFPA. O equipamento utilizado foi um MEV (modelo 1430, marca LEO, Brasil). As condições de análises para as imagens de elétrons secundários foram: corrente do feixe de elétrons = 90 μ A, voltagem de aceleração constante = 10 kV, distância de trabalho = 15-12 mm. Foi verificado seu aspecto superficial e seção transversal a partir de amostras ensaiadas em tração e amostras embutidas na matriz acrílica e preparadas segundo os procedimentos metalográficos. Para determinação da massa específica das fibras foi usado o método do picnômetro com água, sendo o material imerso em água observando o volume deslocado, conforme a norma NBR NM 52-09. A Figura 3.12 mostra as fibras de sisal, malva e juta cortadas para determinação da sua massa específica.



Figura 3.12 – (a) Fibras de sisal, (b) Fibras de malva e (c) Fibras de juta.

O teor de umidade das fibras de sisal, malva e juta foi determinado através da secagem das fibras em estufa (modelo MD 1.4, marca QUIMIS, Brasil). Foi determinado o teor de umidade das fibras na base úmida de 3 (três) amostras com massa inicial de 3 (três) gramas. As fibras foram inicialmente pesadas e secadas até massa constante, determinando-se o teor de umidade pela equação (1).

$$T \% = \frac{M_1 - M_2}{M_1} * 100 \quad (1)$$

Onde ($T \%$) corresponde ao teor percentual de umidade, (M_1) a massa inicial antes da secagem (M_2) a massa final após a secagem.

A determinação do teor de umidade das fibras foi realizada seguindo os procedimentos estabelecidos na norma ASTM D 3030-00. As amostras de cada fibra foram secas em uma estufa a 110 °C por 24 horas. O ensaio foi repetido cinco vezes para cada fibra estudada. A Figura 3.13 mostra os equipamentos e o picnômetro utilizados na caracterização das fibras de sisal, malva e juta.



Figura 3.13 – Caracterização das fibras: (a) Microscópio óptico; (b) Microscópio eletrônico de varredura (MEV); (c) Picnômetro; (d) Máquina de ensaio de tração.

Na Figura 3.13 (a) mostra o microscópio óptico (modelo DMR, marca LEICA, Alemanha) com sistema de aquisição de dados, utilizado para caracterização física das fibras; a Figura 3.13 (b) apresenta o microscópio eletrônico de varredura (MEV) com sistema de aquisição de dados, utilizado na caracterização superficial e microestrutural das fibras; a Figura 3.13 (c) mostra o picnômetro utilizado para determinação da massa específica das fibras; a Figura 3.13 (d) ilustra a máquina universal de ensaio de tração com sistema de aquisição de dados, onde foram ensaiadas as fibras para sua caracterização mecânica.

3.2.3 Processo de Confecção dos Compósitos

O compósito de poliéster insaturada isoftálica, com carga de lama vermelha, caulim e cinzas, reforçados com fibras vegetais de sisal, malva e juta foram confeccionados na forma de placas retangulares através do método manual de *hand lay-up*, sendo os resíduos com a granulometria inferior a 100 mesh e as fibras foram cortadas manualmente (com tesouras) nos comprimentos 15 mm. As placas foram

produzidas em um molde metálico (Figura 3.14) e em seguida prensados em prensa hidráulica com carga de 25 kN durante 30 minutos.

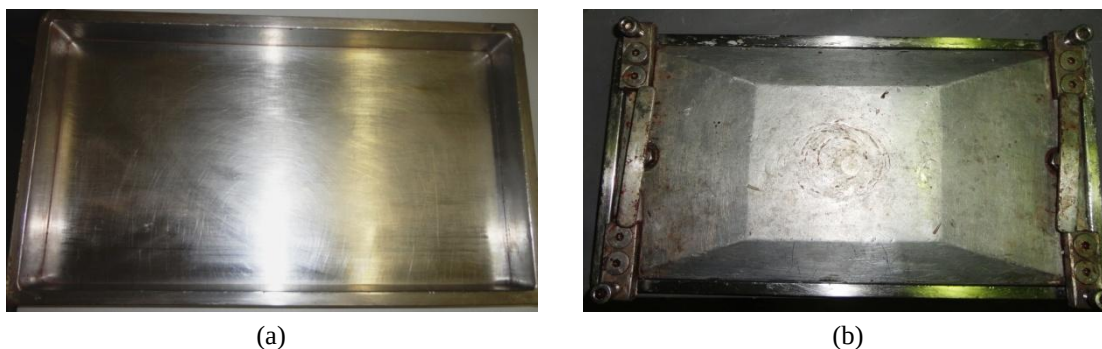


Figura 3.14 – Molde metálico para produção das placas de compósitos: (a) Molde aberto e (b) Molde fechado.

Os compósitos foram confeccionados na forma de placas de acordo com o formato do molde metálico, mostrado na Figura 3.14. Inicialmente a matriz polimérica, os resíduos e as fibras de sisal, malva e juta, são pesadas para obtenção de suas massas determinadas em balança semi-analítica com precisão de $\pm 0,01$ g. (modelo UD 1500/0,1 LE, marca URANO, Brasil), sendo realizados os cálculos das frações mássicas de todos os constituintes dos compósitos.

Inicialmente foram confeccionadas as placas somente com a matriz polimérica de resina poliéster insaturada (puras), em seguida foram confeccionadas as placas de compósitos com a matriz e os resíduos (lama vermelha, caulim e cinza), depois foram confeccionadas as placas de materiais compósitos com a matriz e as fibras de sisal, juta e malva. Na etapa final foram confeccionadas as placas de materiais compósitos híbridos com resíduos (lama vermelha, caulim e cinza) e com as fibras (sisal, malva e juta).

As fibras foram cortadas nos comprimentos de 15 mm e dispostas aleatoriamente dentro da matriz polimérica, o comprimento de 15 mm das fibras foram determinados através da capacidade dessas fibras serem reforços efetivos dentro da matriz e também pela boa eficiência das fibras de acomodação, disposição e facilidade de homogeneização com os outros constituintes dos compósitos. Segundo a literatura pesquisada (MARGEM, 2013; SILVA, 2014) os melhores desempenhos mecânicos com relação ao comprimento de fibras dispostas aleatoriamente dentro da matriz estão entre os comprimentos de 15 mm a 30 mm.

A fração mássica de cada tipo de reforço utilizado na confecção dos compósitos desta pesquisa foi definida pela capacidade volumétrica do molde metálico em acomodar as fibras sem pressão ou compactação e na ausência da matriz. Para cada tipo de fibras de sisal, malva e juta de 15 mm, os moldes metálicos foram enchidos com as fibras até o limite de sua capacidade volumétrica, sem pressão ou vibração mecânica, em seguida, cada tipo de fibras foi devidamente pesado e o valor da massa obtida, convertida em fração mássica, foi estabelecido como sendo a referência de incorporação e trabalhabilidade para a confecção dos compósitos, baseado em RODRIGUES (2008), sendo as frações mássicas de cada tipo de fibra fixada em 5 % em massa.

Em seguida foram confeccionadas as placas de materiais compósitos com os resíduos industriais de lama vermelha, caulim e cinzas, sendo as proporções em frações mássicas variando de 10 %, 20 %, 30 %, 40 % e 50 % para cada tipo de resíduo até sua saturação dentro da matriz, conseguindo-se o máximo de 50 % para os compósitos com resíduos de lama vermelha e caulim, e o máximo de 30 % para os compósitos com resíduos de cinzas. A saturação dos resíduos dentro da matriz foi definida como a máxima capacidade dos constituintes apresentarem boa homogeneização, impregnação e molhabilidade do sistema matriz/resíduos/fibras.

Por fim, foram confeccionadas as placas de materiais compósitos híbridos constituídos por cada tipo de resíduo e cada tipo de fibras, ficando com as seguintes configurações: (Lama Vermelha/Sisal), (Lama Vermelha/Malva), (Lama Vermelha/Juta), (Caulim/Sisal), (Caulim/Malva), (Caulim/Juta), (Cinzas/Sisal), (Cinzas/Malva), (Cinzas/Juta), ratificando novamente que os valores dos resíduos variaram de 10 %, 20 %, 30 %, 40 % e 50 % em massa com relação a matriz polimérica e a fração mássica de fibras (sisal, malva e juta) fixada em 5 % em relação a matriz.

A inclusão das fibras na composição das placas de materiais compósitos, resultou em uma saturação dos constituintes dos compósitos com sua matriz antes dos valores conseguidos com os resíduos individualmente na matriz que foi de 50 %. Com isso, as placas de materiais compósitos de lama vermelha e fibras (sisal, malva e juta) foi alcançado um valor máximo de homogeneização antes da saturação, nos valores de 10 %, 20 % e 30 % de resíduo, respectivamente.

Para as placas de materiais compósitos de caulim e fibras (sisal, malva e juta) também foi alcançado um valor máximo de homogeneização antes da saturação, nos valores de 10 %, 20 % e 30 % de resíduo. Já para as placas de materiais compósitos de

cinzas e fibras (sisal, malva e juta), os valores alcançados antes da saturação foram de 10 % e 20 % de resíduos, respectivamente.

As placas foram confeccionadas em sistema de quadruplicata (4 placas) para cada tipo de constituintes, resultando em um total de 164 (Cento e Sessenta e Quatro) placas confeccionadas. Cada placa foi cortada para confecção dos corpos de prova para os ensaios mecânicos, térmicos, físicos, resistência a chama e microestruturais. Com número mínimo de 8 (oito) corpos de prova para cada ensaio realizado conforme recomendações das normas utilizadas.

Um planejamento experimental foi realizado para que pudesse ser confeccionado um número de placas capaz de fornecer uma quantidade significativa de dados, dentro dos níveis adequados ao objetivo que se destina o trabalho que é a produção de placas de materiais compósitos de lama vermelha, caulim e cinzas, reforçados com fibra de sisal, malva e juta.

De acordo com esse planejamento, foram produzidas placas somente com a resina polimérica (poliéster). Placas de compósitos com resina polimérica com as fibras de sisal, malva e juta. Placas de compósitos com lama vermelha e caulim nos níveis de 10 %, 20 %, 30 %, 40 % e 50 % em massa. Placas de compósitos com cinzas com 10 %, 20 % e 30 % em massa e fixou-se em 5 % em massa de fibras de sisal, malva e juta dispostas randomicamente dentro da matriz polimérica de todas as placas produzidas, conforme Tabela 3.4.

Tabela 3.4 – Placas de materiais compósitos produzidas para os procedimentos experimentais do trabalho.

Lama Vermelha (%)	Caulim (%)	Cinzas (%)	Sisal (%)	Malva (%)	Juta (%)	Nº de Placas
-	-	-	-	-	-	4
-	-	-	5	5	5	12
10	10	10	-	-	-	12
20	20	20	-	-	-	12
30	30	30	-	-	-	12
40	40	-	-	-	-	8
50	50	-	-	-	-	8
10	10	10	5	5	5	36
20	20	20	5	5	5	36
30	30	-	5	5	5	24
Total						164

Todas as placas de materiais compósitos foram confeccionadas seguindo as mesmas etapas experimentais que foram: Inicialmente determinaram-se as massas de todos os constituintes em uma balança de precisão, em seguida foi aplicado agente desmoldante nos moldes metálicos para facilitar sua retirada após sua cura, depois tanto os resíduos como as fibras foram levadas para retirada de sua umidade em estufa de circulação (modelo MA 035/5, marca MARCONI, Brasil) por 30 minutos em temperatura de 105 °C. Após isso, as fibras são retiradas da estufa, sendo distribuídas e compactadas dentro do molde metálico, em seguida os constituintes (Resíduo/Matriz) foram homogeneizados em um bquer por cerca de 5 (cinco) minutos e depois vazados, à temperatura ambiente, sobre as fibras nos moldes metálicos, sendo efetuada uma laminação, compactação e impregnação com espátulas e uso de rolo metálico para retirada de bolhas de ar e imperfeições provenientes do processo de confecção manual das placas de materiais compósitos. O tempo de gel (material em processo de cura) foi determinado no intervalo de 15 a 20 minutos. Logo em seguida o molde metálico foi fechado e prensado em uma prensa hidráulica (modelo MPH-15, marca MARCON, Brasil) com carga de 25 kN por 30 minutos. As placas foram retiradas dos moldes metálicos e deixadas em temperatura ambiente para o processo total de cura que foi de 24 h. Depois do processo total de cura, as placas de compósitos foram cortadas em uma serra de bancada circular (modelo BDTS1800, marca BLACKDECKER, Brasil) para confecção dos corpos de prova de acordo com as normas de cada ensaio. A Figura 3.15 mostra as fibras disposta aleatoriamente e compactadas dentro do molde metálico, tem-se ainda a prensa hidráulica e a serra de bancada utilizada no trabalho.

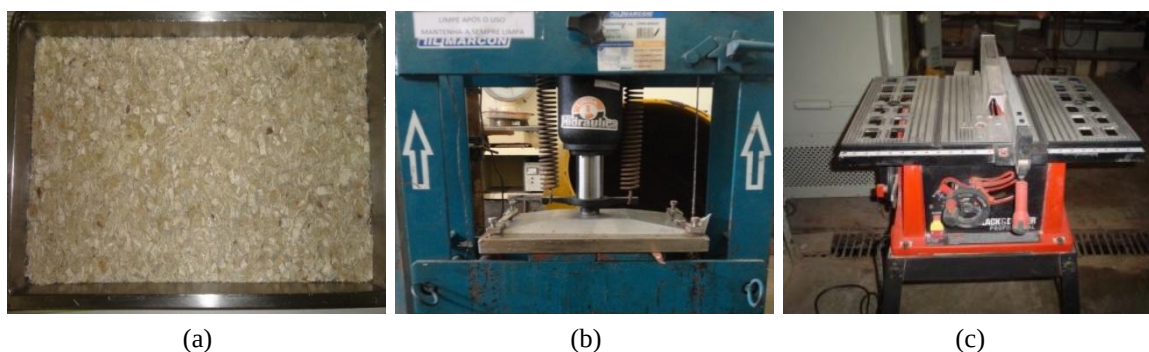


Figura 3.15 – (a) Fibras no molde metálico aberto, (b) Prensa hidráulica e (c) Serra de bancada.

A Figura 3.16 mostra um fluxograma de todo o processo de confecção e preparação dos corpos de prova.

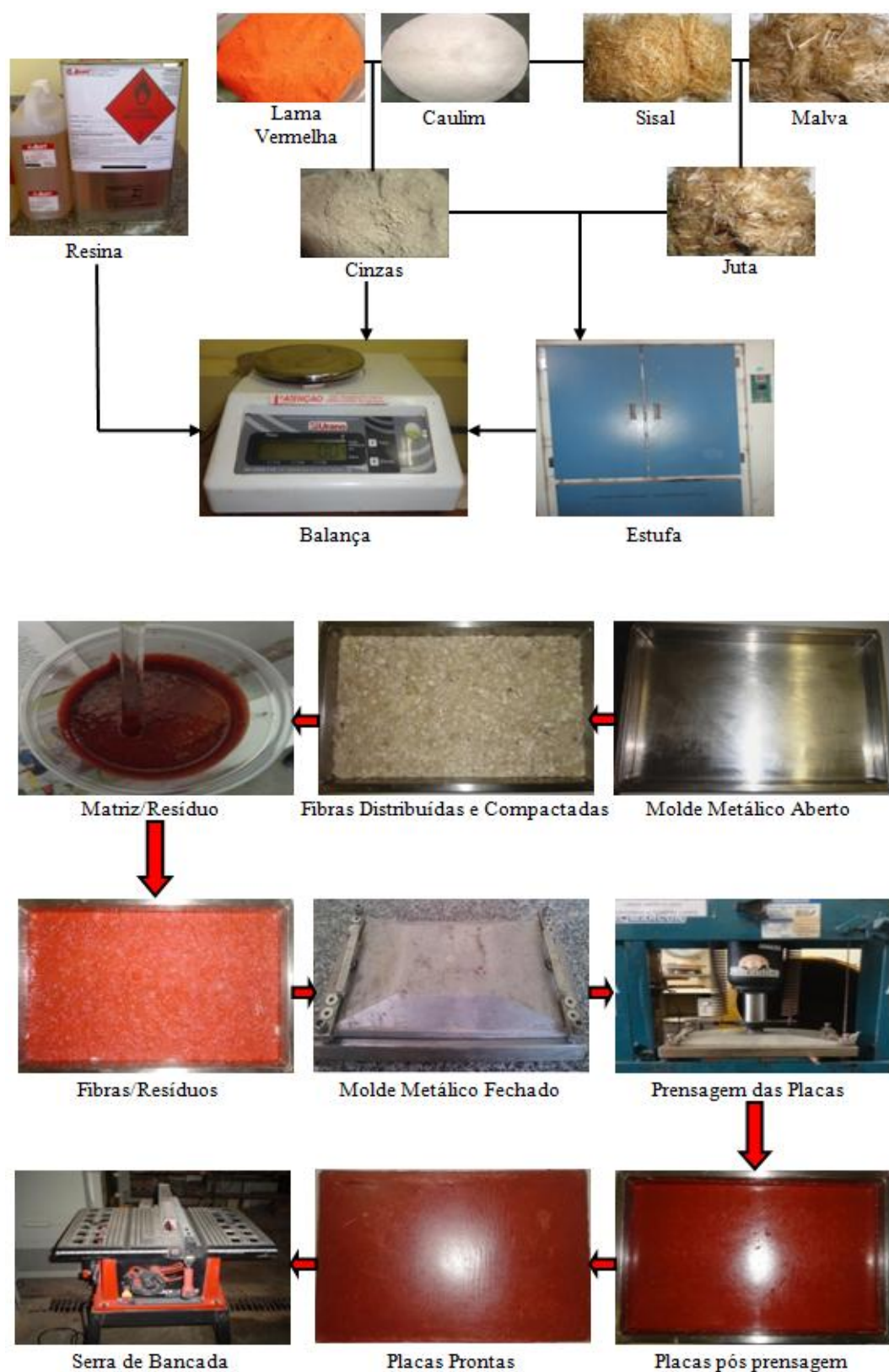


Figura 3.16 – Fluxograma de todo o processo de confecção e preparação dos compósitos.

3.2.4 Caracterização dos Compósitos Confeccionados

Todas as placas de materiais compósitos confeccionadas foram submetidas às caracterizações físicas, mecânicas, térmicas, resistência à chama e microestruturais, conforme mostra o fluxograma da Figura 3.17.

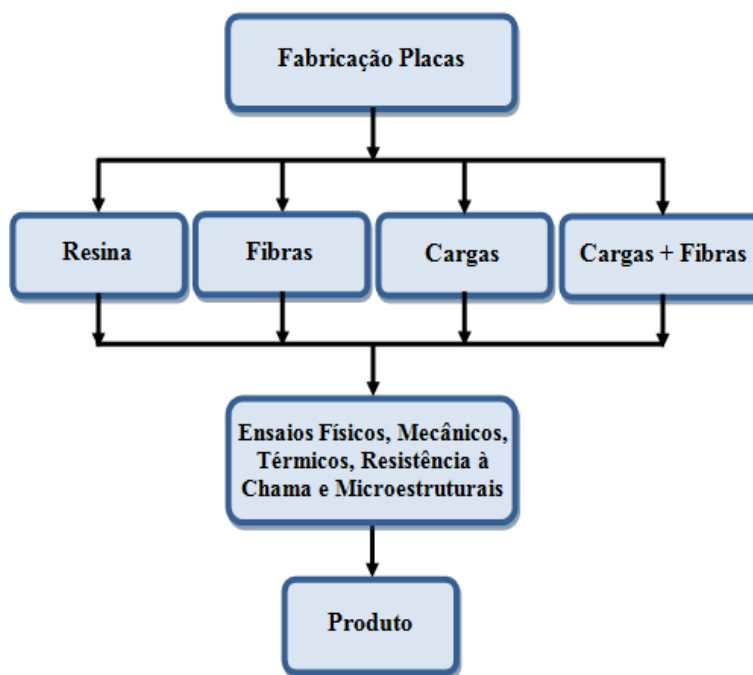


Figura 3.17 – Fluxograma de caracterização das placas de materiais compósitos.

3.2.4.1 Caracterização Física dos Compósitos Confeccionados

A caracterização física das placas de materiais compósitos consistiu na determinação da porosidade aparente (PA), absorção de água (AA) e massa específica aparente (MEA). Os ensaios físicos foram baseados nos procedimentos de QUARESMA *et al.*, 2013).

3.2.4.1.1 Ensaio de Porosidade Aparente (PA), Absorção de Água (AA) e Massa Específica Aparente (MEA)

Os corpos de prova das placas de materiais compósitos foram submetidos a ensaios de porosidade aparente, absorção de água e massa específica aparente, conforme as Equações (2), (3) e (4), respectivamente. O método adotado para medir tais propriedades foi citado por (SANTOS, 1989; ASTM, 1984-92).

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

Onde: M_u é a massa úmida (g), M_s é a massa seca (g), e M_i é a massa imersa (g).

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

Onde: M_u é a massa úmida (g) e M_s é a massa seca (g).

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

Onde: M_u é a massa úmida (g), M_s é a massa seca (g), e M_i é a massa imersa (g).

Os ensaios físicos foram realizados da seguinte forma: Os corpos de prova foram levados a estufa (105 °C) para retirada da umidade ambiente, os mesmos foram pesados definindo-se a massa de sólido seco. Em seguida mergulharam-se os corpos de prova em um recipiente contendo água por 24 horas (Figura 3.18 a). Após este período, foi determinada a massa úmida. Em seguida, colocou-se a balança em um aparato de madeira acoplado a uma haste de aço, conforme a Figura 3.18 b, para obter a massa imersa, uma vez que este está mergulhado em um recipiente com água suficiente para cobrir o corpo de prova.



(a)



(b)

Figura 3.18 – (a) Corpos de prova em um recipiente e (b) Aparato para obter a massa imersa.

3.2.4.2 Caracterização Mecânica dos Compósitos Confeccionados

Qualquer projeto de engenharia, especificamente o projeto de um componente mecânico, requer para a sua viabilização um vasto conhecimento das características, propriedades e comportamento dos materiais disponíveis. As propriedades mecânicas dos materiais são verificadas pela execução de ensaios cuidadosamente programados, que reproduzem o mais fielmente possível as condições de serviço. Dentre os fatores a serem considerados nos ensaios incluem-se a natureza da carga aplicada, a duração de aplicação dessa carga e as condições ambientais. A carga pode ser de tração, compressão ou cisalhamento, e a sua magnitude pode ser constante ao longo do tempo ou então flutuar continuamente. O tempo de aplicação pode ser de apenas uma fração de segundo ou pode se estender por um período de muitos anos. Dentro das condições ambientais destaca-se também a temperatura como fator de grande importância (CALLISTER Jr., 2002).

A caracterização mecânica das placas de matriz pura e de materiais compósitos consistiu na execução do ensaio de resistência a tração, ensaio de resistência a flexão e ensaio de tenacidade ao impacto.

3.2.4.2.1 Ensaio de Resistência à Tração

O ensaio de tração trata-se de ensaio amplamente utilizado na indústria de componentes mecânicos, devido à vantagem de fornecer dados quantitativos das características mecânicas dos materiais (RAMULU *et al.*, 2004). Consiste na aplicação de carga de tração uniaxial crescente em um corpo de prova específico até a ruptura. O resultado do teste de tração é representado pela curva de tensão de tração versus deformação sofrida pelo corpo durante o ensaio (SRIVASTAVA e KAWADA, 2001).

A equação (5) expressa a relação da tensão exercida pelo material representada por (σ).

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

Onde **F** é a carga aplicada ao corpo de prova; **A₀** é a área inicial do corpo de prova antes do carregamento.

A deformação (ε) é calculada pela equação (6).

$$\varepsilon = \frac{l - l_0}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (6)$$

Onde l é o comprimento final do corpo de prova após o carregamento e l_0 é comprimento inicial do corpo de prova antes do carregamento.

A curva tensão deformação é dividida em 2 (duas) regiões distintas que são a deformação elástica e deformação plástica. Conforme Figura 3.19.

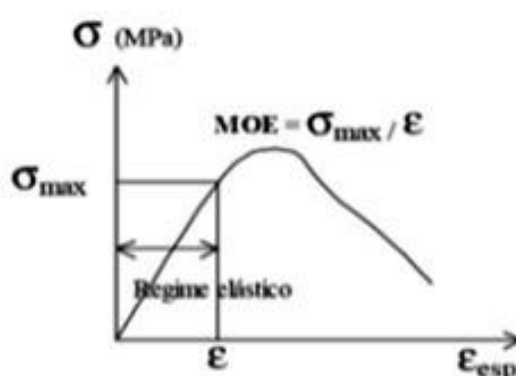


Figura 3.19 – Demonstração do cálculo do módulo de elasticidade. Fonte: CALLISTER, (2000).

A inclinação da curva tensão-deformação na região elástica é o módulo de elasticidade (E), também conhecido com Módulo de Young. A linearidade desta curva é uma aplicação da lei de Hooke, onde o módulo de Young ou módulo de elasticidade é calculado pela equação (7).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (7)$$

Onde o módulo de Young é uma informação muito valiosa. Ele representa a rigidez de um material, ou seja, sua resistência à deformação elástica.

Os ensaios de tração foram executados na máquina de ensaio universal (modelo KE 2000 MP, marca KRATOS, Brasil), conforme Figura 3.21 (b), com célula de carga de 5 kN, e velocidade de ensaio de 2 mm/min, sendo ensaiado pelo menos 8 (oito) corpos de prova de cada condição testada. A Figura 3.20 ilustra a geometria dos corpos de prova, conforme a norma ASTM 3039-00.

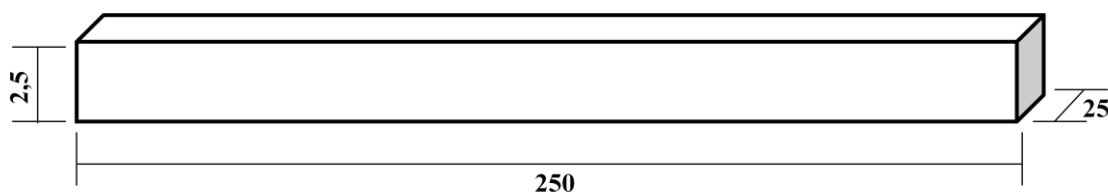


Figura 3.20 – Dimensões (em mm) dos corpos de prova para ensaios de tração (sem escala).

A Figura 3.21 mostra os corpos de prova de ensaio de tração e a máquina utilizada no ensaio de tração dos compósitos.

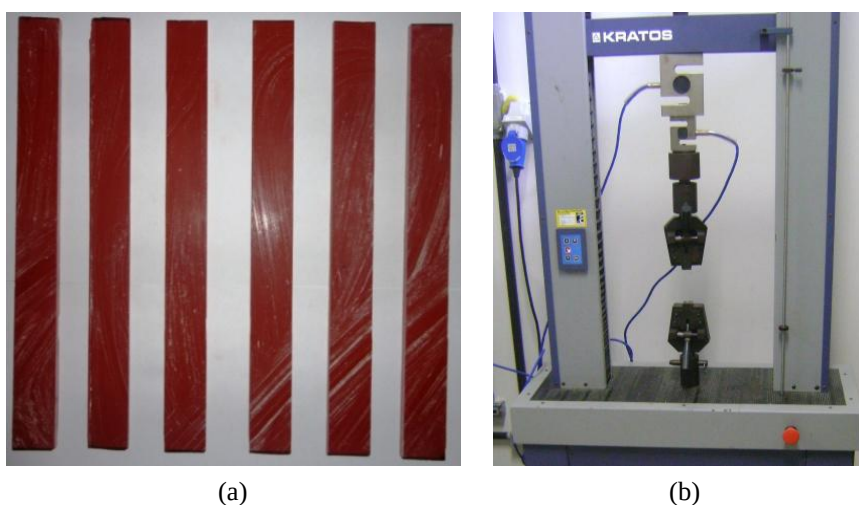


Figura 3.21 – (a) Corpos de prova de ensaio de tração e (b) Máquina universal de ensaio.

3.2.4.2.2 Ensaio de Resistência à Flexão

O ensaio de flexão permite a determinação da resistência à flexão e o módulo de elasticidade sob esforços de flexão. A resistência representa a tensão máxima desenvolvida nas fibras externas de uma barra sujeita a dobramento, no momento de sua quebra. O módulo de elasticidade é definido igualmente ao ensaio de tração, ou seja, a razão entre a tensão e a deformação, dentro do regime elástico. No ensaio de flexão, as configurações de carregamento podem ser três pontos ou quatro pontos. A flexão em quatro pontos se aplica a materiais que apresentam grande deformação até o momento da ruptura. A norma ASTM D790-10 descreve o ensaio de flexão para materiais plásticos reforçados e não reforçados.

No material compósito de matriz frágil, a avaliação do comportamento mecânico sob flexão é um instrumento fundamental para análise de suas propriedades mecânicas. É de grande importância o conhecimento do comportamento do material quando

submetido a este tipo de carregamento (TOLÊDO FILHO, 1997). Com base nas curvas carga-deslocamento e conhecendo as dimensões dos corpos de prova é possível determinar a resistência do compósito a flexão (σ) e o módulo de elasticidade na flexão (E).

$$\sigma = \frac{3PL}{2BW^2} \quad (8)$$

Sendo **P** a carga máxima atingida, **L** o vão entre os apoios, **B** e **W** a espessura e largura dos corpos de prova, respectivamente. Para o cálculo do módulo de elasticidade na flexão (E) é determinado pela equação (9).

$$E = \frac{mL^3}{4BW^3} \quad (9)$$

Sendo **m** a inclinação da curva da carga-deflexão.

Os ensaios de flexão em 3 (três) pontos dos materiais em estudo deste trabalho (matrizes e compósitos) foram realizados de acordo com a norma ASTM D790-10, com as dimensões dos corpos de prova de acordo como mostra esquematicamente na Figura 3.22. O ensaio foi realizado em uma máquina de ensaios da marca EMIC, modelo DL 500 com célula de carga com capacidade de 5 kN. O ensaio foi conduzido a uma velocidade de deslocamento do cabeçote da máquina de 2 mm/min, realizado no Laboratório de Engenharia Mecânica no campus da Universidade Federal do Pará na cidade de Tucuruí - CAMTUC.

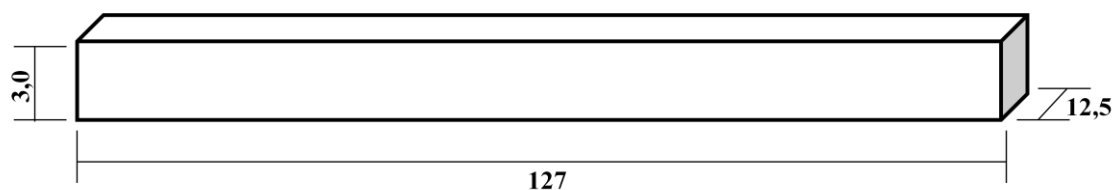


Figura 3.22 – Dimensões (em mm) dos corpos de prova para ensaios de flexão (sem escala).

A Figura 3.23 mostra os corpos de prova de ensaio de flexão e a máquina utilizada no ensaio de flexão dos compósitos.

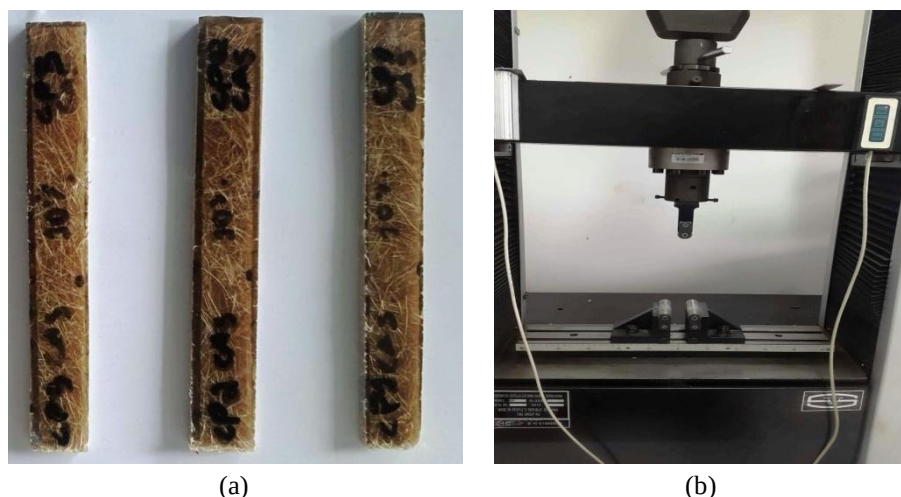


Figura 3.23 – (a) Corpos de prova de ensaio de flexão e (b) Máquina universal de ensaio.

3.2.4.2.3 Ensaio de Tenacidade ao Impacto Charpy

A tenacidade corresponde à capacidade que o material apresenta de absorver energia até a fratura, sendo quantificada pelo módulo de tenacidade, que é a energia absorvida por unidade de volume. Pode-se avaliar a tenacidade considerando a área total sob a curva tensão-deformação obtida em tração (GARCIA *et al.*, 2008 apud RODRIGUES, 2014).

No ensaio de impacto a carga é aplicada na forma de esforços por choque (dinâmicos), sendo o impacto obtido por meio da queda de um marteleto ou pêndulo, de uma altura determinada, sobre a peça a examinar. O resultado é obtido com base na energia que o corpo de prova absorve para se deformar e romper (FREEMAN *et al.*, 2005; GARCIA *et al.*, 2000). O aparelho dispõe de uma escala em joules para registro de energia requerida para fratura do corpo de prova. A equação (10) para calcular a resistência ao impacto Charpy em corpos de prova não-entalhados (a_{cU}).

$$a_{cU} = \frac{W}{h \times b} \times 10^3 \quad (10)$$

Onde: **W** = energia absorvida ao quebrar os corpos de prova em J.

h = espessura do corpo de prova, mm.

b = largura do corpo de prova, mm.

Os ensaios de impacto charpy sem entalhe deste trabalho foram realizados conforme os procedimentos da norma ASTM 6110-04 com as dimensões de acordo com

o demonstrado esquematicamente na Figura 3.24. O número de corpos de prova confeccionados foram no mínimo de 8 (oito) para cada composição testada.



Figura 3.24 – Dimensões (em mm) dos corpos de prova para ensaios de impacto (sem escala).

A Figura 3.25 mostra os corpos de prova de ensaio de impacto e na Figura 3.26 ilustra um corpo de prova no porta amostra da máquina de ensaio.

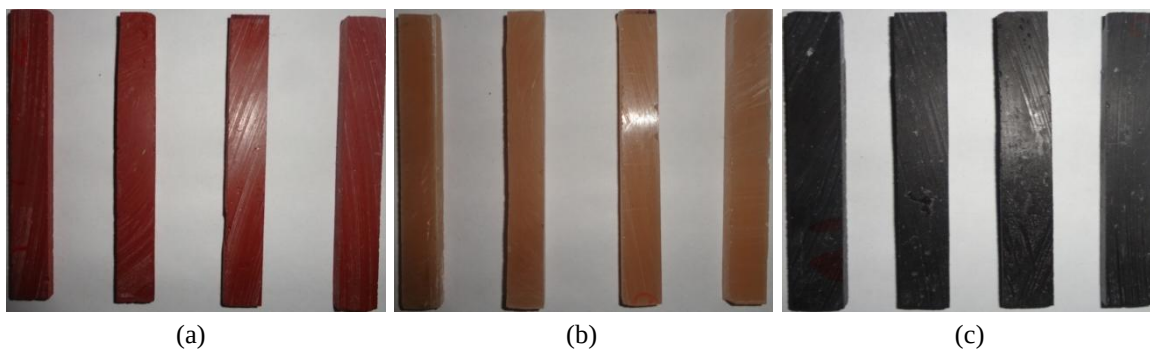


Figura 3.25 – Corpos de prova de ensaio de impacto: (a) Lama Vermelha, (b) Caulim e (c) Cinza.



Figura 3.26 – Corpo de prova no porta amostra da máquina de ensaio de impacto. Fonte: RODRIGUES, (2008).

A Figura 3.27 mostra a máquina de ensaio de impacto que foram realizados os testes de impacto.



Figura 3.27 – Máquina de ensaio de impacto.

3.2.4.3 Caracterização Térmica dos Compósitos Confeccionados

A caracterização térmica das placas de matriz polimérica pura e placas dos compósitos com resíduos de lama vermelha, caulim e cinza consistiu nos ensaios de termogravimetria - TGA.

3.2.4.3.1 Termogravimetria - (TGA)

As análises térmica termogravimétrica foram realizadas no Laboratório de Materiais do IGE/UNIFESSPA. As curvas de decomposição térmica da matriz polimérica e dos compósitos com resíduos de lama vermelha, caulim e cinza foram obtidas no equipamento modelo DTG-60 Series, marca SHIMADZU com analisador térmico simultâneo STA 1000/1500, da Stanton Redcroft Ltda, com forno cilíndrico vertical, conversor digital acoplado a um microcomputador, termopar constituído de uma liga de platina (87 %)/ródio (13 %), cadinho de alumina para peso das amostras em torno de 10 a 20 mg trabalhando na faixa de temperatura da ambiente até 1000 °C, com taxa de aquecimento de 10 °C/min. Com atmosfera de nitrogênio com uma fluxo de gás de 40ml/min. Estas técnicas de termo análises têm como objetivo medir as temperaturas em que a amostra sofre alteração física ou química, como perda de massa, perda de água de cristalização ou transformação de fase, quando é aquecida ou resfriada. Na TG mede-

se diretamente a perda de massa da amostra, em função da temperatura em que a amostra está sendo submetida.

3.2.4.4 Caracterização de Flamabilidade dos Compósitos Confeccionados

3.2.4.4.1 Ensaio de Resistência à Chama

A combustão em polímeros é avaliada através do ponto de ignição, a propagação da chama e liberação do calor. Dependendo da aplicação do material polimérico um ou mais testes de chama devem ser realizados. Existem numerosos testes de inflamabilidade com variações na quantidade de amostras, de escala, ou na representatividade de uma situação real, e alguns são semelhantes (LAOUTID *et al.*, 2008; GALLO e AGNELLI, 1998; LEVCHIK, 2007).

Três testes são comuns de encontrar na literatura de retardância à chama, sendo eles: a classificação da norma UL 94, o índice limite de oxigênio (LOI) e o teste com calorímetro de cone. A norma ASTM D635 mede a taxa de combustão durante a queima, e é semelhante à norma UL 94 para medir se o material é de fácil combustão, portanto, necessitada de usar aditivos retardantes de chama. Maiores informações sobre essas normas com relação a taxa de combustão são descritas nos tópicos seguintes.

3.2.4.4.1.1 Norma ASTM D635-10

O ensaio visa medir a taxa de combustão de materiais poliméricos. O teste é realizado na direção horizontal, sendo necessário no mínimo três corpos de prova para o ensaio. O corpo de prova é marcado em três regiões como pode ser visto na Figura 3.28, uma com 100 mm para medir a propagação da chama, 5 mm que é a região onde a chama deve permanecer para aquecer o polímero, e 25 mm é a região por onde a chama poderá se propagar antes de iniciar a medida com o cronômetro.

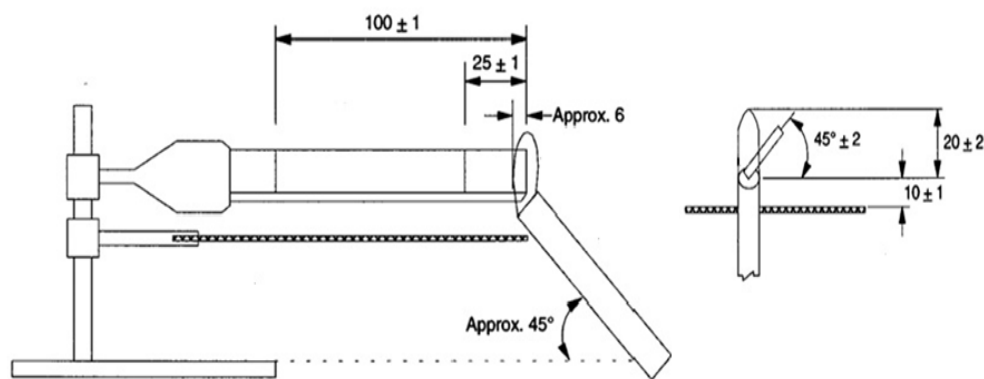


Figura 3.28 – Aparato para o ensaio da norma ASTM D635-10 visto de frente. Fonte: (ASTM D635-10).

Para obter a taxa de combustão que a chama leva para percorrer, considera-se a distância fixa de 70 mm por onde ela se propaga. O tempo que a chama leva para percorrer esta distância é medido com o cronômetro. Assim, foi calculado o valor da velocidade de propagação da chama no corpo de prova, usando uma equação: velocidade é igual a distância (mm) pelo tempo (s). Ou seja, $V = \Delta S / \Delta t$.

A amostra ensaiada pode ser classificada como HB (queima na horizontal), quando:

- O corpo de prova queima depois dos 25 mm de referência, mas não apresenta combustão total, não atingindo a marca dos 100 mm.
- A chama atinge a marca dos 100 mm, contudo a velocidade de propagação da chama não ultrapassa 40 mm/min para os corpos de prova com espessura entre 3 e 13 mm.
- Ou quando a velocidade de propagação da chama atinge 75 mm/min para os corpos de prova com espessura menor do que 3 mm.

3.2.4.4.1.2 Norma UL 94-00

O teste *Underwriters Laboratories* UL-94 foi projetado para avaliar a combustão de materiais plásticos em diversas aplicações. O teste mede a capacidade de ignição e a velocidade de propagação da chama em materiais poliméricos expostos a uma pequena chama. É aceito como padrão internacionalmente. As principais classificações possíveis através desse teste são: V-0, V-1 e V-2 que indicam baixa inflamabilidade e capacidade de extingüimento da chama durante o ensaio. Contudo um ensaio horizontal preliminar pode classificar o material como HB (LEVCHIK, 2007), conforme a norma da ASTM D635-10. A Figura 3.29 apresenta como é realizado o ensaio na direção vertical.

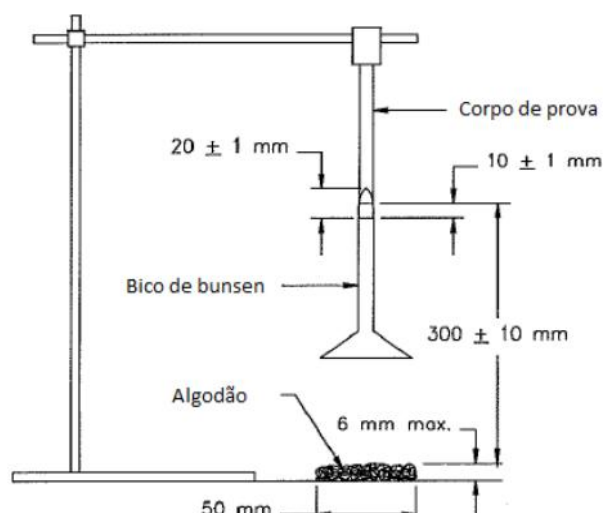


Figura 3.29 – Aparato para o teste da UL 94-00. Fonte: Norma UL94, (2000).

A classificação V-0 é dada ao material que se extinguiu em menos de 10 s, que a média do tempo da combustão de cinco amostras ensaiadas não excedeu 50 s para duas aplicações do bico de Busen. O tempo 1 (t_1) é a medida da primeira queima. O tempo 2 (t_2) é a medido após ser recesso a chama, essa é a segunda queima. O tempo 1 e o tempo 2 não deve ultrapassar 30s. E o tempo de incandescência é o tempo 3 (t_3). O material não pode queimar a braçadeira que prende o corpo de prova e não deve apresenta gotejamento inflamável.

A classificação V-1 é dada ao material que se extinguiu em menos de 30 s, que a média do tempo da combustão de cinco amostras ensaiadas não excedeu 250 s para as duas aplicações do bico de Busen. O tempo de queima e incandescência do material, depois de medidas iniciais do tempo 1 e 2, não deve ultrapassar 60s. O material não pode queimar a braçadeira que prende o corpo de prova e não deve apresenta gotejamento inflamável.

A classificação V-2 é dada quando é satisfeito os critérios de V-1, contudo ocorre gotejamento inflamável no algodão.

A Tabela 3.5 mostra as possíveis classificações para um material ensaiado.

Tabela 3.5 – Critérios de avaliação do teste de queima vertical da Norma UL94.

Condições	V-0	V-1	V-2
O tempo de queima de cada amostra individual t1 e t2.	≤ 10 s	≤ 30 s	≤ 30 s
O tempo total da queima de cada conjunto de amostras (t1 + t2 para 5 amostras)	≤ 50 s	≤ 250 s	≤ 250 s
Tempo de queima mais tempo de brilho para cada amostra individual depois da segunda aplicação da chama (t2 + t3)	≤ 30 s	≤ 60 s	≤ 60 s
Se alguma amostra queimou ou brilhou até a região que prende o corpo de prova	Não	Não	Não
Se o algodão entrou em ignição devido a partículas de chama ou se houve gotejamento	Não	Não	Sim

A classificação V-0 é a indicada para utensílios de uso doméstico, portanto, inclui os equipamentos eletroeletrônicos e o copolímero de ABS (GALLO e AGNELLI, 1998).

