



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

VICTOR HUGO MAFRA MONFREDO FERREIRA

**CINZAS VOLANTES: UMA ALTERNATIVA PARA COMPÓSITOS
REFORÇADOS COM PARTÍCULAS**

ANANINDEUA,
2020

VICTOR HUGO MAFRA MONFREDO FERREIRA

**CINZAS VOLANTES: UMA ALTERNATIVA PARA COMPÓSITOS
REFORÇADOS COM PARTÍCULAS**

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

Orientador: Prof. Dr. Deibson Silva da Costa.

ANANINDEUA,
2020

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD
Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Pará
Gerada automaticamente pelo módulo Ficat, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

F383c Ferreira, Victor Hugo Mafra Monfredo.
CINZAS VOLANTES: UMA ALTERNATIVA PARA
COMPÓSITOS REFORÇADOS COM PARTÍCULAS / Victor
Hugo Mafra Monfredo Ferreira. — 2020.
74 f. : il. color.

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

1. Matriz polimérica. 2. Resina poliéster. 3. Cinza volante .
4. Materiais sustentáveis. 5. Materiais sintéticos. I. Título.

CDD 620.11

VICTOR HUGO MAFRA MONFREDO FERREIRA

**CINZAS VOLANTES: UMA ALTERNATIVA PARA COMPÓSITOS
REFORÇADOS COM PARTÍCULAS**

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

Data da Aprovação: 21/12/2020

Conceito: Exceleente

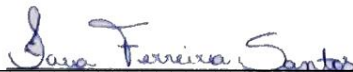
BANCA EXAMINADORA



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



Prof. Dr. Edinaldo José de Sousa Cunha
(Examinador Interno – FEMat / CAMPANIN / UFPA)



Ma. Eng(a). Iara Ferreira Santos
(Examinadora Externa – PRODERNA / ITEC / UFPA)

ANANINDEUA,
2020

Dedico este trabalho a minha família, em especial a minha mãe, Alice Mafra, por todo amor incondicional a mim provido.

AGRADECIMENTOS

A minha mãe, Alice Mafra, pelos sacrifícios realizados e por todos os anos de incentivo, carinho e afeto proporcionado ao longo da minha vida.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Deibson Silva da Costa, por todo o empenho, orientação e dedicação; pelo voto de compromisso, confiança e liberdade proporcionada ao longo da graduação.

À Universidade Federal do Pará, em especial a Faculdade de Engenharia de Materiais, pela concessão das vias concretas para a realização deste trabalho.

A banca examinadora composta pelo Prof. Dr. Edinaldo Cunha e pela Ma. Eng(a) Iara Santos por aceitarem participar da defesa do meu trabalho.

Pela disponibilidade da estrutura científica e tecnológica existente, que permitiu a realização de uma boa parte dos trabalhos relativos a esta pesquisa, aos Laboratórios de Engenharia Química (LEQ) e ao Laboratório de Ensaaios de Materiais da Faculdade de Engenharia Mecânica do Campus Universitário de Tucuruí (FEM/CAMTUC).

Em especial a Fernanda Serrão, por todo o carinho, amizade, amor e principalmente o incentivo proporcionado a mim e seu apoio incondicional que me faz melhorar cada vez mais.

Ao grupo dos caveiras, constituído pelos meus amigos e parceiros que tive o privilégio de conhecer ao longo da graduação: Amaury Barros, Andrey Fanjas, Daniel de Almeida, Eryck “Crente” Santos, Gabriel “Castanhal” Oliveira, Mathaus Lucas, Lucas Rezende, Pedro Henrique, Siandro “Baiacu” Sena, Willian “Alicate” Rayol. Agradeço por todos os momentos de descontração, alegria, companheirismo, e por todas as horas que pude recorrer e compartilhar com vocês, muito obrigado!

Ao meu grande amigo Lucas Ferreira, por todos os anos de amizade.

Ao meu Pai, Ezequiel Ferreira e aos meus irmãos, Ezequiel Junior e Alicia Mafra, por toda a força e estímulo que me deram em todos os momentos.

A todos os colegas e professores do curso de Engenharia de Materiais, que contribuíram de certa forma para a realização deste trabalho, em especial, Lanna Hannah, Maria Luiza, Anderson Almeida, Rodolfo Lira, Mario Henrique, Alisson Rios, Verônica Scarpini.

Aos meus demais amigos e familiares, que acreditaram em mim e que de alguma forma contribuíram na minha vida.

RESUMO

Conforme o crescimento industrial evolui, trouxe consigo a geração de resíduos, que são potenciais problemas ambientais. O estudo das propriedades destes materiais, bem como o desenvolvimento de técnicas visando sua possível reutilização se tornam fundamentais para a preservação ambiental. Desta maneira, este trabalho busca confeccionar compósitos de matriz polimérica utilizando o resíduo industrial de cinza volante com as granulometrias de mesh 100, 200, 325, e 400, através do método de fabricação manual *hand lay up*, com proporções variando entre 0 %, 10 %, 20 % e 30 % em massa de resíduo. Utilizou-se resina poliéster isoftálica como fase matriz, com acelerador de cobalto na proporção de 1,5 % v/v e iniciador na proporção de 1 % v/v. A análise mineralógica do resíduo foi realizada pela técnica de difração de raios X (DRX), a análise morfológica e química foi realizada através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia dispersiva de energia (EDS). Posteriormente, a confecção dos materiais compósitos e elaboração dos corpos de prova, realizaram-se ensaios físicos seguindo as normas e diretrizes estabelecidos pela ASTM D 792, ASTM D 2734 e ASTM D 570 e os ensaios mecânicos de flexão e tração, pelas normas ASTM 790 e ASTM 3039, respectivamente, com a análise da superfície da fratura realizada com o auxílio de um Microscópio Eletrônico de Varredura. A taxa de propagação da chama foi obtida através do ensaio de flamabilidade horizontal, seguindo a norma ASTM D 635. As análises mineralógicas, morfológicas e químicas do resíduo industrial de cinza volante foram condizentes com a literatura. Averiguou-se que as propriedades físicas dos compósitos (absorção de água, porosidade aparente e massa específica) aumentaram com a inserção gradativa de cinza na matriz para todas as granulometrias. Através dos ensaios mecânicos, notou-se um aumento da resistência para os ensaios de flexão e tração em comparação a matriz plena, configurando o resíduo como carga de reforço, sendo exceção a composição de 30 % com granulometria de mesh 325 para o ensaio de flexão. Por meio da análise fractográfica, foi possível observar uma boa dispersão de resíduo na matriz para as proporções de 30 % mesh 100 e 200, bem como a presença de defeitos. Todos os materiais ensaiados apresentaram propriedades de resistência à chama, quando comparados com as diretrizes da norma utilizada para o ensaio de flamabilidade, com ênfase para a composição de 30 % com granulometria de mesh 400.

Palavras-chave: Matriz polimérica. Resina poliéster. Cinza volante. Materiais sustentáveis. Materiais sintéticos.

ABSTRACT

As industrial growth evolves, it has brought with it the generation of waste, which is a potential environmental problem. The study of the properties of these materials, as well as the development of techniques aimed at their possible reuse, is fundamental for environmental preservation. Thus, in this work, polymeric matrix composites were made using the fly ash industrial residue, with granulometries of 100, 200, 325, and 400 mesh. The manufacturing was performed through the manual manufacturing method hand lay up, with proportions varying between 0 %, 10 %, 20 % and 30 % in mass of waste. Isophthalic polyester resin was used as the matrix phase, with cobalt accelerator in the ratio of 1.5% v / v and initiator in the proportion of 1% v / v. Mineralogical analysis of the residue was performed using the X-Ray Diffraction technique (XRD), the morphology and chemical characterization was performed by Scanning Electron Microscope (SEM) and Energy Dispersive Spectroscopy (EDXS). After making the composite materials and preparing the specimens, physical tests were carried out following the norms and guidelines established by ASTM D 792, ASTM D 2734 e ASTM D 570 and the mechanical tests of flexion and traction, according to ASTM 790 and ASTM 3039, respectively, with the analysis of the fracture surface performed with the aid of a Scanning Electron Microscope. The flame propagation rate was obtained through the horizontal flammability test, following the ASTM D 635 standards. The mineralogical, morphological and chemical characterizations of the fly ash waste were consistent with the literature. It was found that the physical properties of the composites (water absorption, apparent porosity and bulk density) increased with the gradual insertion of ash in the matrix for all particle sizes. Through the mechanical tests, an increase in resistance was noted for both flexure and tensile tests compared to the matrix, configuring the residue as a reinforcement load, with the exception of the 30% composition with 325 mesh grain size for flexure. Through SEM analysis, it was possible to observe a good dispersion of residue in the matrix for the proportions of 30 % (100 and 200 mesh), as well as the presence of defects. All the tested materials exhibited excellent flame resistance properties, when compared to the guidelines of the standard used for the flammability test, with emphasis for the composition of 30 % with a 400 mesh grain size.