Os ensaios de retardância à chama foram baseado na norma ASTM D635-10, que visa medir a velocidade de propagação da chama durante a combustão do material, a ocorrência de gotejamento e se ocorre à combustão total do corpo de prova. Neste ensaio o corpo de prova é usado na posição horizontal e o ensaio da norma UL 94-00 com o corpo de prova é utilizado na posição vertical, que visa classificar o material como V-0, V-1 e V-2 que são critérios para comercialização dos produtos. A Figura 3.30 (c) apresenta o aparato que foi utilizado nos ensaios de retardância à chama, com o corpo de prova na posição horizontal e vertical. Os ensaios de resistência a chama foi realizado em aparato montado no Laboratório de Materiais da Faculdade de Engenharia Química da UFPA. A Figura 3.30 (a) mostra esquematicamente os corpos de prova para ensaio de retardância à chama baseados na norma ASTM D 635-10 e UL 94-00, (b) corpos de prova e (c) o aparato utilizado para os ensaios de resistência à chama.

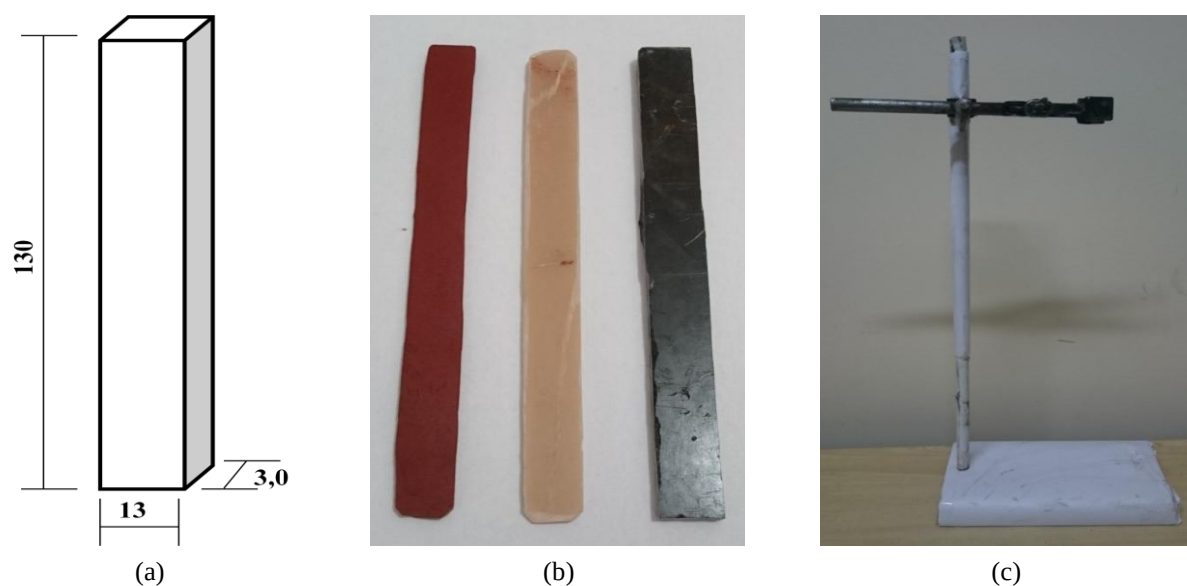


Figura 3.30 – (a) Dimensões (em mm) dos corpos de prova (sem escala), (b) Corpos de prova para ensaio de retardância à chama e (c) Aparato utilizado para realização dos ensaios.

3.2.4.5 Caracterização Morfológica dos Compósitos Confeccionados

A caracterização morfológica e microestrutural no material possibilitou analisar e identificar os mecanismos de falhas presente e particularidades do material. Além de fazer uma correlação das propriedades com as fraturas presentes.

3.2.4.5.1 Microscopia Eletrônica de Varredura - (MEV)

As análises fractográficas e morfológicas das fibras e dos compósitos foram realizados por microscopia eletrônica de varredura (MEV), mostrado na Figura 3.31.



Figura 3.31 – Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS RESÍDUOS INDUSTRIAIS

4.1.1 Caracterização Mineralógica

4.1.1.1 Difração de Raios-X (DRX)

- **Lama Vermelha**

As composições mineralógicas da lama vermelha foram investigadas por meio da análise de DRX. No difratograma de lama vermelha apresentado na Figura 4.1 identifica-se os principais componentes mineralógicos do material de acordo com suas fichas PDF, evidenciando-se os principais picos correspondentes a hematita (H) - PDF 01-073-2234, goethita (Go) - PDF 00-017-0536, anatase (A) - PDF 01-071-1167, gibbsita (G) - PDF 00-029-0041, sodalita (S) - PDF 01-089-8955, calcita (CA) - PDF 00-005-0586. Estes resultados estão de acordo com as composições mineralógicas encontradas por outros pesquisadores (JANKOVIĆ *et al.*, 2013; ANTUNES *et al.*, 2012 e MERCURY *et al.*, 2010 apud CUNHA, 2014).

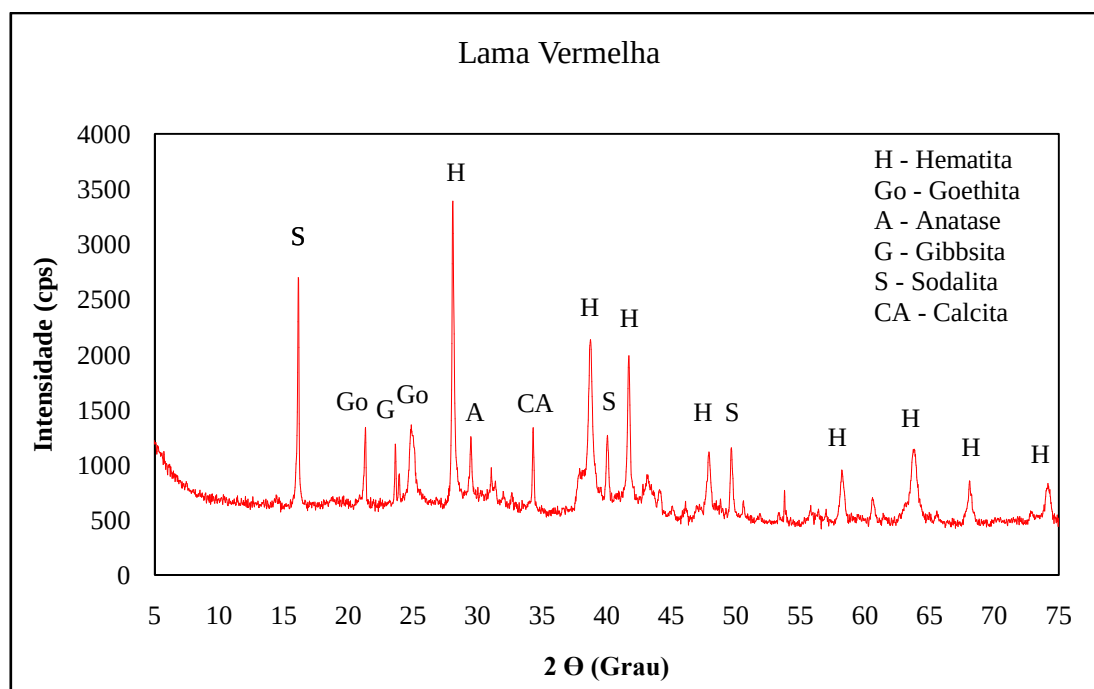


Figura 4.1 – Difração de raios-X da lama vermelha.

- **Caulim**

As análises de DRX foram realizadas com objetivo de determinar as composições mineralógicas dos resíduos de caulim. Na Figura 4.2 mostra o difratograma do caulim, onde verifica-se que a análise por difração de raios-X identificou que o mesmo é constituído essencialmente por caulinita (Ca), com a presença dos seus dois picos principais: 7,15 Å e 3,57 Å, conforme a ficha PDF 14-0164. Esse material, também, apresenta picos de quartzo (Q) (PDF 05-0490) com seus picos principais: 4,26 Å de menores intensidades comparados aos principais da caulinita (SILVA, 2011; RODRIGUES, 2013).

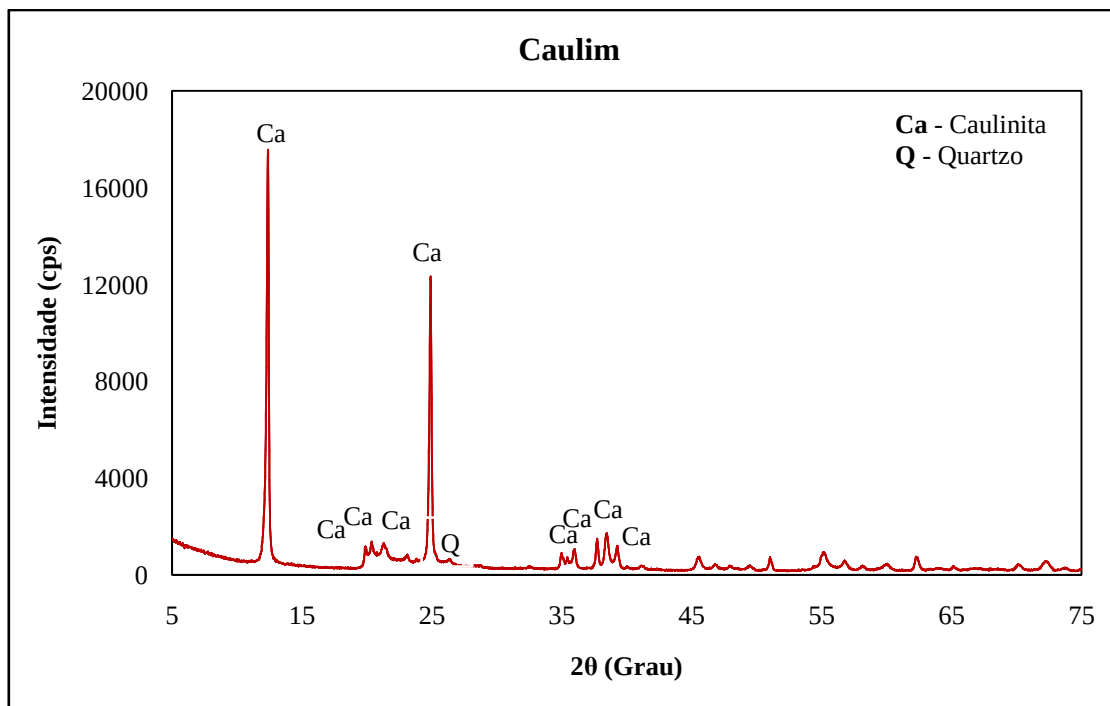


Figura 4.2 – Difração de raios-X do caulim.

- **Cinzas**

As cinzas foram analisadas por difração de raios-X - DRX. O difratograma de cinza, mostrado na Figura 4.3, onde os principais componentes mineralógicos do material estão de acordo com suas fichas PDF, evidenciando-se os principais picos correspondentes a quartzo (Q) - PDF 03-065-0466, anidrita (A) - PDF 01-074-2421, calcita (CA) - PDF 00-005-0586, hematita (H) PDF 01-073-2234. Os resultados encontrados estão de acordo com a literatura pesquisada (SIQUEIRA, 2011).

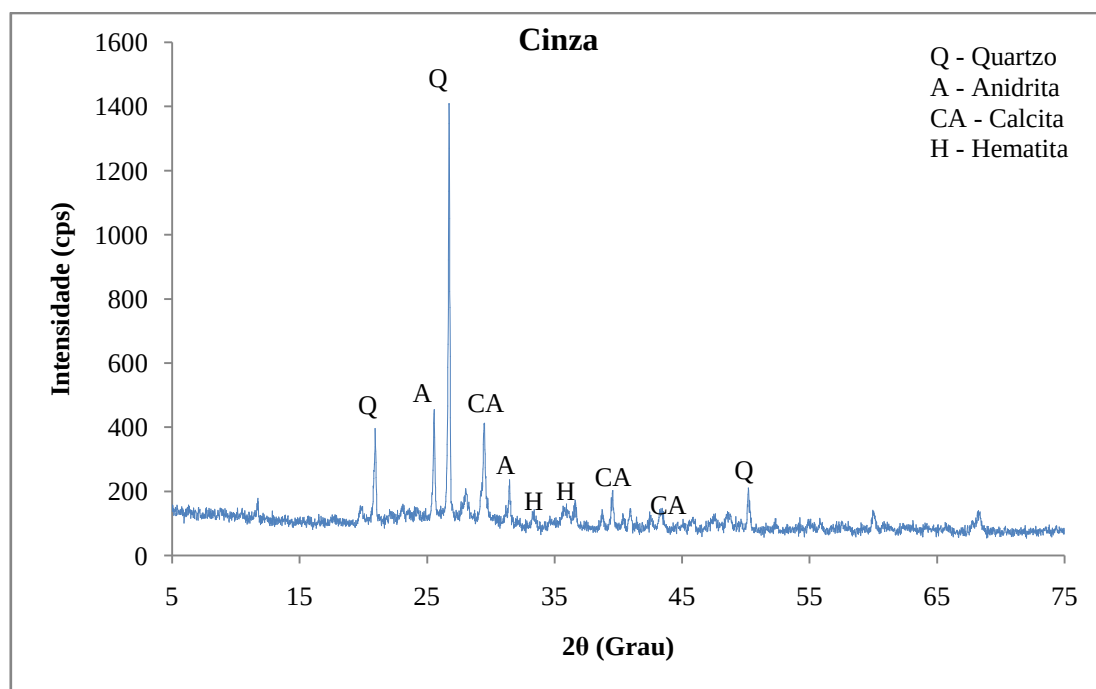


Figura 4.3 – Difração de raios-X da cinza.

4.1.2 Caracterização Microestrutural

4.1.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura - (MEV)

A Figura 4.4 mostra a imagem por microscopia eletrônica de varredura do resíduos de lama vermelha, mostrando sua granulometrias e formatos.

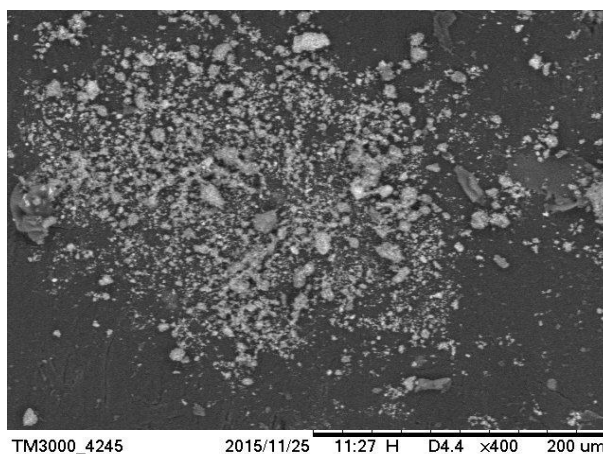


Figura 4.4 – Microestrutura da lama vermelha.

A Figura 4.5 mostra a imagem por microscopia eletrônica de varredura do resíduos de caulim, mostrando sua granulometrias e formatos.

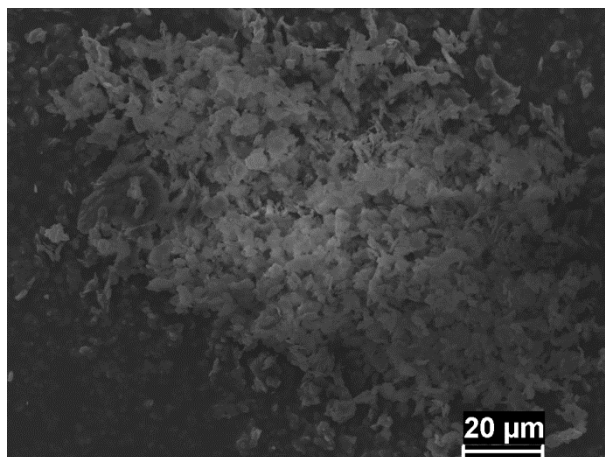


Figura 4.5 – Microestrutura do caulim.

A Figura 4.6 mostra a imagem por microscopia eletrônica de varredura do resíduo de cinza, mostrando sua granulometrias e formatos.

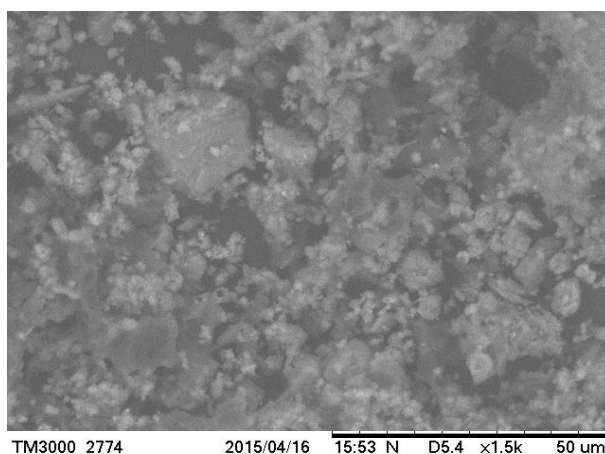


Figura 4.6 – Microestrutura da cinza.

4.1.3 Caracterização Térmica

4.1.3.1 Termogravimetria - (TGA)

A estabilidade térmica foram realizadas por perda de massa por TGA realizada com o aumento da temperatura. Foram realizadas análises de TGA para verificação da decomposição na matriz polimérica pura e dos resíduos (lama vermelha, caulim e cinza) para verificação do comportamento da sua composição em função do aumento de temperatura.

- **Matriz Polimérica e Resíduos**

A Tabela 4.1 mostra os estágios ou etapas de temperaturas onde os materiais apresentaram perdas significativas em relação sua decomposição. Para análise TGA da matriz polimérica pura foi observado os 3 (três) estágios de perda de massa, sendo a perda mais acentuada no segundo estágio (304 °C - 445 °C) que foi em torno de 85 %. A temperatura de degradação da matriz pura se evidenciou em torno de 304 °C, porém a perda de massa da matriz se iniciou em 160 °C. O estágio inicial (160 °C - 304 °C) se caracteriza por perda de água ou desidratação do material, já a partir do segundo estágio se caracteriza pelas quebras das estruturas cristalinas e podem ocorrer mudanças e transformações de fases do material até sua degradação final.

Para análise TGA do resíduos de lama vermelha, caulim e cinza foi observado somente 2 (dois) estágios de perda de massa, sendo as temperaturas de maior degradação ou perda de massa dos materiais foram 228 °C - 651 °C para LV com perda de massa de 88 %, 325 °C - 650 °C para o CA e a CZ com perda de massa de 87 % para ambos. O máximo de degradação se notou nas temperaturas de 228 °C para LV e 325 °C para CA e CZ. Essas mudança na temperatura de degradação podem estarem intimamente relacionadas com a composição química e cristalina dos materiais. Como os resíduos possuem características hidrofílicas com alta perda de desidratação.

Tabela 4.1 - Resultados de TGA em matriz polimérica pura e resíduos.

Estágios	T _D (°C)				PM (%)			
	MP	LV	CA	CZ	MP	LV	CA	CZ
1°	160-304	60-228	85-425	85-425	6	4	7	6
2°	304-445	228-651	325-650	325-650	85	88	87	87
3°	445-600	-	-	-	7	-	-	-
Resíduo	600-1000	651-1000	650-1000	650-1000	2	8	6	7

T_D – Temperatura de decomposição em (°C) e PM – Perda de massa em (%).

O gráfico da Figura 4.7 faz um comparativo das perdas de massas verificadas por TGA para a matriz pura e para os resíduos de lama vermelha, caulim e cinza.

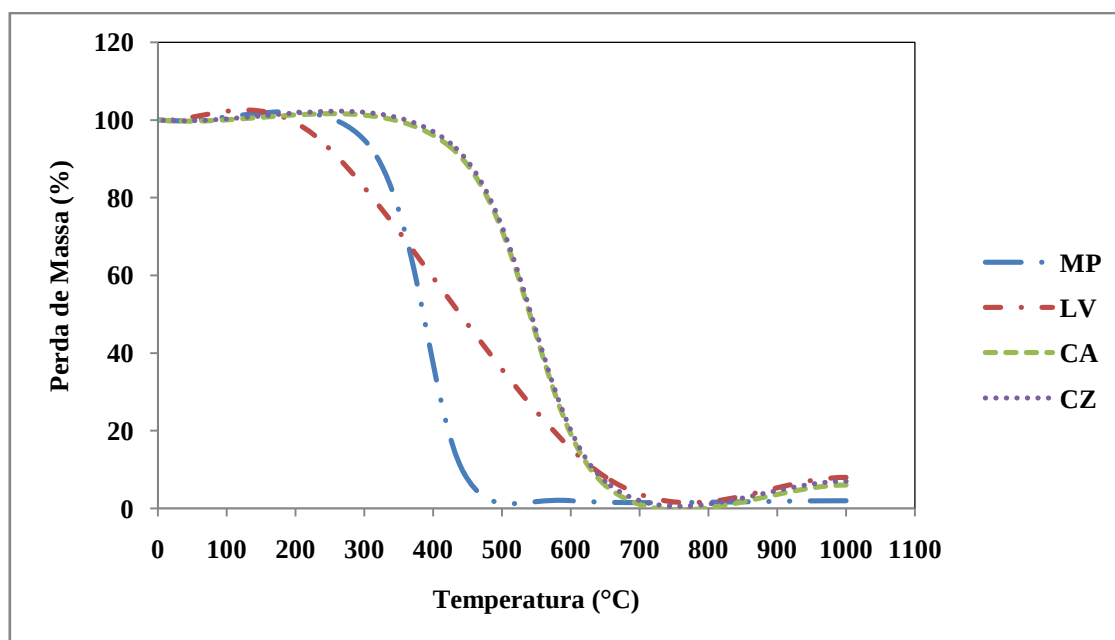


Figura 4.7 – Gráfico TGA da matriz pura e resíduos.

4.2 CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS NATURAIS

4.2.1 Caracterização Física, Mecânica e Microestrutural das Fibras Naturais

- **Fibras de Sisal**

As fibras de sisal foram caracterizadas quanto à sua resistência à tração, alongamento, diâmetro, massa específica, teor de umidade, aspecto superficial e a sua microestrutura; os resultados estão demonstrados na Tabela 4.2. As fibras foram caracterizadas e utilizadas na produção dos compósitos da forma como foram recebidas, sem tratamento superficial e em condições ambientais.

Tabela 4.2 – Resultados da caracterização das fibras de sisal não tratadas.

Material	Resist. Tração (MPa)	Alongamento (%)	Diâmetro (mm)	Massa Específica (g/cm ³)	Teor de Umidade (base úmida) (%)
	Média (Desvio Padrão)	Média (Desvio Padrão)	Média (Desvio Padrão)	Média (Desvio Padrão)	Média (Desvio Padrão)
Fibra de Sisal	453,60 ±92	5,5 ±2,0	0,250 ±0,032	1,42 ±0,01	13,1 ±0,5

Os resultados demonstrados na Tabela 4.2 estão na média ou superior dos resultados encontrados em outros estudos. As propriedades de tração das fibras de sisal foram 51 % superior à média dos valores encontrados por CARVALHO (2005); 61 % superior aos valores encontrados por SILVA (2003); 48 % acima dos valores encontrados por TORRES e CUBILLAS (2005); 40 % superior aos valores de SILVA e BELTRÃO (1999); 22 % superior dos resultados encontrados por IDICULA *et al.*, (2005) e 32 % superior aos valores encontrados por RODRIGUES (2008), evidenciando a grande variabilidade das propriedades mecânicas das fibras naturais. A Tabela 4.3 apresenta um comparativo entre as propriedades físicas e mecânicas da fibra de sisal encontradas neste trabalho com os resultados encontrados por outros pesquisadores.

Tabela 4.3 – Estudo comparativo entre resultados das propriedades físicas e mecânicas da fibra de sisal deste trabalho com os resultados encontrados por outros pesquisadores.

Autor	Diâmetro (mm)	M. Específica (g/cm ³)	Resist. Tração (MPa)	Alongamento(%)
NESTE TRABALHO (2016)	0,250 ±0,032	1,42 ±0,01	453,62 ±91,98	5,5 ±2,02
CARVALHO, (2005)	0,486	1,591	218,3 ±51,3	7,07 ±3,95
SILVA, (2003)	0,194	-	176 ±63,36	2,2 ±0,04
TORRES e CUBILLAS (2005)	0,223	-	234,30 ±75,10	-
SILVA e BELTRÃO, (1999)	0,223	-	268,11	2,08
IDICULA <i>et al.</i> , (2005)	0,205 (±4,3)	1,41	350 ±7	6 – 7
RODRIGUES, (2008)	0,260 (±0,49)	1,48	304 ±116	5,80 ±1,97

A caracterização microestrutural das fibras de sisal foi através de microscopia eletrônica de varredura, mostrando suas peculiaridades microestruturais das superfícies externa e interna das fibras. A Figura 4.8 mostra a caracterização microestrutural das fibras de sisal.

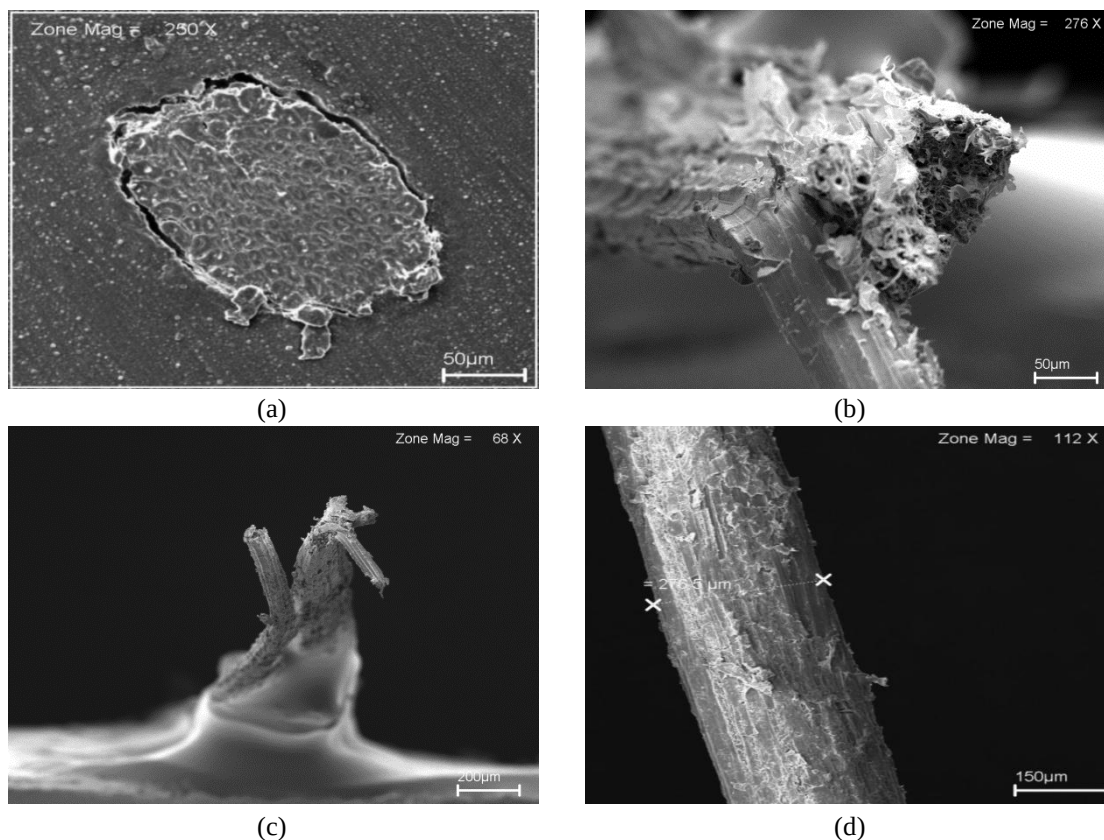


Figura 4.8 – Microscopia eletrônica de varredura: (a) Seção transversal da fibra de sisal embutida em matriz acrílica; (b) Fibra de sisal com vazios entre os feixes de microfibrilas; (c) Aspecto da região de fratura da fibra de sisal após ensaio de tração na fibra; (d) Aspecto superficial da fibra de sisal.

Na Figura 4.8 (a) mostra uma fibra de sisal embutida em matriz acrílica apresentando forma elíptica, comprovando assim, porque foi admitido a fibra em forma circular para os ensaios de tração, sendo medido o diâmetro da fibra; a Figura 4.8 (b) mostra a fibra de sisal com vazios entre os feixes de microfibrilas, características típicas de fibras vegetais; a Figura 4.8 (c) apresenta a região de fratura de uma fibra de sisal ensaiada após ensaio de tração, evidenciando o rompimento das fibras elementares; a Figura 4.8 (d) ilustra o aspecto superficial da fibra de sisal, ilustrando irregularidades e resíduos de lignina nas superfícies.

O teor de umidade das fibras de sisal foram de 13,10 % em base úmida. A curva de secagem das fibras de sisal é ilustrada na Figura 4.9.

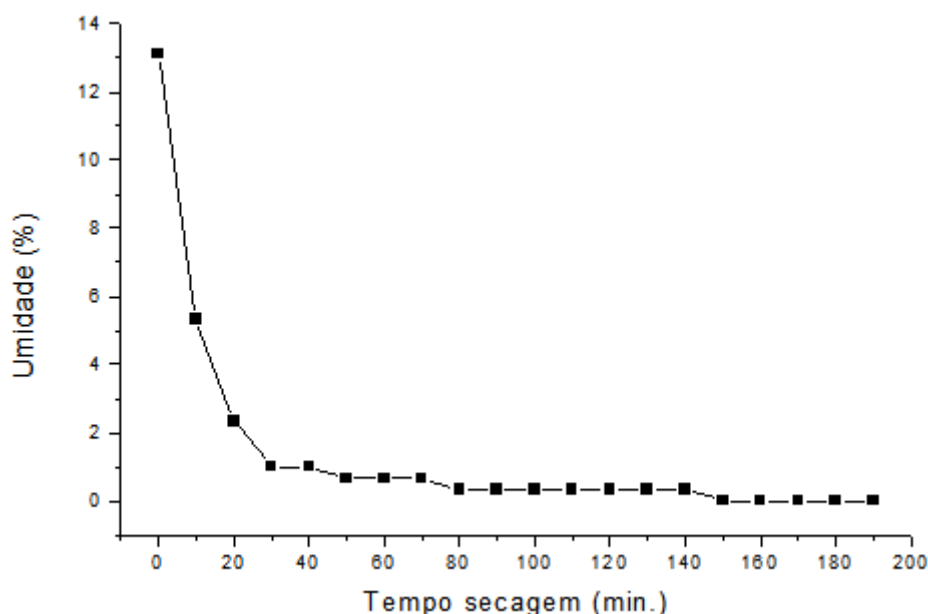


Figura 4.9 – Curva de secagem para as fibras de sisal a $105 \pm 5^\circ \text{C}$.

- **Fibras de Malva**

As fibras de malva foram caracterizadas quanto à sua resistência à tração, alongamento, diâmetro, massa específica, teor de umidade, aspecto superficial e a sua microestrutura; os resultados estão demonstrados na Tabela 4.4. As fibras foram caracterizadas e utilizadas na produção dos compósitos da forma como foram recebidas, sem tratamento superficial e em condições ambientais.

Tabela 4.4 – Resultados da caracterização das fibras de malva não tratadas.

Material	Resist. Tração (MPa)	Alongamento (%)	Diâmetro (mm)	Massa Específica (g/cm ³)	Teor de Umidade (base úmida) (%)
	Média (Desvio Padrão)	Média (Desvio Padrão)	Média (Desvio Padrão)	Média (Desvio Padrão)	Média (Desvio Padrão)
Fibra de Malva	396 ±89	5,00 ±2,03	0,045 ±0,015	1,48 ±0,01	11,0 ±0,5

A caracterização mecânica e física das fibras de malva foram similares ou superiores da literatura pesquisada. A resistência a tração das fibras de malva foram em torno de 150 % superiores aos resultados encontrados por SAVASTANO Jr., (2000); SATYANARAYANA *et al.*, (2007) e AGOPYAN e SAVASTANO Jr., (1997); em torno de 120 % superior dos valores encontrados por OLIVEIRA, (1998) apud

MARGEM, (2014). Ocorreram diferenças de resultados entre as fibras ensaiadas, o que é comum, se tratando de fibras vegetais, já que é um material orgânico. Porém, seus dados estatísticos foram aceitáveis. A Tabela 4.5 apresenta um comparativo entre as propriedades físicas e mecânicas da fibra de malva encontradas neste trabalho com os resultados encontrados por outros pesquisadores.

Tabela 4.5 – Estudo comparativo entre resultados das propriedades físicas e mecânicas da fibra de malva deste trabalho com os resultados encontrados por outros pesquisadores.

Autor	Diâmetro (mm)	M. Específica (g/cm ³)	Resist. Tração (MPa)	Alongamento (%)
NESTE TRABALHO (2016)	0,045 ±0,015	1,48 ±0,01	396,55 ±88,79	5 ±2,03
SAVASTANO Jr., (2000)	-	1,409	160	5,2
OLIVEIRA, (1998) apud MARGEM, (2014)	0,042	1,374	180	4
SATYANARAYANA <i>et al.</i> , (2007)	-	1,41	161	5,5
AGOPYAN e SAVASTANO Jr., (1997)	0,0426	1,40	160	5

A Figura 4.10 mostra a caracterização microestrutural das fibras de malva.

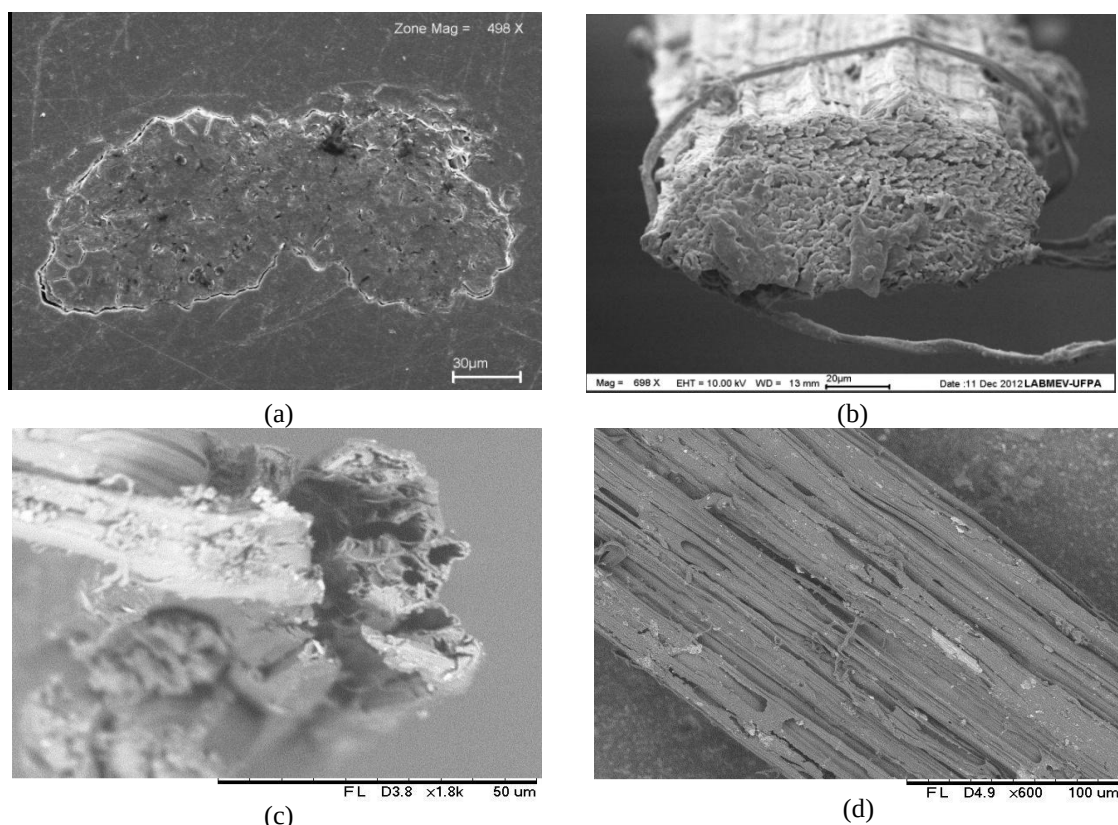


Figura 4.10 – Microestrutura das fibras de malva: (a) Seção transversal da fibra de malva embutida em matriz acrílica; (b) Fibra de malva com os feixes de microfibrilas; (c) Seção fraturada, e (d) Aspecto superficial da fibra.

Na Figura 4.10 (a) mostra a seção transversal da fibra de malva embutida em matriz acrílica para comprovação de ser adotado seu diâmetro. A Figura 4.10 (b) apresenta a fibra de malva na seção transversal, evidenciando os feixes de microfibrilas. A Figura 4.10 (c) mostra a fibra de malva após ensaio de tração, apresentando a região fraturada e a exposição das microfibrilas rompidas. A Figura 4.10 (d) ilustra a seção longitudinal e o aspecto superficial da fibra de malva, ilustrando irregularidades e resíduos resultantes do processo de extração.

O teor de umidade das fibras de malva foram de 11 % em base úmida. A curva de secagem das fibras de malva é ilustrada na Figura 4.11.

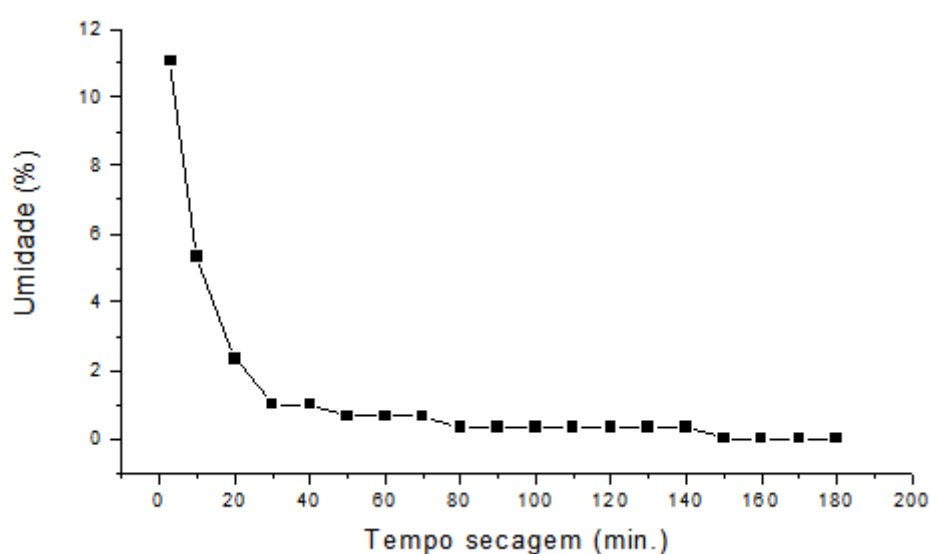


Figura 4.11 – Curva de secagem para as fibras de malva a $105 \pm 5^\circ \text{C}$.

- **Fibras de Juta**

As fibras de juta foram caracterizadas quanto à sua resistência à tração, alongamento, diâmetro, massa específica, teor de umidade, aspecto superficial e a sua microestrutura; os resultados estão demonstrados na Tabela 4.6. As fibras foram caracterizadas e utilizadas na produção dos compósitos da forma como foram recebidas, sem tratamento superficial e em condições ambientais.

Tabela 4.6 – Resultados da caracterização das fibras de juta não tratadas.

Material	Resist. Tração (MPa)	Alongamento (%)	Diâmetro (mm)	Massa Específica (g/cm ³)	Teor de Umidade (base úmida) (%)
	Média (Desvio Padrão)	Média (Desvio Padrão)	Média (Desvio Padrão)	Média (Desvio Padrão)	Média (Desvio Padrão)
Fibra de Juta	408,75 ±65,28	2,0 ±1,01	0,10 ±0,005	1,10 ±0,01	12,5 ±0,5

Os resultados da caracterização mecânica e física das fibras de juta mostraram resultados suficientes para determinação da sua escolha para aplicação como reforço de compósitos poliméricos, pois os resultados foram bons quando comparados com as fibras de sisal, por exemplo, que apresenta resultados similares.

A massa específica da fibra de juta encontrada foi 20 % inferior aos resultados encontrados por FARUK *et al.*, (2012) e RODRIGUES, (2014) e 10 % inferior aos encontrados por TARGA *et al.*, (2009), o que se mostra como uma vantagem para a confecção de compósitos, dada a possibilidade de se fabricar materiais de menor massa específica e consequentemente mais leves (RODRIGUES, 2014)

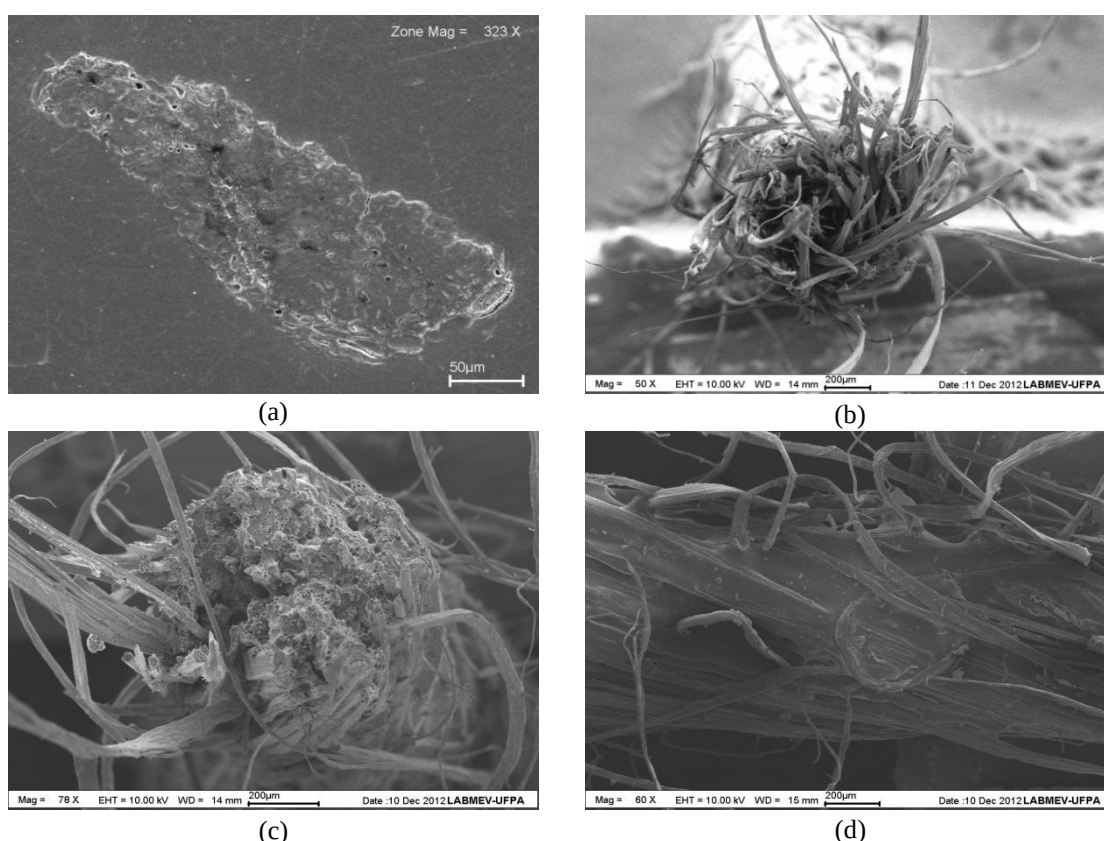
Os resultados de resistência à tração da fibra de juta em relação aos valores encontrados na literatura pesquisada se mostraram com desempenho bastante satisfatório, ficando em torno de 240 % superiores aos alcançados por BLEDZKI *et al.*, (1999); em torno de 100 % superior aos resultados de TOMCZAK *et al.*, (2007); aproximadamente 200 % superiores aos resultados de PICANÇO e GHAVAMI, (2004); muito além (470 %) dos resultados encontrados por PIRES *et al.*, (2012); 70 % superiores aos resultados de AGOPYAN e SAVASTANO Jr., (1997); em torno de 180 % superiores aos resultados de TARGA *et al.*, (2009); 40 % superiores aos resultados de ESMERALDO, (2006); somente 10 % superiores aos resultados de SAHA *et al.*, (2010) e 20 % superiores aos resultados de ROY *et al.*, (2012).

A Tabela 4.7 apresenta um comparativo entre as propriedades físicas e mecânicas da fibra de juta encontradas neste trabalho com os resultados encontrados por outros pesquisadores.

Tabela 4.7 – Estudo comparativo entre resultados das propriedades físicas e mecânicas da fibra de juta deste trabalho com os resultados encontrados por outros pesquisadores.

Autor	Diâmetro (mm)	M. Específica (g/cm ³)	Resist. Tração (MPa)	Alongamento (%)
NESTE TRABALHO (2016)	0,10 ±0,005	1,10 ±0,01	408,75 ±65,28	2 ±1,01
BLEDZKI <i>et al.</i> , (1999)	0,2	1,3	119	1,8
SATYANARAYANA <i>et al.</i> , (2007)	0,223	1,45	200	1,8
PICANÇO e GHAVAMI, (2004)	0,09	1,22	137	1,5
PIRES <i>et al.</i> , (2012)	0,3	-	71,07	-
AGOPYAN e SAVASTANO Jr., (1997)	-	1,5	240 ±200	-
TARGA <i>et al.</i> , (2009)	-	1,22	147	-
ESMERALDO, (2006)	0,081	-	300 ±10	-
SAHA <i>et al.</i> , (2010)	-	-	370 ±134	-
ROY <i>et al.</i> , (2012)	0,062 ±14	-	337	-

A Figura 4.12 mostra a caracterização microestrutural das fibras de juta.