Keywords: Polymeric matrix. Polymeric resin. Fly ash. Sustainable materials. Synthetic materials.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Esquema de classificação para os vários tipos de compósitos.	18
Figura 2 - Síntese de um poliéster insaturado.	20
Figura 3 - Ilustração da copolimerização entre o poliéster isoftálico e estireno.	21
Figura 4 - Processo de cura da resina poliéster.	21
Figura 5 - Configuração de um compósito particulado.	22
Figura 6 - Processo de combustão do carvão em termoeletricas.	25
Figura 7 - Curva tensão-deformação esquemática para compósitos.	27
Figura 8 - Ensaio de flamabilidade horizontal.	28
Figura 9 - Materiais da esquerda para a direita: a) Resina Poliéster; b) iniciador; c) ativador, d) desmoldante.	29
Figura 10 - Resíduo de cinza volante: a) antes do beneficiamento, b) após o beneficiamento.	30
Figura 11 - a) Peneiras utilizadas; b) Agitador.	31
Figura 12 - Equipamentos utilizados: a) estufa; b) molde metálico; c) balança digital; d) balança analítica; e) prensa hidráulica.	32
Figura 13 - Fluxograma do processo.	33
Figura 14 - Equipamento MEV e EDS.	34
Figura 15 - Fluxograma de fabricação dos compósitos.	35
Figura 16 - Dimensões dos corpos de prova para os ensaios físicos.	36
Figura 17 - Dimensões dos corpos de prova para os ensaios mecânicos: a) flexão; b) tração.	36
Figura 18 - a) amostras para os ensaios físicos; b) balança analítica com o aparato instalado.	38
Figura 19 - Equipamento utilizado para o ensaio de flexão.	38
Figura 20 - Máquina universal de ensaio.	39
Figura 21 - Fraturas dos corpos de prova de tração.	40
Figura 22 - Propagação da chama durante o ensaio de flamabilidade: a) Início da queima; b) Durante a queima.	41
Figura 23 - Difratograma de raios X da cinza volante.	42
Figura 24 - Micrografia do resíduo de cinza volante.	43
Figura 25 - Análise química semiquantitativa do resíduo de cinza volante, determinado com	

sonda EDS: (a) ponto de análise e (b) espectrografia.....	44
Figura 26 - Compósito de cinza volante fabricado.....	45
Figura 27 - Comparativo entre a massa específica aparente, absorção de água e porosidade aparente dos compósitos com particulados de cinza volante.	47
Figura 28 - Comportamento de resistência a flexão dos compósitos.....	50
Figura 29 - Comparativo entre a tensão de resistência à flexão e a inserção de 10 % de CV na matriz, variando as granulometrias, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).....	51
Figura 30 - Comparativo entre a tensão de resistência à flexão e a inserção de 20 % de CV na matriz, variando as granulometrias, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).....	52
Figura 31 - Comparativo entre a tensão de resistência à flexão e a inserção de 30 % de CV na matriz, variando as granulometrias, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).....	53
Figura 32 - Comportamento de resistência a tração dos compósitos.	56
Figura 33 - Gráfico carga x alongamento linear para as composições com resíduo de cinza volante.	57
Figura 34 - Comparativo entre a tensão de resistência à tração e a inserção de 10 % de CV na matriz, variando as granulometrias, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).....	58
Figura 35 - Comparativo entre a tensão de resistência à tração e a inserção de 20 % de CV na matriz, variando as granulometrias, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).....	59
Figura 36 - Comparativo entre a tensão de resistência à tração e a inserção de 30 % de CV na matriz, variando as granulometrias, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).....	60
Figura 37 - Análise fractográfica dos compósitos com resíduo de cinza volante: a) 10 % mesh 100 e b) 30 % mesh 100.	61
Figura 38 - Análise fractográfica dos compósitos com resíduo de cinza volante: a) 10 % mesh 200 e b) 30 % mesh 200.	62

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Série Tyler de peneiras com aberturas em malhas em mm	30
Tabela 2 - Resultados para os ensaios físicos de todas as granulometrias	46
Tabela 3 - Dados obtidos a partir do ensaio de flexão para cada composição.	48
Tabela 4 - Comparativo dos dados de flexão obtidos com a literatura.....	53
Tabela 5 - Dados obtidos a partir do ensaio de tração para cada composição.	54
Tabela 6 - Comparativo dos dados de tração obtidos com a literatura.....	60
Tabela 7 - Resultados obtidos para o ensaio de flamabilidade horizontal.....	64
Tabela 8 - Comparação dos resultados obtidos com as normas.	65
Tabela 9 - Comparativo de taxa de queima entre diferentes materiais.....	66

LISTA SÍMBOLOS, SIGLAS E ABREVIATURAS

A	Área útil da seção transversal
AA	Absorção de água
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
ANOVA	Análise de Variância
CONTRAN	Conselho Nacional de Trânsito
CV	Cinzas volantes
DRX	Difração de Raios X
E	Módulo de elasticidade
EDS	Espectroscopia dispersiva de energia
F	Carga instantânea
HB	<i>Horizontal burning</i>
L	Comprimento útil
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MEA	Massa específica aparente
M_i	Massa imersa
M_u	Massa úmida
M_s	Massa seca
PA	Porosidade aparente
TRF	Tensão de resistência à flexão
TRT	Tensão de resistência à tração
TSD	Teste de Tuckey
UFPA	Universidade Federal do Pará
%	Porcentagem mássica de resíduo no compósito
#	Tamanho da abertura da malha (mesh)

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
1.1 Justificativa	15
1.2 Objetivos.....	15
1.2.1 Objetivo Geral	15
1.2.2 Objetivos Específicos	15
1.3 Composição do Trabalho	16
2 REVISÃO DA LITERATURA	17
2.1 Materiais Compósitos.....	17
2.1.1 Classificações de Materiais Compósitos	18
2.1.2 Compósitos Poliméricos	19
2.1.3 Resinas.....	19
2.1.3.1 Resina Poliéster Termofixa	20
2.2 Compósitos Reforçados por Partículas	22
2.2.1 Resíduos Sólidos Industriais.....	24
2.2.1.1 Cinza Volante	24
2.3 Propriedades dos Compósitos	26
3 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS.....	29
3.1 Materiais.....	29
3.1.1 Materiais Sintéticos	29
3.1.2 Cinza Volante	30
3.2 Procedimentos Experimentais	31
3.2.1 Caracterização Mineralógica da Cinza Volante	34
3.2.2 Caracterização Química e Morfológica da Cinza Volante	34
3.3 Processo de Fabricação dos Compósitos	35
3.3.1 Preparo dos Corpos de Prova para os Ensaios.....	36

3.4 Caracterização Física dos Compósitos	37
3.4.1 Análise das Propriedades Físicas (MEA, PA E AA) dos Compósitos	37
3.5 Caracterização Mecânica dos Compósitos	38
3.5.1 Ensaio de Resistência à Flexão	38
3.5.2 Ensaio de Resistência à Tração	39
3.5.2.1 Análise Fractográfica.....	40
3.6 Ensaio de Resistência a Chama	40
3.7 Análise Estatística.....	41
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	42
4.1 Caracterização da Cinza Volante.....	42
4.1.1 Difração de Raios X (DRX)	42
4.1.2 Caracterização Morfológica e Química da Cinza Volante	42
4.2 Viabilidade de Confeção.....	44
4.3 Caracterização Física dos Compósitos Fabricados	45
4.3.1 Análise das Propriedades Físicas (MEA, PA E AA) dos Compósitos	45
4.4 Caracterização Mecânica.....	48
4.4.1 Ensaio de Resistência à Flexão	48
4.4.2 Ensaio de Resistência à Tração	54
4.4.2.1 Análise Fractográfica.....	61
4.5 Ensaio de Resistência à Chamas	64
5 CONCLUSÃO.....	67
5.1 Sugestões para Trabalhos Futuros.....	68
REFERÊNCIAS	69

1 INTRODUÇÃO

Com a crescente conscientização a respeito da mudança de paradigma para processos cada vez mais ligados à sustentabilidade e preservação ambiental, pesquisas vêm sendo desenvolvidas buscando avaliar a viabilidade da utilização de resíduos como alternativa para substituição das fibras sintéticas convencionalmente utilizadas como reforço em materiais compósitos de matriz polimérica, procurando também obter novos materiais que apresentem boas resistências mecânicas e térmicas em conjunto a um menor custo de produção, quando comparado aos polímeros sintéticos (FERREIRA, 2017).

Um destes resíduos é a cinza volante, gerada a partir da queima do carvão mineral em termoelétricas. Sua produção no âmbito mundial excede 550 milhões de ton/ano, sendo no contexto nacional gerado mais de 1,7 milhões de ton/ano, estando 80 % relacionada a produção de cinza leve ou volante e 20 % de cinza pesada ou de fundo, sendo apenas 30 % desse total comercializado para a indústria cimenteira e o restante utilizado para recompor minas de carvão desativadas. Da maneira que é pressuposto um aumento de mais de 100 % do consumo de carvão para fins termoelétricos no Brasil, ao mesmo tempo não haverá um significativo crescimento por parte da indústria cimenteira para compensar esta elevação (ROCHA JUNIOR, 2011). Diante disso, vê-se necessário processos que busquem transformar a cinza em um material com valor agregado tornam-se necessários, visando diminuir sua presença no meio ambiente.

Os compósitos são materiais multifásicos que agregam as propriedades mecânicas dos materiais envolvidos na mistura, resultando em novos materiais com propriedades superiores. Os compósitos poliméricos com matriz termofixa são muito empregados devido a propriedades como baixo peso, boa resistência mecânica, estabilidade térmica e fácil manipulação, sendo interesse de muitos estudos em função destas vantagens e grandes aplicações no campo tecnológico (EL BANNA, 2017)

Dessa maneira, diante da alta geração de cinza volante, foram produzidos compósitos de matriz polimérica de poliéster com adição de cinza volante tendo como objetivo as caracterizações físicas, mecânicas e resistência à chama dos compósitos, com finalidade de averiguar a influência da granulometria nas propriedades dos compósitos fabricados.

1.1 Justificativa

Levando em consideração a alta quantidade de cinzas leves produzidas em âmbito mundial e nacional e seu potencial risco ambiental, justifica-se o trabalho pelo aproveitamento de cinzas volantes em materiais compósitos, contribuindo assim com a destinação adequada para o resíduo.

Do ponto de vista econômico, o trabalho justifica-se pelo custo de produção relativamente baixo, principalmente quando comparado ao uso de fibras sintéticas, além de desenvolver processos que possibilitam agregar valor à cinza volante.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo Geral

Obter compósitos de matrizes de poliéster isoftálico, carregado com cinzas volantes, nas faixas granulométricas abaixo de 100, 200, 325 e 400 mesh, e avaliar a influência desse nas propriedades físicas, mecânicas e resistência à chama.