Figuras 4.12 – Microestrutura das fibras de juta: (a) Seção transversal da fibra de juta embutida em matriz acrílica; (b) Fibra de juta com os feixes de microfibrilas; (c) Seção da fibra fraturada após o ensaio de tração, e (d) Aspecto superficial da fibra.

Na Figura 4.12 (a) mostra a seção transversal da fibra de juta embutida em matriz acrílica para comprovação da sua forma elíptica. A Figura 4.12 (b) apresenta a seção transversal da fibra de juta, evidenciando seus feixes de microfibrilas. A Figura 4.12 (c) ilustra a região fratura da fibra de juta após o ensaio de tração, evidenciando as microfibrilas expostas e uma maior quantidade de desfiamento e embaralhamento dos elementos constituintes das fibras. Na Figura 4.12 (d) tem-se a superfície longitudinal da fibra mostrando resíduos, desfiamento das microfibrilas, irregularidades, cavidades e outros elementos presentes.

O teor de umidade das fibras de juta foram de 12,5 % em base úmida. A curva de secagem das fibras de juta é ilustrada na Figura 4.13.

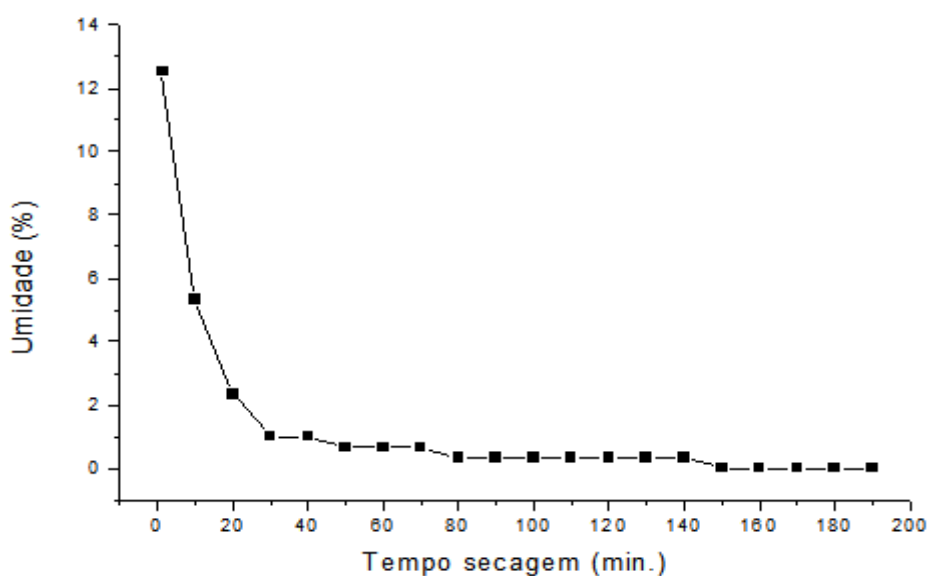


Figura 4.13 – Curva de secagem para as fibras de juta a $105 \pm 5^\circ \text{C}$.

4.3 PROCESSO DE CONFECÇÃO DOS COMPÓSITOS

- **Placas de Materiais Compósitos**

O processo de confecção utilizado (*Hand lay up*) foi eficiente na produção das placas de materiais compósitos, pois as mesmas apresentaram boa aparência e bom acabamento superficial, resultando em placas com poucos defeitos, bolhas e vazios. A Figura 4.14 mostra as placas de matriz pura e placas de materiais compósitos de lama vermelha, caulim e cinza, respectivamente.

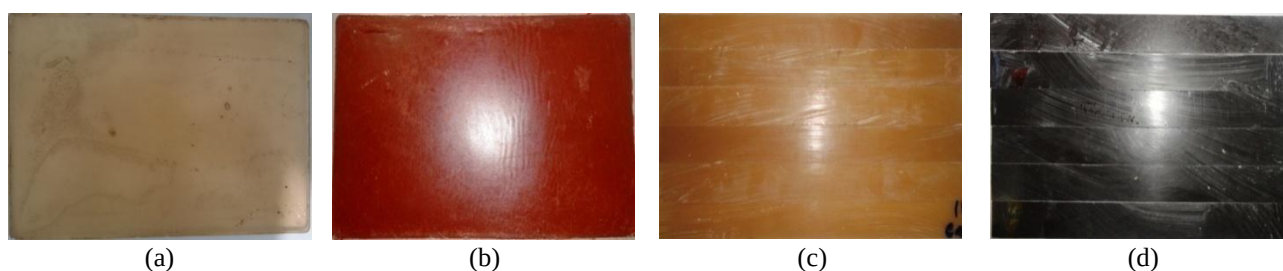


Figura 4.14 – (a) Placa de matriz polimérica pura, (b) Placa de lama vermelha, (c) Placa de caulim e (d) Placa de cinza.

4.4 CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS CONFECCIONADOS

4.4.1 Caracterização Física

4.4.1.1 Ensaio de Porosidade Aparente (PA), Absorção de Água (AA) e Massa Específica Aparente (MEA)

- **Matriz Polimérica e Fibras**

A Tabela 4.8 mostra os resultados encontrados de PA, AA e MEA para matriz polimérica pura e compósitos com fibras (sisal, malva e juta).

Tabela 4.8 – Resultados da porosidade, absorção de água e massa específica.

Fração Mássica de Fibra	PA (%)	AA (%)	MEA (g/cm ³)
0%	0,62	0,52	1,18
5% Sisal	1,56	1,31	1,18
5% Malva	1,37	1,15	1,19
5% Juta	2,37	2,01	1,18

Os ensaios de caracterizações físicas de porosidade, absorção de água e massa específica fornecem informações importantes do material, considerando sua aplicabilidade, já que podem influenciar várias propriedades dos compósitos confeccionados, como estabilidade térmica e dimensional, peso específico, propriedades mecânicas, durabilidade entre outras propriedades inerentes e importantes para esses materiais.

Conforme averiguado na Tabela 4.8 foi constatado que a resina pura apresenta os valores de PA e AA bastante inferiores aos resultados encontrado para os compósitos de resina com fibras (sisal, malva e juta), fato explicado pelo alto grau hidrofílico presente em fibras vegetais. Já para resina pura, a absorção de água foi praticamente nula, devido ao seu caráter hidrofóbico. Em comparação com as massas específicas aparentes encontradas para a resina pura e compósitos, os resultados foram bastante semelhantes, sem que houvesse mudanças significativas com a incorporação de fibras nos compósitos. Como as fibras vegetais (sisal, malva e juta) em estudo apresentam baixos valores de massas específicas ($1,42 \text{ g/cm}^3$; $1,48 \text{ g/cm}^3$; $1,10 \text{ g/cm}^3$), respectivamente, então a influência foi mínima, sendo em alguns casos, os resultados das massas específicas de resina com fibras foram iguais aos encontrados para a resina pura. Os gráficos das Figuras 4.15 e 4.16 mostram um comparativo entre os resultados encontrados para os compósitos estudados.

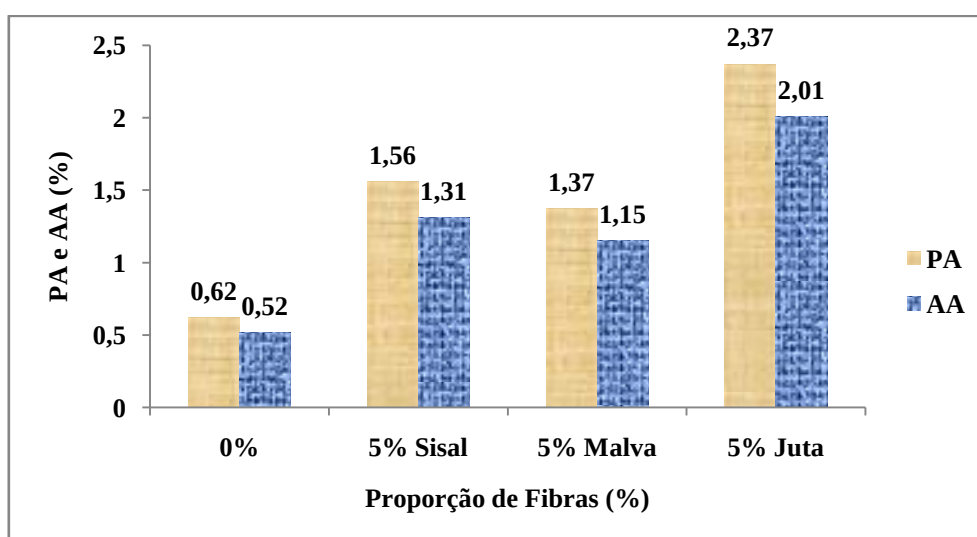


Figura 4.15 – Gráfico PA e AA versus proporções de fibras.

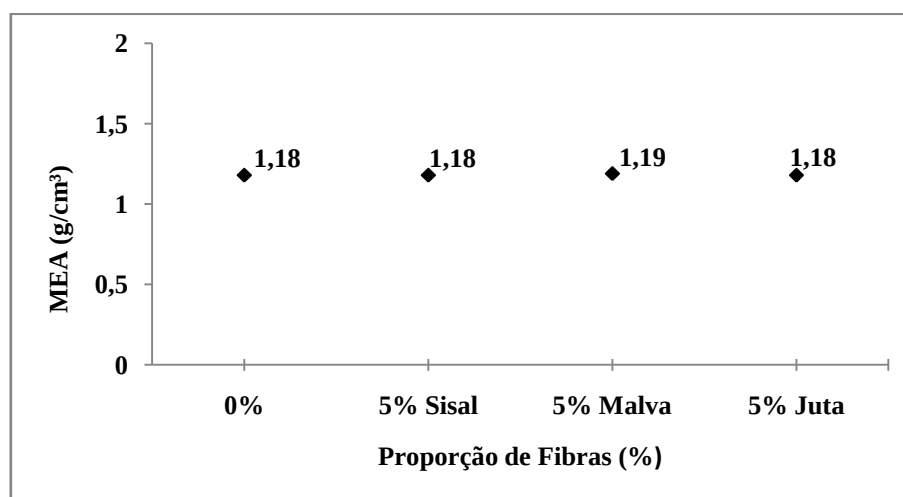


Figura 4.16 – Gráfico MEA versus proporções de fibras.

- **Matriz Polimérica, Lama Vermelha e Fibras**

A Tabela 4.9 mostra os resultados encontrados de PA, AA e MEA para matriz polimérica pura, compósitos com lama vermelha e lama vermelha com fibras (sisal, malva e juta).

Tabela 4.9 – Resultados da porosidade, absorção de água e massa específica.

Fração Mássica de Lama Vermelha	Fração Mássica de Fibra	PA (%)	AA (%)	MEA (g/cm ³)
0%	0%	0,62	0,52	1,18
10%	0%	2,62	2,14	1,22
20%	0%	2,98	2,26	1,31
30%	0%	3,35	2,40	1,39
40%	0%	4,20	2,62	1,48
50%	0%	5,45	3,67	1,60
10%	5% Sisal	2,24	1,79	1,24
20%	5% Sisal	3,03	2,30	1,32
30%	5% Sisal	4,73	3,42	1,38
10%	5% Malva	1,24	0,94	1,25
20%	5% Malva	1,52	1,22	1,31
30%	5% Malva	3,71	2,64	1,40
10%	5% Juta	1,96	1,59	1,23
20%	5% Juta	2,23	1,67	1,33
30%	5% Juta	4,48	3,28	1,36

Dentre os resultados listados na Tabela 4.9, os resultados de PA, AA e MEA há uma tendência de aumento dos resultados encontrados com relação a resina pura, conforme aumenta-se as proporções de resíduos de lama vermelha, o que pode ser justificado pelo alto teor hidrofílico dos resíduos, resultando em uma alta probabilidade de aumento de vazios, bolhas e defeitos, ao se inserir estes resíduos nos compósitos.

Quanto há a inserção das fibras vegetais juntamente com os resíduos de lama vermelha, há aumento significativo de PA, AA E MEA dos compósitos confeccionados. As massas específicas dos componentes (poliéster-1,18 g/cm³; LV-2,11 g/cm³; sisal-1,42 g/cm³; malva-1,48 g/cm³; juta-1,10 g/cm³) dos compósitos influenciam nesse aumento. Vale lembra que esses resultados estão de acordo com a literatura pesquisa, o que dar credibilidade nos resultados encontrados. O gráfico da Figura 4.17 mostra um comparativo entre os resultados encontrados da matriz polimérica pura, compósitos com lama vermelha e lama vermelha com fibras.

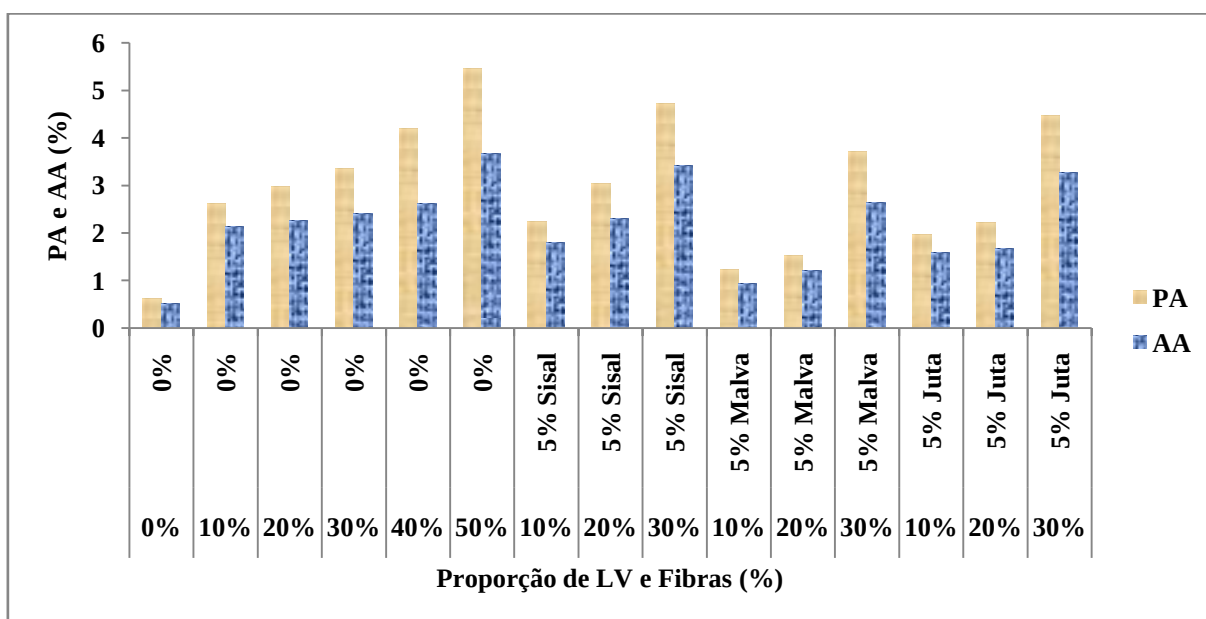


Figura 4.17 – Gráfico PA e AA versus proporções de lama vermelha e fibras.

O gráfico da Figura 4.18 mostra um comparativo entre os resultados encontrados de MEA para os compósitos estudados.

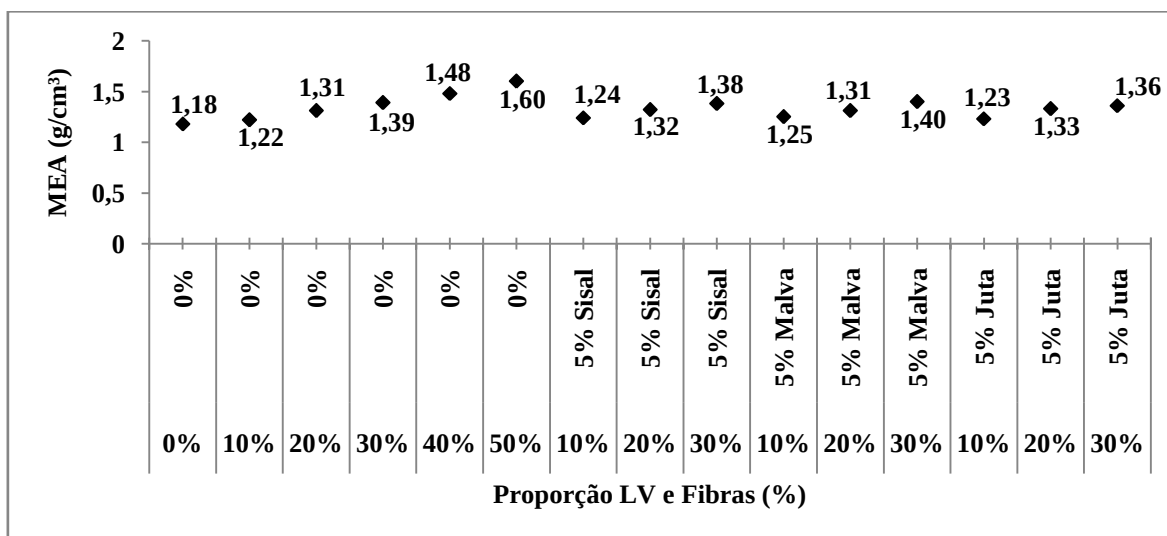


Figura 4.18 – Gráfico MEA versus proporções de lama vermelha e fibras.

- **Matriz Polimérica, Caulim e Fibras**

A Tabela 4.10 mostra os resultados encontrados de PA, AA e MEA para matriz polimérica pura, compósitos com caulim e caulim com fibras (sisal, malva e juta).

Tabela 4.10 – Resultados da porosidade, absorção de água e massa específica.

Fração Mássica de Caulim	Fração Mássica de Fibra	PA (%)	AA (%)	MEA (g/cm ³)
0%	0%	0,62	0,52	1,18
10%	0%	0,80	0,64	1,26
20%	0%	0,88	0,65	1,35
30%	0%	1,39	0,98	1,42
40%	0%	1,67	1,09	1,52
50%	0%	1,77	1,13	1,57
10%	5% Sisal	1,91	1,53	1,24
20%	5% Sisal	1,93	1,44	1,32
30%	5% Sisal	2,01	1,46	1,40
10%	5% Malva	1,63	1,31	1,25
20%	5% Malva	2,26	1,62	1,31
30%	5% Malva	2,71	2,06	1,38
10%	5% Juta	1,56	1,26	1,24
20%	5% Juta	1,81	1,32	1,32
30%	5% Juta	2,67	2,01	1,37

Os resultados encontrados na Tabela 4.10 para PA, AA e MEA da matriz polimérica pura, compósitos de caulim e caulim com fibras seguiram a tendência de aumento verificada nos compósitos com resíduos de lama vermelha com fibras. Como já foi explicado anteriormente, há grande influência da inserção desses resíduos minerais e das fibras vegetais nas propriedades físicas dos compósitos. Vale lembrar

que os resíduos de caulim possuem massa específica maior ($2,60 \text{ g/cm}^3$) do que os resíduos de lama vermelha ($2,11 \text{ g/cm}^3$). O gráfico da Figura 4.19 mostra um comparativo entre os resultados encontrados da matriz polimérica pura, compósitos com caulim e caulim com fibras.

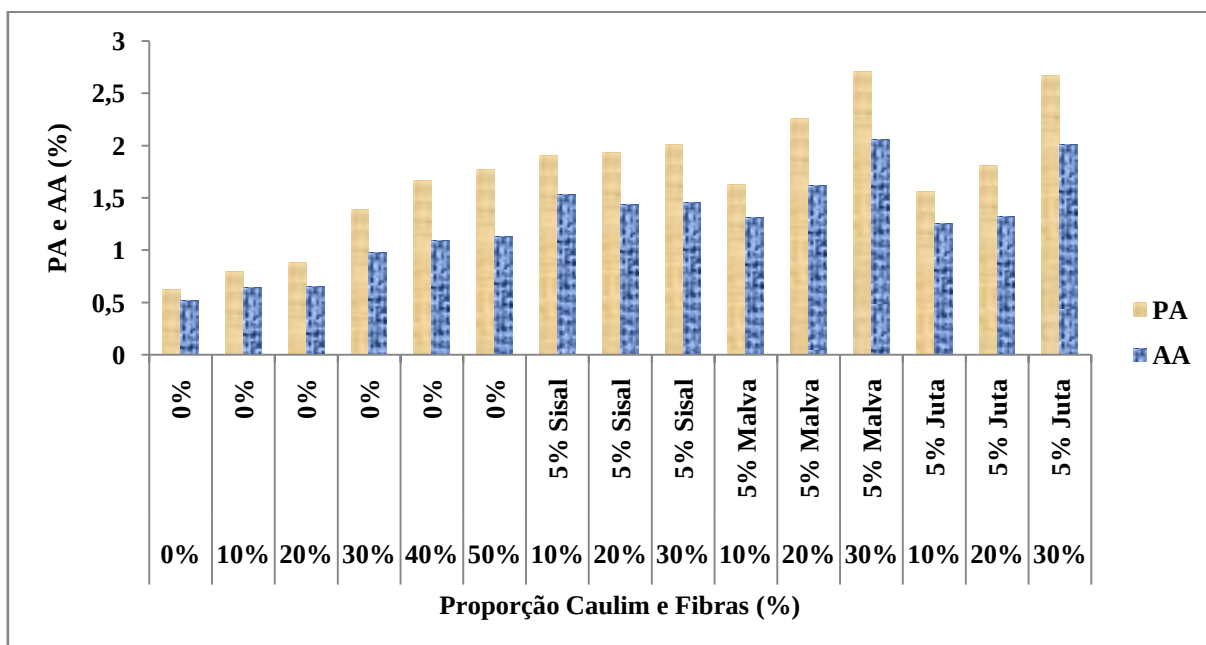


Figura 4.19 – Gráfico PA e AA versus proporções de caulim e fibras.

O gráfico da Figura 4.20 mostra um comparativo entre os resultados encontrados de MEA para os compósitos estudados.

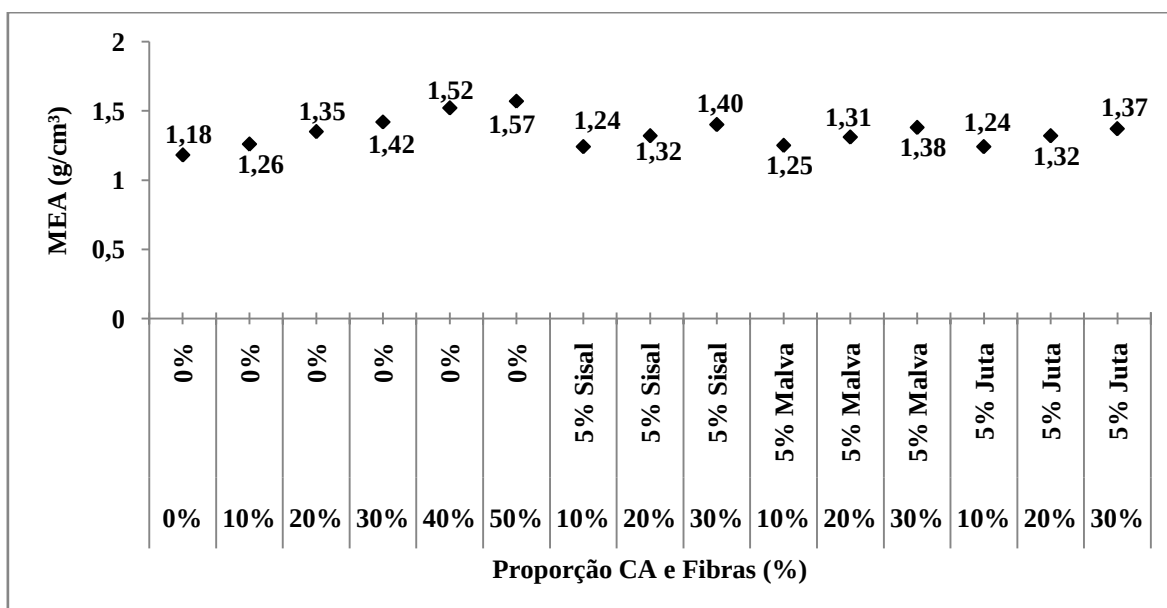


Figura 4.20 – Gráfico MEA versus proporções de caulim e fibras.

- **Matriz Polimérica, Cinza e Fibras**

A Tabela 4.11 mostra os resultados encontrados de PA, AA e MEA para matriz polimérica pura, compósitos com cinza e cinza com fibras (sisal, malva e juta).

Tabela 4.11 – Resultados da porosidade, absorção de água e massa específica.

Fração Mássica de Cinza	Fração Mássica de Fibra	PA (%)	AA (%)	MEA (g/cm ³)
0%	0%	0,62	0,52	1,18
10%	0%	1,84	1,49	1,23
20%	0%	1,69	1,29	1,31
30%	0%	1,30	0,93	1,39
10%	5% Sisal	2,90	2,35	1,23
20%	5% Sisal	2,03	1,55	1,31
10%	5% Malva	2,12	1,25	1,24
20%	5% Malva	1,56	1,62	1,30
10%	5% Juta	2,99	1,03	1,24
20%	5% Juta	1,28	2,26	1,31

Pelo resultados da Tabela 4.11 e pelo que já foi discutido dos compósitos com lama vermelha e lama vermelha com fibras e compósitos com caulim e caulim com fibras, com os resíduos de cinza não ocorreu de maneira diferente, sendo estes influenciados diretamente pela inserção dos resíduos e das fibras, aumentando as propriedades físicas dos compósitos confeccionados. As partículas de cinzas possuem uma particularidade, são em formato esféricos, sendo que algumas partículas são maciças e outras são ocas, o que interfere diretamente nos compósitos por elas constituídos. Isso pode explicar o fato dos resultados encontrados para PA e AA estarem acima dos encontrados dos dois resíduos (lama vermelha e caulim) anteriores. Vale lembrar também que as cinzas possuem massa específica maior (2,70 g/cm³) do que os resíduos de lama vermelha (2,11 g/cm³) e caulim (2,60 g/cm³). O gráfico da Figura 4.21 mostra um comparativo entre os resultados encontrados da matriz polimérica pura, compósitos de cinza e cinza com fibras.

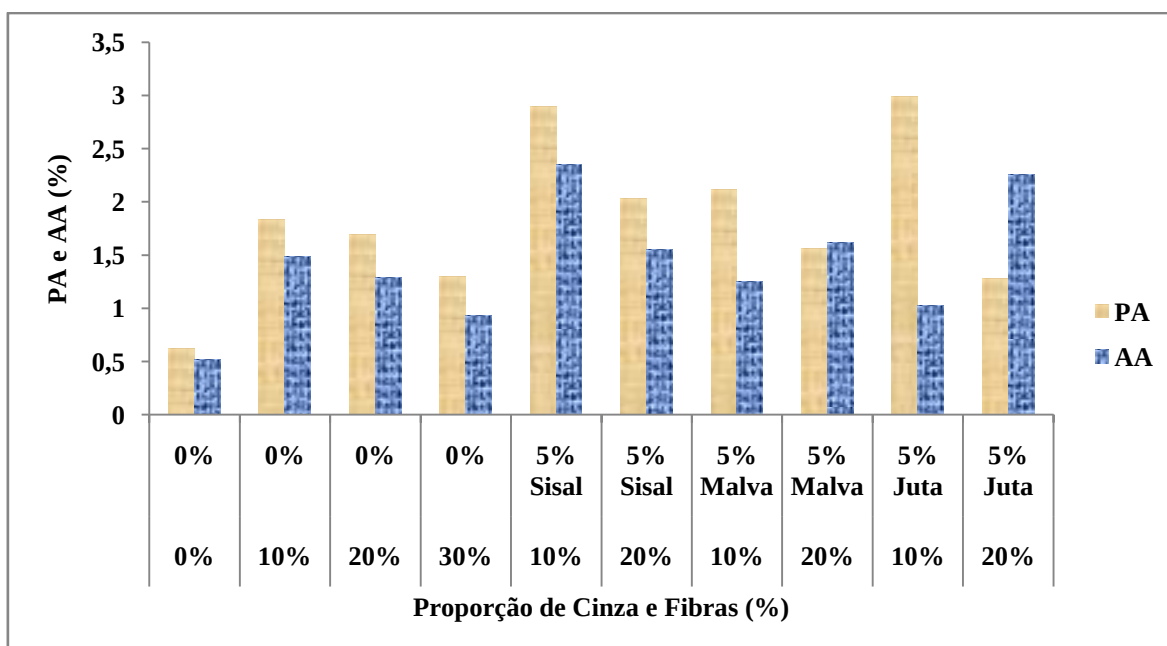


Figura 4.21 – Gráfico PA e AA versus proporções de cinza e fibras.

O gráfico da Figura 4.22 mostra um comparativo entre os resultados encontrados de MEA para os compósitos estudados.

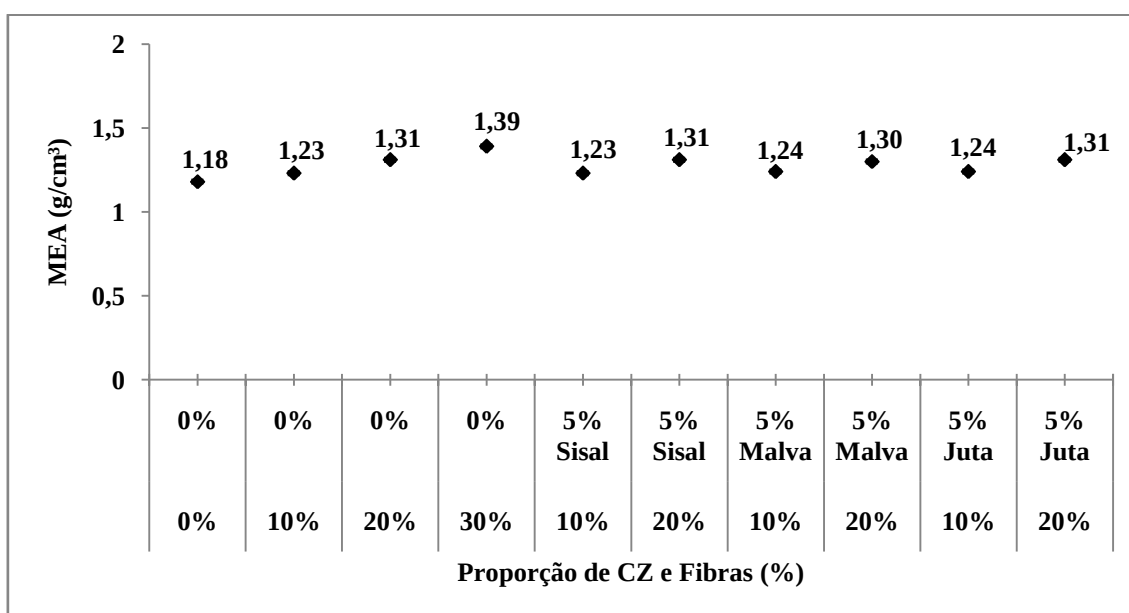


Figura 4.22 – Gráfico MEA versus proporções de cinza e fibras.

4.4.2 Caracterização Mecânica

4.4.2.1 Ensaio de Resistência à Tração

- **Matriz Polimérica e Fibras**

A caracterização mecânica em relação a resistência a tração da matriz polimérica pura e compósitos com fibras de sisal, malva e juta estão mostrados na Tabela 4.12.

Tabela 4.12 – Resultados da caracterização mecânica (tração) da matriz polimérica pura e compósitos com fibras.

Fração Mássica Fibras	Resistência a Tração Média (MPa)	Deformação Ruptura (mm)	Módulo Elasticidade (GPa)	PA (%)
0%	32,00 $\pm$ 2,10	3,20 $\pm$ 0,58	0,969 $\pm$ 0,014	0,67
5% Sisal	62,39 $\pm$ 2,20	4,69 $\pm$ 0,54	0,419 $\pm$ 0,029	1,56
5% Malva	57,19 $\pm$ 2,88	3,97 $\pm$ 0,47	0,406 $\pm$ 0,021	1,37
5% Juta	55,88 $\pm$ 2,05	3,36 $\pm$ 0,90	0,424 $\pm$ 0,029	2,37

Os resultados da Tabela 4.12 observa-se o aumento da resistência a tração em função da incorporação das fibras nos compósitos, principalmente quando comparado em relação a matriz polimérica pura. Em relação a rigidez (módulo de elasticidade) dos compósitos em relação a matriz pura houve uma diminuição significativa nos compósitos com fibras. Os compósitos de matriz polimérica com fibras de sisal atingiram valores de resistência a tração superior a 62 MPa. Os compósitos de fibras de malva e juta apresentaram resistência a tração menores do que os compósitos de sisal, porém, a resistência a tração de todos os compósitos com fibras foram bastante superiores quando comparados com a matriz pura, demonstrando dessa maneira que as fibras (sisal, malva e juta) atuaram como reforço efetivo para o compósito polimérico de poliéster com melhoras significativas de sua propriedade mecânica de tração. O desempenho eficiente das propriedades mecânicas de tração dos compósitos reforçados por fibras, em geral estão atreladas a boa ancoragem na interface fibras/matriz. É necessário ocorrer uma forte adesão entre essas fases para que ao solicitar a matriz esta transfira esses esforços ou tensões para o material de reforço, nesse caso, as fibras para que possam resistir ou dificultar a fratura do material. As fibras vegetais possuem características que propiciam a melhora dessa ancoragem junto a matriz, como por

exemplo as fibras vegetais apresentam superfícies rugosas, melhorando a aderência da matriz junto as fibras, e boa resistência à tração, entre outras qualidades que incidem diretamente na melhoria da resistência dos compósitos por elas reforçados.

Os resultados encontrados para a matriz polimérica pura e compósitos reforçados com fibras estão bastante superiores aos encontrados por outros pesquisadores (MENDES, 1992; SILVA, 2003; MOHANTY *et al.*, 2006; MIRANDA, 2007; SANTOS, 2007; LIMA, 2009; TOMCZAK, 2010; BARBOSA, 2011; OLIVEIRA, 2013a; SILVA, 2013; SILVA, 2014).

O gráfico da Figura 4.23 mostra um comparativo entre os resultados encontrados para matriz polimérica pura e os compósitos com fibras estudados.

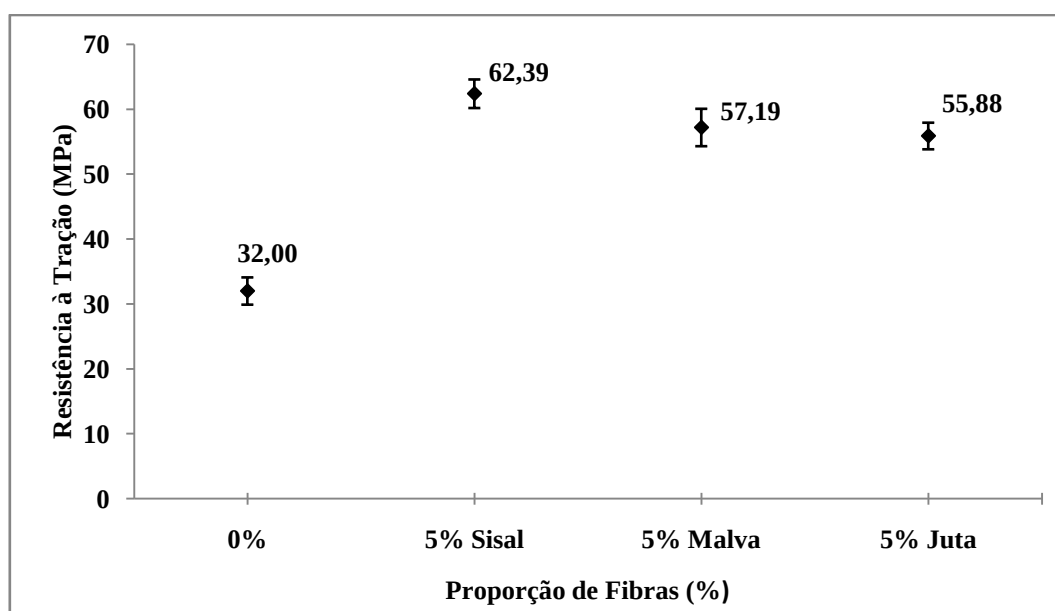


Figura 4.23 – Gráfico LRT versus proporções de fibras.

A Figura 4.24 mostra as superfícies fraturas da matriz polimérica pura e dos compósitos com fibras de sisal, malva e juta.

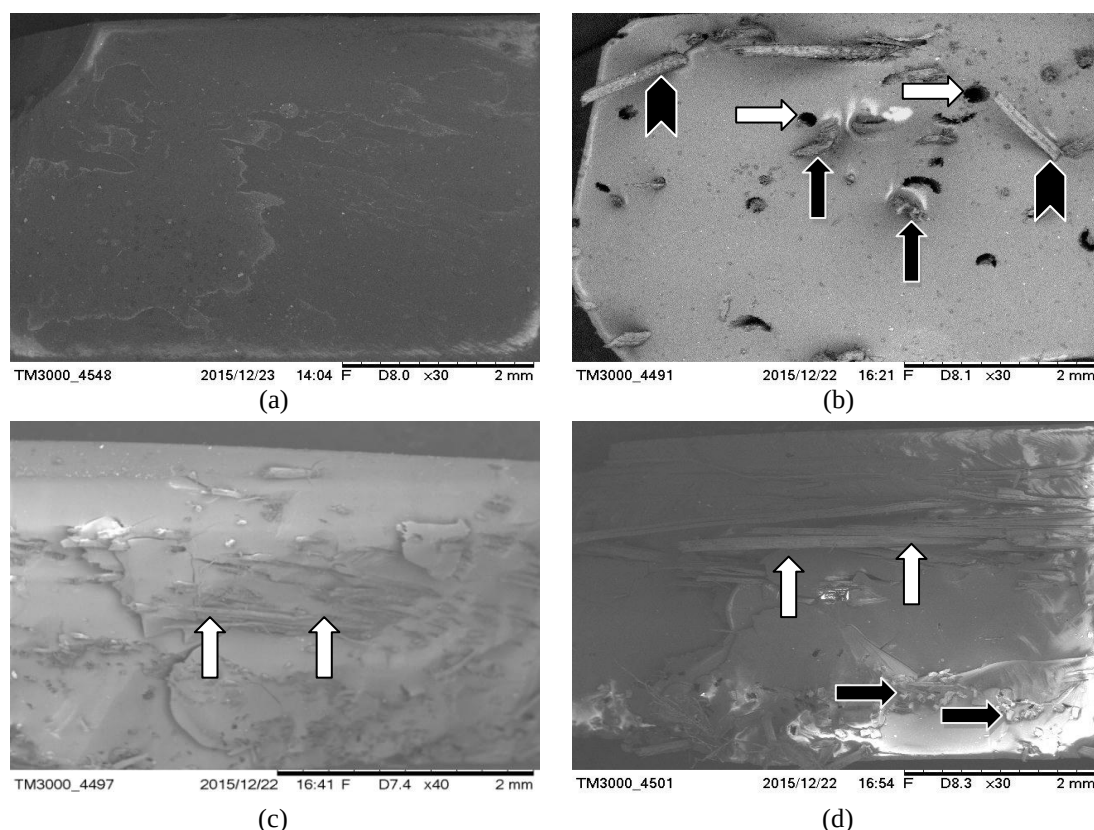


Figura 4.24 – Superfícies fraturadas: (a) Matriz polimérica pura, (b) Compósito de sisal, (c) Compósito de malva e (d) Compósito de juta.

Pelas análises das imagens pode-se notar que na fratura da matriz polimérica (Figura 4.24 a) uma superfície de fratura predominantemente lisa, mostrando uma ruptura transversal do corpo de prova. Na fratura do compósito de sisal (Figura 4.24 b) evidencia-se a presença de algumas imperfeições da superfície fraturada, indicando alguns vazios (setas brancas) que podem ser decorrentes do processo de confecção, mas nota-se uma predominância de fibras de sisal rompidas (setas pretas) e fibras dispostas (flechas pretas) na direção do carregamento, havendo uma boa disposição das fibras dentro da matriz. Na fratura do compósito de malva (Figura 4.24 c) verifica-se imperfeições significativas na superfície fraturada, fibras dispostas (setas brancas) na direção transversal ao carregamento, ruptura brusca que pode ter ocorrido devido a tensão cisalhante do compósito, ainda sim tem-se a presença de fibras rompidas. Na fratura dos compósitos de juta (Figura 4.24 d) mostra também imperfeições acentuadas da superfície fraturada e fibras dispostas transversalmente (setas brancas) em relação ao carregamento; nota-se também algumas fibras descoladas (setas brancas) da matriz, observando-se também fibras rompidas (setas pretas), indicando a efetividade do reforço, houve uma ruptura brusca do compósito, o que pode ser resultado de

concentrações de tensões que atuam nas extremidades das fibras, ocasionando possíveis nucleações e irradiações de trincas no material.

- **Matriz Polimérica e Lama Vermelha**

A caracterização mecânica em relação a resistência a tração da matriz polimérica pura e compósitos com lama vermelha estão mostrados na Tabela 4.13.

Tabela 4.13 – Resultados da caracterização mecânica (tração) da matriz polimérica pura e compósitos com lama vermelha.

Fração Mássica Lama Vermelha	Resistência a Tração Média (MPa)	Deformação Ruptura (mm)	Módulo Elasticidade (GPa)	PA (%)
0%	32,00 $\pm$ 2,10	3,20 $\pm$ 0,58	0,969 $\pm$ 0,014	0,67
10%	24,85 $\pm$ 1,22	2,03 $\pm$ 0,294	0,964 $\pm$ 0,016	2,62
20%	23,33 $\pm$ 1,61	2,0 $\pm$ 0,13	0,970 $\pm$ 0,006	2,98
30%	20,15 $\pm$ 1,17	1,89 $\pm$ 0,27	0,956 $\pm$ 0,030	3,35
40%	17,31 $\pm$ 1,30	2,18 $\pm$ 1,45	0,892 $\pm$ 0,026	4,20
50%	12,41 $\pm$ 1,55	1,47 $\pm$ 0,42	0,882 $\pm$ 0,026	5,45

Verifica-se pelos resultados da Tabela 4.13 que a resistência a tração dos compósitos com resíduos de lama vermelha são menores do que a resistência a tração da matriz polimérica pura, evidenciando assim que o resíduo de lama vermelha não desempenha a função de reforço efetivo ou carga ativa, e sim o resíduo desempenha a função de carga de enchimento ou carga passiva, sem melhorias da resistência a tração dos compósitos. Com relação ao módulo de elasticidade não houve diferenças significativas entre os compósitos e a matriz pura.

Nos resultados encontrados para os compósitos com resíduos de lama vermelha, há uma tendência de diminuição da resistência a tração conforme aumenta-se a proporção de lama vermelha dentro da matriz polimérica. Dentre os compósitos constituídos com lama vermelha, os melhores resultados encontrados foram com 10 % e 20 % de lama vermelha, obtendo o menor desempenho com 50 % de lama vermelha. Como citado anteriormente o resíduo de lama vermelha atuou dentro da matriz como carga de enchimento passiva, o que propiciou o surgimento e aumento de porosidades, vazios, bolhas ente outros fatores que podem ter desencadeado a fragilidade do material e conseqüentemente depreciando sua resistência à tração. Já que esses mesmo elementos

podem gerar pontos concentradores de tensões, o que podem ocasionarem iniciadores de trincas e fraturas do material, enfatizando que quando se aumenta a proporção de resíduos dentro da matriz, há um aumento da dificuldade de homogeneização, impregnação e compactação dos constituintes dos compósitos. É importante se observar que entre os resultados encontrados com resíduos de lama vermelha, os compósitos que obtiveram melhores resultados foram os com 10 % de lama vermelha, sendo 100 % superiores aos compósitos com 50 % de lama vermelha.

Zhang *et al.*, (2011) obtiveram aumento da resistência a tração em compósitos poliméricos usando lama vermelha nas frações mássicas de 0 % a 15 %, mas em frações mássicas acima de 20 % a resistência a tração diminui drasticamente. Onde atribuem este comportamento a formação de maior número de agregados/aglomerados das partículas de lama vermelha em percentual acima de 15 % (m/m), contribuindo para o aparecimento de regiões de elevada concentração de tensões, que reduzem a resistência ao esforço de tração. Segundo Satapathy e Patnaik, (2008) pode haver duas razões para o declínio da resistência a tração dos compósitos com adição de LV superior a 20 % (v/v); uma possibilidade é que a interação química na interface partícula/matriz seja fraca para transferir a tensão de tração para a carga; a outra é que os pontos dos cantos das partículas de forma irregular resultem em concentrações de tensões na matriz poliéster. O gráfico da Figura 4.25 mostra um comparativo dos resultados encontrados para a matriz polimérica pura e compósitos com lama vermelha.