1.2.2 Objetivos Específicos

– Avaliar as propriedades mineralógicas (DRX), químicas (EDS) e morfológicas (MEV) do resíduo industrial utilizado, visando compreender as fases cristalinas, a composição química e a morfologia do particulado de cinza e a influência destas características nos compósitos.

– Confeccionar compósitos de cinza volante com proporções em massa de resíduo em 0 %, 10 %, 20 % e 30 %, tendo como objetivo determinar o limite de saturação de cinza na matriz, de modo a se obter placas adequadas para as caracterizações dos compósitos.

– Analisar as características físicas (AA, MEA e PA) dos compósitos visando identificar a influência da cinza volante nas propriedades dos compósitos.

– Avaliar o comportamento mecânico (flexão e tração) dos materiais compósitos confeccionados, bem como a influência da fração mássica e granulometria do resíduo nos mesmos.

– Verificar, por meio de análise fractográfica os mecanismos de falha predominantes nos compósitos produzidos e correlacionando com as propriedades mecânicas dos compósitos.

– Realizar o ensaio de flamabilidade dos compósitos visando identificar a influência da cinza volante em relação a resistência à chama.

1.3 Composição do Trabalho

Na seção 1 é apresentada breve introdução a respeito do trabalho, justificativa e objetivos geral e específicos do trabalho.

A seção 2 contém o embasamento teórico para as atividades desenvolvidas envolvendo os materiais compósitos, realizado de acordo com a literatura, englobando os materiais utilizados no trabalho, o processo de fabricação e os princípios das técnicas empregadas nos processos de caracterização do material.

A seção 3 discorre a respeito dos materiais e métodos experimentais utilizados para o desenvolvimento do trabalho, sendo apresentados fluxogramas e esquemas detalhados dos processos.

Na seção 4 são expostos os resultados obtidos através da metodologia aplicada e do tratamento dos dados obtidos, sendo exibidos na forma de tabela e representações gráficas seguido de suas respectivas discussões.

A seção 5 apresenta as conclusões com um apanhado de tudo que foi discutido no decorrer do trabalho, correlacionando os objetivos inicialmente propostos com os resultados obtidos. Através dos resultados obtidos, a seção apresenta propostas para trabalhos futuros.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Materiais Compósitos

Materiais compósitos vêm sofrendo um constante crescimento, e inclui diversas aplicações como nas indústrias aeroespaciais, biomédicas, automobilística e na infraestrutura civil. Nestes e em vários outros setores, nota-se a necessidade de conceber produtos com estes novos materiais (BARBOSA, 2011).

De acordo com a norma ASTM D3878 (2020), materiais compósitos podem ser definidos como aqueles formados pela combinação de dois ou mais materiais, insolúveis entre si, em que a combinação desses materiais origina um material útil para a engenharia, o qual possui propriedades diferentes das encontradas nos constituintes separadamente.

Materiais com propriedades específicas e não usuais são necessários para uma série de aplicações de alta tecnologia, tais como aplicações na indústria aeroespacial, submarina, de bioengenharia e de transporte. De maneira geral, qualquer material multifásico que exiba uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases constituintes, de modo a se obter a melhor combinação de propriedades pode ser chamado de material compósito (CALLISTER, 2016).

Entretanto, há uma vasta diversidade de definições a respeito de materiais compósitos encontrada na literatura. Contudo, entre esta gama de definições, há uma certa concordância entre os autores no que se refere a importância da distinção entre as fases e a sinergia dos seus constituintes (MORAES, 2019).

Segundo Callister (2016), há um princípio de ação combinada onde melhores combinações de propriedades são obtidas por uma combinação adequada de duas ou mais fases distintas. Essas fases podem ser estipuladas como matriz, que apresenta qualidade contínua, envolvendo outra fase, frequentemente chamada de fase dispersa.

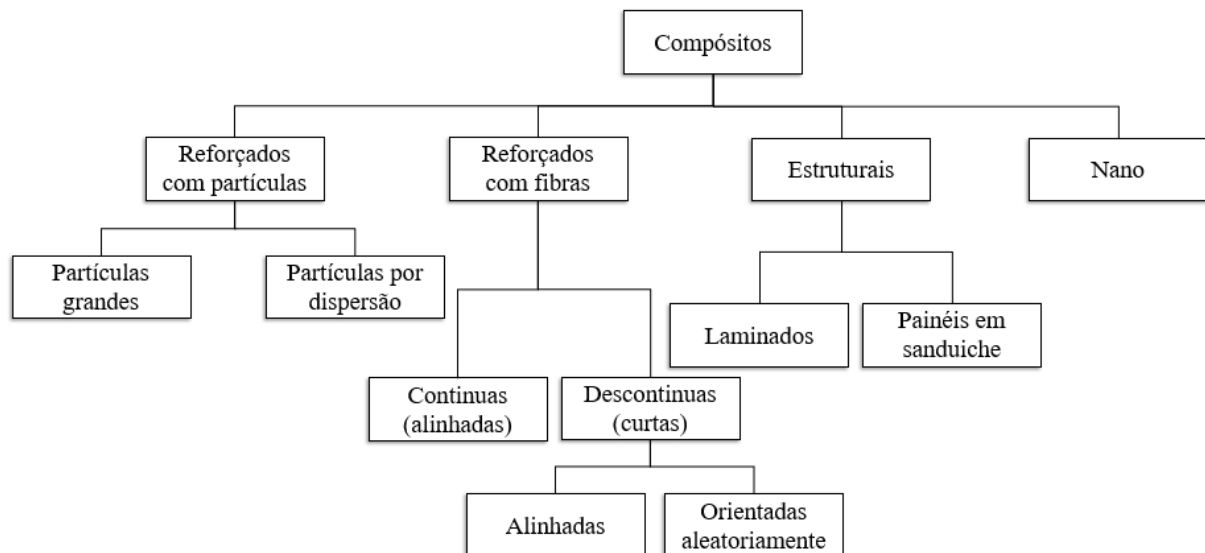
As propriedades dos compósitos são, portanto, funções das propriedades das fases constituintes, das suas quantidades relativas, e da geometria da fase dispersa, entendendo-se por geometria da fase dispersa, o formato, o tamanho, a distribuição e a orientação de suas partículas (MEDEIROS, 2006).

2.1.1 Classificações de Materiais Compósitos

Materiais compósitos, por serem versáteis, podem adquirir propriedades como rigidez, densidade, resistência mecânica, resistência à corrosão e bom desempenho térmico, dependendo da sua aplicação. Todas essas propriedades podem ser alcançadas mediante a combinação adequada dos diversos tipos de materiais e a regulação entre matriz e a fase dispersa (ASKELAND, 2015).

Segundo Callister (2016), a classificação de materiais compósitos apresenta quatro divisões principais: compósitos reforçados com partículas, compósitos reforçados com fibra, compósitos estruturais e nanocompósitos. A principal diferença entre esses grupos se dá na sua fase dispersa, para os reforçados com partículas, a sua fase é equiaxial; nos compósitos reforçados com fibras, ela apresenta a geometria de uma fibra. Os compósitos estruturais apresentam camadas múltiplas e para os nanocompósitos, as dimensões das partículas da fase dispersa são da ordem de nanômetros. A Figura 1 ilustra a classificação básica dos materiais compósitos em relação a fase dispersa.

Figura 1 - Esquema de classificação para os vários tipos de compósitos.



Fonte: Adaptado de Callister, 2016.

2.1.2 Compósitos Poliméricos

Compósitos poliméricos podem ser termoplásticos ou termofixos, sendo a sua principal diferença seu comportamento ao ser aquecido a elevadas temperaturas. Os termoplásticos são polímeros capazes de serem moldados várias vezes devido às suas características de se tornarem fluidos sob ação da temperatura e depois se solidificarem quando a temperatura diminui. Entretanto, os termorrígidos não possuem este comportamento, visto que, apresentam ligações cruzadas entre as suas cadeias macromoleculares (PAULA, 2011).

Compósitos poliméricos são materiais de moldagem estruturais constituídos por uma fase contínua (plástico) e reforçada por uma fase descontínua, sendo esta geralmente fibrosa, mas também podendo ser composta de partículas, que se agregam físico-quimicamente após um processo de polimerização. Na moldagem destas duas fases, ocorre um “endurecimento” polimérico através do processo de cura, unindo as duas fases e proporcionando propriedades especiais ao material final como leveza, flexibilidade, durabilidade, resistência e adaptabilidade (COSTA, 2016).

A escolha da matriz depende da aplicabilidade do compósito e das propriedades desejadas. Industrialmente, as matrizes termoplásticas são mais viáveis, devido a se obter um maior número de peças em um curto espaço, podendo ser recicladas, pois fundem e retornam ao seu estado anterior sem degradação do material (ALBINANTE, 2013).

Enquanto isso, matrizes termofixas são mais utilizadas para uso estrutural em materiais compósitos por apresentarem certas vantagens em relação as matrizes termoplásticas, como alta estabilidade térmica, elevada rigidez, alta estabilidade dimensional, boas propriedades de isolamento térmico e elétrico, resistência à fluência e à deformação sob carregamento. Esses materiais podem também ser misturados fisicamente com outros materiais em métodos de processamento bastante simples (SANTOS, 2006).

2.1.3 Resinas

Os polímeros de fase matriz, no caso as resinas poliméricas, tem como função principal para os materiais compósitos, além de dar forma ao produto final, servir como um meio de transferência de carga para os reforços e proteger o reforço da abrasão mútua, danos e meios de degradação (COSTA, 2016).