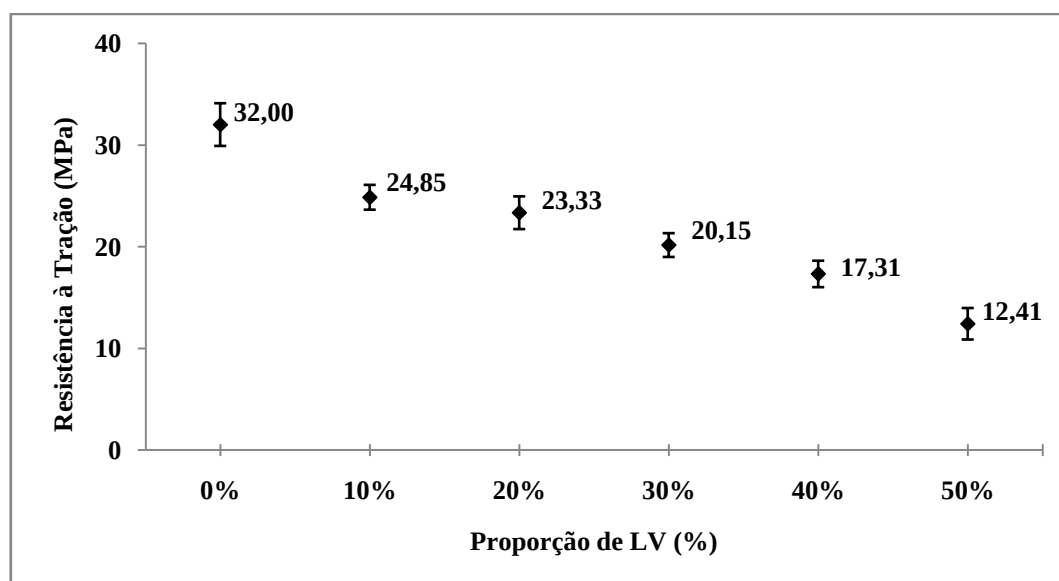


Figura 4.25 – Gráfico LRT versus proporções de lama vermelha.

A Figura 4.26 mostra as microestruturas dos compósitos com lama vermelha com 10 % e 50 % respectivamente.

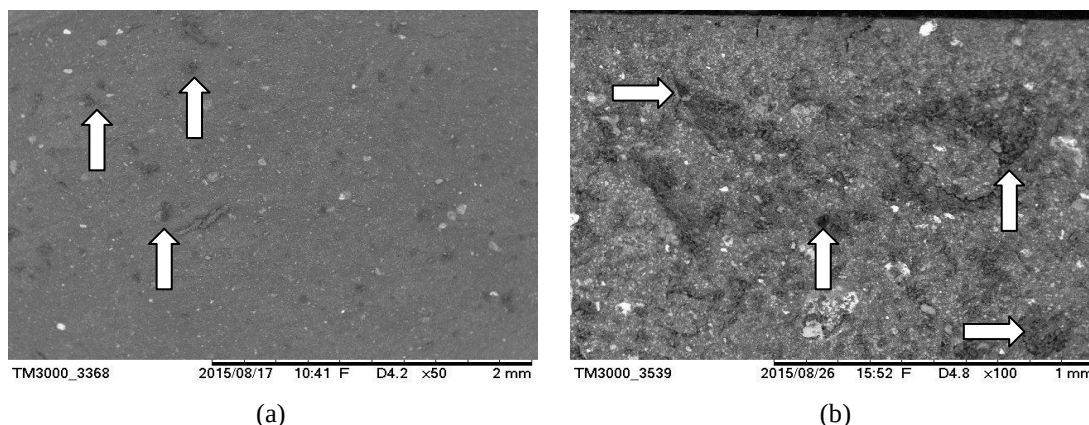


Figura 4.26 – Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % lama vermelha e (b) Compósito 50 % lama vermelha.

Na superfície de fratura dos compósitos com 10 % de lama vermelha (Figura 4.26 a) observa-se que com a inclusão de resíduos junto a matriz polimérica pura, nota-se (setas brancas) um aumento de porosidades, vazios e microcavidades, gerando uma fratura não plana com algumas imperfeições, o que interfere de maneira negativa na resistência dos compósitos, ainda sim, houve um acabamento superficial regular do corpo de prova. Já na superfície de fratura dos compósitos com 50 % de lama vermelha (Figura 4.26 b) nitidamente é observado (setas brancas) o aumento significativo de porosidades, vazios e microcavidades, gerando uma fratura bastante irregular, contribuindo para diminuir ainda mais a resistência dos compósitos.

- **Matriz Polimérica, Lama Vermelha com Fibras**

A Tabela 4.14 mostra a caracterização mecânica de resistência a tração da matriz polimérica pura e compósitos de lama vermelha com fibras de sisal, malva e juta.

Tabela 4.14 – Resultados da caracterização mecânica (tração) da matriz polimérica pura e compósitos de lama vermelha com fibras.

Reforço	Fração Mássica (%)	Resistência a Tração Média (MPa)	Deformação Ruptura (mm)	Módulo Elasticidade (GPa)	PA (%)
Matriz	100	32,00 ±2,10	3,20 ±0,58	0,969 ±0,014	0,62
Sisal	5	50,25 ±1,50	4,86 ±1,92	0,410 ±0,021	2,24
Lama Vermelha	10				
Sisal	5	47,64 ±0,75	4,30 ±0,21	0,578 ±0,015	3,03
Lama Vermelha	20				
Sisal	5	33,16 ±1,54	3,94 ±0,31	0,428 ±0,014	4,73
Lama Vermelha	30				
Malva	5	52,35 ±2,6	5,08 ±1,55	0,576 ±0,010	1,24
Lama Vermelha	10				
Malva	5	44,22 ±2,1	3,82 ±0,20	0,438 ±0,020	1,52
Lama Vermelha	20				
Malva	5	32,63 ±2,7	2,28 ±0,39	0,546 ±0,018	3,71
Lama Vermelha	30				
Juta	5	55,32 ±2,1	5,23 ±1,36	0,652 ±0,011	1,96
Lama Vermelha	10				
Juta	5	44,24 ±2,9	4,10 ±0,61	0,316 ±0,010	2,23
Lama Vermelha	20				
Juta	5	36,08 ±2,7	3,77 ±0,16	0,504 ±0,014	4,48
Lama Vermelha	30				

É conhecido que compósitos reforçados com fibras alinhadas na mesma direção em relação a aplicação da carga oferecem maiores resistências à tração do que os reforçados com fibras de orientação randômica ou aleatórias. Sabe-se também que os compósitos com fibras compridas e alinhadas se sobressaem em relação aos compósitos de fibras de comprimentos menores e dispersas aleatoriamente dentro da matriz. Outra informação importante é que os compósitos com cargas (resíduos), têm suas propriedades, principalmente as propriedades mecânicas, fortemente influenciado pela quantidade de carga dentro dos compósitos, pois quando aumenta essa quantidade de carga dentro dos compósitos a tendência de sua resistência à tração é diminuir, o que pode ser ocasionado pela dificuldade de impregnação da interface fibra/resina/carga. Há um aumento de porosidades dentro dos compósitos, o que também interferem nas propriedades mecânicas.

Em relação aos compósitos com lama vermelha com fibras ficam evidentes pelos resultados da Tabela 4.14 que quanto maior a proporção de lama vermelha, menor a

resistência a tração dos compósitos. Com aumento da proporção da carga de lama vermelha, há uma diminuição das propriedades mecânicas dos compósitos de tração e módulo de elasticidade.

Nos compósitos de sisal com 10 % de lama vermelha obteve-se a mistura fibra/resina/lama vermelha bastante homogênea com boa acomodação e distribuição ao longo dos compósitos, apresentando todas as regiões “molhadas” pela resina e as fibras totalmente envolvidas pela matriz, o que não ocorre com os compósitos de sisal com lama vermelha de 20 % e 30 %, onde há uma tendência de a mistura ser bastante viscosa, não havendo uma boa impregnação e molhabilidade entre o sistema fibra/resina/lama vermelha.

Um outro fator que podem ter afetado na diminuição da resistência a tração dos compósitos de lama vermelha com fibras é o fato de que como a lama vermelha possui um grau alcalino elevado, logo com aumento de sua proporção dentro da matriz com as fibras, aumentava-se também o grau de alcalinidade, tornando-se um ambiente severo para as fibras, ou seja, pode ter ocorrido a degradação das fibras, já que não se teve o controle desses parâmetros, o que pode ter prejudicado assim a função das fibras de atuarem como reforço nos compósitos, contudo pesquisas devem ser realizadas para se confirmar essa hipótese. O gráfico da Figura 4.27 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos de lama vermelha com fibras (sisal, malva e juta).

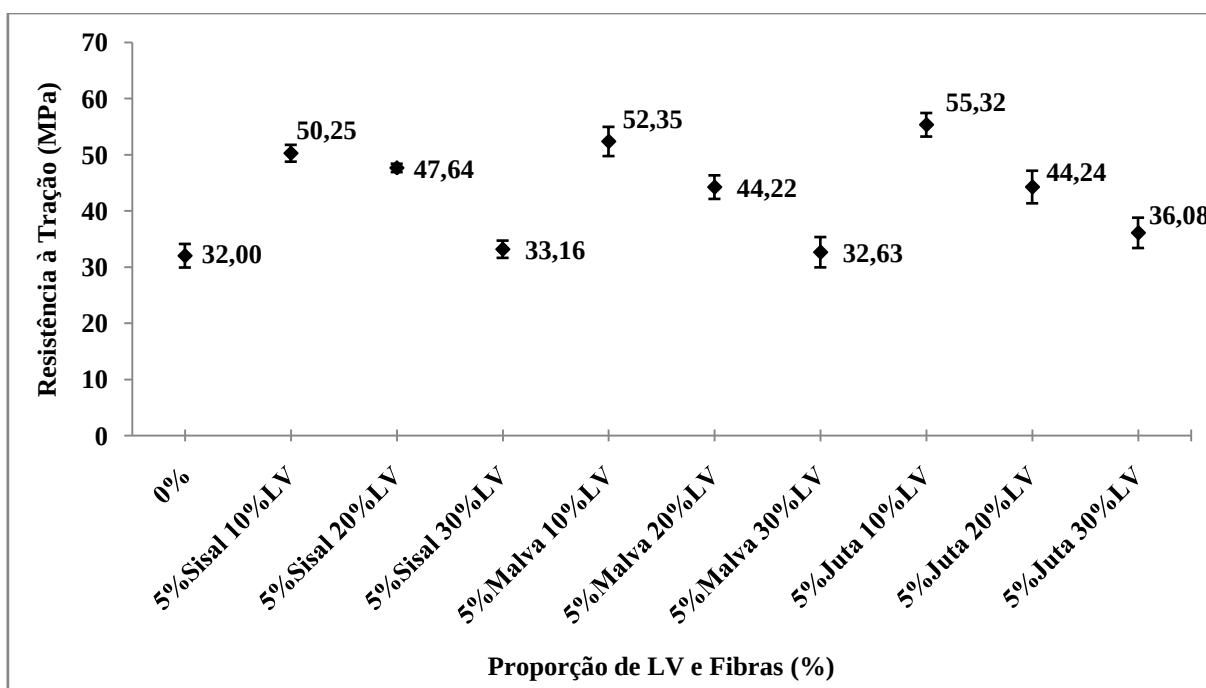


Figura 4.27 – Gráfico LRT versus proporções de lama vermelha com fibras.

A Figura 4.28 mostra a caracterização microestrutural dos compósitos de lama vermelha com fibras de sisal.

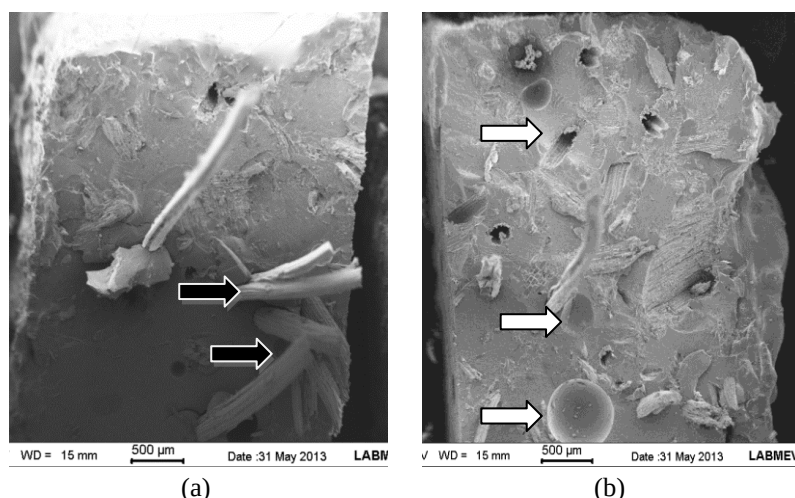


Figura 4.28 – Superfícies fraturadas dos compósitos: (a) Fratura dos compósitos de sisal com 10% de lama vermelha; (b) Fratura dos compósitos de sisal com 30 % de lama vermelha.

Pela Figura 4.28 (a) observa-se um melhor acabamento e aglomeração das fibras com a lama vermelha, tem-se a presença de fibras rompidas (setas pretas), o que pode ter contribuído pelo melhoramento da resistência a tração dos compósitos. Pela Figura 4.28 (b) observa-se uma superfície irregular apresentando bolhas (setas brancas), vazios, *pull out* e defeitos, há uma desorganização evidente das fibras dentro da matriz, algumas fibras também saíram da matriz, o que pode ter depreciado as resistências a tração dos compósitos.

Com relação aos compósitos de lama vermelha com fibras de malva, os resultados encontrados na Tabela 4.14 mostram que os compósitos laminados com fibras de malva e carga de lama vermelha de 10 % apresentaram melhores valores de resistência mecânica, sendo 15 % e 30 % superior aos compósitos de malva com proporção de lama vermelha de 20 % e 30 %, respectivamente.

Com as proporções de 20 % e 30 % de lama vermelha nos compósitos, a mistura entre a resina e a lama vermelha torna-se bastante viscosa e aumenta a dificuldade de impregnação total das fibras, formando regiões secas (regiões de fibras não envolvidas por resina) dentro dos compósitos. Esse fato pode explicar o comportamento mecânico dos corpos de prova com 5 % de fibra a 20 % e 30 % de lama vermelha (OLIVEIRA, 2013b).

Nos compósitos de malva com lama vermelha (10 %) obteve-se a mistura fibra/resina/lama vermelha bastante homogênea com boa acomodação e distribuição ao

longo dos compósitos, apresentando todas as regiões “molhadas” pela resina e as fibras totalmente envolvidas pela matriz, o que contribuiu para os melhores resultados de tração dos compósitos.

Com relação a interferência das fibras nas propriedades mecânicas de tração dos compósitos, pelo fato de se ter utilizado fibras diferentes (sisal, malva e juta) e mesma fração mássica (5 %), e sua distribuição ter se apresentado com boa acomodação e distribuição das fibras dentro dos compósitos confeccionados, observou-se que influenciaram na variação das resistência a tração dos compósitos, sendo a variação dos resultados encontrados creditados ao tipo de fibras utilizados e também a variação da fração mássica de lama vermelha dentro da matriz.

Os resultados apresentados pelos compósitos de fibras de malva e lama vermelha, com fração mássica de lama vermelha de 10 %, 20 % e 30 % obtiveram resultados similares ou superiores a outros tipos de compósitos laminados pesquisados na literatura (MAHAPATRA e DATTA, 2011; OLIVEIRA, 2013b; SOUZA, 2008), o que potencializa o possível uso desse tipo de material para certos tipos de aplicação, respeitando suas características. A Figura 4.29 mostra a caracterização microestrutural dos compósitos de lama vermelha com fibras de malva.

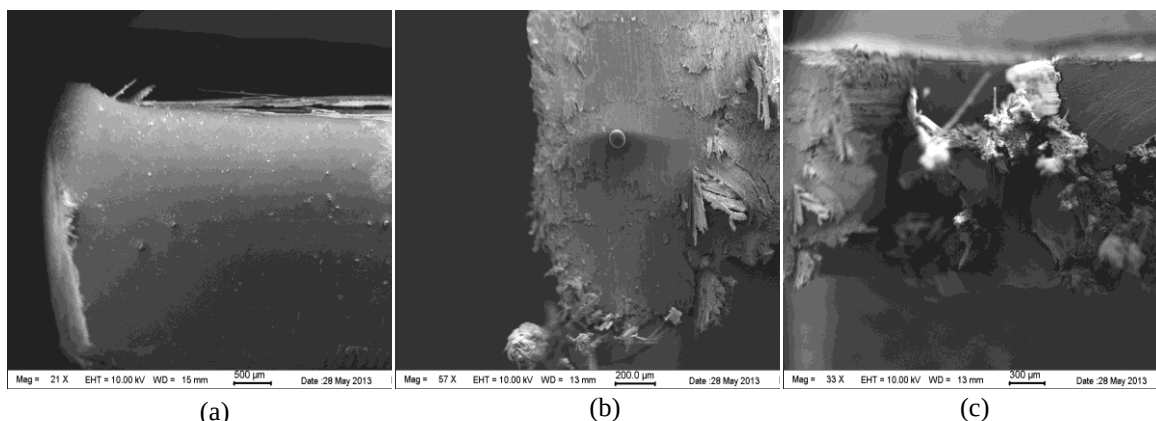


Figura 4.29 – Superfícies fraturadas dos compósitos: (a) Compósitos malva com 10 % de lama vermelha; (b) Compósitos malva com 20 % de lama vermelha; (c) Compósitos malva com 30 % de lama vermelha.

As fraturas da Figura 4.29 (a) dos compósitos de malva com 10 % de lama vermelha nota-se uma melhor distribuição e acomodação das fibras e da carga, tem-se também um melhor acabamento da superfície fraturada, confirmando a melhor disposição dos constituintes dos compósitos, resultando em melhor ancoragem do sistema fibra/carga/matriz, resultando em melhor desempenho mecânico dos compósitos. As fraturas das Figuras 4.29 (b) e 4.29 (c) dos compósitos de malva com 20

% e 30 % de lama vermelha mostram-se uma desordenação das fibras e carga de lama vermelha. Além de apresentarem superfícies de faturada não plana, evidenciando essa desordenação, nota-se também um excesso de lama vermelha dentro dos compósitos, o que pode ter dificultado a ancoragem entre o sistema fibra/carga/matriz, depreciando suas propriedades mecânicas dos compósitos.

Para os compósitos de lama vermelha com fibras de juta, os resultados encontrados na Tabela 4.14 mostra que há um decréscimo da resistência a tração dos compósitos de lama vermelha e fibras de juta, conforme aumenta-se a proporção de lama vermelha dentro da matriz, vale lembrar que o resíduo de lama vermelha está atuando no compósito como carga de enchimento e não como reforço efetivo, o que é característico dos resíduos de maneira geral, pois os resíduos detêm resistência mecânica menor do que as matrizes puras e das fibras. Além do que devido não uniformidade granulométrica, os resíduos atuam como revestimentos dos elementos de reforço, neste caso as fibras, ou seja, formam uma camada ou película nas superfícies das fibras dificultando uma boa ancoragem fibra/matriz, sendo assim depreciando suas propriedades de resistência a tração. Os resíduos podem também desencadear pontos concentradores de tensões na estrutura dos compósitos, sendo um possível iniciador de trincas e uma consequente fratura do material. Com todos os elementos citados, fica evidenciado a diminuição da resistência a tração dos compósitos com o aumento da proporção do resíduo (lama vermelha) inserido. Porém, os compósitos híbridos do sistema matriz/lama vermelha/fibras apresentou um desempenho mecânico bastante eficiente quando comparado com a literatura, pois as fibras de juta possui uma resistência a tração bastante satisfatória e atuou no compósitos como reforço efetivo dentro da matriz, elevando sua resistência. A Figura 4.30 mostra a caracterização microestrutural dos compósitos de lama vermelha com fibras de juta.

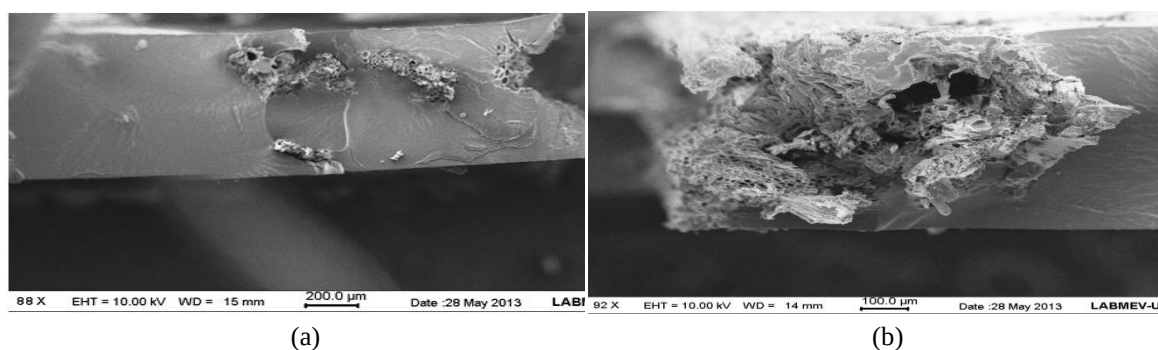


Figura 4.30 – Superfícies fraturadas dos compósitos: (a) Compósitos de juta com 10 % de lama vermelha e (b) Compósitos de juta com 30 % de lama vermelha.

A microestrutura da Figura 4.30 (a) dos compósitos de juta com 10 % de lama vermelha nota-se uma melhor aparência (superfície lisa) e acomodação das fibras e da carga nos compósitos, o que pode ter proporcionado uma melhor resistência mecânica.

A microestrutura da Figura 4.30 (b) dos compósitos de juta com 30 % de lama vermelha mostram-se uma superfície fraturada "grosseira", vazios e maior aglomeração das fibras, o que pode ter proporcionado uma dificuldade de ancoragem no sistema fibra/matriz/carga e conseqüentemente diminuído a resistência mecânica dos compósitos.

- **Matriz Polimérica e Caulim**

A caracterização mecânica em relação a resistência a tração da matriz polimérica pura e compósitos com caulim estão mostrados na Tabela 4.15.

Tabela 4.15 – Resultados da caracterização mecânica (tração) da matriz polimérica pura e compósitos com caulim.

Fração Mássica Caulim	Resistência a Tração Média (MPa)	Deformação Ruptura (mm)	Módulo Elasticidade (GPa)	PA (%)
0%	32,00 $\pm$ 2,10	3,20 $\pm$ 0,58	0,969 $\pm$ 0,014	0,62
10%	23,83 $\pm$ 1,13	1,48 $\pm$ 0,09	0,917 $\pm$ 0,020	0,80
20%	20,13 $\pm$ 1,72	2,44 $\pm$ 0,50	0,971 $\pm$ 0,020	0,88
30%	16,57 $\pm$ 1,41	2,34 $\pm$ 0,63	0,969 $\pm$ 0,015	1,39
40%	15,36 $\pm$ 1,50	1,66 $\pm$ 0,19	0,947 $\pm$ 0,035	1,67
50%	11,86 $\pm$ 1,20	1,45 $\pm$ 0,20	0,922 $\pm$ 0,024	1,77

Os resultados da Tabela 4.15 mostram uma tendência de redução da resistência à tração dos compósitos com aumento da proporção do resíduo de caulim na matriz polimérica. Dentre os compósitos de caulim, obteve-se a maior resistência a tração nos compósitos com 10 % de caulim, isso pode ser creditado que quando os compósitos são preenchidos por cargas (resíduos) e suas propriedades, principalmente mecânicas são fortemente influenciados pela quantidade de carga dentro dos compósitos, pois já que quando aumenta-se essa quantidade de carga dentro dos compósitos a tendência de sua resistência à tração é diminuir, o que pode ser ocasionado pela dificuldade de homogeneização, impregnação e compactação na interface resina/carga, vale lembrar também que com aumento da proporção de caulim aumenta-se suas porosidades, o que

deprecia sua resistência a tração. Em relação ao módulo de elasticidade dos compósitos, os resultados foram semelhantes ao módulo da matriz pura.

Os resíduos de caulim atuaram como carga de enchimento passiva dentro da matriz polimérica e não atuando como reforço efetivo dos compósitos confeccionados.

O gráfico da Figura 4.31 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos com caulim.

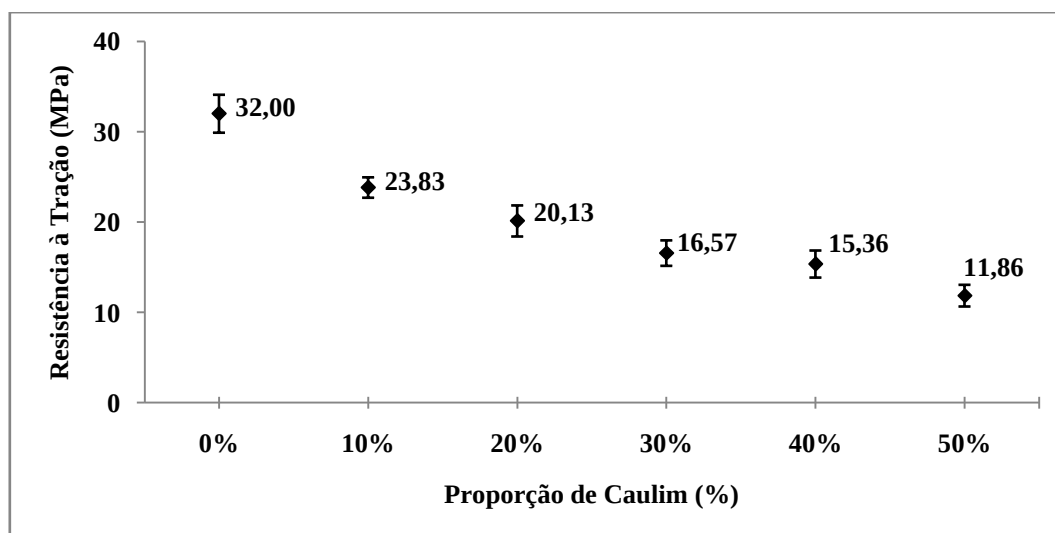


Figura 4.31 – Gráfico LRT versus proporções de caulim.

A Figura 4.32 mostra as fraturas dos compósitos de caulim analisadas pelo MEV.

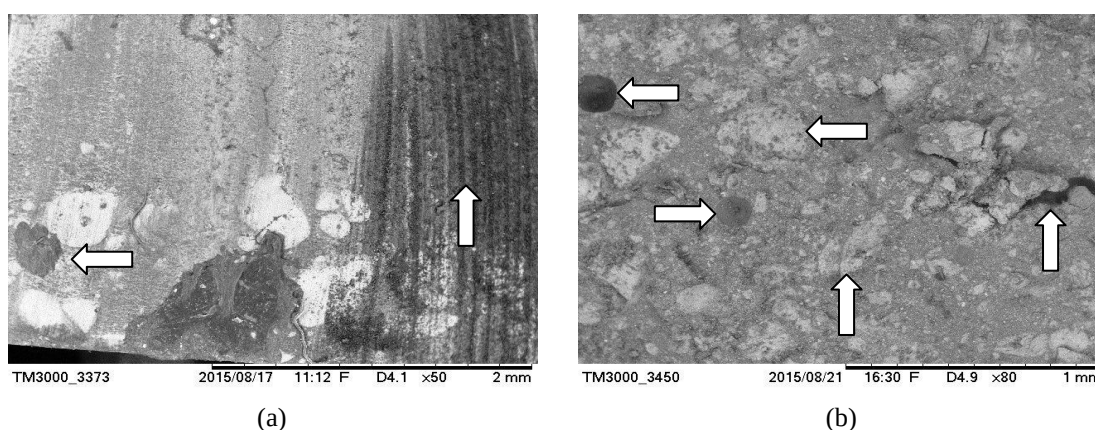


Figura 4.32 – Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % caulim e (b) Compósito 50 % caulim.

A fratura da Figura 4.32 (a) do compósito com 10 % de caulim mostra uma superfície fraturada plana, com poucos vazios, porosidades ou defeitos, porém, observa-se algumas imperfeições e "estrias" (setas brancas) na superfície de fraturas que podem

ser resultado da irradiação de trinca nessa direção. Na fratura da Figura 4.32 (b) do compósito com 50 % de caulim mostra uma superfície fraturada totalmente inversa ao que foi observado para o compósito com 10 % de caulim, onde nota-se em grande proporções (setas brancas) os aglomerados, as imperfeições, porosidades, vazios, trincas, buracos e bolhas, o que contribui significativamente para o menor desempenho mecânico de tração dos compósitos.

- **Matriz Polimérica, Caulim com Fibras**

A Tabela 4.16 mostra a caracterização mecânica de resistência a tração da matriz polimérica pura e compósitos de caulim com fibras de sisal, malva e juta.

Tabela 4.16 – Resultados da caracterização mecânica (tração) da matriz polimérica pura e compósitos de caulim com fibras.

Reforço	Fração Mássica (%)	Resistência a Tração Média (MPa)	Deformação Ruptura (mm)	Módulo Elasticidade (GPa)	PA (%)
Matriz	100	32,00 ±2,10	3,20 ±0,58	0,969 ±0,014	0,62
Sisal	5	42,70 ±1,70	4,06 ±0,52	0,963 ±0,031	1,91
Caulim	10				
Sisal	5	38,24 ±1,83	3,76 ±0,47	0,965 ±0,014	1,93
Caulim	20				
Sisal	5	28,85 ±1,55	4,13 ±0,69	0,967 ±0,025	2,01
Caulim	30				
Malva	5	40,70 ±1,05	4,48 ±0,70	0,916 ±0,023	1,63
Caulim	10				
Malva	5	36,66 ±1,66	5,13 ±1,24	0,886 ±0,019	2,26
Caulim	20				
Malva	5	31,42 ±1,58	3,12 ±0,58	0,974 ±0,010	2,71
Caulim	30				
Juta	5	41,05 ±1,17	4,96 ±0,52	0,915 ±0,034	1,56
Caulim	10				
Juta	5	37,73 ±1,68	5,52 ±1,04	0,963 ±0,021	1,81
Caulim	20				
Juta	5	31,74 ±1,55	3,22 ±0,19	0,970 ±0,008	2,67
Caulim	30				

Os resultados da Tabela 4.16 mostram de maneira geral que para todas as composições de 10 % e 20 % de caulim com fibras (sisal, malva e juta) houve um aumento da resistência à tração com relação a matriz pura, demonstrando assim que as

fibras atuaram como reforço efetivo no sistema matriz/resíduos/fibras, porém a partir da proporção de 20 % de caulim houve um decréscimo da resistência dos compósitos. Os fatores citados para os compósitos de lama vermelha com fibras, são válidos também para os compósitos de caulim com fibras.

Os compósitos de caulim (10 % e 20 %) com fibras de sisal apresentaram melhores resultados em relação aos demais compósitos confeccionados, um dos fatores que podem ser responsável por este evento é que as fibras de sisal possui propriedades mecânicas de tração superior (453 MPa) em relação as fibras de malva (395 MPa) e juta (408 MPa) o que pode ter contribuído para esses resultados, vale citar também a região de onde a fibra é extraída da planta interfere significativamente em suas propriedades. As fibras de sisal são fibras extraídas da folha da planta, sendo fibras maleáveis, macias e com bom acabamento superficial, facilitando o processo de homogeneização das fibras com os constituintes dos compósitos. Já as fibras de juta e malva são fibras extraídas do caule da planta, caracterizando-se por serem fibras com excesso de microfibrilas expostas, fibras não uniformes e com acabamento superficial irregular; dificultando a homogeneização dos constituintes dos compósitos. Com relação ao módulo de elasticidade dos compósitos não houve diferenças significativas dos resultados em relação a matriz pura.

O gráfico da Figura 4.33 mostra um comparativo dos resultados encontrados para os compósitos de matriz polimérica pura e compósitos de caulim com fibras de sisal, malva e juta.

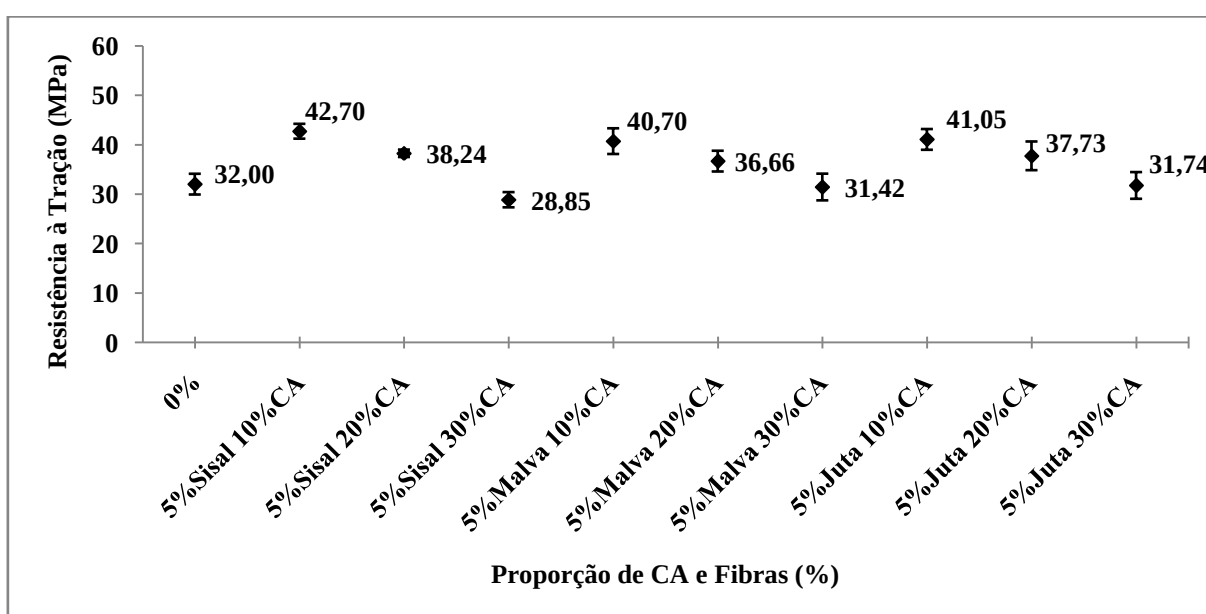


Figura 4.33 – Gráfico LRT versus proporções de caulim com fibras.

A Figura 4.34 mostra as microestruturas através do MEV dos compósitos de caulim com fibras.

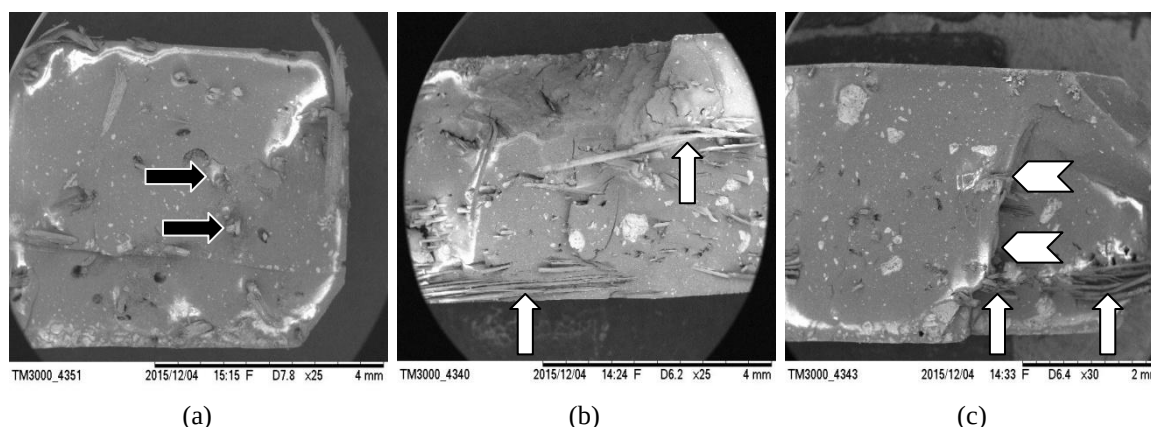


Figura 4.34 – Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % caulim com malva, (b) Compósito 20 % caulim com malva e (c) Compósito 30 % caulim com malva.

As fraturas da Figura 4.34 mostra um comparativo dos compósitos de uma mesma fibra (malva) variando-se as proporções de resíduos de caulim (10 %, 20 % e 30 %) mostrando suas características e peculiaridades com relação ao mecanismos de falhas presentes e outros eventos que ocorreram na superfícies fraturadas dos compósitos que também foram similares aos que ocorreram para os compósitos com outros tipos de fibras (sisal e juta). Na fratura da Figura 4.34 (a) mostra uma fratura onde percebe-se que as fibras foram quebradas ou rompidas (setas pretas) na direção do carregamento mostrando que houve o efeito do alinhamento das fibras dentro matriz. As fibras rompidas demonstram que houve uma boa adesão na interface fibras/matriz fazendo com que aumente a resistência dos compósitos, já o efeito do alinhamento das fibras contribui para o aumento da resistência, porque as fibras ficam dispostas na direção do carregamento ao que são submetidos, logo a resistência das fibras nessa direção é maior. Na fratura da Figura 4.34 (b) já nota-se uma superfície fraturada irregular, evidenciando a presença de fibras disposta (setas brancas) no sentido transversal ao carregamento, fibras descoladas da matriz, o que enfatiza que não houve ou diminuiu a adesão na interface fibras/matriz, além do que observa-se crateras ou agregados na superfície, onde todos esses elementos contribui para a diminuição da resistência dos compósitos. Na fratura da Figura 4.34 (c) mostra a presença de poucas fibras rompidas, fibras dispostas (setas brancas) transversalmente ao carregamento, crateras ou agregados na superfície (flechas brancas), vazios e imperfeições, o que demonstram que as irradiações de trincas se propagaram em várias direções sem

dificuldades, o que é característicos de uma baixa adesão entre a interface fibras/matriz, diminuindo a resistência dos compósitos.

- **Matriz Polimérica e Cinza**

A caracterização mecânica em relação a resistência a tração da matriz polimérica pura e compósitos com lama vermelha estão mostrados na Tabela 4.17.

Tabela 4.17 – Resultados da caracterização mecânica (tração) da matriz polimérica pura e compósitos com cinza.

Fração Mássica Cinza	Resistência a Tração Média (MPa)	Deformação Ruptura (mm)	Módulo Elasticidade (GPa)	PA (%)
0%	32,00 $\pm$ 2,10	3,20 $\pm$ 0,58	0,969 $\pm$ 0,014	0,62
10%	21,27 $\pm$ 1,58	1,91 $\pm$ 0,57	0,945 $\pm$ 0,029	1,84
20%	22,27 $\pm$ 1,28	1,39 $\pm$ 0,23	0,903 $\pm$ 0,043	1,69
30%	12,14 $\pm$ 1,21	1,06 $\pm$ 0,13	0,819 $\pm$ 0,024	1,30

Os resultados da Tabela 4.17 mostra que a resistência a tração dos compósitos com resíduos de cinzas reduz-se conforme aumenta-se a proporção de resíduo na matriz polimérica, como ocorreu com os compósitos de lama vermelha e caulim já verificado anteriormente, enfatizando-se também os mesmos pontos já citados, como o resíduo atuando como carga de enchimento e não como reforço, sem melhorias de suas propriedades de tração, pode ter ocorrido dificuldades de impregnação e homogeneização entre o sistema matriz/resíduos. Os resultados dos módulos de elasticidades dos compósitos não variaram significativamente em relação a matriz pura.

Vale lembrar também que as partículas de cinzas possuem uma particularidade, tendo uma característica de suas partículas são em formato esféricos, sendo que algumas são maciças e outras são ocas, o que interfere diretamente em compósitos por estes resíduos constituídos, o que influencia a resistência dos compósitos por elas constituídos. O gráfico da Figura 4.35 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos com cinza.

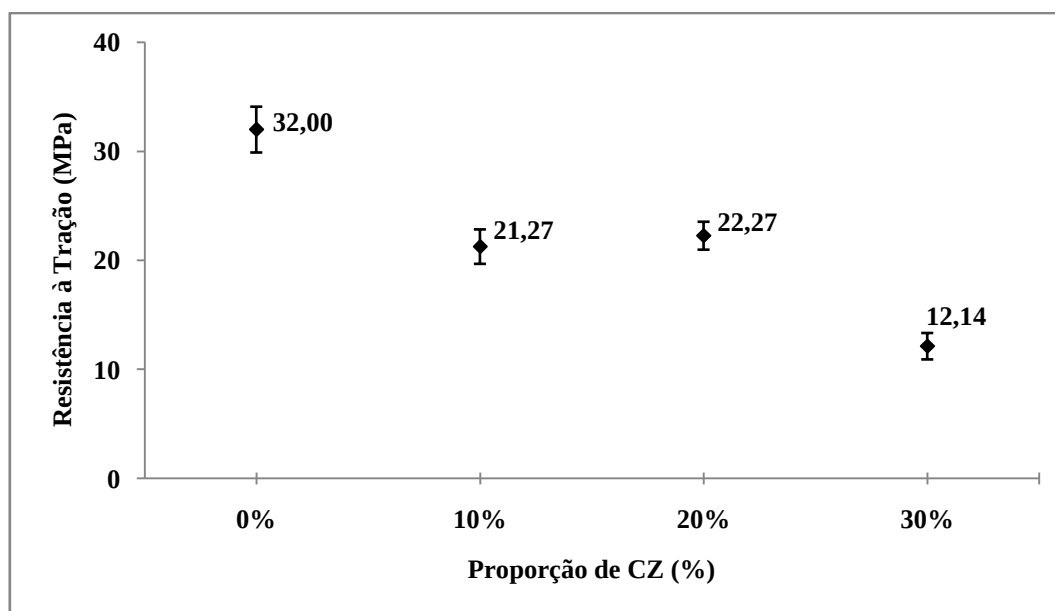


Figura 4.35 – Gráfico LRT versus proporções de cinza.

A Figura 4.36 mostra as fraturas dos compósitos de cinza analisadas por microscopia eletrônica de varredura.

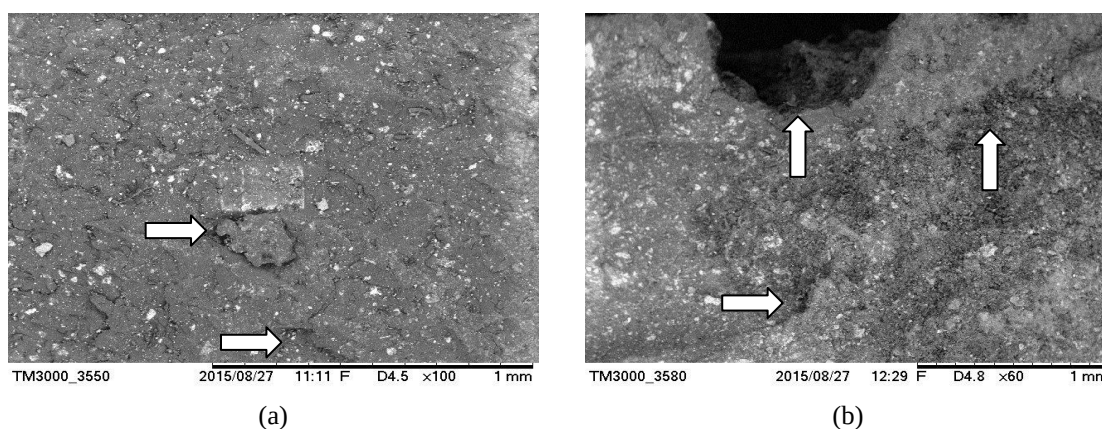


Figura 4.36 – Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % cinza e (b) Compósito 30 % cinza.

Na Figura 4.36 (a) mostra a superfície de fratura do compósito com 10 % de cinza, como ocorreu para os outros tipos de resíduos (LV e CA) quando se inseri resíduos na matriz polimérica pura surgem (setas brancas) as imperfeições, trincas, porosidades e microcavidades, o que diminui a sua resistência. Na Figura 4.36 (b) das fraturas dos compósitos com 30 % de cinza há um aumento acentuado dos elementos citados ou expostos para os compósitos com 10 % de cinza, mostrando (setas brancas) cratera e grande aumento de vazios, porosidades e defeitos, fragilizando o material e denegrindo ainda mais sua resistência.

- **Matriz Polimérica, Cinza com Fibras**

A Tabela 4.18 mostra a caracterização mecânica de resistência a tração da matriz polimérica pura e compósitos de cinza com fibras de sisal, malva e juta.

Tabela 4.18 – Resultados da caracterização mecânica (tração) da matriz polimérica pura e compósitos de cinza com fibras.

Reforço	Fração Mássica (%)	Resistência a Tração Média (MPa)	Deformação Ruptura (mm)	Módulo Elasticidade (GPa)	PA (%)
Matriz	100	32,00 ±2,10	3,20 ±0,58	0,969 ±0,014	0,62
Sisal	5	36,74 ±1,19	4,54 ±1,23	0,952 ±0,026	2,90
Cinza	10				
Sisal	5	28,03 ±1,67	4,0 ±0,38	0,967 ±0,014	2,03
Cinza	20				
Malva	5	32,48 ±1,44	2,81 ±0,69	0,948 ±0,015	2,12
Cinza	10				
Malva	5	24,01 ±1,59	2,54 ±0,29	0,943 ±0,027	1,56
Cinza	20				
Juta	5	34,01 ±1,44	3,70 ±0,18	0,939 ±0,013	2,99
Cinza	10				
Juta	5	23,58 ±1,96	4,47 ±1,12	0,950 ±0,012	1,28
Cinza	20				

Os resultados da Tabela 4.18 demonstram os resultados de resistência a tração da matriz pura e dos compósitos de cinzas com fibras, verifica-se no geral que houve uma similaridade da resistência dos compósitos na proporção de 10 % cinza com fibras (sisal, malva e juta) quando comparados com a resistência da matriz pura. Já nos compósitos com proporção de 20 % cinza com fibras, houve um decréscimo de sua resistência em relação a matriz pura, ficando sua resistência entre 15 % a 30 % menor que a resistência da matriz pura.

Um dos fatores que podem ter afetado essa resistência, além dos que já citados anteriormente, é que os resíduos tanto de lama vermelha, quanto caulim e cinzas; mas principalmente os de cinzas possuem formas esféricas variadas, logo mesmo que os resíduos tenham sido submetido por etapas de cominuição com objetivo de deixar com a mesma granulometria (100 mesh), ainda assim o material resultante são de formatos esféricos e granulometrias bastante diferentes, interferindo diretamente em suas propriedades, o que pode ter resultado nessa diminuição de resistência dos compósitos.

Os resultados dos módulos de elasticidades dos compósitos não variaram significativamente em relação a matriz pura.

O gráfico da Figura 4.37 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos de cinza com fibras de sisal, malva e juta.

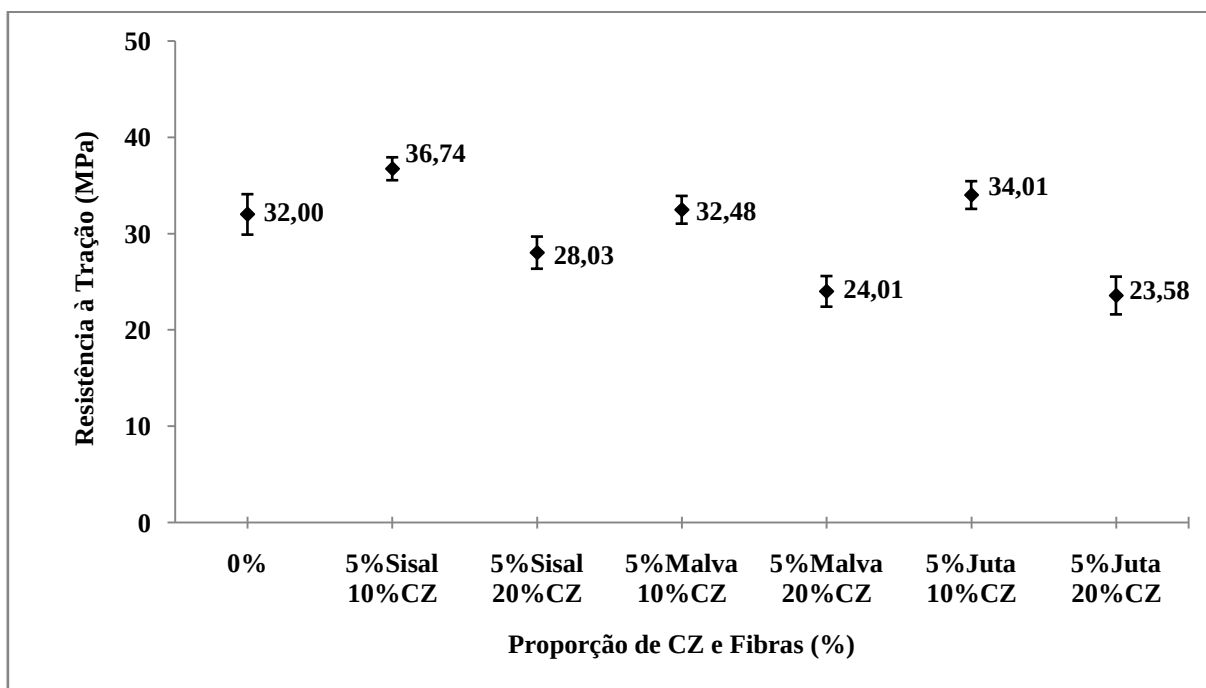


Figura 4.37 – Gráfico LRT versus proporções de cinza com fibras.

A Figura 4.38 mostra as superfícies de fraturas dos compósitos de cinza com fibras registradas pelo MEV.

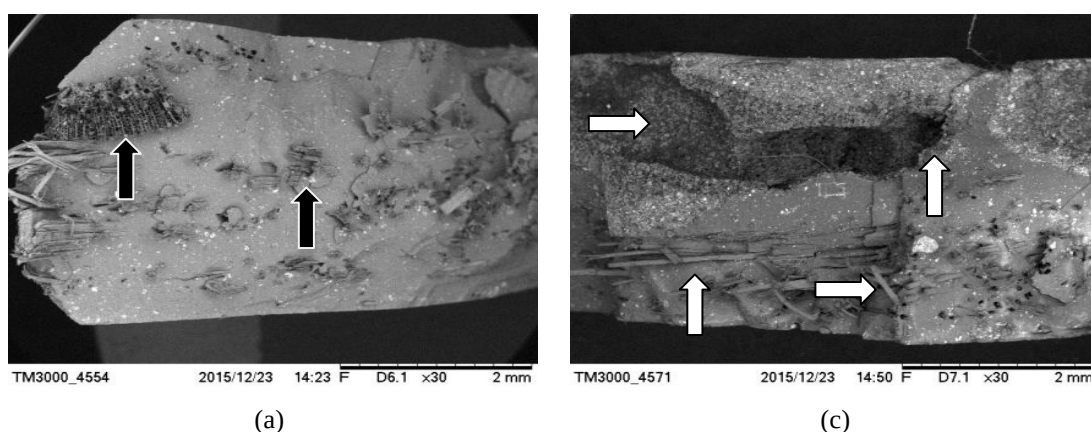


Figura 4.38 – Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % cinza com juta, (b) Compósito 20 % cinza com malva.

Pela análise da Figura 4.38 (a) mostra que os compósitos com 10 % de cinza com fibras de juta, contudo houve similaridade de fraturas dos outros compósitos com 10 % de cinza com fibras de sisal e malva, nota-se pela fratura, a presença de fibras rompidas (setas pretas) junto ao plano de propagação da fratura, havendo uma boa interação, ancoragem ou adesão entre as fibras e matriz, melhorando a resistência à tração. Na fratura da Figura 4.38 (b) exemplificada pelo compósito com 20 % de cinza com fibras de malva, ocorreram similaridades para os outros compósitos com mesma proporção com fibras de sisal e juta, observa-se superfície fraturada irregular com bastante (setas brancas) imperfeições, buracos, crateras, barrancos, fibras dispostas transversalmente ao carregamento, poucas fibras rompidas, aumento de vazios, diminuindo a resistência à tração dos compósitos.

4.4.2.2 Ensaio de Resistência à Flexão

- **Matriz Polimérica e Fibras**

A caracterização mecânica em relação a resistência a flexão da matriz polimérica pura e compósitos com fibras de sisal, malva e juta estão mostrados na Tabela 4.19.

Tabela 4.19 – Resultados da caracterização mecânica (flexão) da matriz polimérica pura e compósitos com fibras.

Fração Mássica Fibras	Resistência a Flexão Média (MPa)	Deformação Ruptura (mm)	Módulo Elasticidade (GPa)	PA (%)
0%	98,54 ±5,45	3,91 ±1,02	0,829 ±3,44	0,62
5% Sisal	163,87 ±5,43	1,86 ±0,22	0,804 ±3,24	1,56
5% Malva	137,39 ±5,58	2,74 ±0,35	0,776 ±3,94	1,37
5% Juta	125,83 ±5,45	2,15 ±0,18	0,706 ±3,13	2,37

Os resultados da Tabela 4.19 mostram que com inserção de fibras dentro da matriz houve um aumento da resistência a flexão dos compósitos quando comparados em relação a matriz polimérica pura, ou seja houve um reforço efetivo das fibras (sisal, malva e juta) dentro da matriz, resultando em um aumento de sua resistência a flexão.

Em geral as fibras lignocelulósicas melhoram a resistência dos compósitos por elas reforçados. Sendo uma das explicações para essa melhora na resistência a flexão dos compósitos, estão relacionadas com interação na interface fibra/matriz e também

com a disposição das fibras dentro da matriz. Sabe-se pelo método manual de confecção dos compósitos por laminação e compressão que as fibras tendem a ter o efeito alinhamento, ou seja, as fibras tendem a ficar no sentido longitudinal dos compósitos, e como o carregamento de flexão aplicada no centro dos corpos de prova é no sentido transversal, logo, a ruptura na matriz polimérica pura, onde não haverá obstáculos no sentido do carregamento da força, tenderá a ser facilitada resultando em uma superfície fraturada plana, com características de fratura frágil. Já nos compósitos reforçados por fibras, as mesmas serão obstáculos para a ruptura do material, pois, o carregamento é aplicado transversalmente ao sentido das fibras, com isso as superfícies fraturadas tenderão a ser não planas, com bastante irregularidades e com características de fratura dúctil.

Os resultados encontrados para a matriz polimérica pura e compósitos reforçados com fibras estão bastante superiores aos encontrados por outros pesquisadores (SILVA, 2003; MOHANTY *et al.*, 2006; MIRANDA, 2007; SANTOS, 2007; LIMA, 2009; BARBOSA, 2011; SILVA, 2014). Observa-se também pelos dados da Tabela 4.19 que o módulo de elasticidade do material em estudo apresenta-se com pouca variação dos compósitos com relação à matriz pura, ainda assim nos compósitos reforçados com fibras de juta observa-se uma diminuição mais acentuada com relação ao módulo de elasticidade da matriz pura. Segundo SATYANARAYANA *et al.*, (2007) e OLIVEIRA (2013a), as fibras de sisal têm módulo de elasticidade variando entre 3,8 a 62 GPa, as fibras de malva o módulo de elasticidade varia entre 24 a 32 GPa, as fibras de juta apresentam módulos de elasticidades variando entre 12 a 100 GPa, o que podem ter influenciado nos resultados encontrados. O gráfico da Figura 4.39 mostra um comparativo entre os resultados encontrados para matriz polimérica pura e os compósitos com fibras estudados.

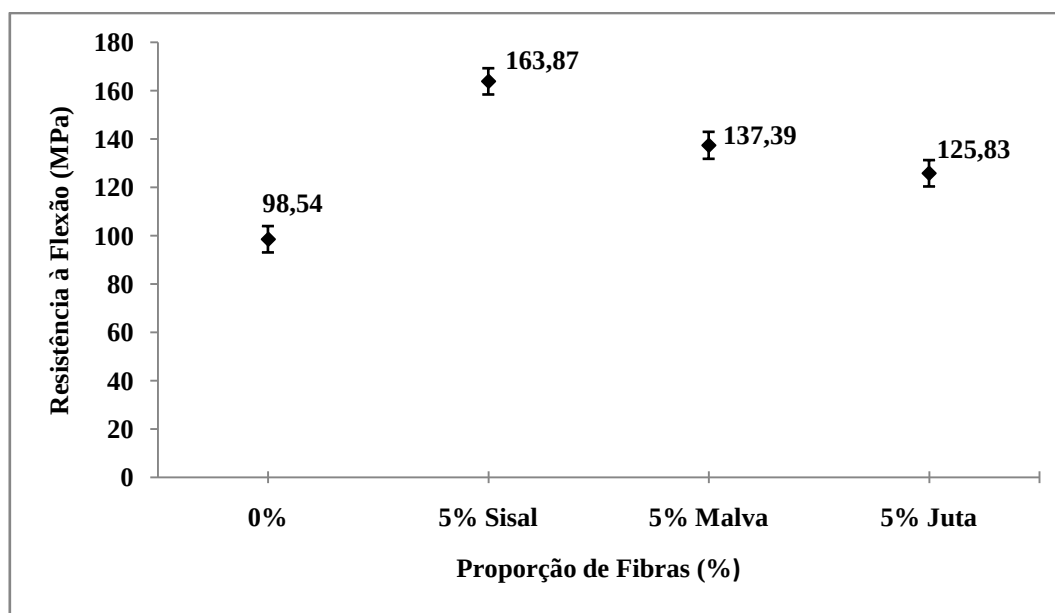


Figura 4.39 – Gráfico RF versus proporções de fibras.

A Figura 4.40 mostra as fraturas dos ensaios de flexão dos compósitos com fibras.

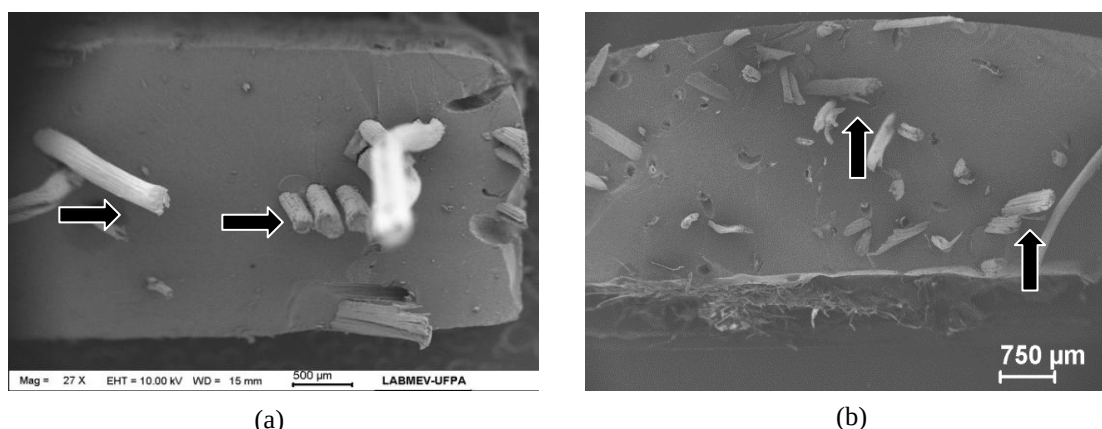


Figura 4.40 – Superfícies fraturadas: (a) Compósito sisal e (b) Compósito juta.

Nas fraturas da Figura 4.40 é revelado que as fibras tanto de sisal como de juta foram rompidas ou "quebradas" (setas pretas) da matriz polimérica, indicando que houve uma boa adesão entre o sistema fibras/matriz, dessa maneira as fibras vegetais melhoraram a adesão na interface fibras/matriz, atuando como reforço efetivo no material. É relevante discutir as implicações desta modalidade de ruptura quando relacionada ao comportamento mecânico dos compósitos com fibras. O início da ruptura acontece dentro da matriz polimérica e se propaga transversalmente ao alinhamento das fibras, isso corresponde a um mecanismo de reforço efetivo, este modo de fratura

permite uma melhora substancial na resistência à flexão do material, como mostrado para todos compósitos com fibras, principalmente para os compósitos com fibras de sisal e malva.

- **Matriz Polimérica e Lama Vermelha**

A caracterização mecânica em relação a resistência a flexão da matriz polimérica pura e compósitos com lama vermelha estão mostrados na Tabela 4.20.

Tabela 4.20 – Resultados da caracterização mecânica (flexão) da matriz polimérica pura e compósitos com lama vermelha.

Fração Mássica Lama Vermelha	Resistência a Flexão Média (MPa)	Deformação Ruptura (mm)	Módulo Elasticidade (GPa)	PA (%)
0%	98,54 $\pm$ 5,45	3,91 $\pm$ 1,02	0,829 $\pm$ 3,44	0,62
10%	94,92 $\pm$ 3,62	2,06 $\pm$ 0,22	0,661 $\pm$ 0,87	2,62
20%	86,17 $\pm$ 3,81	2,28 $\pm$ 0,47	0,782 $\pm$ 2,18	2,98
30%	79,39 $\pm$ 2,21	2,37 $\pm$ 0,63	0,822 $\pm$ 2,37	3,35
40%	64,96 $\pm$ 3,81	2,51 $\pm$ 0,67	0,776 $\pm$ 3,60	4,20
50%	51,61 $\pm$ 4,64	2,40 $\pm$ 0,29	0,722 $\pm$ 3,14	5,45

Os resultados da Tabela 4.20 mostram que tanto a resistência a flexão quanto ao módulo de elasticidade dos compósitos de lama vermelha obtiveram desempenho inferior em relação a matriz pura, conforme aumentou-se a proporção de lama vermelha dentro da matriz a diminuição de sua resistência a flexão foi cada vez mais significativa, ou seja, o resíduo inserido na matriz atuou como carga de enchimento sem melhoras das propriedades de flexão.

Resíduos de maneira geral, irão atuar como carga de enchimento dentro da matriz polimérica, reduzindo algumas de suas propriedades, principalmente mecânicas, porém pode ocorrer o ganho de outras propriedades, como elétricas, térmicas, físicas, químicas, acústicas entre outras. Ainda assim, os resultados encontrados para os compósitos com resíduos de lama vermelha estão superiores ou similares aos encontrados por outros pesquisadores (SILVA, 2003; MOHANTY *et al.*, 2006; MIRANDA, 2007; SANTOS, 2007; LIMA, 2009; BARBOSA, 2011; SILVA, 2014).

O gráfico da Figura 4.41 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos de lama vermelha.

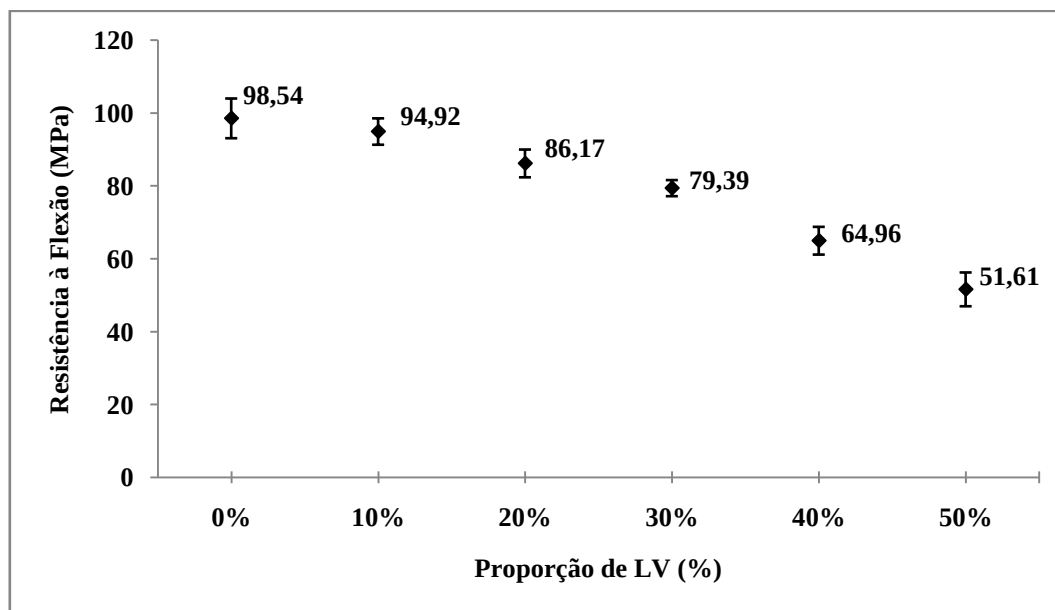


Figura 4.41 – Gráfico RF versus proporções de lama vermelha.

A Figura 4.42 mostra as fraturas dos ensaios de flexão dos compósitos com lama vermelha.

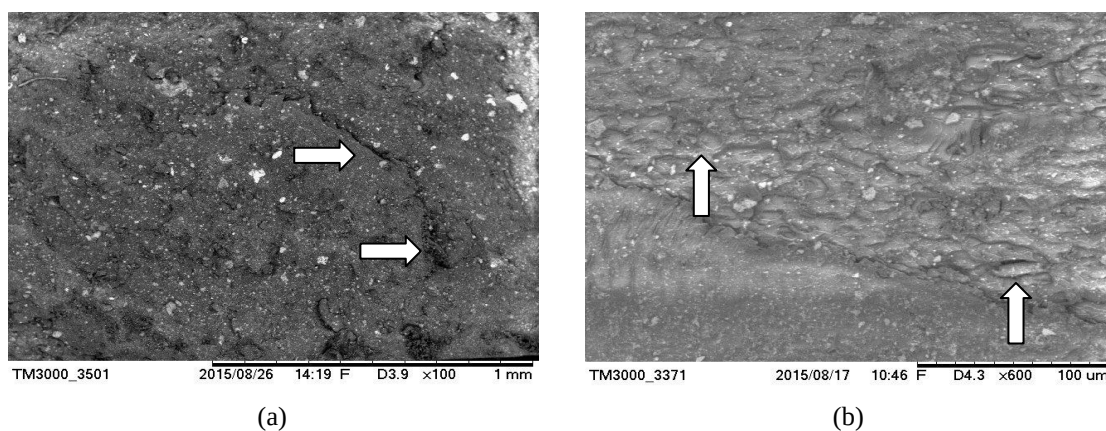


Figura 4.42 – Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % lama vermelha e (b) Compósito 50 % lama vermelha.

As fraturas da Figura 4.42 revelam que tanto os compósitos com 10 %LV como os compósitos com 50 %LV apresentam bastante defeitos (setas brancas) nas superfícies de fraturas, como trincas, porosidades, vazios, microcavidades, "marcas de praias", entrâncias, relevos, todos esses elementos contribuem para diminuição da resistência a flexão dos compósitos. Sabe-se que em compósitos com resíduos, não há barreira ou impedimento na iniciação e irradiação das trincas, sendo a fratura é facilitada.

- **Matriz Polimérica, Lama Vermelha com Fibras**

A Tabela 4.21 mostra a caracterização mecânica de resistência a flexão da matriz polimérica pura e compósitos de lama vermelha com fibras de sisal, malva e juta.

Tabela 4.21 – Resultados da caracterização mecânica (flexão) da matriz polimérica pura e compósitos de lama vermelha com fibras.

Reforço	Fração Mássica (%)	Resistência a Flexão Média (MPa)	Deformação Ruptura (mm)	Módulo Elasticidade (GPa)	PA (%)
Matriz	100	98,54 ±5,45	3,91 ±1,02	0,829 ±3,44	0,62
Sisal	5	104,01 ±5,88	2,11 ±0,25	0,696 ±3,95	2,24
Lama Vermelha	10				
Sisal	5	78,02 ±6,20	2,20 ±0,04	0,843 ±4,44	3,03
Lama Vermelha	20				
Sisal	5	56,86 ±4,84	2,36 ±0,29	0,758 ±4,20	4,73
Lama Vermelha	30				
Malva	5	105,30 ±4,39	2,15 ±0,16	0,659 ±4,25	1,24
Lama Vermelha	10				
Malva	5	96,89 ±3,06	2,45 ±0,06	0,736 ±3,69	1,52
Lama Vermelha	20				
Malva	5	53,58 ±2,56	2,74 ±0,57	0,758 ±3,29	3,71
Lama Vermelha	30				
Juta	5	109,55 ±7,87	2,09 ±0,21	0,723 ±3,11	1,96
Lama Vermelha	10				
Juta	5	76,99 ±5,74	2,31 ±0,21	0,705 ±3,95	2,23
Lama Vermelha	20				
Juta	5	44,83 ±3,88	2,22 ±0,44	0,817 ±3,12	4,48
Lama Vermelha	30				

Os resultados da Tabela 4.21 mostram que a resistência a flexão e o módulo de elasticidade diminuíram com inclusão dos resíduos de LV e fibras vegetais em relação a matriz pura, com exceção dos compósitos de 10 % de LV com fibras que ficaram com resultados de resistência a flexão superiores em relação a matriz pura. Observa-se que a partir da proporção de 10 % de LV com fibras, houve um decréscimo de sua resistência a flexão, com relação ao módulo elástico houve um pequeno decréscimo em relação a matriz pura.

Os resíduos podem serem os principais responsáveis por essa diminuição da resistência, já que na Tabela 4.19 demonstra que as fibras vegetais de sisal, malva e juta melhoram significativamente a resistência a flexão dos compósitos. Os resíduos podem

terem dificultado a interação entre a interface fibras/resíduos/matriz prejudicando a assim a adesão ou ancoragem efetiva desses componentes, prejudicando suas propriedades de flexão. Os resíduos, como já citado, podem atuarem como pontos concentradores de tensões, dificultarem o molhamento, aumentando a probabilidade de vazios e defeitos, e ainda atuarem como uma "capa" protetora das fibras diminuindo sua área de contato e dificultando a molhabilidade com a matriz, desencadeando depreciação da resistência a flexão dos compósitos. Os resultados encontrados para os compósitos com resíduos de lama vermelha e fibras estão superiores ou similares aos encontrados por outros pesquisadores (SILVA, 2003; MOHANTY *et al.*, 2006; MIRANDA, 2007; SANTOS, 2007; LIMA, 2009; BARBOSA, 2011; SILVA, 2014).

O gráfico da Figura 4.43 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos de lama vermelha com fibras.

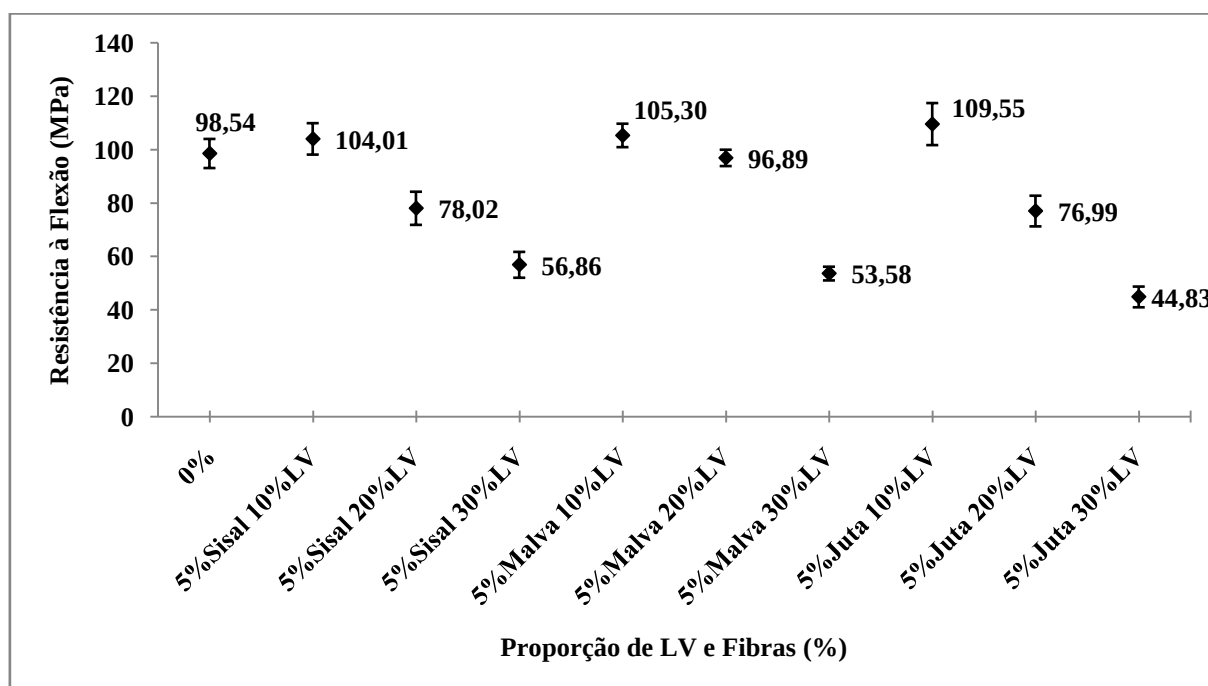


Figura 4.43 – Gráfico RF versus proporções de lama vermelha com fibras.

A Figura 4.44 mostra as superfícies de fraturas dos compósitos de lama vermelha com fibras.

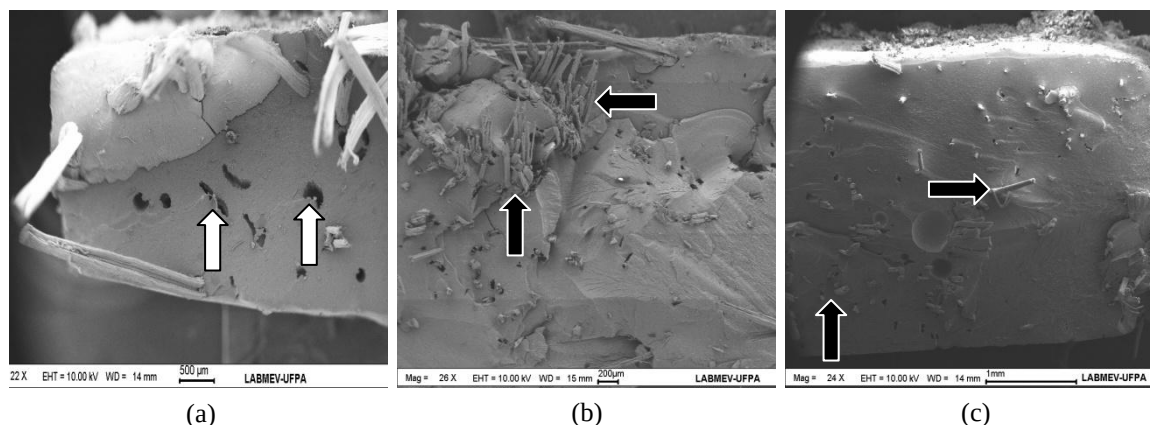


Figura 4.44 – Superfícies fraturadas: (a) Compósito 30 % lama vermelha com juta, (b) Compósito 10 % lama vermelha com malva e (c) Compósito 10 % lama vermelha com juta.

Pelas microestruturas mostradas na Figura 4.44 observa-se que para os compósitos de menores resistência a flexão (30 %LV/juta), Figura 4.44 (a) os mecanismos de falhas predominantes foram o *pull out* ou arracamento de fibras (setas brancas) das matriz sem haver rompimento das mesma, demonstrando baixa adesão entre a interface fibras/matriz, além de apresentarem vazios, trincas e suas irradiações de trincas. Para os compósitos com maiores resistência a flexão (10 %LV/sisal, 10 %LV/malva e 10 %LV/juta), Figura 4.44 (b) e 4.44 (c), os mecanismos de falhas predominantes foram fibras rompidas (setas pretas), mostrando com isso boa ancoragem de adesão fibras/matriz, além de presença de poucos defeitos e imperfeições, melhorando a resistência a flexão dos compósitos.

• Matriz Polimérica e Caulim

A caracterização mecânica em relação a resistência a flexão da matriz polimérica pura e compósitos com caulim estão mostrados na Tabela 4.22.

Tabela 4.22 – Resultados da caracterização mecânica (flexão) da matriz polimérica pura e compósitos com caulim.

Fração Mássica Caulim	Resistência a Flexão Média (MPa)	Deformação Ruptura (mm)	Módulo Elasticidade (GPa)	PA (%)
0%	98,54 ±5,45	3,91 ±1,02	0,829 ±3,44	0,62
10%	75,09 ±4,75	4,16 ±0,55	0,857 ±3,57	0,80
20%	67,81 ±4,28	4,26 ±0,41	0,860 ±1,77	0,88
30%	53,04 ±4,45	4,64 ±0,42	0,865 ±2,12	1,39
40%	48,31 ±4,18	2,35 ±0,22	0,882 ±3,65	1,67

A Tabela 4.22 mostra uma diminuição significativa da resistência a flexão dos compósitos de caulim em relação a matriz pura; em relação ao módulo de elasticidade houve um aumento dos módulos dos compósitos em relação ao módulo da matriz pura. Todos os elementos citados para os compósitos com resíduos de lama vermelha podem ser enfatizados também para os compósitos de caulim, dificuldades de impregnação, processo de confecção serem basicamente manual, podendo gerar bolhas e vazios, prejudicando dessa maneira as propriedades de flexão dos compósitos.

Ainda assim os resultados encontrados para os compósitos com resíduos de caulim estão superiores ou similares aos encontrados por outros pesquisadores (SILVA, 2003; MOHANTY *et al.*, 2006; MIRANDA, 2007; SANTOS, 2007; LIMA, 2009; BARBOSA, 2011; SILVA, 2014). O gráfico da Figura 4.45 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos de caulim.

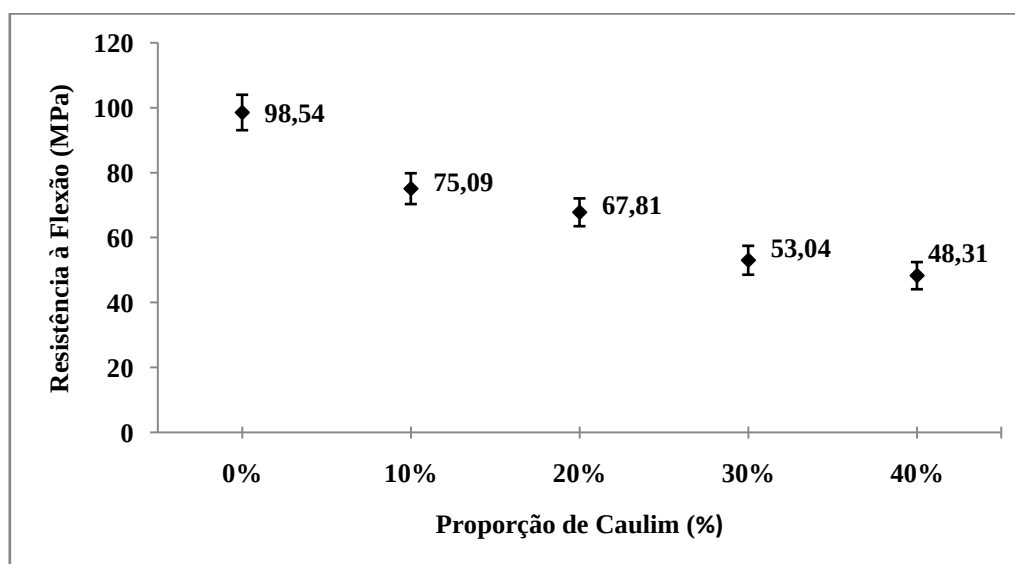


Figura 4.45 – Gráfico RF versus proporções de caulim.

A Figura 4.46 mostra as fraturas dos ensaios de flexão dos compósitos com caulim.

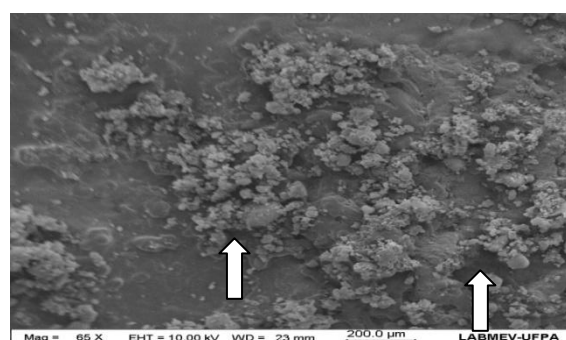


Figura 4.46 – Fratura do compósito de caulim.

A microestrutura da Figura 4.46 como mostrados para os demais tipos de resíduos (LV e CZ) os resíduos de caulim quando inseridos na matriz poliméricas geram defeitos, porosidades, vazios e outros fatores (setas brancas) que prejudicam sua resistência a flexão. Não houve boa adesão entre os resíduos e a matriz polimérica, onde os resíduos desempenharam a função de somente de carga de enchimento e não de reforço efetivo.

- **Matriz Polimérica, Caulim com Fibras**

A Tabela 4.23 mostra a caracterização mecânica de resistência a flexão da matriz polimérica pura e compósitos de caulim com fibras de sisal, malva e juta.

Tabela 4.23 – Resultados da caracterização flexão (flexão) da matriz polimérica pura e compósitos de caulim com fibras.

Reforço	Fração Mássica (%)	Resistência a Flexão Média (MPa)	Deformação Ruptura (mm)	Módulo Elasticidade (GPa)	PA (%)
Matriz	100	98,54 ±5,45	3,91 ±1,02	0,829 ±3,44	0,62
Sisal	5	106,70 ±5,42	2,49 ±0,23	0,731 ±2,05	1,91
Caulim	10				
Sisal	5	76,11 ±5,60	2,01 ±0,22	0,647 ±3,66	1,93
Caulim	20				
Sisal	5	63,64 ±3,73	2,21 ±0,20	0,645 ±3,80	2,01
Caulim	30				
Malva	5	107,42 ±5,60	2,06 ±0,04	0,666 ±3,16	1,63
Caulim	10				
Malva	5	70,52 ±3,46	1,98 ±0,01	0,679 ±2,12	2,26
Caulim	20				
Malva	5	65,61 ±4,51	1,97 ±0,17	0,610 ±3,50	2,71
Caulim	30				
Juta	5	106,95 ±4,02	1,93 ±0,24	0,683 ±3,63	1,56
Caulim	10				
Juta	5	66,49 ±4,79	1,87 ±0,17	0,672 ±2,82	1,81
Caulim	20				
Juta	5	55,77 ±4,51	2,10 ±0,44	0,682 ±3,37	2,67
Caulim	30				

Os resultados da Tabela 4.23 mostram que os compósitos com caulim de 10 % com fibras obtiveram resultados de resistência a flexão superiores com relação a matriz polimérica pura. Para os demais compósitos tanto a resistência quanto ao módulo de

flexão foram bastante inferiores em relação a matriz pura, onde os resíduos de caulim atuaram com carga de enchimento e não como carga de reforço, possibilitando o surgimento de microcavidades, vazios e outros tipos de defeitos que interferem diretamente nas propriedades mecânicas dos compósitos. Os resultados encontrados para os compósitos com resíduos de caulim com fibras estão superiores ou similares aos encontrados por outros pesquisadores (SILVA, 2003; MOHANTY *et al.*, 2006; MIRANDA, 2007; SANTOS, 2007; LIMA, 2009; BARBOSA, 2011; SILVA, 2014). O gráfico da Figura 4.47 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos de caulim com fibras.

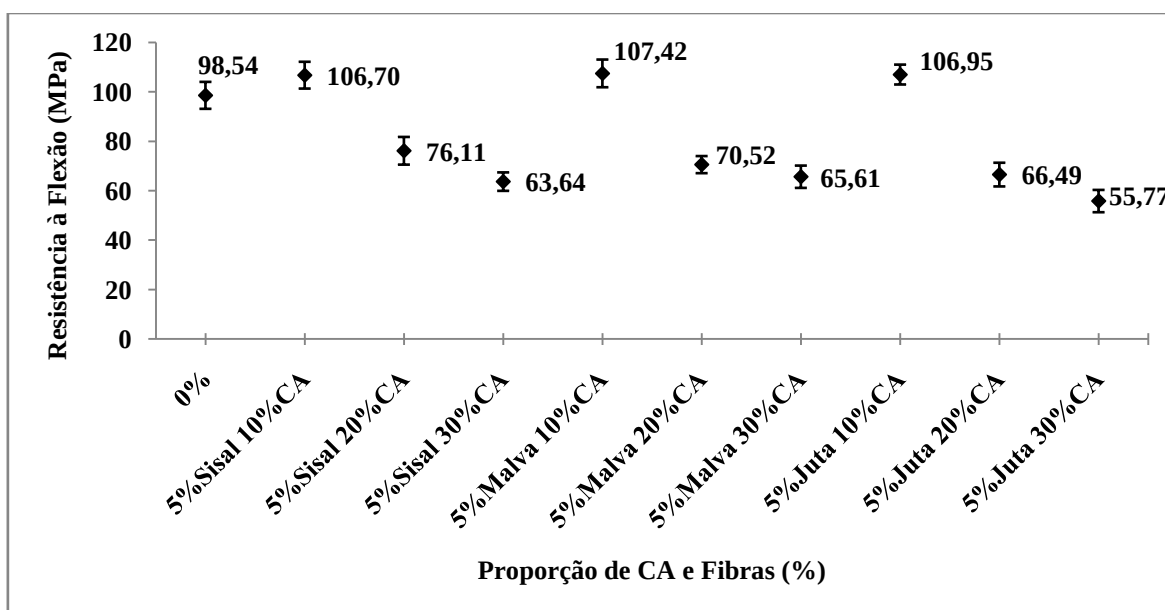


Figura 4.47 – Gráfico RF versus proporções de caulim com fibras.

A Figura 4.48 mostra as fraturas dos ensaios de flexão dos compósitos de caulim com fibras.

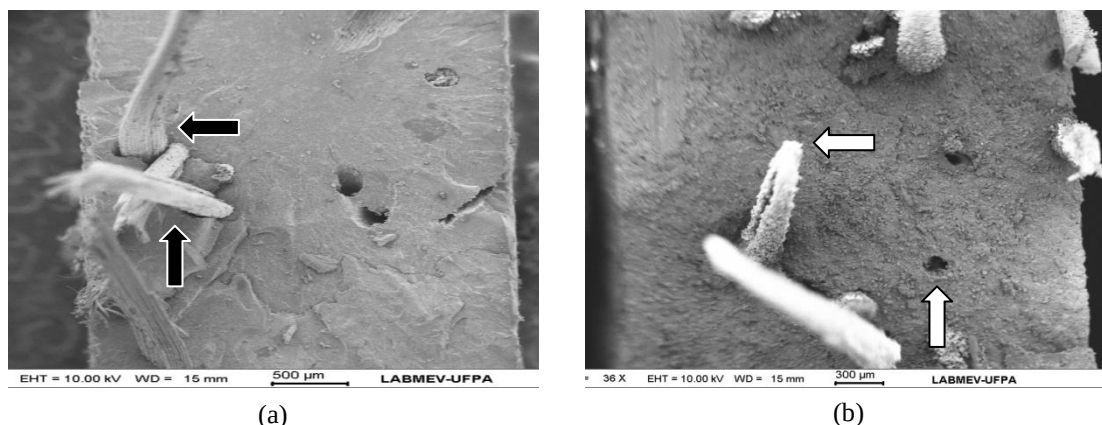


Figura 4.48 – Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % caulim com malva e (b) Compósito 30 % caulim com juta.

Como já comentado anteriormente, pelas análises da Figura 4.48 observa-se que para os compósitos de maiores resistência a flexão (10 %CA/sisal, 10 %CA/malva e 10 %CA/juta), representados pela Figura 4.48 (a), onde as falhas presentes foram fibras rompidas (setas pretas), ocorrendo boa adesão na interface fibras/matriz, ainda tem-se poucos defeitos e imperfeições, resultando na melhoria da resistência a flexão dos compósitos. Para os compósitos de menores resistência a flexão (30 %CA/sisal, 30 %CA/malva e 30 %CA/juta), representados pela Figura 4.48 (b), onde nota-se as falhas presentes foram o *pull out* ou arracamento de fibras (setas brancas) das matriz, fratura irregular, além do que observa-se que ocorreu o fenômeno da formação da "capa ou película" do resíduos envolvendo ou revestindo as fibras e com isso dificultando a ancoragem entre fibras e matriz, diminuindo a resistência a flexão.

- **Matriz Polimérica e Cinza**

A caracterização mecânica em relação a resistência a flexão da matriz polimérica pura e compósitos com cinza estão mostrados na Tabela 4.24.

Tabela 4.24 – Resultados da caracterização mecânica (flexão) da matriz polimérica pura e compósitos com cinza.

Fração Mássica Cinza	Resistência a Flexão Média (MPa)	Deformação Ruptura (mm)	Módulo Elasticidade (GPa)	PA (%)
0%	98,54 ±5,45	3,91 ±1,02	0,829 ±3,44	0,62
10%	96,23 ±3,28	2,59 ±0,33	0,661 ±3,08	1,84
20%	92,30 ±3,10	1,88 ±0,22	0,741 ±3,19	1,69
30%	63,32 ±3,67	2,02 ±0,51	0,540 ±3,39	1,30

Os resultados da Tabela 4.24 apresentam os resultados de resistência a flexão e módulo de elasticidade da matriz polimérica pura e dos compósitos com cinzas. Pelos resultados observa-se novamente como verificado para os resíduos anteriores (LV e CA) um decréscimo da resistência e do módulo de flexão com aumento da proporção de cinza dentro da matriz polimérica, caracterizando-se assim o resíduo como carga de enchimento, não melhorando as propriedades mecânicas dos compósitos.

Os resíduos de cinzas tem algumas peculiaridades, como por exemplo esses resíduos altamente suspensos ou voláteis, possuem granulometrias extremamente variadas, mesmo sendo submetidos por processos de cominuições, e possuem esferas de

formatos bastantes variados, lembrando também das esferas ocas e maciças presentes na constituição das cinzas, todos esses fatores tende a prejudicar as propriedades dos compósitos. Porém, mesmo com todos esses entraves citados, os resultados encontrados para os compósitos com cinza estão de acordo ou superiores a literatura (SILVA, 2003; MOHANTY *et al.*, 2006; MIRANDA, 2007; SANTOS, 2007; LIMA, 2009; BARBOSA, 2011; SILVA, 2014).

O gráfico da Figura 4.49 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos de cinza.

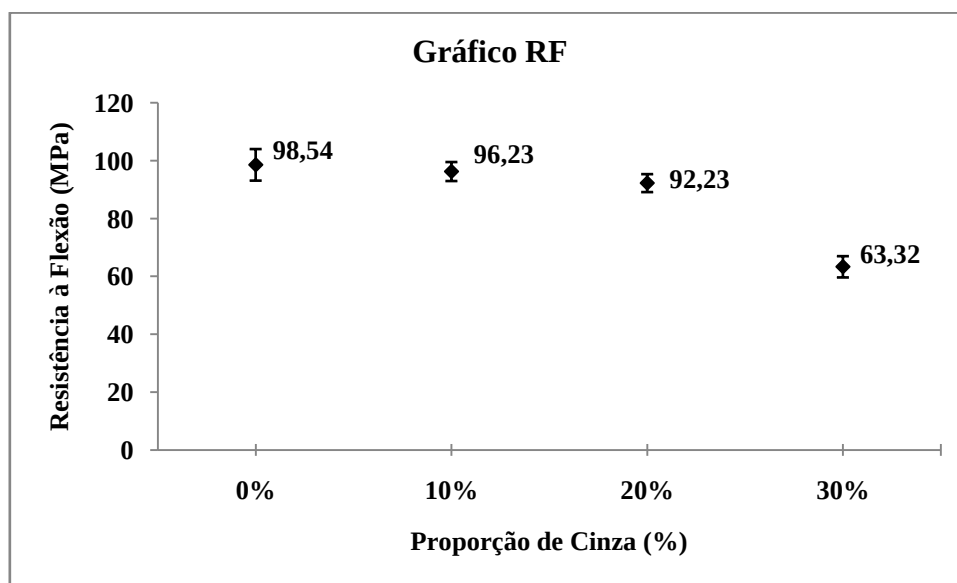


Figura 4.49 – Gráfico RF versus proporções de cinza.