Diversos tipos de resinas, tanto termoplásticas quanto as termofixas, vem sendo utilizadas no desenvolvimento de materiais compósitos. Alguns exemplos são as resinas epóxis,

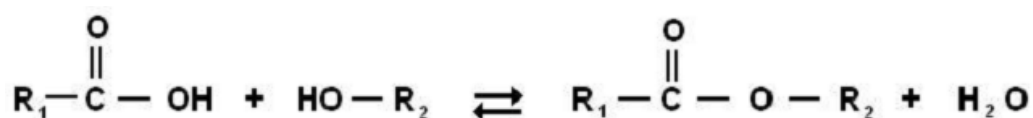
poliésteres, poliamidas, fenólicas, de poliuretano, silicone, vinil. Cada uma com características únicas de cor, propriedades térmicas, mecânicas e químicas (MORAES, 2019).

Segundo El Banna (2017), resinas termofixas são as mais empregadas no processamento de compósitos poliméricos devido ao seu fácil processamento, promovendo excelente molhabilidade dos reforços, além de apresentarem um bom balanço de propriedades somados a um custo relativamente baixo.

2.1.3.1 Resina Poliéster Termofixa

O poliéster está presente na classe de polímeros insaturados, através da reação de esterificação ocorre a formação dos poliésteres, na qual uma base orgânica (álcool) entrará em contato com ácidos, gerando éster e água como produto final (Figura 2), caso um ou ambos os constituintes possuam insaturação, o poliéster será insaturado. Devido à reação ocorrer nas duas extremidades da cadeia, é possível ter moléculas com cadeias muito longas, obtendo assim, uma infinidade de grupos ésteres ao longo desta cadeia (ABMACO, 2009).

Figura 2 - Síntese de um poliéster insaturado.

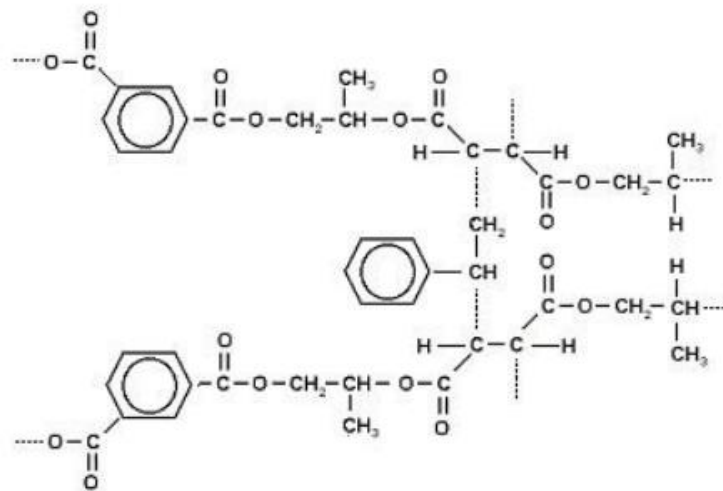


Fonte: Levy Neto e Pardini, 2006.

Após a etapa de condensação (na reação de esterificação), ocorre a formação de uma resina sólida à temperatura ambiente, sendo necessário após essa primeira etapa a sua diluição em monômeros apropriados que são adicionados à resina atuando como solventes, conferindo menor viscosidade e melhor processabilidade (El BANNA, 2017).

Os principais tipos de resina poliéster, podem ser classificadas também de acordo com sua estrutura, sendo essas isoftálica, tereftálica e ortoftálica. Para a resina de poliéster isoftálica, suas moléculas estão ligadas a molécula de estireno aos pontos reativos das insaturações, apresentando ligações cruzadas para a copolimerização poliéster estireno, como apresentado na Figura 3 (CANEVAROLO 2010; CUNHA, 2015).

Figura 3 - Ilustração da copolimerização entre o poliéster isoftálico e estireno.

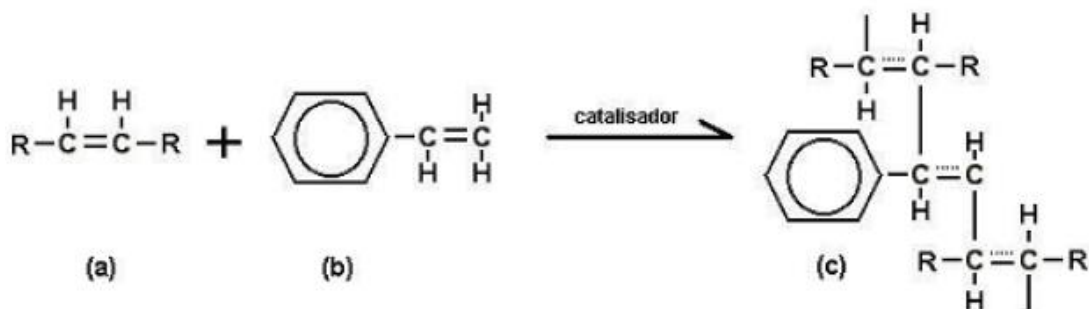


Fonte: Cunha, 2015.