A Figura 4.50 mostra as fraturas dos ensaios de flexão dos compósitos com cinza.

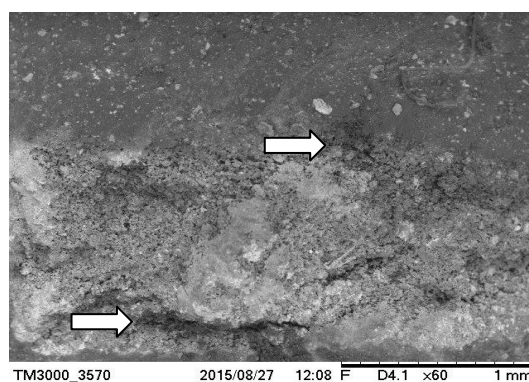


Figura 4.50 – Fratura do compósito de cinza.

A fratura da Figura 4.50 mostra os compósitos de cinzas e novamente mostrando (setas brancas) que o resíduo desencadeou defeitos, porosidades, vazios e imperfeições, microcavidades como já demonstrados para os outros resíduos (LV e CA), porém para o resíduos de cinza esses elementos foram de maneira bastante acentuadas, prejudicando a resistência flexão dos compósitos.

- **Matriz Polimérica, Cinza e Fibras**

A Tabela 4.25 mostra a caracterização mecânica de resistência a flexão da matriz polimérica pura e compósitos de cinza com fibras de sisal, malva e juta.

Tabela 4.25 – Resultados da caracterização flexão (flexão) da matriz polimérica pura e compósitos de cinza com fibras.

Reforço	Fração Mássica (%)	Resistência a Flexão Média (MPa)	Deformação Ruptura (mm)	Módulo Elasticidade (GPa)	PA (%)
Matriz	100	98,54 ±5,45	3,91 ±1,02	0,829 ±3,44	0,62
Sisal	5	111,54 ±3,36	2,33 ±0,18	0,686 ±3,71	2,90
Cinza	10				
Sisal	5	99,86 ±2,89	2,89 ±0,16	0,774 ±3,80	2,03
Cinza	20				
Malva	5	95,30 ±4,22	1,96 ±0,42	0,627 ±3,70	2,12
Cinza	10				
Malva	5	74,01 ±3,94	1,92 ±0,24	0,676 ±1,91	1,56
Cinza	20				
Juta	5	94,81 ±4,43	1,95 ±0,08	0,644 ±3,51	2,99
Cinza	10				
Juta	5	73,92 ±3,32	2,11 ±0,50	0,762 ±2,98	1,28
Cinza	20				

A Tabela 4.25 mostra os resultados de resistência a flexão e módulo de elasticidade da matriz pura e dos compósitos de cinza com fibras. Os resultados mostram que os compósitos de 10 % cinza com fibras de sisal se mostraram com desempenho superior em relação sua resistência ao desempenho da matriz pura, sendo que os demais compósitos houve uma diminuição de suas resistência e seus módulos de elasticidades. Os fenômenos que podem terem ocorridos com relação a diminuição dessas propriedades já foram expostos quando comentados dos outros resíduos com fibras. Porém, para os resíduos de cinzas deve-se salientar que foi extremamente difícil

sua impregnação e homogeneização junto a matriz para produção dos compósitos, havendo dessa maneira grande possibilidades de aumento de defeitos e outros fatores que prejudicariam suas propriedades, principalmente as mecânicas. Os resíduos industriais tem características hidrofílicas e juntamente com as fibras de origem vegetal que também possuem essa características de absorção de umidade bastante elevada, mesmo submetidas a processos de secagem, porém foram curados a temperatura ambiente, logo nossa região por possuir características de alto grau de umidade, podem contribuir para esses resultados.

Contudo, os resultados encontrados para todos os materiais ensaiados por flexão estão dentro do patamar encontrados por outros autores (SILVA, 2003; MOHANTY *et al.*, 2006; MIRANDA, 2007; SANTOS, 2007; LIMA, 2009; BARBOSA, 2011; SILVA, 2014). O gráfico da Figura 4.51 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos de cinza com fibras.

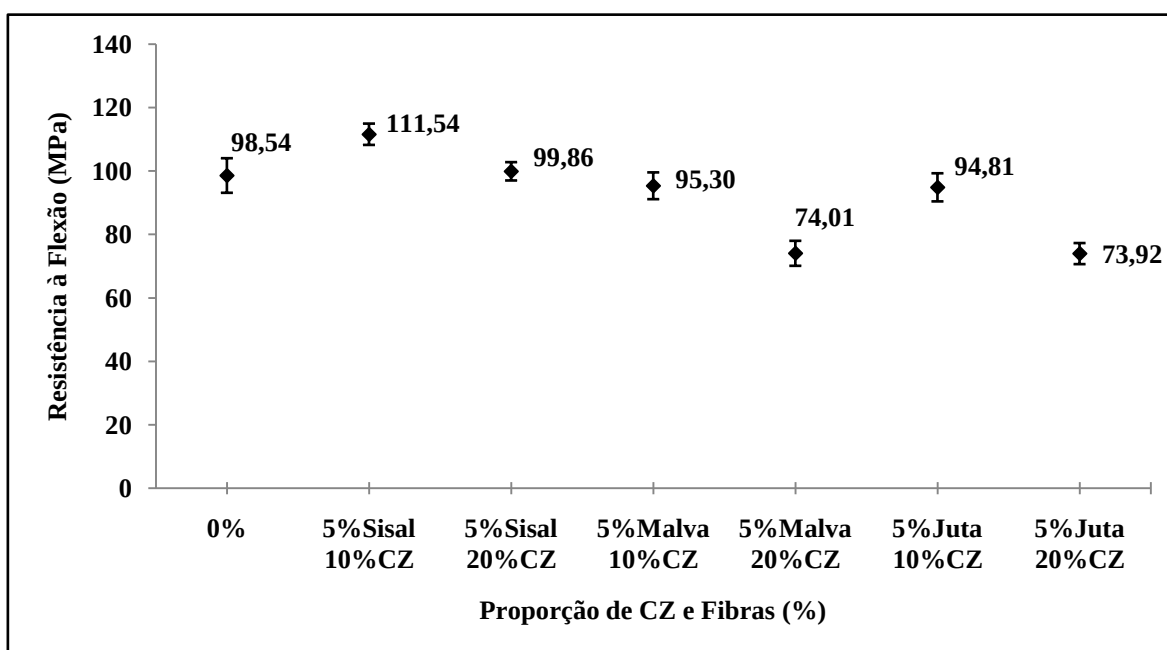


Figura 4.51 – Gráfico RF versus proporções de cinza com fibras.

A Figura 4.52 mostra as fraturas dos ensaios de flexão dos compósitos de cinza com fibras.

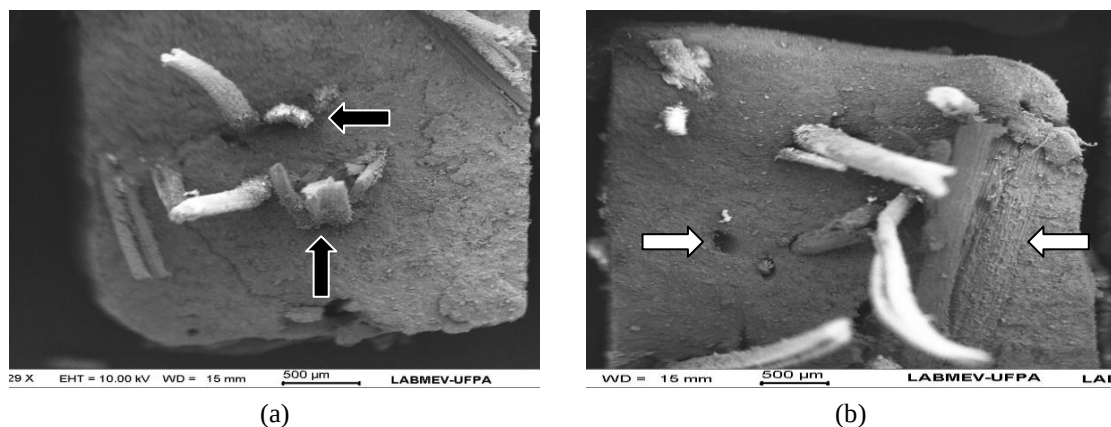


Figura 4.52 – Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 % cinza com sisal e (b) Compósito 20 % cinza com juta.

A Figura 4.52 relewa que para os compósitos com maiores resistência a flexão (10 %CZ/sisal), Figura 4.52 (a) os fenômenos presentes na superfície de fratura foram fibras rompidas (setas pretas), evidenciando boa interação com a matriz, resultando no aumento da resistência. Nos compósitos com menores resistência flexão (20 %CZ/juta), Figura 4.52 (b) os fenômenos presentes (setas brancas) foram descolamento de fibras da matriz, fibras dispostas transversalmente e desorganizadas dentro da matriz, vazios, *pull out*, com aumento da proporção de resíduos há uma dificuldade de ancoragem entre as fibras e a matriz, ocorreu a formação de "película" dos resíduos na superfície das fibras, quebrando suas ligações e diminuindo a área de contato com a matriz, prejudicando a resistência dos compósitos.

4.4.2.3 Ensaio de Tenacidade ao Impacto Charpy

- **Matriz Polimérica e Fibras**

A caracterização mecânica em relação a resistência ao impacto da matriz polimérica pura e compósitos com fibras de sisal, malva e juta estão mostrados na Tabela 4.26.

Tabela 4.26 – Resultados da caracterização mecânica (impacto) da matriz polimérica pura e compósitos com fibras.

Fração Mássica Fibras	Resistência ao Impacto Média (kJ/m²)	PA (%)
0%	28,54 ±2,21	0,62
5% Sisal	46,00 ±2,62	1,56
5% Malva	36,00 ±1,47	1,37
5% Juta	32,64 ±1,78	2,37

No caso de ensaios de impacto, é difícil prever se um plástico reforçado ou um não reforçado terá comportamento superior, isto ocorre porque o aumento de rigidez com o reforço produzirá maior absorção de energia para uma determinada deformação da amostra quando ocorre flexão (antes da quebra), no entanto, fratura ocorrerá a uma deformação menor que o de uma amostra não reforçada devido ao maior caráter quebradiço (DE e WHITE, 1996).

Dados da Tabela 4.26 mostram a resistência ao impacto da matriz polimérica pura e dos compósitos com fibras vegetais de sisal, malva e juta. Pelos resultados verifica-se um aumento da resistência para todos os compósitos com fibras em relação a matriz pura, mostrando que as fibras aturam como reforço efetivo dentro da matriz polimérica. Para os compósitos com fibras de sisal obteve-se o melhor desempenho entre as séries ensaiadas, isso pode ter ocorrido devido as fibras de sisal possuírem características e propriedades melhores que as fibras de malva e juta, como por exemplo sua resistência a tração é superior as demais, possui superfície de acabamento melhorada ou refinada, elementos constituintes compactos, sem desmembramento das microfibrilas, o que pode ser primordial para a melhoria da resistência ao impacto pela fibras de sisal dentro do compósitos.

Com o aumento da fração volumétrica de fibras, os mecanismos de absorção de energia são favorecidos, resultando em mais área superficial e consequentemente maior energia de fratura.

O desvio padrão das medidas de resistência ao impacto não foi considerado alto para o tipo de ensaio em questão, como discutido por FEJESKOZMA e KARGERKOCIS, (1994). Para cada conjunto de dados, foram realizados entre 8 e 10 medidas e o coeficiente de variação obtido variou entre 4,08 e 7,74 %.

De acordo com Silva (2003) a inclusão de fibras e aumento da fração de fibras dentro da matriz tendem a aumentar a resistência ao impacto, pois, as fibras atuam como barreiras dificultando a propagação da trinca na matriz.

Segundo Yue *et al.*, (1995), a maior resistência ao impacto é demonstrada em função da baixa relação entre uma fibra natural hidrofílica e uma matriz polimérica hidrofóbica que contribui para a transferência ineficaz da carga da matriz a uma fibra mais longa. Isto conduz à superfície relativamente maior da fratura e à energia mais elevada do impacto necessária para a ruptura do compósito.

Alguns autores consideram a alta tenacidade à fratura e resistência ao impacto a principal vantagem de compósitos com fibras naturais. Porém, a resistência mecânica do compósito é muito dependente da resistência interfacial e, como visto, uma alta resistência interfacial pode diminuir a capacidade de absorção de energia do compósito. Em suma, uma maior resistência ao impacto nem sempre está associada com alta resistência mecânica. O balanço entre estas propriedades dependerá da aplicação pretendida.

Os resultados encontrados de resistência ao impacto da matriz pura e dos compósitos de fibras de sisal, malva e juta estão superiores aos encontrados na literatura (MENDES, 1992; SILVA, 2003; MOHANTY *et al.*, 2006; MIRANDA, 2007; SANTOS, 2007; LIMA, 2009; NASCIMENTO, 2009; BARBOSA, 2011; SILVA, 2014). O gráfico da Figura 4.53 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos com fibras.

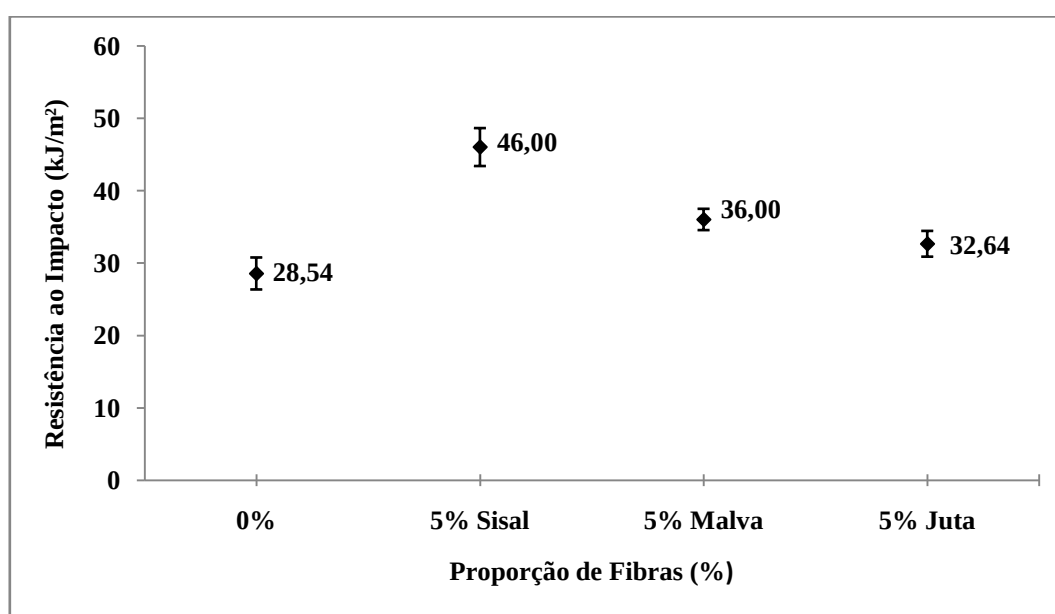


Figura 4.53 – Gráfico RI versus proporções de fibras.

A Figura 4.54 mostra as microestruturas das fraturas geradas pelo ensaio de impacto da matriz pura e dos compósitos com fibras.

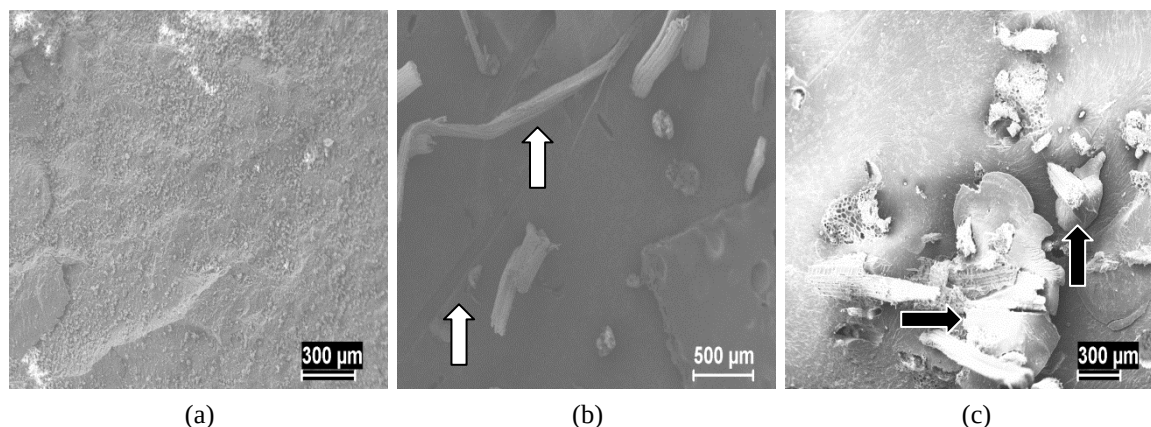


Figura 4.54 – Superfícies fraturadas: (a) Matriz pura, (b) Compósito sisal e (c) Compósito juta.

No teste de impacto, as fibras podem aumentar a resistência ao impacto por dois mecanismos de dissipação de energia:

- (1) As fibras podem ser arrancadas (*pull-out*) da matriz e dissipar energia durante a fricção mecânica. Ao mesmo tempo, o arrancamento das fibras previnem a concentração de tensão nas áreas ao longo da fibra, e
- (2) As fibras dissipam energia durante o processo de descolagem (*dewetting*) tendendo a cessar a propagação da trinca.

As fibras também tendem a reduzir a resistência ao impacto por dois mecanismos:

- (1) As fibras reduzem drasticamente o alongamento até ruptura, assim podem reduzir a área sobre a curva tensão-deformação, e
- (2) A concentração de tensão ocorre nas regiões de finais das fibras, áreas de adesão fraca e regiões onde as fibras se tocam.

Assim, dependendo da natureza do compósito e do tipo do teste de impacto, as fibras podem diminuir ou aumentar a resistência ao impacto (NIELSEN, 1974).

O processo de descolamento da fibra cria novas superfícies no compósito e devido este processo é necessária uma energia. Embora a energia da superfície por unidade de área seja pequena, a área total da nova superfície pode ser maior. O processo de arrancamento ocorre quando não ocorre o processo de descolamento da fibra/matriz e no caso de fibras contínuas, ocorrem também quebras das fibras. O processo de arrancamento de fibras também ocorre em compósitos de fibras contínuas quando existe variação de resistência ao longo do comprimento da fibra (OTA, 2004).

No caso das fraturas da Figura 4.54 (a), observa-se na fratura da matriz pura, onde não há qualquer impedimento para propagação da trinca e consequentemente do rompimento do material sem grandes dificuldades, caracterizado por uma superfície de fratura plana, com pouca absorção de energia de impacto do material. Na Figura 4.54 (b) mostra a fratura do compósito com fibras de sisal que obtiveram melhor desempenho mecânico verifica-se que houve o *pull out* e descolamento das fibras da matriz (setas brancas), elementos esses que elevam a resistência ao impacto dos compósitos. Já para a Figura 4.54 (c) que mostra a fratura dos compósitos de juta que apresentou um desempenho inferior entre os compósitos com fibras, apresenta (setas pretas) uma superfície com agregados de pedaços da matriz que se soltaram durante o ensaio, observa-se também a presença de muitas extremidades de fibras que podem ter gerado concentradores de tensões e possíveis iniciadores de trincas, diminuindo sua resistência ao impacto.

- **Matriz Polimérica e Lama Vermelha**

A caracterização mecânica em relação a resistência ao impacto da matriz polimérica pura e compósitos com lama vermelha estão mostrados na Tabela 4.27.

Tabela 4.27 – Resultados da caracterização mecânica (impacto) da matriz polimérica pura e compósitos com lama vermelha.

Fração Mássica Lama Vermelha	Resistência ao Impacto Média (kJ/m²)	PA (%)
0%	28,54 ±2,21	0,62
10%	19,28 ±1,32	2,62
20%	16,01 ±1,07	2,98
30%	15,02 ±1,12	3,35
40%	14,64 ±1,18	4,20
50%	12,44 ±1,36	5,45

A Tabela 4.27 mostra os resultados de resistência ao impacto da matriz pura e dos compósitos de lama vermelha, notando-se a diminuição significativa da resistência ao impacto dos compósitos. Os ensaios de impacto são característicos por serem ensaios mecânicos dinâmicos com esforços bruscos, logo esse tipo de ensaio é extremamente afetado por vazios e defeitos existentes nos corpos de prova, já que a trinca tende a se propagar nessas imperfeições ou defeitos. A diminuição da resistência ao impacto dos

compósitos constituídos somente por resíduos sejam eles de lama vermelha, caulim e cinza era esperado, pois, pelos resultados encontrados para os outros tipos de ensaio (tração e flexão), sendo que os formatos esférico das partículas desses resíduos podem atuarem como pontos concentradores de tensões, propícios as irradiações e iniciadores de trincas e consequentemente fragilizando o material.

O gráfico da Figura 4.55 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos com lama vermelha.

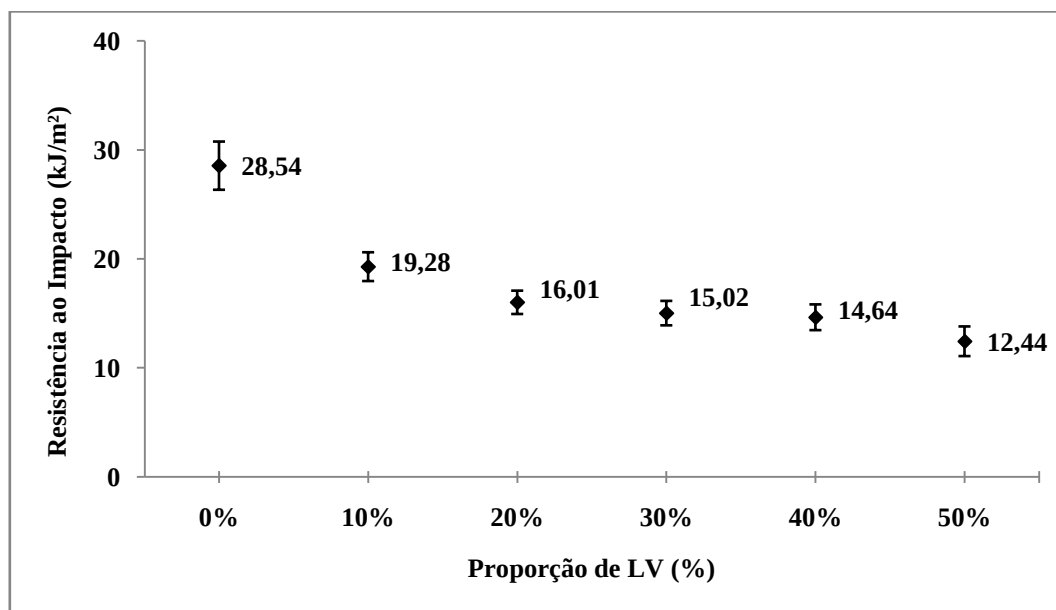


Figura 4.55 – Gráfico RI versus proporções de lama vermelha.

A Figura 4.56 mostra as fraturas dos ensaios de impacto dos compósitos com lama vermelha.

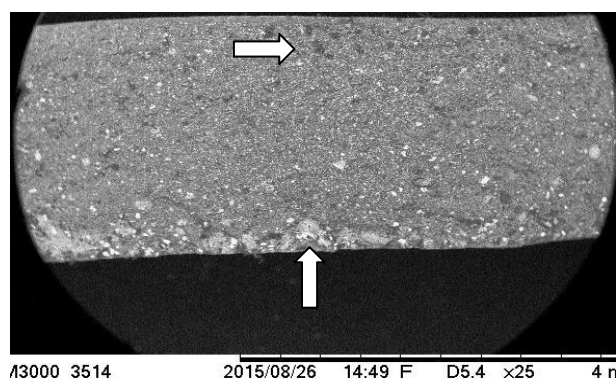


Figura 4.56 – Fratura do compósito de lama vermelha.

Os ensaios de impacto se caracterizam por ensaios dinâmicos com carregamento brusco e velozes. Com isso materiais que possuem vazios, porosidades e imperfeições tendem a ser mais facilmente quebrados pela características desse ensaios, já que com a solicitação nos corpos de prova, a fratura do material tendem a acontecer nos pontos de fragilização, onde ocorrerão trincas e consequentemente a fratura do material. Nos compósitos com resíduos de lama vermelha são característicos por possuírem esses elementos citados (vazios, porosidades e imperfeições) observado pela fratura da Figura 4.56, logo esses materiais tendem a diminuir a resistência ao impacto.

- **Matriz Polimérica, Lama Vermelha e Fibras**

A Tabela 4.28 mostra a caracterização mecânica de resistência ao impacto da matriz polimérica pura e compósitos de lama vermelha com fibras de sisal, malva e juta.

Tabela 4.28 – Resultados da caracterização mecânica (impacto) da matriz polimérica pura e compósitos de lama vermelha com fibras.

Reforço	Fração Mássica (%)	Resistência ao Impacto Média (kJ/m²)	PA (%)
Matriz	100	28,54 ±2,21	0,62
Sisal	5	48,64 ±2,22	2,24
Lama Vermelha	10		
Sisal	5	36,00 ±1,18	3,03
Lama Vermelha	20		
Sisal	5	32,13 ±1,34	4,73
Lama Vermelha	30		
Malva	5	33,28 ±1,69	1,24
Lama Vermelha	10		
Malva	5	26,19 ±1,08	1,52
Lama Vermelha	20		
Malva	5	18,27 ±1,45	3,71
Lama Vermelha	30		
Juta	5	38,22 ±1,76	1,96
Lama Vermelha	10		
Juta	5	22,64 ±1,27	2,23
Lama Vermelha	20		
Juta	5	20,00 ±1,33	4,48
Lama Vermelha	30		

Na Tabela 4.28 a resistência ao impacto da matriz polimérica pura e dos compósitos de lama vermelha com fibras são demonstrados, onde observa-se que os compósitos de lama vermelha em todas as proporções com fibras de sisal se sobressaíram em relação ao seu desempenho mecânico quando comparados com a matriz pura e as demais séries ensaiadas. Os compósitos de 10 % de lama vermelha com fibras de sisal, malva e juta apresentaram resistência ao impacto superior a matriz pura. Para os demais compósitos de lama vermelha (20 % e 30 %) com fibras de malva e juta houve um decréscimo em relação a matriz pura e as outras séries ensaiadas. Nos compósitos de maiores resistência ao impacto. A inserção de resíduos dentro da matriz pode acarretar em um material poroso e frágil, propício a fratura quando submetido a esforço dinâmicos, ainda que a fibras atuem como barreiras a propagação dessas trincas dentro matriz. Pois, segundo Silva (2003), os materiais possuem dois mecanismos básicos de absorção de energia que são a criação de novas superfícies de fratura e a deformação do material. No ensaio de impacto, o primeiro mecanismo a operar é a deformação do material e, sendo a energia incidente suficientemente alta, ocorre iniciação e propagação da trinca, atuando como segundo mecanismo de absorção de energia. No caso dos compósitos, os mecanismos de absorção de energia de maior contribuição para sua tenacidade ocorrem durante a propagação da trinca e são a extração das fibras e o descolamento da interface. Este mecanismo consomem energia pela criação de uma maior área superficial de fratura dentro do compósito e pelo trabalho de fricção na interface (BLEDZKI e GASSAN, 1999; GOWDA *et al.*, 1999; ZEE e HSIEH, 1998). O gráfico da Figura 4.57 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos de lama vermelha com fibras.

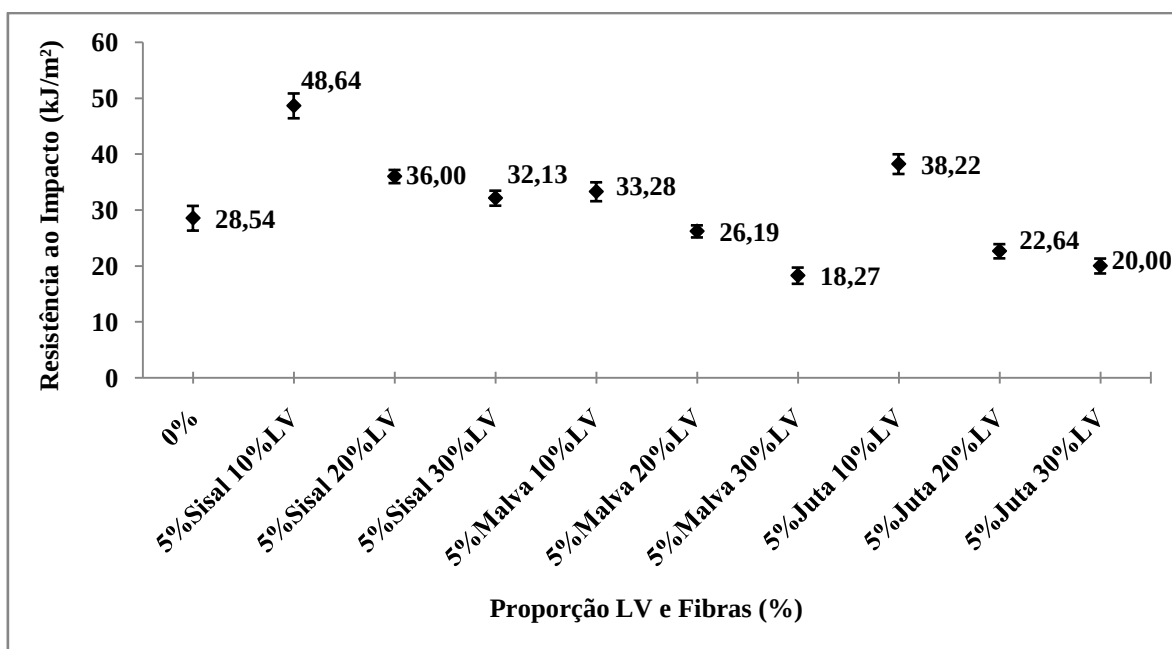


Figura 4.57 – Gráfico RI versus proporções de lama vermelha com fibras.

A Figura 4.58 mostra as fraturas analisadas pelo MEV dos compósitos de lama vermelha com fibras resultantes do ensaio de impacto.

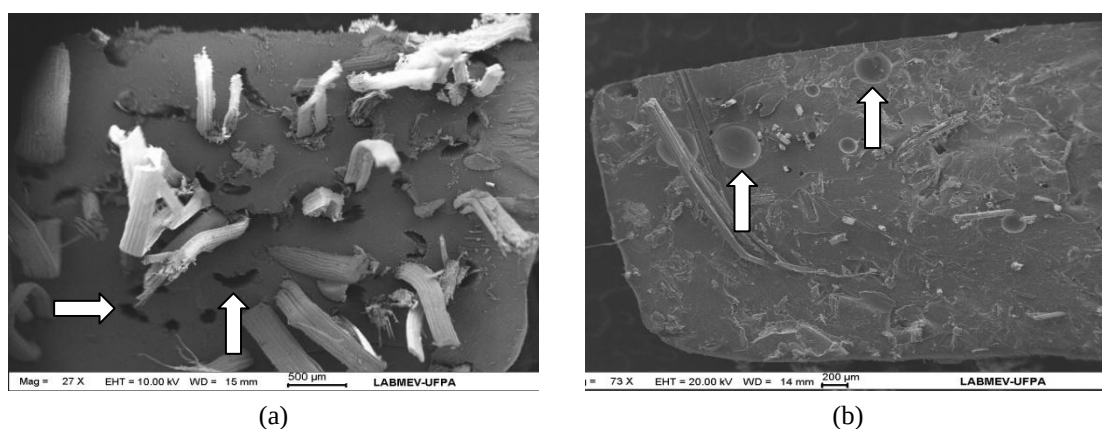


Figura 4.58 – Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 %LV com sisal e (b) Compósito 30 %LV com juta.

A Figura 4.58 (a) releva a fratura dos compósitos com 10 %LV com fibras de sisal, onde houve a predominância de fibras sacadas da matriz, ou seja, o *pull out*, aumentando assim a energia de impacto e consequentemente sua resistência. Na Figura 4.58 (b) mostra a fratura dos compósitos com 30 %LV com fibras de juta, onde verifica-se a presença (setas brancas) de vazios, bolhas, fibras descoladas da matriz, além do que conforme já verificado, quando aumenta-se a proporção de resíduos dentro da matriz compromete-se sua resistência ao impacto, devido a vários elementos já elucidados.

- **Matriz Polimérica e Caulim**

A caracterização mecânica em relação a resistência ao impacto da matriz polimérica pura e compósitos com caulim estão mostrados na Tabela 4.29.

Tabela 4.29 – Resultados da caracterização mecânica (impacto) da matriz polimérica pura e compósitos com caulim.

Fração Mássica Caulim	Resistência ao Impacto Média (kJ/m²)	PA (%)
0%	28,54 ±2,21	0,62
10%	18,22 ±1,05	0,80
20%	16,31 ±1,11	0,88
30%	15,28 ±1,04	1,39
40%	12,00 ±1,02	1,67

Os resultados da Tabela 4.29 mostra a resistência ao impacto da matriz pura e dos compósitos com caulim. Em todas as composições dos compósitos de caulim a resistência ao impacto diminuiu de maneira bastante significativa, enfatizando sempre que os resíduos atuam somente como carga de enchimento e não como reforço efetivo do material. Os resíduos atuam como ponto concentradores de tensão, ocasionando sua fragilização e trinca, ocasionando a fratura. É conhecido que vários fatores contribuem para diminuição dessas resistências, mas principalmente pelos elementos peculiares desses tipos de resíduos que influenciam diretamente em suas propriedades mecânicas. Ainda assim os resultados de 10 % e 20 % de caulim estão similares aos encontrado por (SILVA, 2003; MIRANDA, 2007). O gráfico da Figura 4.59 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos com caulim.

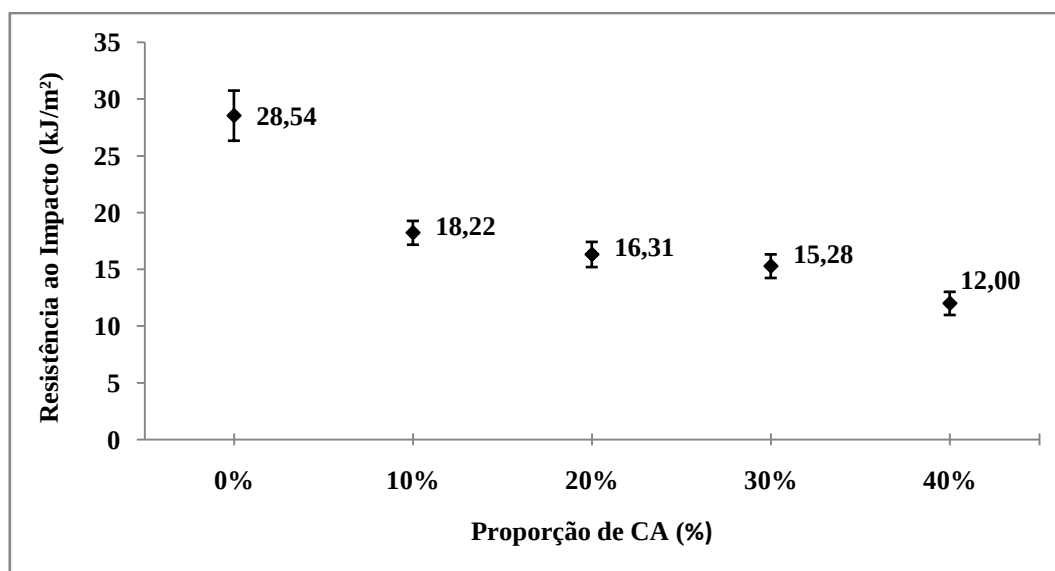


Figura 4.59 – Gráfico RI versus proporções de caulim.

A Figura 4.60 mostra a fratura de impacto dos compósitos de caulim.

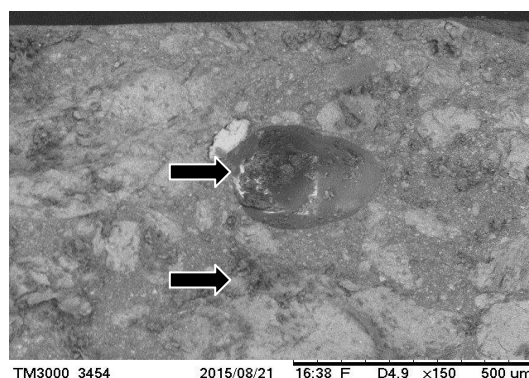


Figura 4.60 – Fratura do compósito de caulim.

A fratura da Figura 4.60 expõe os defeitos (setas pretas) nítidos presentes no material, como crateras, além de vazios, porosidades e outros elementos que ajudam a diminuir a resistência ao impacto dos compósitos. Os resíduos não são dissipadores de energia, o que prejudica a resistência ao impacto desses materiais, submetido a esse tipo de carregamento ou solicitação.

- **Matriz Polimérica, Caulim e Fibras**

A Tabela 4.30 mostra a caracterização mecânica de resistência ao impacto da matriz polimérica pura e compósitos de caulim com fibras de sisal, malva e juta.

Tabela 4.30 – Resultados da caracterização mecânica (impacto) da matriz polimérica pura e compósitos de caulim com fibras.

Reforço	Fração Mássica (%)	Resistência ao Impacto Média (kJ/m²)	PA (%)
Matriz	100	28,54 ±2,21	0,62
Sisal	5	48,80 ±1,22	1,91
Caulim	10		
Sisal	5	38,60 ±1,08	1,93
Caulim	20		
Sisal	5	23,20 ±1,43	2,01
Caulim	30		
Malva	5	23,28 ±1,56	1,63
Caulim	10		
Malva	5	22,64 ±1,34	2,26
Caulim	20		
Malva	5	20,60 ±1,59	2,71
Caulim	30		
Juta	5	24,51 ±1,04	1,56
Caulim	10		
Juta	5	22,58 ±1,76	1,81
Caulim	20		
Juta	5	21,14 ±1,57	2,67
Caulim	30		

Os resultados de resistência ao impacto da matriz pura e dos compósitos de caulim com fibras estão mostrados na Tabela 4.30 que evidencia os compósitos de caulim (10 % e 20 %) com fibras de sisal com os melhores resultados, nesses compósitos, as fibras de sisal atendem aos objetivos que se destinam quando inseridas em compósitos, ou seja, o reforço efetivo para melhorias de suas propriedades. Já as demais composições dos compósitos obtiveram resultados inferiores em relação a matriz pura e outras séries ensaiadas. Ainda assim os resultados estiveram de acordo com (SILVA, 2003; MIRANDA, 2007).

O gráfico da Figura 4.61 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos de caulim com fibras.

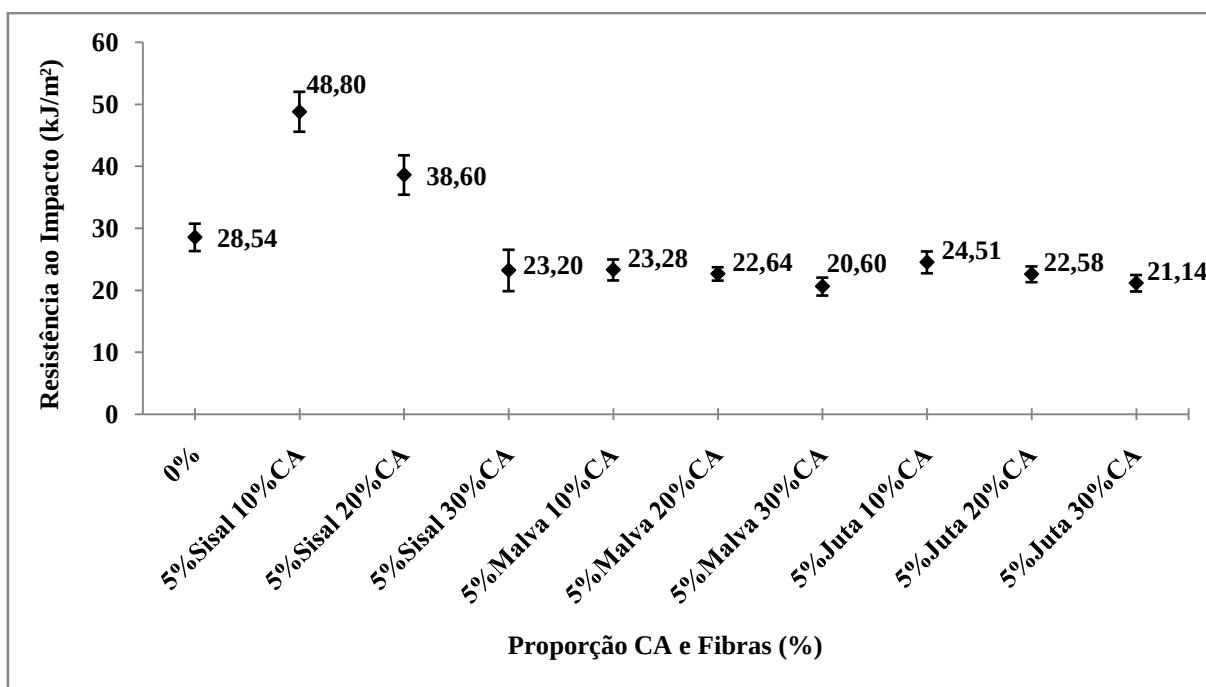


Figura 4.61 – Gráfico RI versus proporções de caulim com fibras.

A Figura 4.62 mostra as fraturas analisadas pelo MEV dos compósitos de caulim com fibras resultantes do ensaio de impacto.

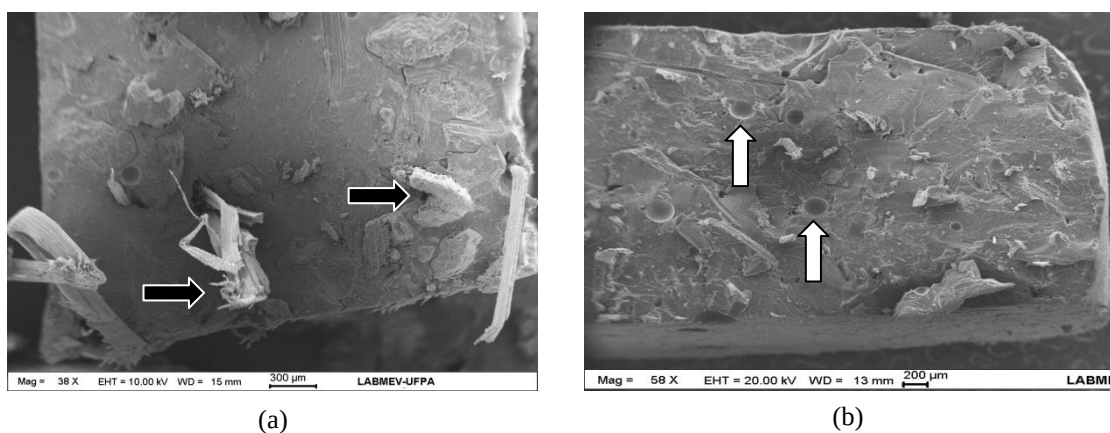


Figura 4.62 – Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 %CA com sisal e (b) Compósito 30 %CA com juta.

Fibras longas possuem uma maior capacidade de absorver e distribuir a energia do impacto que ocorre num curto espaço de tempo. Adicionalmente, usando fibras mais longas para uma mesma proporção, ocorre à diminuição de pontas de fibra, diminuindo portanto os defeitos denominados de vazios, que podem ser gerados nos compósitos pelas pontas das fibras. Entretanto, após um determinado comprimento de fibra, somente uma pequena proporção de fibra será arrancada da matriz quando se compara a comprimentos menor. Consequentemente, menor quantidade de mecanismo de fratura

“pull out” ocorrerá, sendo que como este mecanismo absorve uma grande quantidade de energia, levando a um pequeno decréscimo de resistência ao impacto (JOSEPH *et al.*, 2002). Compósitos reforçados com fibras curtas tendem a ter resistência ao impacto menor, devido a concentração de tensão nas pontas das fibras. Essas regiões são consideradas como áreas de fraca adesão (KURUVILLA *et al.*, 1996).

A inserção de fibras na matriz aumentou também a resistência ao impacto, devido ao mecanismo de dissipação de energia, as fibras foram arrancadas (*pull out*) da matriz e dissiparam energia durante o processo de fricção mecânica, e esse arrancamento das fibras preveniu a concentração de tensão nas áreas ao longo da fibra. A Figura 4.62 (a) mostra a região da fratura após o ensaio, em que foi verificada certa uniformidade de distribuição das fibras pela matriz e fibras fraturadas (setas pretas) ao longo da matriz. Também foram observadas fibras arrancadas (*pull-out*) da matriz devido à dissipação de energia causada pela fricção mecânica, desse modo, foi constatado que as fibras facilitaram a difusão da matriz pelo interior da fibra, aumentando a resistência ao impacto. Embora este tratamento seja menos econômico comparado com os aditivos existentes no mercado, é viável pelo fato de dar um fim ao resíduo industrial. Já a Figura 4.62 (b) mostra (setas brancas) presença de vazios, bolhas, irregularidades e poucas fibras na região de fratura, o que pode ter como efeito a diminuição da resistência dos compósitos.

Um fator que contribui para melhor desempenho dos compósitos com fibras de sisal, é que a maior resistência das fibras de sisal em relação as demais (malva e juta) favorece os mecanismos de absorção de energia, já que estas são fortes o suficiente para descolar e deslizar dentro do compósito.

- **Matriz Polimérica com Cinza**

A caracterização mecânica em relação a resistência ao impacto da matriz polimérica pura e compósitos com cinza estão mostrados na Tabela 4.31.

Tabela 4.31 – Resultados da caracterização mecânica (impacto) da matriz polimérica pura e compósitos com cinza.

Fração Mássica Cinza	Resistência ao Impacto Média (kJ/m²)	PA (%)
0%	28,54 ±2,21	0,62
10%	24,64 ±1,13	1,84
20%	18,00 ±1,04	1,69
30%	17,26 ±1,07	1,30

A Tabela 4.31 mostra a resistência ao impacto da matriz pura e dos compósitos com cinza. Verifica-se a diminuição de sua resistência em todas as proporções de cinza inseridas nos compósitos, causados pelos mesmos elementos citados para os resíduos de lama vermelha e caulim, no entanto, as cinzas a dificuldade de produção dos compósitos foi maior que para todos os outros resíduos trabalhados, o que resultou em corpos de prova irregulares e com possíveis defeitos superficial e internamente. As cinzas ainda tem a probabilidade de conterem em seus componentes elementos diferentes de sua composição original, já que resultantes da queima de materiais da fornalha de caldeira, tendo contato direto com outros elementos que podem contaminar e fazer com que interfira na sua aplicação em materiais compósitos de engenharia. Os compósitos com resíduos de cinza foram um dos mais difíceis de serem trabalhados na execução dos experimentos, além de todas as dificuldades, como molhabilidade, fácil suspensão ou volatilidade, granulometrias de formatos variados, o que dificultam seu manuseio e preparação, prejudicando suas propriedades. Mesmo com todas as dificuldades, os compósitos de cinza apresentaram resultados bons e regulares quando comparados com a literatura.

O gráfico da Figura 4.63 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos de cinza.

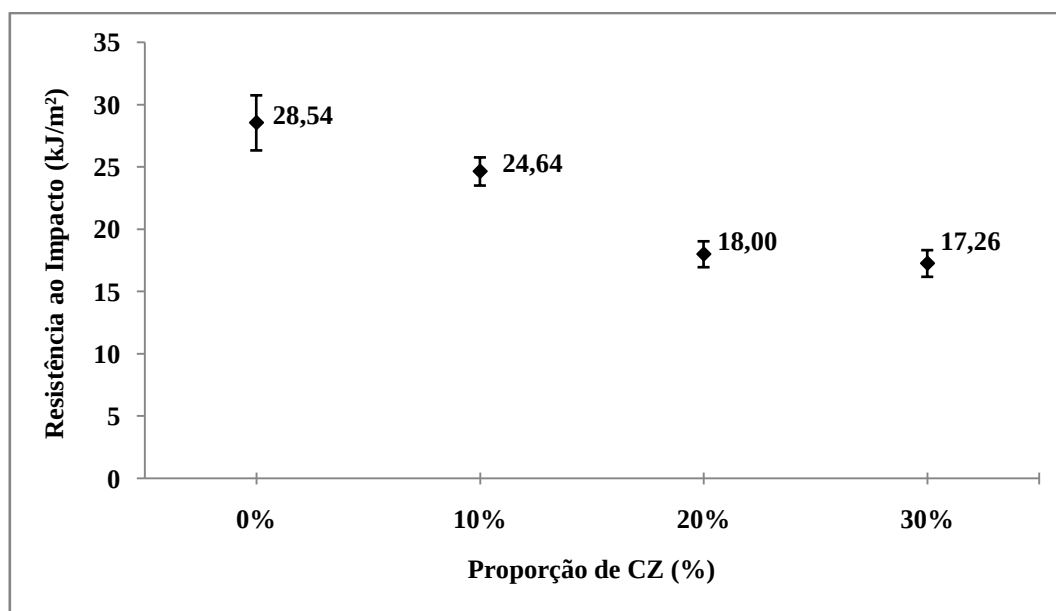


Figura 4.63 – Gráfico RI versus proporções de cinza.

A Figura 4.64 mostra as fraturas dos ensaios de impacto dos compósitos com cinza.

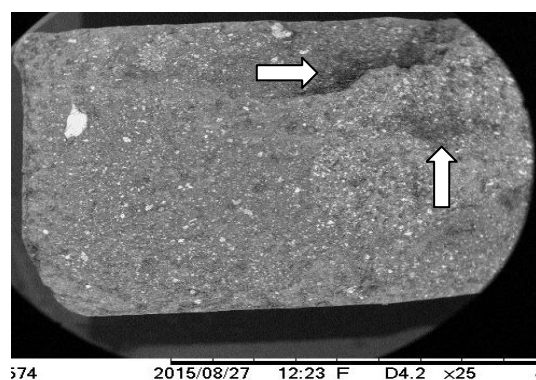


Figura 4.64 – Fratura do compósito de cinza.

A Figura 4.64 mostra a superfície fraturada dos compósitos com cinza, como ocorreu para os compósitos de LV e CA, nos compósitos de cinzas houve a presença de mecanismo de falhas (setas brancas) como vazios, porosidades, imperfeições e crateras, fragilizando o material e depreciando sua resistência ao impacto. Enfatizando que os resíduos não são elementos dissipadores de energia com isso o material com energia não dissipada será conseqüentemente prejudicado em relação a sua resistência ao impacto.

- **Matriz Polimérica, Cinza com Fibras**

A Tabela 4.32 mostra a caracterização mecânica de resistência ao impacto da matriz polimérica pura e compósitos de cinza com fibras de sisal, malva e juta.

Tabela 4.32 – Resultados da caracterização mecânica (impacto) da matriz polimérica pura e compósitos de cinzas com fibras.

Reforço	Fração Mássica (%)	Resistência ao Impacto Média (kJ/m²)	PA (%)
Matriz	100	28,54 ±2,21	0,62
Sisal	5	38,80 ±1,83	2,90
Cinza	10		
Sisal	5	37,20 ±1,24	2,03
Cinza	20		
Malva	5	26,34 ±1,11	2,12
Cinza	10		
Malva	5	18,18 ±1,14	1,56
Cinza	20		
Juta	5	25,60 ±1,45	2,99
Cinza	10		
Juta	5	19,00 ±1,48	1,28
Cinza	20		

A Tabela 4.32 mostra os resultados de resistência ao impacto da matriz pura e dos compósitos de cinzas com fibras. Pelos resultados verifica-se novamente, como ocorreu com os resíduos anteriores com fibras, o melhor desempenho mecânico para os compósitos de cinza (10 % e 20 %) com fibras de sisal em relação a matriz pura e as outras composições analisadas, novamente nesses compósitos, as fibras de sisal melhoraram ou reforçaram a resistência ao impacto. Para todos os resíduos estudados verificou-se que nas proporções até 20 % ainda houve uma melhora de suas propriedades, sendo após isso suas propriedades depreciadas, o que pode ser explicado devido a ancoragem na interface fibra matriz que tem fator primordial para melhoria das propriedades mecânicas dos compósitos, onde os resultados obtidos foram similar ou superiores de outros compósitos com fibras vegetais e resíduos.

O gráfico da Figura 4.65 mostra um comparativo dos resultados encontrados para matriz polimérica pura e compósitos de cinza com fibras.

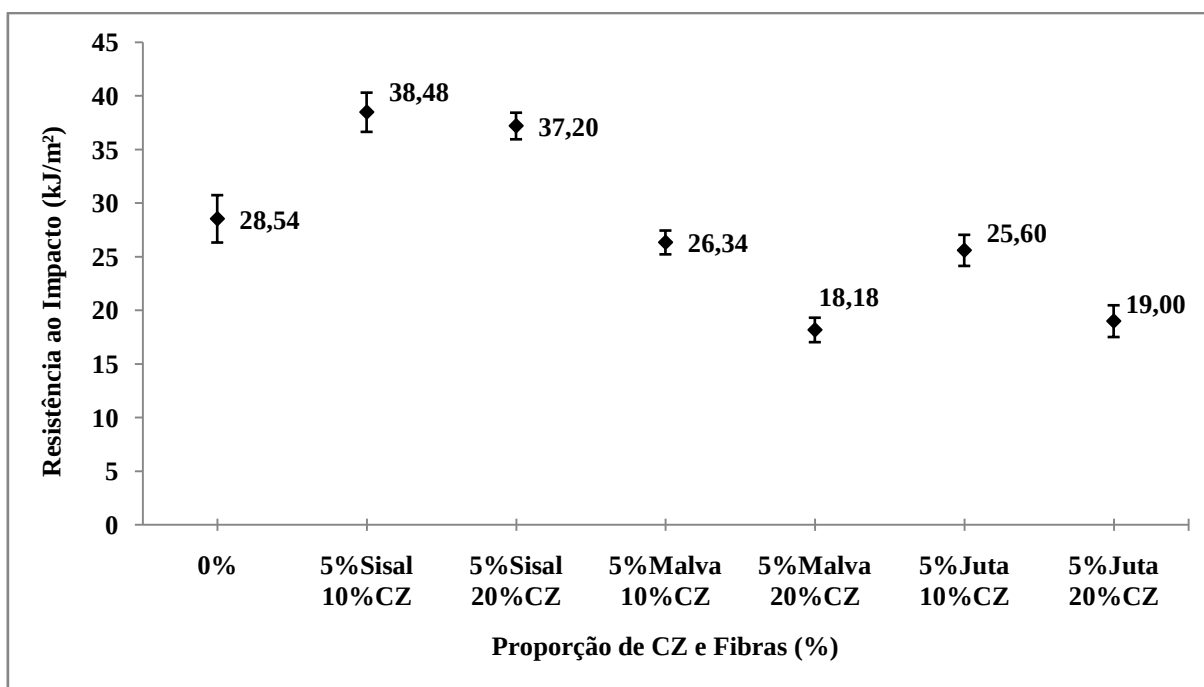


Figura 4.65 – Gráfico RI versus proporções de cinza com fibras.

A Figura 4.66 mostra a microestrutura das fraturas dos compósitos de cinza com fibras capturadas pelo MEV.

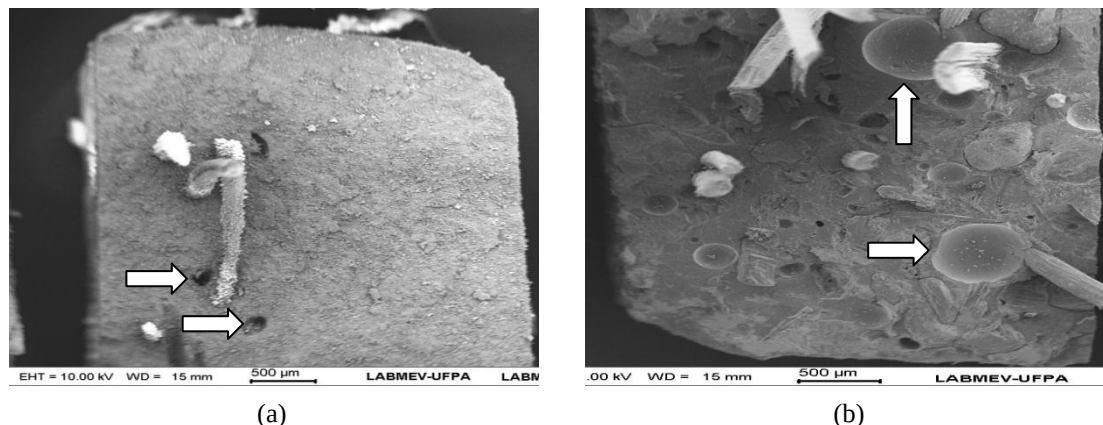


Figura 4.66 – Superfícies fraturadas: (a) Compósito 10 %CZ com sisal e (b) Compósito 20 %CZ com juta.

Pelas imagem da fratura da Figura 4.66 (a) observa-se que para os compósitos com maiores resistência ao impacto, ocorrem o fenômeno do *pull out* (setas brancas) e uma superfície de fratura regular plana e uniforme, verifica-se ainda fibras expostas, tudo isso beneficiaram na dissipação de energia e resultaram no aumento da resistência ao impacto dos compósitos. Na imagem da fratura da Figura 4.66 (b) dos compósitos 20 %CZ com juta, nota-se situação inversa ao que ocorreu com os compósitos 10 %CZ com sisal, apresentando superfície fraturada não uniforme, presença de vazios, bolhas e

imperfeições, (setas brancas) além fibras dispostas de maneira desordenada, contribuindo para uma menor dissipação de energia e resistência ao impacto dos compósitos. Ainda assim pelas imagens das fraturas, ocorreram nas fibras os fenômenos de "capa ou películas" que os resíduos formam na superfície das fibras dificultando sua ancoragem junto a matriz.

4.4.3 Caracterização Térmica

4.4.3.1 Termogravimetria - (TGA)

A estabilidade térmica foram realizadas por perda de massa por TGA realizada com o aumento da temperatura. Foram realizadas análises de TGA para verificação da decomposição nos compósitos com resíduos (lama vermelha, caulim e cinza) para verificação do comportamento da sua composição em função do aumento de temperatura.

- **Matriz Polimérica com Lama Vermelha**

Pelos resultados da Tabela 4.33 observar-se os 3 (três) estágios de degradação do material presentes em todas as composições com lama vermelha. As decomposições observadas foram principalmente no segundo estágio com perda de massa mais acentuada dos compósitos de 10LV e 40LV, sendo esses compósitos com maior perda total de massa que ficou em torno de 90 %. Os compósitos de 30LV, 40LV e 50LV foram os que obtiveram melhores estabilidades térmicas, atingindo 627 °C, 820 °C e 840 °C respectivamente quando comparamos com a matriz polimérica pura (445 °C), sendo que os compósitos de 20LV, 30LV e 40LV obtiveram uma perda de massa total em torno de 80 %, 70 % e 65 % respectivamente. A temperatura de início de degradação dos compósitos ficaram entre 65 °C a 98 °C.

As estrutura cristalina e composição química do resíduo de lama vermelha influem diretamente nessa análise térmica de degradação do material. Neste caso, demonstrando o melhorando da eficiência térmica com inserção de resíduos de lama vermelha como já havia sido reportados nos trabalhos de CUNHA, (2014), onde o mesmo verificou que a estabilidade térmica de compósitos com lama vermelha aumenta na medida que aumenta sua fração volumétrica de lama vermelha. O mesmo autor faz as

análises dos estágios de perda de massa presentes no compósitos como fases, sendo a primeira fase identificada pela perda de água e a segunda e terceira fases pela perda de massa dos compósitos de lama vermelha.

Tabela 4.33 - Resultados de TGA dos compósitos com lama vermelha.

Estágios	T _D (°C)					PM (%)				
	10LV	20LV	30LV	40LV	50LV	10LV	20LV	30LV	40LV	50LV
1°	98-286	80-280	64-210	65-237	75-257	9	8	5	7	8
2°	286-395	280-415	210-420	237-400	257-412	66	51	48	66	58
3°	395-530	415-820	420-840	395-503	412-627	16	14	11	16	14
Resíduo	530-1000	820-1000	840-1000	510-1000	627-1000	9	27	36	11	20

T_D – Temperatura de decomposição em (°C) e PM – Perda de massa em (%).

O gráfico da Figura 4.67 faz um comparativo das perdas de massas verificadas por TGA dos compósitos de lama vermelha em diferentes proporções.

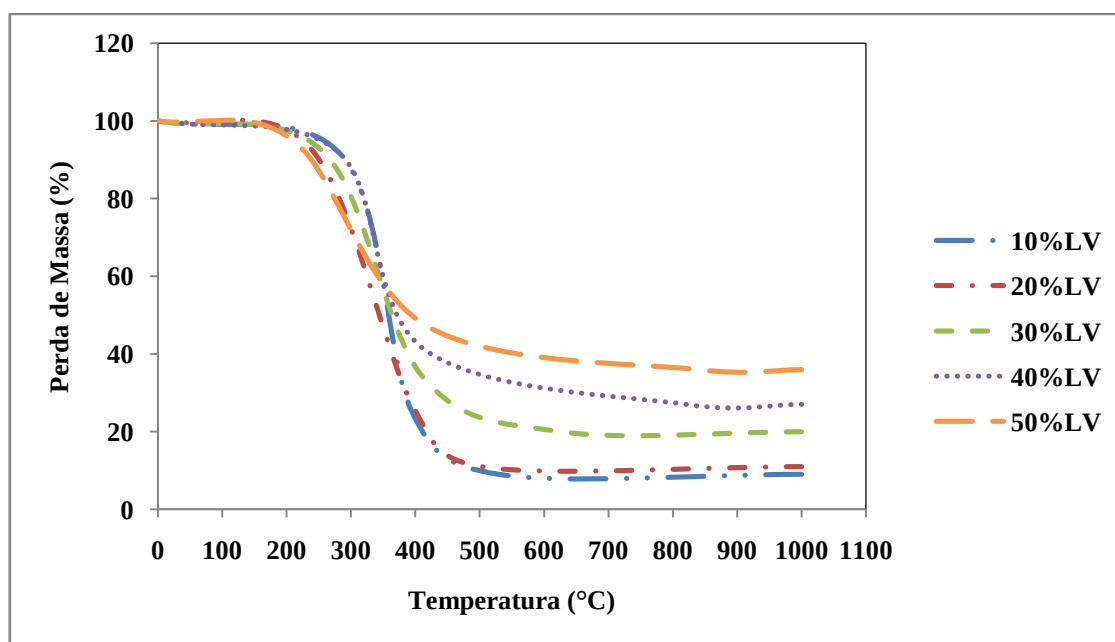


Figura 4.67 – Gráfico TGA dos compósitos com lama vermelha.

- **Matriz Polimérica com Caulim**

A Tabela 4.34 evidencia-se os 3 (três) estágios de degradação do material presentes no compósitos de caulim. A decomposição ou degradação maior de perda de massa foi no segundo estágio para todos os compósitos de caulim analisados. O compósito 10CA foi o de maior perda de massa total em torno de 97 %. Já os demais

compósitos a perda da massa total ficou em torno de 70 %. Assim como os compósitos de lama vermelha, os compósitos de caulim aumentaram a estabilidade térmica do material quando comparados com a matriz pura (445 °C), sendo as proporções 20CA, 30CA, 40CA e 50CA com aumento significativo dessa estabilidade térmica (750 °C, 685 °C, 800 °C e 687 °C respectivamente). O início da degradação para todos os compósitos de caulim foram entre 77 °C a 99 °C. Rodrigues (2013), observou uma perda de massa total no aquecimento a 1000 °C, em torno de 18 %, causada pelo aumento gradual da desidratação.

As perdas de massa encontradas estão de acordo com outros autores (SALES *et al.*, 2014; MORAES, 2007).

Tabela 4.34 - Resultados de TGA em compósitos com caulim.

Estágios	T _D (°C)					PM (%)				
	10CA	20CA	30CA	40CA	50CA	10CA	20CA	30CA	40CA	50CA
1°	77-273	92-288	100-293	99-287	90-288	7	7	7	5	7
2°	273-398	288-427	293-426	287-432	288-435	72	55	57	46	56
3°	398-580	427-750	426-685	432-800	435-687	18	11	13	11	10
Resíduo	580-1000	750-1000	685-1000	800-1000	687-1000	3	27	23	37	27

T_D – Temperatura de decomposição em (°C) e PM – Perda de massa em (%).

O gráfico da Figura 4.68 faz um comparativo das perdas de massas verificadas por TGA dos compósitos de caulim em diferentes proporções.

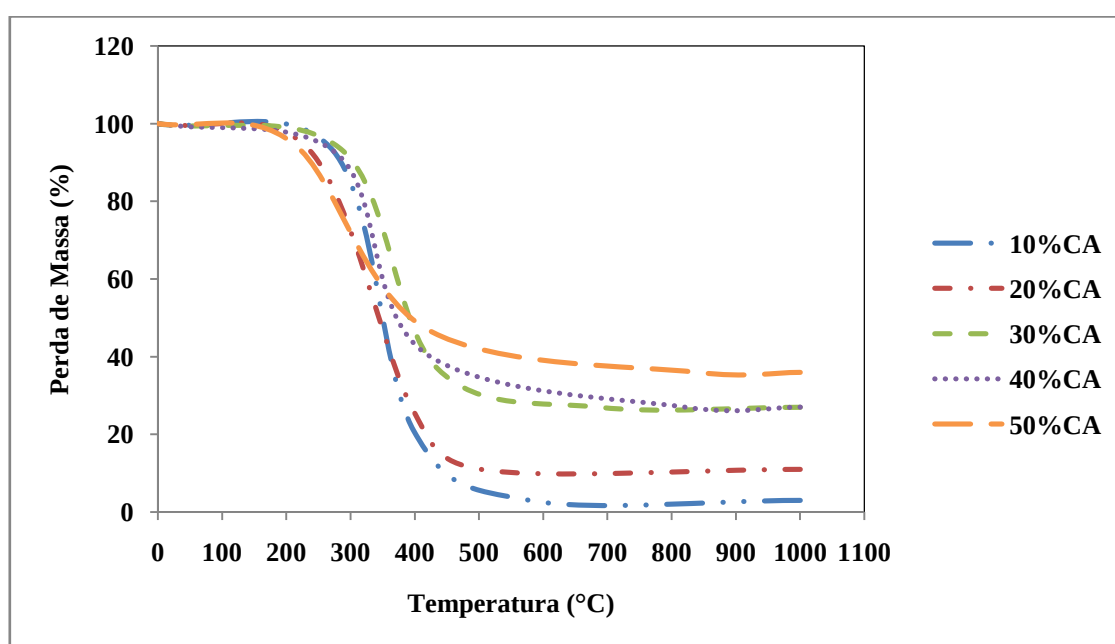


Figura 4.68 – Gráfico TGA dos compósitos com caulim.

- **Matriz Polimérica com Cinza**

A Tabela 4.35 mostra os 3 (três) estágios decomposição presentes na degradação dos compósitos de cinzas. O estágio intermediário (segundo estágio) a perda de massa ficou entre 56 % a 84 %. O compósitos de 10CZ a perda total da massa foi próximo a 100 %, no caso, foi de 98 %. Para os demais compósitos a perda total da massa ficou entre 75 % a 85 %. As temperaturas de início da degradação observadas para todo os compósitos de cinza foram entre 83 °C a 100 °C. Como já esperado, nota-se um aumento da estabilidade térmica da inserção dos resíduos de cinza em relação a matriz pura, obtendo temperaturas entre 706 °C a 730 °C para os compósitos de cinza. As perdas de massa dos compósitos de cinzas estão de acordo com a literatura (BIGNO, 2008).

Tabela 4.35 - Resultados de TGA em compósitos com cinza.

Estágios	T _D (°C)			PM (%)		
	10CZ	20CZ	30CZ	10CZ	20CZ	30CZ
1°	95-246	83-291	100-283	8	7	5
2°	246-435	291-442	283-425	84	72	56
3°	435-730	442-780	425-706	6	7	14
Resíduo	730-1000	780-1000	706-1000	2	14	25

T_D – Temperatura de decomposição em (°C) e PM – Perda de massa em (%).

O gráfico da Figura 4.69 faz um comparativo das perdas de massas verificadas por TGA dos compósitos de cinza em diferentes proporções.

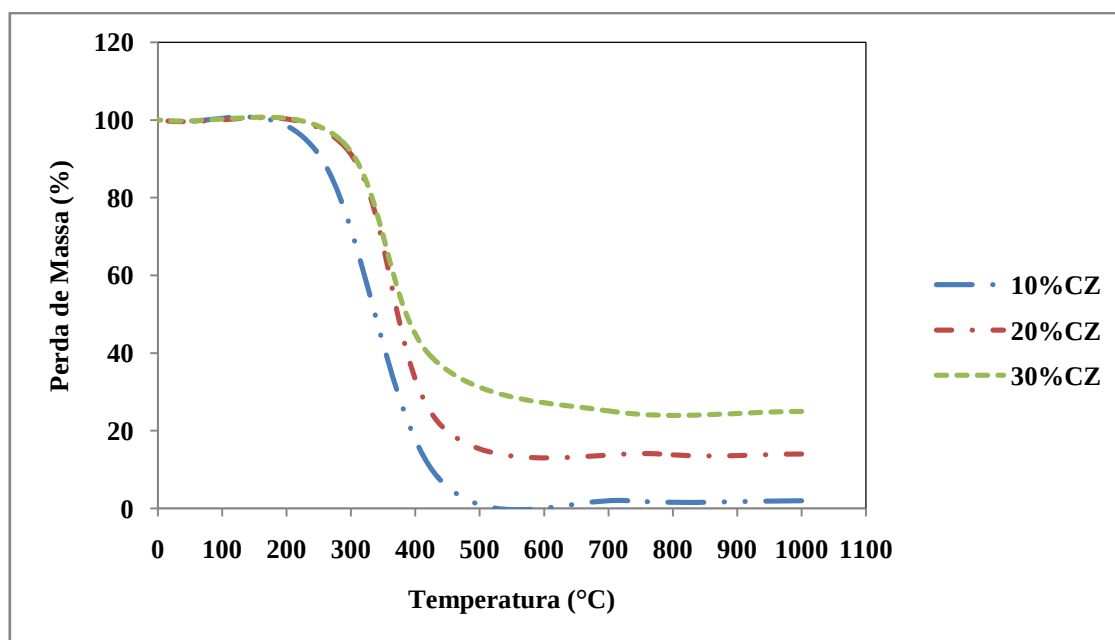


Figura 4.69 – Gráfico TGA dos compósitos com cinza.

4.4.4 Caracterização de Flamabilidade

4.4.4.1 Ensaio de Resistência à Chama

4.4.4.1.1 Norma ASTM D635-10

- **Matriz Polimérica e Fibras**

Os resultados apresentados nesta seção são referentes ao ensaio de retardância à chama, conforme baseado na norma da ASTM D635-10. Ensaio foi realizado com corpos de prova na posição horizontal, segundo a norma se houver classificação HB do material deve-se prosseguir para o ensaio da UL94-00 com os corpos de prova na posição vertical.

A Tabela 4.36 apresenta os resultados do ensaio de retardância à chama para a matriz pura e compósitos com fibras. Os seguintes parâmetros foram avaliados: velocidade média de propagação de chama, presença de gotejamento e a queima total do material durante o ensaio.

Tabela 4.36 – Ensaio de Retardância à chama pela norma ASTM D635.

Composições	Gotejamento	Velocidade (mm/min)	Queima Total	Classificação
Resina	Sim	17,42	Sim	HB
Resina/Sisal	Não	17,34	Sim	HB
Resina/Malva	Não	18,54	Sim	HB
Resina/Juta	Não	19,67	Sim	HB

No Brasil a resolução CONTRAN nº 675, determina que os revestimentos internos da indústria automobilística tenham uma velocidade de propagação de chama de 250 mm/min. Já nos países com pesquisa avançadas na área, esse valor é de 80 mm/min. Em comparação com esses dados os compósitos estudados apresentaram valores bem menores do que o exigido pelos órgãos competentes.

Os resultados da Tabela 4.36 mostram que a matriz polimérica pura e os compósitos com fibras possuem classificação HB obedecendo os critérios pré-estabelecidos para essa classificação.

A norma ASTM D635-10 apresenta exemplos do valor da velocidade de propagação da chama e do cálculo do desvio para alguns polímeros. Segundo a norma os polímeros possuem velocidade de propagação da chama de 27,9 mm/min, com desvio de até 11,5, podendo atingir assim o valor de 39,4 mm/min. Porém, os ensaio de retardância a chama foram realizado em capela fechada, mas sem controle de vazão dos gases. Isso influencia diretamente na dispersão dos resultados.

A matriz polimérica pura e o compósito com fibra de sisal apresentaram velocidades de propagação de chamas em torno de 17 mm/min. E para os compósitos com fibras de malva velocidade de propagação em torno de 18 mm/min e para compósito de juta a velocidade foi em torno de 19 mm/min. Mesmo com desvios padrões em torno de 10 mm/min, podendo chegar ao máximo a uma velocidade de propagação de 30 mm/min, ainda assim estão menores que a velocidade de propagação de alguns polímeros segundo a norma ASTM D635-10. A matriz polimérica pura apresentou gotejamento, o que não foi verificado para os compósitos com fibras, esse comportamento dos compósitos com fibras de não apresentar gotejamento pode ser creditado a presença das fibras vegetais e suas características hidrofílicas que podem ter contribuído para não ocorrência do evento. Implicando de alguma forma como retardo de chama, no entanto, houve para todas as séries testadas a queima total do material conforme pode ser verificado pela Figura 4.70 representa o pós-queima do material

compósito que é representativa das demais amostras, pois apresentaram aparência semelhante.



Figura 4.70 – Compósitos pós queima do ensaio de resistência a chama.

- **Matriz Polimérica, Lama Vermelha e Fibras**

A Tabela 4.37 apresenta os resultados do ensaio de retardância à chama para os compósitos de lama vermelha e lama vermelha com fibras.

Tabela 4.37 – Ensaio de Retardância à chama pela norma ASTM D635.

Composições	Gotejamento	Velocidade (mm/min)	Queima Total	Classificação
Resina/10%LV	Sim	16,14	Sim	HB
Resina/20%LV	Sim	13,77	Sim	HB
Resina/30%LV	Não	14,51	Sim	HB
Resina/40%LV	Não	13,61	Sim	HB
Resina/50%LV	Não	12,42	Sim	HB
Res./10%LV/Sisal	Não	16,12	Sim	HB
Res./10%LV/Malva	Não	16,17	Sim	HB
Res./10%LV/Juta	Não	16,51	Sim	HB
Res./20%LV/Sisal	Não	14,77	Sim	HB
Res./20%LV/Malva	Não	13,67	Sim	HB
Res./20%LV/Juta	Não	16,52	Sim	HB
Res./30%LV/Sisal	Não	16,43	Sim	HB
Res./30%LV/Malva	Não	13,24	Sim	HB
Res./30%LV/Juta	Não	14,76	Sim	HB

Os resultados da Tabela 4.37 de resistência a chama segundo a norma ASTM D635-10 para os compósitos somente com resíduos de lama vermelha variando suas proporções e para os compósitos híbridos com sistema matriz/resíduos e fibras de sisal, malva e juta. Todos possuem classificação HB segundo a norma, as velocidades de propagações de chama foram consideradas satisfatória, atingindo uma máximo de 30 mm/min considerando o desvio padrão de 10 mm/min, ou seja velocidades de propagações de chamas inferiores de alguns materiais classificados pela norma, como alguns tipos de polímeros. Para a maioria dos compósitos não houve gotejamento, com exceção dos compósitos com 10 % e 20 %LV. Houve queima total de todos os compósitos testados, porém, vale enfatizar da melhora considerável do retardo de chama quanto ao aumento da proporção de lama vermelha nos compósitos, atuando como um aditivo com pequeno grau de retardo de chama no material.

- **Matriz Polimérica, Caulim e Fibras**

A Tabela 4.38 apresenta os resultados do ensaio de retardância à chama para os compósitos de caulim e caulim com fibras.

Tabela 4.38 – Ensaio de Retardância à chama pela norma ASTM D635.

Composições	Gotejamento	Velocidade (mm/min)	Queima Total	Classificação
Resina/10%CA	Sim	13,64	Sim	HB
Resina/20%CA	Sim	14,78	Sim	HB
Resina/30%CA	Sim	13,68	Sim	HB
Resina/40%CA	Sim	11,59	Sim	HB
Resina/50%CA	Não	13,69	Sim	HB
Res./10%CA/Sisal	Não	12,11	Sim	HB
Res./10%CA/Malva	Não	11,97	Sim	HB
Res./10%CA/Juta	Não	12,89	Sim	HB
Res./20%CA/Sisal	Não	9,57	Sim	HB
Res./20%CA/Malva	Não	11,43	Sim	HB
Res./20%CA/Juta	Não	11,16	Sim	HB
Res./30%CA/Sisal	Não	9,56	Sim	HB
Res./30%CA/Malva	Não	10,50	Sim	HB
Res./30%CA/Juta	Não	11,29	Sim	HB

Pelos resultados da Tabela 4.38 de resistência a chama pela norma ASTM D635-10 dos compósitos de caulim e compósitos caulim com fibras (sisal, malva e juta), assim como para os compósitos com LV, todos foram classificados em HB com velocidade de propagações de chama bastante inferiores de alguns polímeros segundo a norma. Os compósitos de caulim e compósitos de caulim com fibras apresentaram velocidades máximas de propagações de chamas em torno de 25 mm/min já considerando o desvio padrão de 10 mm/min. Porém, houve queima total de todos os compósitos e gotejamento dos compósitos somente com resíduos, enquanto que os demais compósitos não houve gotejamento. Os resíduos de caulim possuem silicatos hidroxílicos que possuem água em seu interior, podendo isso fazer com que o material apresente essa resistência a chama.

- **Matriz Polimérica, Cinza e Fibras**

A Tabela 4.39 apresenta os resultados do ensaio de retardância à chama para os compósitos de cinza e cinza com fibras.

Tabela 4.39 – Ensaio de Retardância à chama pela norma ASTM D635.

Composições	Gotejamento	Velocidade (mm/min)	Queima Total	Classificação
Resina/10%CZ	Não	18,61	Sim	HB
Resina/20%CZ	Não	16,92	Sim	HB
Resina/30%CZ	Não	13,02	Sim	HB
Res./10%CZ/Sisal	Não	18,02	Sim	HB
Res./10%CZ/Malva	Não	14,45	Sim	HB
Res./10%CZ/Juta	Não	18,03	Sim	HB
Res./20%CZ/Sisal	Não	14,45	Sim	HB
Res./20%CZ/Malva	Não	16,83	Sim	HB
Res./20%CZ/Juta	Não	17,31	Sim	HB

Os dados da Tabela 4.39 mostram as velocidades de propagações a chamas dos compósitos somente com resíduos de cinza e dos compósitos de cinza com fibras de sisal, malva e juta, onde novamente a velocidade de propagação a chama foi inferior de alguns materiais da norma ASTM D635-10, podendo atingir um máximo de velocidade de propagação em torno de 30 mm/min considerando desvio padrão de 10 mm/min.

Todos os compósitos foram classificados em HB obedecendo seus parâmetros estabelecidos, houve queima total de todos os compósitos, porém, não houve gotejamento dos compósitos testados. Vale lembrar que os compósitos com resíduos de cinza foram os que apresentaram maiores dificuldades de confecção e preparação de suas amostras, contribuindo assim para se obter materiais com certo grau de imperfeições tanto externa como internas.

4.4.4.1.2 Norma UL 94-00

Antes de realizar o ensaio de classificação da norma UL 94 na direção vertical, inicialmente são realizados o ensaio na direção horizontal, como proposto na norma, pois caso o compósito obtido seja inflamável este ensaio será indicativo da eficiência ou não dos retardantes de chama usados, por meio da combustão completa do corpo do prova, pela ocorrência de gotejamento e a velocidade de propagação da chama.

- **Matriz Polimérica e Fibras**

A Tabela 4.40 exibe os resultados do ensaio da norma UL 94 da matriz polimérica e dos compósitos de matriz polimérica com fibras de sisal, malva e juta.

Tabela 4.40 – Ensaio de Retardância à chama pela norma UL94.

Composições	Gotejamento	Tempo (s)	Queimou a braçadeira	Classificação
Resina	Sim	314,20	Sim	-
Resina/Sisal	Não	357,96	Sim	-
Resina/Malva	Não	352,32	Sim	-
Resina/Juta	Não	332,52	Sim	-

Os resultados Tabela 4.40 dos ensaios de resistência a chama conforme a norma UL 94 que estabelece classificações V-0, V-1 e V-2 que devem obedecer critérios estabelecidos de comercialização ou não dos materiais, conforme já explicado em itens anteriores. A norma UL 94 é uma norma criteriosa que busca classificar os materiais com relação a sua flamabilidade para que não apresentem qualquer risco a aplicação que se destina. Para os materiais de matriz polimérica pura e compósitos com fibras não se enquadraram em nenhuma das classificações existente na norma UL 94, pois, não houve

capacidade de extingimento da chama pelo material, fato que constata a necessidade desses materiais receberem aditivos de retardo de chama para se obter uma classificação e consequentemente sua comercialização.

- **Matriz Polimérica, Lama Vermelha e Fibras**

A Tabela 4.41 apresenta os resultados do ensaio de retardância à chama para os compósitos de lama vermelha e lama vermelha com fibras.

Tabela 4.41 – Ensaio de Retardância à chama pela norma UL94.

Composições	Gotejamento	Tempo (s)	Queimou a braçadeira	Classificação
Resina/10%LV	Sim	243,60	Não	V-2
Resina/20%LV	Sim	204,68	Não	V-2
Resina/30%LV	Não	237,76	Não	V-2
Resina/40%LV	Não	227,88	Não	V-2
Resina/50%LV	Não	179,52	Não	V-2
Res./10%LV/Sisal	Não	241,96	Não	V-2
Res./10%LV/Malva	Não	225,56	Não	V-2
Res./10%LV/Juta	Não	237,84	Não	V-2
Res./20%LV/Sisal	Não	230,28	Não	V-2
Res./20%LV/Malva	Não	245,08	Não	V-2
Res./20%LV/Juta	Não	232,68	Não	V-2
Res./30%LV/Sisal	Não	199,44	Não	V-2
Res./30%LV/Malva	Não	201,84	Não	V-2
Res./30%LV/Juta	Não	198,00	Não	V-2

A Tabela 4.41 apresenta os ensaios de resistência a chama conforme a norma UL 94 dos compósitos de lama vermelha e compósitos de lama vermelha com fibras vegetais (sisal, malva e juta). Com relação aos resultados do ensaio da norma UL 94 a classificação que se enquadra foi a V-2. A recomendação para o uso de polímeros em escala comercial é a classificação V-0. Contudo indicam baixa inflamabilidade e capacidade de extingimento da chama durante o ensaio. Outro fator extremamente importante de ser enfatizado, é que as fibras vegetais contribuem significativamente para essa velocidade de propagação da chama.

Conforme literaturas consagradas, um dos mais comuns mecanismos de retardância de chama é a liberação de água estrutural de óxidos hidratados ao atingirem suas temperaturas de desidratação correspondente. Desse modo, pode-se supor que os compósitos possuem um potencial para retardância de chama, porém, apenas com mais testes pode-se ter maior embasamento para verificar a hipótese (CUNHA, 1998).

Um outro fenômeno que contribui significativamente para reduzir a flamabilidade dos compósitos preparados neste estudo está relacionada com os efeitos de fenômenos físicos promovidos pelo envolvimento da porção interna da matriz e as partículas sub-micrométricas de LV. Esta suposição é corroborada por estudos com nano partículas de alumina “tri-hidratada” e de partículas de alumina sub-micrométricas, na proporção de 50/50 em matrizes como agentes de carga de compósitos de poliéster insaturada, em que os efeitos sinérgicos reduziram a flamabilidade causada por efeitos físicos resultantes da grande área de superfície específica das nano partículas de óxidos de alumínio (TIBILETTI *et al.*, 2011). A Figura 4.71 representa o pós-queima do material compósito de lama vermelha que é representativa das demais amostras, pois apresentaram aparência semelhante.



Figura 4.71 – Compósitos de lama vermelha pós queima do ensaio de resistência a chama.

- **Matriz Polimérica, Caulim e Fibras**

A Tabela 4.42 apresenta os resultados do ensaio de retardância à chama para os compósitos de caulim e caulim com fibras.

Tabela 4.42 – Ensaio de Retardância à chama pela norma UL94.

Composições	Gotejamento	Tempo (s)	Queimou a braçadeira	Classificação
Resina/10%CA	Sim	280,44	Sim	-
Resina/20%CA	Sim	171,84	Sim	-
Resina/30%CA	Sim	277,92	Sim	-
Resina/40%CA	Sim	212,60	Sim	-
Resina/50%CA	Não	179,52	Sim	-
Res./10%CA/Sisal	Não	310,92	Sim	-
Res./10%CA/Malva	Sim	261,96	Sim	-
Res./10%CA/Juta	Não	245,76	Sim	-
Res./20%CA/Sisal	Não	247,08	Sim	-
Res./20%CA/Malva	Não	240,00	Sim	-
Res./20%CA/Juta	Não	207,48	Sim	-
Res./30%CA/Sisal	Não	209,64	Sim	-
Res./30%CA/Malva	Não	260,16	Sim	-
Res./30%CA/Juta	Não	238,92	Sim	-

A Tabela 4.42 mostra os ensaios da norma UL 94 para os compósitos de caulim e caulim com fibras, onde verifica-se que os compósitos não se enquadram em nenhuma classificação da norma UL 94, pois, não houve capacidade de extingüimento da chama pelo material, necessitando dessa maneira de algum aditivo ou elemento que venha prover a necessidade de retardo a chama para que se possa obter alguma classificação da norma UL 94.

- **Matriz Polimérica, Cinza e Fibras**

A Tabela 4.43 apresenta os resultados do ensaio de retardância à chama para os compósitos de cinza e cinza com fibras.

Tabela 4.43 – Ensaio de Retardância à chama pela norma UL94.

Composições	Gotejamento	Tempo (s)	Queimou a braçadeira	Classificação
Resina/10%CZ	Sim	355,44	Sim	-
Resina/20%CZ	Não	295,92	Sim	-
Resina/30%CZ	Não	303,36	Sim	-
Res./10%CZ/Sisal	Não	362,04	Sim	-
Res./10%CZ/Malva	Não	410,04	Sim	-
Res./10%CZ/Juta	Não	331,80	Não	-
Res./20%CZ/Sisal	Não	285,24	Sim	-
Res./20%CZ/Malva	Não	273,36	Não	-
Res./20%CZ/Juta	Não	247,08	Sim	-

Pelos resultados da Tabela 4.43 dos ensaios de resistência a chama segundo a norma UL 94 dos compósitos com resíduos de cinza e cinza com fibras também não houve enquadramento dos compósitos testados em nenhuma classificação da norma UL 94. Os compósitos não possuem características de classificação com relação sua flamabilidade diante dos parâmetros estabelecidos pela norma UL 94, pois, não houve capacidade de extingüimento da chama pelo material, precisando assim de adição ou mudanças dos elementos constituintes para sua classificação.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES

- ✓ Desenvolveu-se um material compósito de matriz polimérica utilizando como cargas resíduos industriais reforçados com fibras naturais com características e propriedades satisfatórias.
- ✓ As caracterizações mecânica, física e microestrutural das fibras vegetais (sisal, malva e juta) se mostraram condizentes ou superiores a literatura pesquisa, principalmente com relação a resistência a tração das fibras.
- ✓ As propriedades físicas de PA e AA aumentaram gradativamente com inclusão das fibras e resíduos junto a matriz. Com relação a MEA não houve mudanças significativas com inclusão de fibras, porém, com a inclusão de resíduos houve um aumento significativo (6,7 % a 33 %).
- ✓ As propriedades mecânicas de resistência (tração, flexão e impacto) foram aumentadas em relação a matriz pura na ordem de 15 % a 95 % para os compósitos somente com fibras e para os compósitos de resíduos (10 %) com fibras, sendo que a partir de 20 % de resíduo houve uma diminuição da resistência mecânica. Nos compósitos com resíduos houve diminuição da resistência conforme aumentava-se a proporção dentro da matriz. Com relação ao módulo de elasticidade de todos os compósitos confeccionados houve similaridade ou diminuição em relação a matriz pura.
- ✓ Os compósitos de resíduos de lama vermelha, caulim e cinza apresentaram um aumento da estabilidade térmica de 10 % a 50 % em relação a matriz pura.
- ✓ Todos os compósitos estudados em relação a resistência a chama obtiveram classificação HB pela norma ASTM D635. Porém, somente os compósitos constituídos por lama vermelha obtiveram classificação V-2 de acordo com a norma UL-94, sendo que os demais compósitos não se enquadraram em nenhuma condição ou classificação estabelecida por esta norma.
- ✓ O estudo da avaliação da correlação da microestrutura com as propriedades encontradas nas fibras e nos compósitos foram eficientes na determinação dos mecanismos de falhas presentes, tipos de fraturas e peculiaridades presentes nas superfícies de fraturas analisadas.

- ✓ A pesquisa proporcionou um material com boas propriedades mecânicas, térmicas, retardância a chama e morfológicas dos compósitos, baixo impacto ambiental, tornando-o candidato em certos tipos de aplicações, como paredes divisórias, forros, calhas residenciais, revestimento interno da indústria automotiva, naval e aérea e outras aplicações dessa natureza, respeitando suas características. Além de desenvolver um material de apelo econômico, social e ambiental da região Amazônica.

CAPÍTULO 6

PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

- Fabricar e analisar as propriedades das placas de materiais compósitos em diferentes configurações e tipos das fibras, como configurações alinhadas e tramadas, com outros tipos de fibras como coco, bambu, açai, bananeira e cana de açúcar;
- Realizar tratamentos químicos nas fibras vegetais com objetivo de melhorar suas propriedades;
- Fabricar e analisar as propriedades das placas de materiais compósitos com outros tipos de resíduos industriais, variando tanto as proporções dos resíduos, como das fibras utilizadas dentro da matriz;
- Adicionar elementos retardantes de chama à matriz de poliéster e investigar as propriedades térmicas dos compósitos gerados;
- Fabricar e analisar as propriedades das placas de materiais compósitos variando o comprimento de diferentes tipos de fibras, verificando suas influencias nas suas propriedades.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGOPYAN, V. **Materiais reforçados com fibras para a construção civil nos países em desenvolvimento: Uso de fibras vegetais**. São Paulo: USP, 1991. 204 p. Tese Livre-Docência, 1991.

AGOPYAN, V.; SAVASTANO Jr., H. **Uso de materiais alternativos à base e fibras vegetais na construção civil: experiência brasileira**. In: Seminário Iberoamericano 1997 de materiais Fibrorreforçados, 1., y Reunión Proyecto PIP VIII.5 Cytel, 3., Cali, 1997. Memoriais. Cali, Universidad Del Valle, 1997. P.23-40 (Artículo 03).

ALBUQUERQUE NETO, J. R.; CARVALHO, L. H.; ARAÚJO, E. M. (2007) “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.

ALMEIDA, M. I. A. de. **Comportamento Estrutural de Painéis Sanduíche Compósitos para Aplicações na Indústria da Construção**. Instituto Superior Técnico, Universidade Técnica de Lisboa. Lisboa, 2009.

ALVAREZ, V. A.; FRAGA, A. N.; VASQUEZ, A. Effects of moisture and fiber content on the mechanical properties of biodegradable polymer-sisal fiber biocomposite. **J. Appl. Polym. Sci.**, v. 91, p. 4007-4016, 2004.

ALVAREZ, V. A.; VÁZQUEZ, A. Influence of fiber chemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of Mater Bi-Y/sisal fiber composites. **Composites, A. Appl. Sci. Man.**, v. 38, 2005. No prelo.

ALVES, C.; FERRÃO, P. M. C.; SILVA, A. J.; REIS, L. G.; FREITAS, M.; RODRIGUES, L. B.; ALVES, D. E. Ecodesign of automotive components making use of natural jute fiber composites. **Journal of Cleaner Production**, n. 18, p. 3133-327, 2010.

AMICO, S. C. Vegetables fibers as multifunctional materials. **Revista Matéria**, v. 15, n. 2, p. 386-395, 2010.

AMICO, S. C.; COSTA, T. H. S.; CARRERA, L. C.; SANTANA, W.; GALVÃO, D. A. Caracterização de fibras de sisal da região nordeste do Brasil. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA MECÂNICA, 16, Brasil, 2001. **Proceeding Materials Science**, vol. 2, p. 34-40, 2001.

ANDERSON, T. L. **Fracture mechanics: Fundamentals and applications**. 2 ed. Boca Raton: CRC Press, 1995.

ARUMUNGA PRABU, V.; KALIRASU, S.; UTHAYAKUMAR, M.; MANIKANDAN, V. Processing and characterization of red mud filled sisal fibre reinforced polymer composite. **International Conference on Advances in Engineering, Science and Management (ICAESM)**, 2012.

ASTM D 3030 - 2000 "**Standard Test Method for Volatile Matter (Including Water) of Vinyl Chloride Resins**", Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials.

ASTM D 3039 - 2000 "**Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials**", Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials.

ASTM D 3822 - 2001, "**Standard Test Method for Tensile Properties of Single Textile Fibers**", Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials.

ASTM D 6110 - 2004 "**Standard Test Method for Determining the Charpy Impact Resistance of Notched Specimens of Plastics**", Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials.

ASTM D 635 - 2010 "**Standard Test Method for Rate of Burning and/or Extent and Time of Burning of Plastics in a Horizontal Position**", Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials.

ASTM D 790 - 2010 "**Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials**", Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials.

ASTM D1984 - 1969 (1992) e1, "**Standard Specification for Tall Oil Fatty Acids**", ASTM International, West Conshohocken, PA, 1992.

AZEVEDO, A. F. F. L. C. **Betões de elevado desempenho com incorporação de cinzas volantes**. 2002, 456 p. Dissertação (Doutorado em Engenharia Civil) - Escola de Engenharia, Universidade do Minho, Braga, Portugal, 2002.

AZIZI SAMIR, M. A. S.; ALLOIN, F.; SANCHEZ, J. Y.; DUFRESNE, A. Cellulose nanocrystals reinforced poly (oxyethylene). **Polymer**, Amsterdam, NL, v. 45, p. 4149-4157, 2004.

BARATA, M. S. **Aproveitamento dos Resíduos Cauliníticos das Indústrias de Beneficiamento de Caulim da Região Amazônica como Matéria-Prima para Fabricação de um Material de Construção (Pozolanas)**. Tese de Doutorado, Instituto de Geociências, Universidade Federal do Pará, 396 p., 2007.

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

BARBOSA, A. P. **Características estruturais e propriedades de compósitos poliméricos reforçados com fibras de buruti**. 2011, 160 p. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais), Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes - RJ.

BARROS, A. R. de F. **Compósitos Híbridos: Desenvolvimento de Configuração e Efeitos de Umidificação.** Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, 2006.

BENDEZÚ, R. J. H. **Los plásticos reforzados en fibras de vidrio (PRFV), sus aplicaciones y desarrollo en la industria nacional.** Monografia: Título profissional de Engenheiro Industrial, Universidad Mayor de San Marcos. Peru, 132 p., 2002.

BIGNO, I. C. **Geopolímeros à base de resíduos agrícolas e agroindustriais.** 2008. 280 p. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais), Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2008.

BLEDZKI, A. K.; GASSAN, J. (1999). Composites reinforced with cellulose based fibres. **Progress in Polymer Science**, Oxford, v. 24, n. 2, p. 221-274, 1999.

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

BRAGA, A. R. **Análise da utilização de fibras naturais aglutinadas com resina epóxi, para fabricação de uma cobertura central do porta-malas de um automóvel de passageiros.** Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. 2010.

BRASIL. Ministério das Cidades. Conselho Nacional de Trânsito. Resolução nº. 675 de 08 de setembro de 1986. **Dispõe sobre requisitos aplicáveis aos materiais de revestimento interno do habitáculo de veículos e dá outras providências.** Diário Oficial da União, Seção 1, página 13534, 09 de setembro de 1986.

CABLIK, V. Characterization and applications of red mud from bauxite processing. **Gospodarka Surowcami Mineralnymi**, vol. 23, nº 4, 2007.

CALLISTER, W. D. Jr. **Ciência e engenharia de materiais** - uma introdução. Utah: LTC, 602 p., 2002.

CALLISTER, W. D. Jr. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução.** 5ª Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2000.

CALLISTER, W. D. Jr. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução.** (Trad.) Sérgio Murilo Stamile Soares. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

CARVALHO, R. F. **Compósitos de fibras de sisal para uso em reforço de estruturas de madeira.** 119 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais) - Universidade de São Paulo, São Carlos, 2005.

CASSIS, F. A.; TALBOT, R. C. **Polyester and vinyl ester resins.** In: Handbook composites, London: Chapman & hall, p. 2-47, 1998.

CHEN, X.; GUO, Q.; MI, Y. Bamboo Fiber-Reinforced Polypropylene Composites: A Study of the Mechanical Properties. **Journal of Applied Polymer Science**, vol. 69, 1891-1899, (1998).

CHERIAF, M.; ROCHA, J. C. **Caracterização dos resíduos industriais do estado de Santa Catarina e as possibilidades de valorização na construção civil**. In: Encontro Nacional sobre Edificações e Comunidades Sustentáveis, 1º. Anais., Canela, p. 81-92, 1997.

COIMBRA, M. A.; DOS SANTOS, W. N.; MORELLI, M. R. **Cerâmica**, 48, 300-306, (2002).

CORREIA, A. Z. **Métodos e Processos para Fabricação de Materiais Compósitos**. São Paulo: EMBRAER, 1988.

COSTA, D. S.; BANNA, W. R.; LIMA, L. S.; SANTOS, E. J. S.; LOPES, C. E. P.; FUJIYAMA, R. T. Materiais compósitos reforçados com fibras de malva. In: 68º ABM International Annual Congress, 2013a, Belo Horizonte. **Anais...** Belo Horizonte, 2013a.

COSTA, D. S.; BANNA, W. R.; SANTOS, E. J. S.; LOPES, C. E. P.; FERNANDES, E. A.; FUJIYAMA, R. T. Compósitos de fibras de juta e matriz poliéster. In: 68º ABM International Annual Congress, 2013b, Belo Horizonte. **Anais...** Belo Horizonte, 2013b.

COSTA, D. S.; PERES, M. N. P. B.; BARREIRA, R. M.; SILVA, R. L. B.; SILVA, V. L. D.; SÁ, F. A.; SOUZA, J. A. S. Compósitos reforçados com fibras de sisal e malva: análise da tensão x comprimento de fibras. In: 20º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2012c, Joinville - SC. **Anais...** Joinville, 2012c.

COUTTS, R. S. P., NI, Y., TOBIAS, B. C. Air-cured bamboo pulp reinforced cement. **Journal of Materials Science Letters**, n. 13, p. 283-285, 1994.

CUNHA, E. J. S. **Desgomagem de feixes de fibras de curauá (Ananas erectifolius S.): Influência das variáveis de processo na solubilidade do material péctico e nas propriedades mecânicas**. 1998, 64 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal do Pará, Belém-PA, 1998.

CUNHA, E. J. S. **Influência do uso de resíduo do processo bayer nas propriedades térmicas e mecânicas de compósitos de base polimérica reforçados com fibra de curauá (Ananas lucidus. Mill)**. 2014, 152 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais - PRODERNA), Universidade Federal do Pará, Belém-PA, 2014.

CUNHA, E. J. S.; MIRANDA, R. M.; SOUZA, J. A. S.; OLIVEIRA, M. Jr. A. **Influence of the addition of red mud from Bayer process in polymer matrixes of isophthalic polyester**. International Comitee for the Study of Bauxite Alumina Aluminium - ICSOBA (2012).

D'ÁLMEIDA, J. R. M. **Propriedades Mecânicas de Compósitos Poliméricos Decorrentes da Variação das Características Físicas e Processamento da Matriz**. 1994. 257 f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 1994.

DASH, A. K.; THATOI, D. N.; SARANGI, M. K. Analysis of the mechanical characteristics of red mud filled hybridized composites. **Frontiers in Automobile and Mechanical Engineering (FAME)**, p. 8-11, 2010.

DE, S. K.; WHITE, J. R. **Short Fibre-Polymer Composites**. Wood head, Publishing Limited England, pg 2, 3, 64, 65. 1996.

DJURIC, I.; MIHAJLOVIC, I.; ZIVKOVIC, Z. Kinetic modeling of different bauxite types in Bayer leaching process. **Canadian Metallurgical Quarterly**, vol. 49, nº 3, p. 209-218, 2010.

DRZAL, L. T.; MOHANTY, A. K.; MISRA, M. **Structural biocompósitos from natural fibers and biopolymers**. In 61 ANTEC, Nashville, 2003.

DUTRA, R. **Beneficiamento dos minerais industriais**. 49º Congresso brasileiro de cerâmica, São Pedro - SP, 2005.

ESMERALDO, M. A. **Preparação de novos compósitos suportados em matriz de fibra vegetal/natural**. 119 f. Dissertação (Mestrado em Química Orgânica) - Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2006.

ESPERT, A.; VILAPLANA, F.; KARLSSON, S. Comparison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their properties. **Composites, A. Appl. Sci. Man.**, v. 35, p. 1267-1276, 2004.

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

FARUK, O.; BLEDZKI, A. K.; FINK, H. P.; SAIN, M. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010. **Progress in Polymer Science**, n. 37, p. 1552-1596, 2012.

FEJESKOZMA, Z.; KARGERKOCSSIS, J. Fracture-mechanical characterization of a glass-fiber mat-reinforced polypropylene by instrumented impact bending, **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, 13 (9): 822-834, 1994.

FÉLIX, A. H. O. **Compósitos de polipropileno com fibra de vidro utilizando viniltrióxido-silano como agente de adesão**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2002.

FERRANTE, M. **Seleção de Materiais**. Universidade Federal de São Carlos. São Carlos: Editora UFSCar, 2ª ed., 2002.

FINKLER, M.; SCAPINI, P.; FREIRE, E.; ZATTERA, A. J.; ZENI, M. Compósitos de HDPE com resíduos de fibras têxteis. Parte I: Caracterização Mecânica. **Polímeros**, vol. 15 nº 3, São Carlos, 2005.

FLORES, S. M. P. **Aproveitamento do rejeito de caulim na produção de alumina para cerâmica e sílica de baixa granulometria**. Tese de Doutorado em Geoquímica, Instituto de Geociências, Universidade Federal do Pará. Centro de Geociências, 191 p., 2000.

FLORES, S. M. P.; NEVES, R. F. Alumina para utilização cerâmica, obtida a partir do rejeito de beneficiamento de caulim. **Cerâmica**, 43: 283-284, 1997.

FRANCO, L. A. L. **Análise fractográfica de compósitos poliméricos estruturais**. Dissertação (Mestrado em Física e Química de Materiais Aeroespaciais) - Instituto Tecnológico da Aeronáutica, São José dos Campos, 2003.

GALLO e AGNELLI, 1998. Aspectos do Comportamento de Polímeros em Condições de Incêndio. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, p. 23-38, 1998.

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. dos. **Ensaaios dos Materiais**. LTC: Rio de Janeiro, 2000.

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. **Ensaaios dos Materiais**. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

GASSAN, J.; BLEDZKI, A. K. Composites reinforced with cellulose based fibres. **Progress in Polymer Science**, v. 24, p. 221-274, 1999.

GAUTHIER, R.; JOLY, A. C. C.; GAUTHIER, H.; ESCOUBES, M. Interfaces in polyolefin/cellulosic fiber composites: chemical coupling, morphology, correlation with adhesion and aging in moisture. **Polymer Composites**, v.19, n.3, p. 287-300, 1998.

GAY, D.; HOA, S. V.; TSAI, S. W. **Composite materials - design and applications**. STACH, E. **Coal Petrology**. 2ª ed. Gebruder Borntraeger: Berlin, 2003.

GEORGOPOULOS, S. T.; TARANTILI, P. A.; AVGERINOS, E.; ANDREOPOULOS, A. G.; KOUKIOS, E. G. Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues. **Polym. Degrad. Stab.**, v. 90, p. 303-312, 2005.

GOWDA, T. M.; NAIDU, A. C. B.; CHHAYA, R. (1999). Some mechanical properties of untreated jute fabric-reinforced polyester composites. **Composites**, Amsterdam, pt. A, v. 30, n. 3, p. 277-284, 1999.

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

GUIMARÃES, B. M. G. **Estudo das características físico-químicas de fibras têxteis vegetais de espécie de Malvaceae**. 169 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Ciências), Universidade de São Paulo - USP, São Paulo, 2014.

HANCOX, N. L. “**Hight performace composites with resin matrices**”; Handbook of Composites, Amsterdam: Elsevier Science Publisher; vol.4, p.1-29; 1991.

HIND, A. R.; BHARGAVA, S. K.; GROCOTT, S. C. The surface chemistry of Bayer process solids: a review. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, vol. 146, n° 1-3, p. 359-374, 1999.

HOLLAWAY, L. **Handbook of Polymer and Composites for Engineer**. Wood head Publishing LTDA. Cambridge, England, 1994.

IDICULA, M.; BOUDENNE, A.; UMADEVI, L.; IBOS, L.; CANDAU, Y.; THOMAS, S. Thermophysycal properties of natural fibre reinforced polyester composites. **Composites Science and Technology**, n. 66, p. 2719-2725, 2006.

IDICULA, M.; MALHOTRA, S. K.; JOSEPH, K.; THOMAS, S. Dynamic mechanical analysis of randomly oriented intimately mixed short banana/sisal hybrid fibre reinforced polyester composites. **Composites Science and Tecnology**, n. 65, p. 1077-1087, 2005.

JACOB, M.; THOMAS, J.; VARUGHESE, K. T. Mechanical properties of sisal/oil palm hybrid fiber natural rubber composites. **Composites Sci. Tech.**, v. 64, p. 955-965, 2004.

JENA, H.; SATAPHATY, A. K. Fabrication, mechanical characterization and wear response of hybrid composites filled with red mud: an alumina plant waste. **Proceedings of International Conference on Advances in Mechanical Engineering**, 2011.

JOHN, M. J.; ANANDJIWALA, R. D. Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites. **Polymer Composites**, p. 187-207, 2008.

JOSEPH, P. V.; JOSEPH, K.; THOMAS, S. Effect of processing variables on the mechanical properties of sisal-fiber-reinforced polypropylene composites. **Composites Science and Tecnology**, n. 59, p. 1625-1640, 1999.

JOSEPH, P. V.; RABELLO, M. S.; MATTOSO, L. H. C.; KURUVILLA, J.; THOMAS, S. Environmental effects on the degradation behaviour of sisal fibre reinforced polypropylene composites. **Composites Sci. Technol.**, v. 62, p. 1357-1372, 2002.

KELLY, A.; MILEIKO, S. T. **“Fabrication of Composites”** - Handbook of Composites - vol.4 - Nort Holland, 1983.

KHANAM, P. N.; REDDY, M. M.; RAGHU, K.; JOHN, K.; NAIDU, V. Tensile, Flexural and Compressive Properties of Sisal/Silk Hybrid Composites. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, vol. 26, n. 10/2007.

KURUVILLA, J.; VARGHESE, S.; KALAPRASAD, G.; THOMAS, S.; PRASANNAKUMARI, G.; KOSHY, P.; PAVITHRAN, J. Influence of interfacial adhesion on the mechanical properties and fracture behaviour of short sisal fibre reinforced polymer composites. **European Polymer Journal**, v. 32, n. 10, p. 1243-1250, 1996.

LAOUTID et al. 2008. New prospects in flame retardant polymer materials - from fundamentals to nanocomposites. **Materials Science and Engineering R**. vol. 63, p. 100-125, 2008.

LEE, S. H.; WANG, S. Biodegradable polymers/bamboo fiber biocomposite with bio-based coupling agent. **Composites: Part A**, n. 37, p. 80-91, 2006.

LEITE, J. Y. P.; VERAS; M. M.; SANTOS, E. P.; LIMA, R. F. S.; PAULO, J. B. A.; **Mineração de Caulim de Pequena Escala em APL de Base Mineral** – Novo Layout para sua Otimização. In: XXII ENTMME / VII MSHMT - Ouro Preto-MG, novembro, 2007.

LEVCHIK, S. V. (2007). **Introduction to flame retardant and polymer flammability**. [A. do livro] Alexander B. Morgan e Charles A. Wilkie. Flame retardant polymer nanocomposites. New York : John Wiley & Sons, 2007.

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

LIMA, C. L. **Caracterização e propriedades de compósitos de tecido de juta reforçando matriz de polietileno reciclado**. 2009, 113 p. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais), Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes - RJ.

LIMA, F. S. S. **Utilização da lama vermelha e do resíduo caulínico na produção de pigmento pozolânico para argamassas e concretos de cimento Portland**. Dissertação de Mestrado, Instituto Tecnológico, Universidade Federal do Pará, 133 p., 2006.

LIMA, J. M. **Estudo de aproveitamento do resíduo do beneficiamento de caulim como matéria prima na produção de pozolanas para cimentos compostos e pozolânicos**. Dissertação Mestrado, Centro Tecnológico, Universidade Federal do Pará, 107 p., 2004.

LIU, D.; WU, C. Stockpiling and comprehensive utilization of red mud research progress. **Materials**, vol. 5, nº 7, p. 1232-1246, 2012.

LIU, H.; WU, Q.; HAN, G.; YAO, F.; KOJIMA, Y.; SUZUKI, S. Compatibilizing and toughening bamboo flour-filled HDPE composites: Mechanical properties and morphologies. **Composites: Part A**, n. 39, p. 1891-1900, 2008.

LUYT, A. S.; MALUNKA, M. E. Composites of low-density polyethylene and short sisal fibres: the effect of wax addition and peroxide treatment on thermal properties. **Thermochim. Acta**, v. 426, p. 101-107, 2005.

LUZ, A. B.; CHAVES, A. P. **Tecnologia do caulim: ênfase na indústria de papel**. vol. 1. Série rochas e minerais industriais - CETEM/MCT. 2000.

MAHAPATRA, S. S.; DATTA, S. A grey-based Taguchi method for wear assessment of red mud filled polyester composites. **International Journal of Modeling and Optimization**, vol. 1, nº 1, p. 80-88, 2011.

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

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

MAIA, A. A. B.; ANGÉLICA, R. S.; NEVES, R. F. **Clay Minerals**, 46: 127-136, 2011.

MAIA, A. A. B.; ANGÉLICA, R. S.; NEVES, R. F. **Cerâmica**, 54: 345-350, 2008.

MAIA, A. A. B.; SILVA FILHO, S. H.; BIESEKI, L.; DA SILVA, A. R.; SAN GIL, R. A. S.; PERGHER, S. B. C. Utilização de Rejeitos de Caulins na Síntese da Zeólita A, **17º Congresso Brasileiro de Catálise**. Gramado, 2013.

MANDAL, S.; ALAM, S. Studies on Bamboo/Glass Fiber Reinforced USP and VE Resin. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, vol. 29, n. 1/2010.

MANO, E. B. **Introdução a Polímeros**. São Paulo: Edgard Blücher Ltda., 1985.

MARGEM, J. I. **Estudo das características estruturais e propriedades de compósitos poliméricos reforçados com fibras de malva**. 139 p. Tese de Doutorado (Doutorado em Engenharia e Ciências de Materiais), Universidade Estadual do Norte Fluminense - UENF, Campos dos Goytacazes - RJ, 2013.

MARINELLI, A. L.; MONTEIRO, M. R.; AMBRÓSIO, J. D.; BRANCIFORTI, M. C.; KOBAYASHI, M.; NOBRE, A. D. Desenvolvimento de compósitos poliméricos com fibras vegetais naturais da biodiversidade: uma contribuição para a sustentabilidade amazônica. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. v. 18, n. 2, p. 92-99, 2008.

MARTELLI, M. C. **Transformações térmicas e propriedades cerâmicas de resíduos de caulins das regiões do Rio Capim e do Rio Jarí - Brasil**. Tese de Doutorado, Instituto de Geociências, Universidade Federal do Pará, 148 p., 2006.

MARTIN, A. R.; MANOLACHE, S.; MATTOSO, L. H. C.; ROWELL, R. M.; DENNES, F. Plasma modification of sisal and high-density polyethylene composites: Effect on mechanical properties. In: MATTOSO, L.H.C.; LEÃO, A.; FROLLINI, E. (Eds.) **Natural Polymers and Composites**. São Paulo: USP/UNESP/EMBRAPA, p. 437-440, 2000.

MARTINS, T. O conceito de desenvolvimento sustentável e seu contexto histórico: algumas considerações. **Jus avigandi**, Teresina, ano 9, n. 382, 2004.

MÁRTIRES, R. A. C. **Caulim**: Balanço Mineral Brasileiro. Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM), 2010.

MASCARENHAS, A. J. S.; OLIVEIRA, E. C.; PASTORE, H. O. **Cadernos Temáticos de Química Nova na Escola**, 25-34, 2001.

MATTOSO, L. H. C.; PEREIRA, N.; SOUZA, M. L.; AGNELLI, J. A. M. **Utilização de fibras vegetais para reforço de plásticos**. EMBRAPA, n. 3, p. 1-4, Nov, 1996.

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

MELLO, N. C.; FERREIRA, F. C.; CURVELLO, A. A. S.; COLNAGO, L. A.; MATTOSO, L. H. C. (1995) “Estudos e caracterização de sisal “in natura” e sisal benzilado por RMN CPMAS de ^{13}C ”, in: **Anais. do 3º Congresso Brasileiro de Polímeros**, p.1349, 1995.

MEMON, A.; NAKAI, A. Mechanical properties of jute yarn/PLA tubular braided composite by pultrusion molding. **Energy Procedia**, n. 34, p. 818-829, 2013.

MENDES, T. M. F. **Propriedades de resistência à tração e ao impacto de compósitos poliéster/sisal: Um estudo comparativo**. Mestrado em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte - UFRN, Natal, RN, 1992.

MENDONÇA, P. T. R. **Materiais Compostos & Estruturas-Sanduiche** - Projeto e Análise. Universidade Federal de Santa Catarina, Ed. Manoele. Florianópolis, 2005.

MENEZES, R. A. **Cinética de obtenção da zeólita 5A a partir da zeólita NaA derivada de um caulim amazônico**. Trabalho de conclusão de curso, Instituto Tecnológico, Universidade Federal do Pará, 30 p., 2011.

MIRANDA, R. M. **Estudo do comportamento mecânico de um eco-compósito para aplicação como painéis divisórios de ambiente**. 2007, 424 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Universidade Federal do Pará, Belém - PA.

MISHRA, S.; MOHANTY, A. K.; DRZAL, L. T.; MISRA, M.; PARIJA, S.; NAYAK, S. K.; TRIPATHY, S. S. Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites. **Composites Science and Technology**, n. 63, p. 1377-1385, 2003.

MOHANTY, S.; NAYAK, S. K. Short Bamboo Fiber-reinforced HDPE Composites: Influence of Fiber Content and Modification on Strength of the Composite. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, vol. 29, n. 14/2010.

MOHANTY, S.; VERMA, S.K.; NAYAK, S. K. (2006): Dynamic mechanical and properties of MAPE treated jute/HDPE composites. **Composites Science and Technology**. v. 66, p. 538-547, 2006.

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

MORAES, C. G. **Desenvolvimento de processo para produção de zeólita analcima: estudo da influência do reciclo da solução de hidróxido de sódio**. Dissertação de Mestrado, Instituto Tecnológico, Universidade Federal do Pará, 107 p., 2010.

MORAES, M. C. **Adsorção de cromato em materiais sintetizados a partir de rejeito de caulim do rio Capim**. Dissertação de Mestrado, Instituto de Geociências, Universidade Federal do Pará, p.71, 2008.

MORAES, M. L. V. N. **Aproveitamento de resíduo de beneficiamento do caulim na produção de porcelanato cerâmico**. 2007. 153 p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal - RN, 2007.

MORASSI, O. J. **Fibras Naturais, Aspectos gerais e Aplicação na Indústria Automobilística**, In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais, 1994.

NASCIMENTO, D. C. O. **Análise das propriedades de compósitos de fibras de piaçava e matriz de resina epóxi**. 2009, 110 p. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais), Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes - RJ.

NAZARE, S.; KANDOLA, B. K.; HORROCKS, A. R. Flame-retardant unsaturated polyester resin incorporating nanoclays. **Polymer for Advanced Technologies**. vol. 17, p. 294-303, 2006.

NBR NM 52 - 2009 "**Agregado miúdo - Determinação da massa específica e massa específica aparente**", Associação Brasileira de Norma Técnica - ABNT.

NI, Y. **Natural Fibre Reinforced Cement Composites**. Department of Mechanical Engineering Victoria University of Technology Australia, July, 1995.

NIELSEN, L. **Mechanical properties of Polymers and Composites**, v. 2, Marel Dekker Inc, USA, 1974.

ODIAN, G. **Principles of Polymerization**. Nova York: John Wiley e Sons. 3nd. Inc., 1991.

OKSMAN, K. Liquid composites moulding of natural fibres. In: MATTOSO, L.H.C.; LEÃO, A.; FROLLINI, E. (Eds.). **Natural Polymers and AgroFibers Based Composites**. São Paulo: USP/UNESP/EMBRAPA, p. 355-361, 2000.

OKUBO, K.; FUJII, T.; YAMAMOTO, Y. Development of bamboo-based polymer composites and their mechanical properties. **Composites: Part A**, Kyo-tanabe, n. 35, p. 377-383, 2004.

OLIVEIRA, I. R. C. **Propriedades mecânicas, físicas e químicas de compósitos cimentícios reforçados com fibras longas de juta e de malva**. 2013a, 96 p., Mestrado (Mestrado em Engenharia Civil), Universidade Federal do Amazonas, Manaus-AM, 2013a.

OLIVEIRA, M. Jr. A. **Efeito da adição de lama vermelha como carga nas propriedades mecânicas de compósitos de poliéster insaturado reforçado com fibra natural de curauá (*ananas erectifolius*)**. 2013b, 60 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém-PA, 2013b.

OTA, W. N. **Análise de compósitos de polipropileno e fibras de vidro utilizados pela indústria automotiva nacional**. 2004, 106 p. Mestrado (Mestrado em Engenharia), Universidade Federal do Paraná, Curitiba - PR.

PADILHA, A. F. **Materiais de engenharia: Microestrutura e propriedades**. Curitiba: Hemus, 2000.

PAIVA, J. M. F.; FROLLINI, E. Unmodified and modified surface sisal fibers as reinforcement of phenolic and lignophenolic matrices composites: Thermal analyses of fibers and composites. *Macrom. Mater. Eng.*, v. 291, p. 405-417, 2006.

PAIVA, J. M. F.; TRINDADE, W. G.; FROLLINI, E. Compósitos de matriz termofixa fenólica reforçada com fibras vegetais. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. p. 170 à 176. Out/Dez - 1999.

PAZ, S. P. A.; ANGÉLICA, R. S.; NEVES, R. F. Síntese hidrotermal de sodalita básica a partir de um rejeito de caulim termicamente ativado. **Química Nova**, 33: 579-583, 2010.

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

PEREIRA, J. C. **Curso de projeto estrutural com materiais compostos**. UFSC, 99 p., 2000.

PICANÇO, M. de S. e GHAVAMI, K. “Propriedades Físicas e Mecânicas da Fibra Vegetal Curauá”, Brasil NOCMAT 2004, Pirassununga, SP, Brasil, Abstracts, ISBN: 85-98073-032, p.37, **Anais**, CD-ROM, ISBN: 85-98073-04-0, 29 out. - 3 nov. 2004.

PIRES, E. N.; MERLINI, C.; AL-QURESHI, H. A.; SALMÓRIA, G. V.; BARRA, G. M. O. Efeito do Tratamento Alcalino de Fibras de Juta no Comportamento Mecânico de Compósitos de Matriz Epóxi. **Polímeros**, vol. 22, n. 4, p. 339-344, 2012.

PLUEDDEMANN, E. P. **Silane coupling agents**. New York: Plenum Press, p. 79-151, 1991.

QUARESMA, D. da S.; PEREIRA, A. P. S.; SANTOS, D. H. dos.; MULLER, E. de A.; LOUREIRO, G. E.; SOUZA, J. A. da S. **Produção de agregados sintéticos a partir do rejeito do processo bayer e da cinza de caldeira**. 2013. In: 57º Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2013.

RAGHAVENDRA, G.; OJHA, S.; ACHARYA, S. K.; PAL, S. K. Jute fiber reinforced epoxy composites and comparison with the glass and neat epoxy. **Composites**. London: Chapman & hall, p. 2-47, 1998.

RAJULU, A. V.; DEVI, L. G.; RAO, G. B.; REDDY, R. L. Chemical Resistance and Tensile Properties of Epoxy/Unsaturated Polyester Blend Coated Bamboo Fibers. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, vol. 22, n. 11/2003.

RAMACHANDRAN, et al. 2003. **Handbook of thermal analysis of construction material**. 2003.

RAMULU, M.; STICKLER, P. B.; MCDEVITT, N. S. Influence of processing methods on the tensile and flexure properties of high temperature composite. **Composites Science and Technology**. v. 64, p. 1763-1772. 2004.

RANA, A. K.; MANDAL, A.; MITRA, B. C.; JACOBSON, R.; BANERJEE, A. N. Short jute fiber-reinforced polypropylene composites: effect of compatibilizer. India: **Journal of Applied Polymer Science**, v. 6, n. 2, p. 329-338, 1998.

RANGANATHAN, S. R.; QUAYYUM, Z. **New horizons for jute**. Stute - Art Report 5. National Information, 2000.

RAY, S. S.; OKAMOTO, M. Polymer/layered Silicate Nanocomposites: a review from preparation to processing. **Progress in Polymer Science**. vol. 28, p.1539-1641, 2003.

RAZERA, I. A. T.; FROLLINI, E. Composites based on jute fibers and phenolic matrices: properties of fibers and composites. J. Appl. **Polym. Sci.**, v. 91, p. 1077-1085, 2004.

REZENDE, M. C. **Composites Technology**. Yellow Pages 2000. International Edition, v. 6 (3), 6-20, 2000.

RIBEIRO, D. V.; SILVA, A. M. S.; LABRINCHA, J. A.; MORELLI, M. R. Estudo das reações álcalis-sílicas associadas ao uso da lama vermelha em argamassas colantes e de revestimento. **Cerâmica**, vol. 58, nº 345, p. 90-98, 2012.

RILEM Technical Committee 49 TFR, **Testing methods for fibre reinforced cement-based composites**, v. 17, n. 102, 15 p., 1984.

RODRIGUES, E. C. **Estudo da influência do tempo de reação e do teor de “na” na síntese de zeólitas**. 89 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia Química), Instituto Tecnológico, Universidade Federal do Pará, 2013.

RODRIGUES, E. C. **Reciclagem de resíduo da indústria de beneficiamento de caulim para a Produção de zeólitas utilizadas como peneiras moleculares**. Trabalho de conclusão de curso, Instituto Tecnológico, Universidade Federal do Pará, 55 p., 2010.

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

RODRIGUES, J. S. **Estudo da técnica de infusão de resina aplicada à fabricação de compósitos de matriz poliéster reforçados por fibras naturais da Amazônia**. 177 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Recurso Naturais) - Universidade Federal do Pará, Belém, 2014.

ROWELL, R. et al. (1997). Utilization of natural fibers in plastic composites: problems and opportunities. In: LEÃO, A.; CARVALHO, F. X.; FROLLINI, E., eds. **Lignocellulosic - plastics composites**, São Paulo: USP; UNESP. p. 23-51, 1997.

ROY, A.; CHAKRABORTY, S.; KUNDU, S. P.; BASAK, R. K.; MAJUMDER, S. B.; ADHIKARI, B. Improvement in mechanical properties of jute fibres through mild alkali treatment as demonstrated by utilization of the Weibull distribution model. **Bioresource Technology**, n. 107, p. 222-228, 2012.

SABBÁ, J. **O Quadro de Crise do Sistema Juta/Malva e suas possíveis Alternativas de Serguimento**. Manaus: UFAM, 6, 14 p., 1993.

SAHA, P.; MANNA, S.; CHOWDHURY, S. R.; SEN, R.; ROY, D.; ADHIKARI, B. Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam treatment. **Bioresource Technology**, n. 101, p. 3182-3187, 2010.

SALDANHA, E. **Síntese e caracterização da analcima a partir de rejeito de caulim e aplicação como adsorvente**. Dissertação de Mestrado, Instituto Tecnológico, Universidade Federal do Pará, 131 p., 2006.

SALES, J. L.; MORAIS, C. R. S.; LIMA, L. M. R.; CIBALDE, J. C. B.; QUEIROZ, A. J. P.; BURITI, J. S.; PINTO FILHO, F. (2014). Análise comparativa da degradação térmica de compósitos de matriz polimérica desenvolvidos em laboratório industrializado. **In Anais**. IX Congresso Brasileiro de Análise Térmica e Calorimetria 09 a 12 de novembro de 2014 - Serra Negra - SP - Brasil.

SANTOS, E. A. **Avaliação mecânica e microestrutural de compósitos de matriz de poliéster com a adição de cargas minerais e resíduos industriais**. 2007. 103 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal - RN.

SANTOS, L. S. **Simulação e Otimização do Processo de Pultrusão**, 9, 2009.

SANTOS, P. S. **Ciência e tecnologia de argilas**. 2.ed. Edgard Blücher, 408 p. v. 1, 1989.

SANTOS, P. S. **Ciência e Tecnologia de Argilas**. vol. 2, p. 393-398, Edição da Universidade de São Paulo, 1975.

SANTOS, S. C. A. **Síntese da zeólita A e 5A a partir de caulim: uma comparação dos métodos estático e dinâmico**. Dissertação de Mestrado, Instituto de Geociências, Universidade Federal do Pará, 112 p., 2011.

SAROJA, D. M.; MURUGESAN, V.; RENGARAJ, K.; ANAND, P. Utilization of flyash as filler for unsaturated polyester resin. **Journal of Applied Polymer Science**, vol. 69, nº 7, p. 1385-1391, 1998.

SATAPATHY, A.; PATNAIK, A. Analysis of dry sliding wear behavior of red mud filled polyester composites using the Taguchi method. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, 2008.

SATYANARAYANA, K. G.; GUIMARÃES, J. L.; WYPYCH, F. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I: Source, production, morphology, properties and applications. **Composites: Part A**, v. 38, p. 1694-1709, 2007.

SAVASTANO Jr, H.; LUZ, P. H. C.; NOLASCO, A. M. **Seleção de resíduos de alguns tipos de fibras vegetal, para reforço de componentes de construção**. In: Encontro Nacional Sobre Edificações e Comunidades Sustentáveis, 1. Canela, nov. Anais. Porto Alegre, Antac, p. 107-12, 1997.

SAVASTANO Jr., H. **Materiais à base de cimentos reforçados com fibras vegetais: Reciclagem de resíduos para a construção de baixo custo**. 144 p. Tese (Livre-Docência) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo. São Paulo, 2000.

SAVASTANO Jr., H. **Sistemas de cobertura para construções de baixo custo uso de fibras vegetais e de outros resíduos agroindustriais**. Coletânea Habitare - Utilização de Resíduos na Construção Habitacional, v. 4, p. 94-123, 2004.

SAVASTANO Jr., H.; AGOPYAN, V. **Fibras naturais para produção de componentes construtivos**. Curso Internacional Materiales Compuestos Fibror reforzados, Universidad Del Valle/Cyted Proyecto, Cali, Colombia, 1998.

SENA, G. L. S.; MÁRTIRES, A. C. Caulim. **Sumário Mineral Brasileiro**. Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM), 2007.

SERRA, M. S. **Influencia da temperatura de calcinação do rejeito de caulim e da concentração de íons Na⁺ na síntese de zeólitas cuja razão Si/Al é 1,3, via processo hidrotermal**. Trabalho de conclusão de curso, Instituto Tecnológico, Universidade Federal do Pará, 62 p., 2009.

SHIBATA, S.; CAO, Y.; FUKUMOTO, I. Press forming of short natural fiber reinforced biodegradable resin: effects of fiber and length on flexural properties. **Polymer Testing, Okinawa**, n. 24, p. 1005-1011, July 2005.

SILVA FILHO, S. H. **Utilização de rejeitos de Caulins na Síntese de Zeólita A**. 2014. 64 p. Dissertação (Mestrado em Química), Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal, 2014.

SILVA, A. E. **Compósitos de poliéster reforçados com fibra de vidro: efeito da adição de pó de coco nas propriedades mecânicas, morfologia e custos.** 2013. 82 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia dos Materiais), Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão - SE.

SILVA, I. L. A. **Propriedades e estrutura de compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas de juta.** 2014, 110 p. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais), Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes - RJ.

SILVA, L. N. **Cinética da transformação hidrotermal de rejeito caulinitico em sodalita com base nos dados de DRX ex situ.** Trabalho de conclusão de curso, Instituto Tecnológico, Universidade Federal do Pará. 95 p., 2011.

SILVA, N. M.; LIMA, L. F. C. P.; FARIA, R. N.; ROSSI, J. L. **Influência da pós-cura na temperatura de transição vítrea em compósitos de fibra de carbono e de poliaramida com matriz de polímero termofixo.** In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - CBECIMAT, 17., 2006, Foz do Iguaçu. **Anais.** Foz do Iguaçu, p. 3055-3066, 2006.

SILVA, O. R. R. F.; BELTRÃO, N. E. M. **O agronegócio do sisal no Brasil.** Brasília: Embrapa-SPI, 1999.

SILVA, R. V. **Compósito de Resina Poliuretano Derivada de Óleo de Mamona e Fibras Vegetais.** 2003. 157 p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais), Universidade de São Paulo (USP), São Paulo, 2003.

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

SOHN, M. S.; HU, X. Z. **Comparative study of dynamic and static delamination behavior of carbon/epoxy composite laminates.** v. 26, n. 12, p. 849-858, 1995.

SOUZA, G. Q.; SILVA, A. F. B.; FUJIYAMA, R. T. **Comparação da resistência mecânica de fibras naturais para emprego em materiais de engenharia.** In: XII Congresso Nacional de Estudantes de Engenharia Mecânica - Ilha Solteira - SP . 22 a 26 de agosto de 2005.

SOUZA, J. A. S. **Estudo e avaliação do uso de resíduos do processo bayer como matéria-prima na produção de agregados sintéticos para a construção civil.** 148 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais) - Universidade Federal do Pará, Belém - PA, 2010.

SOUZA, W. B. de. **Estudo da adição de lama de bauxita em polímero de poli (metacrilato de metila) por meio de polimerização em massa e moldagem em casting.** 2008. 107 f. Dissertação (Mestrado em Ciências de Tecnologia Nuclear - Materiais) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo, 2008.

SOYKEABKAEW, N.; SUPAPHOL, P.; RUJIRAVANIT, R. Preparation and characterization of jute and flax reinforced starch-based composite foams. **Carbohydrate Polymers**, n. 58, p. 53-63, 2004.

SRIVASTAVA, V. K.; KAWADA, H. Fatigue behaviour of alumina fibre reinforced epoxi resin composite pipes under tensile and compressive loading conditions. **Composites Science and Technology**, v. 61, p. 2393-2403, 2001.

STACH, E. **Coal Petrology**. 2^a ed. Gebruder Borntraeger: Berlin, 1975.

STOCCHI, A.; COLABELLA, L.; CISILINO, A.; ÁLVAREZ, V. Manufacturing and testing of a sandwich panel honeycomb core reinforced with natural fiber fabrics. **Materials and Design**, n. 55, p. 394-403, 2014.

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

THIELEMANS, W.; WOOL, R. P. Lignin esters for use in unsaturated thermosets: Lignin modification and solubility. **Biomacromolecules**, v. 6, p. 1895-1905, 2005.

TIBILETTI, L.; LONGUET, C.; FERRY, L.; COUTELEN, P.; MAS, A.; ROBIN, J. J. "Thermal degradation and fire behaviour of unsaturated polyesters filled with metallic oxides". **Polym Degrad Stab**, v. 96, n.1: p. 67-75, 2011.

TOLÊDO FILHO, R. D. **Materiais compósitos reforçados com fibras naturais vegetais**. In: TOLÊDO FILHO, R. D.; NASCIMENTO, J. W. B.; GHAVAMI, K. (coord.). Materiais não convencionais para construções rurais. Campina Grande, PB: UFPB/SBEA, cap. 2, p. 49-82, 1997.

TOMCZAK, F. **Estudos sobre a estrutura e propriedades de fibras de coco e curauá do Brasil**. 2010, 150 p. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais), Universidade Federal do Paraná, Curitiba.

TOMCZAK, F.; SATYANARAYANA, K. G.; SYDENSTRICKER, T. H. D. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil: Part III - morphology and properties of Brazilian curauá fibers. **Composites: Part A**, n. 37, p. 2227-2236, 2007.

TORRES, F. G.; CUBILLAS, M. L. Study of the interfacial properties of natural fibre reinforced polyethylene. **Polymer Testing**, n. 24, p. 694-698, 2005.

TRINDADE, W. G.; HOAREAU, W.; MEGIATTO, J. D.; RAZERA, I. A. T.; CASTELLAN, A.; FROLLINI, E. Thermoset phenolic matrices reinforced with unmodified and surface grafted furfuryl alcohol sugarcane bagasse and curaua fibers: properties of fibers and composites. **Biomacromolecules**, v. 6, p. 2485-2496, 2005.

TROMBETTA, E. **Utilização de Fibra Natural de Pinus (Serragem) Como Reforço Em Componentes Automotivos Compostos de Polipropileno**. Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2010.

UL 94 - 2000, The Standard for Safety of Flammability of Plastic Materials for Parts in Devices and Appliances testing.

VARNAVAS, S. P.; BOUFOUNOS, D.; FAFOUTIS, D. An investigation of the potential application of bauxite residue in soil / sediment remediation. **Proceedings of the 9th International Conference on Environmental Science and Technology**, Rhodes Island, Greece, 1-3 September, 2005.

VARNAVAS, S. P.; BOUFOUNOS, D.; FAFOUTIS, D. An investigation of the potential application of bauxite residue for the improvement of the environmental conditions in a marsh environment. **Proceedings of the 10th International Conference on Environmental Science and Technology**, Kos Island, Greece, 5-7 September, 2007.

VENKATESHWARAN, N.; PERUMAL, A. E.; ALAVUDEEM, A.; THIRUCHITRAMBALAM, M. Mechanical and water absorption behaviour of banana/sisal reinforced hybrid composites. **Materials & Design**, n. 32, p. 4017-4021, 2011.

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, n° 3/4, 2009.

VINCENZINE, P. **Advanced structural fiber composites**. Itália: Techna Faenza, p. 623, 1995.

WAMBUA, P.; IVENS, J.; VERPOEST, I. Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics?. **Composites Science and Technology**, n. 63, p. 1259-1264, 2003.

WANG, H.; CHANG, R.; SHENG, K; ADL, M.; QIAN, X. Impact Response of Bamboo-Plastic Composites with the Properties of Bamboo and Polyvinylchloride (PVC). **Journal of Bionic Engineering**, p. 28-33, (2008).

YOSOMIYA, R.; MORIMITO, K.; NAKAJIMA, A.; IKADA, Y.; SUZUKI, T.: **"Adhesion and bonding in composites"**. New York, Marcell Dekker, 357 p., 1989.

YUE, C. Y.; LOOI, H. C.; QUEK, M. Y. "Assessment of Fibre-Matrix Adhesion and Interfacial Properties Using the Pullout Test", **International Journal of Adhesion and Adhesives**, v. 15, p. 73-80, 1995.

ZEE, R. H.; HSIEH, C. Y. 1998. Energy absorption process in fibrous composites. **Mat. Sci. Eng. A-Struct.** 246, p. 161-168, 1998.

ZHANG, Y. *et al.* Red mud/polypropylene composite with mechanical and thermal properties. **Journal of Composite Materials**, v. 45, n. 26, p. 2811-2816, 2011.