A cura (ou polimerização) da resina pode ser realizada após a adição de produtos químicos apropriados denominados de iniciadores de reação, ou catalisadores, como são normalmente, porém incorretamente conhecidos, sendo o catalisador mais utilizado o peróxido de metil-etil-cetona (MEK-P), que irá promover um processo de poliadição através do rompimento de duplas ligações e formação de interligações, transformando o polímero do estado líquido para o sólido, irreversivelmente, devido as ligações entre as cadeias de polímeros. O iniciador pode ainda ser acelerado por outro composto, comumente chamado de ativador, sendo soluções de naftenato/octoato de cobalto (CoNap) ou dimetilnilina (DMA) (ABMACO, 2009; MORAES, 2019).

A Figura 4 ilustra esquematicamente a estrutura básica do processo de cura da resina poliéster.

Figura 4 - Processo de cura da resina poliéster.



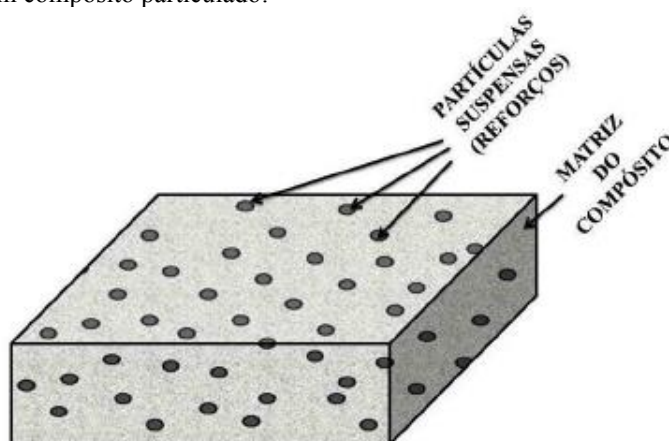
Fonte: Costa, 2016.

2.2 Compósitos Reforçados por Partículas

A junção de cargas em polímeros está sujeita a mudanças que possam vir a ocorrer em suas propriedades. Essas mudanças estão diretamente ligadas as propriedades das partículas, especialmente seu tamanho, sua forma e da dureza que as mesmas apresentam (FIRMINO *et al*, 2017).

Através da introdução de carga mineral no polímero, uma série de mudanças irão ocorrer as quais irão caracterizar o compósito formado, onde suas propriedades decorrerem diretamente do tipo de interação entre as fases do compósito. As propriedades mecânicas do compósito estão relacionadas às interações superficiais entre cada um de seus componentes e das interações entre as moléculas do polímero e os tipos de interações que estas moléculas estabelecem com a carga mineral (LIMA, 2006). A Figura 5 demonstra a estrutura de um compósito reforçado por partículas.

Figura 5 - Configuração de um compósito particulado.



Fonte: Costa, 2016.

As propriedades mecânicas dos materiais compósitos são influenciadas diretamente não só pelas propriedades mecânicas dos seus materiais constituintes, mas também por algumas características dos materiais particulados, como tamanho de partícula, formato da partícula, características de superfície e distribuição do tamanho de partícula. As interações entre as partículas da carga são um dos maiores problemas que surgem durante a fase de incorporação no polímero, pois a formação de agregados resulta em uma distribuição de carga não homogênea, resultando em problemas de processamento e propriedades inferiores para o compósito (LIMA, 2006).

Carvalho (2013), que estudou a influência de particulados de calcário, pedra sabão,

mármore e granito em compósitos poliméricos, observou uma diminuição da resistência à flexão dos compósitos com a presença de minerais de quartzo, devido ao mineral conferir maior dureza e menor flexibilidade ao compósito. Entretanto, compósitos com particulados de calcário sedimentar, por possuir calcita em sua estrutura, mineral que possui baixa dureza, resultou em uma maior resistência à flexão ao compósito.

Um estudo que tem como base analisar a resistência à flexão dos compósitos de matriz poliéster com incorporação de resíduos de minério de cobre nas proporções de 10 %, 20 %, 30 % e 40 %, observou que a medida em que se aumenta a fração do resíduo de cobre na matriz resulta em uma melhor distribuição dentro do compósito, melhorando a homogeneização e compactação, aumentando a resistência à flexão e módulo de elasticidade para os compósitos com maior fração mássica de resíduo (EL BANNA, 2017).

Dalpiaz (2006), estudou o efeito de cargas minerais em compósitos poliméricos com matriz de polipropileno, compósitos particulados estes que diferem entre si somente pela granulometria da carga mineral. O material de granulometria mais fina apresentou menor perda de resistência à tração do que os de granulometrias mais grosseiras, pois o material mais fino consegue diminuir a concentração de tensões e manter mais alta a resistência à tração.

Já Rohatgi *et al* (2009a) usou as cenosferas de cinzas volantes como material de preenchimento para a confecção de compósitos de poliéster e cinzas volantes. Os compósitos mostraram um aumento no módulo de elasticidade, com melhor resultado para 4.9 % em volume de cenosferas quando comparados com a matriz de poliéster pura, no entanto acima de 22 % em volume de cenosferas, ocorre uma perda de resistência mecânica no compósito. Assim com um aumento de mais de 110 % no módulo de elasticidade, o compósito estudado representa uma possibilidade de diminuição significativa no peso final nas estruturas confeccionadas devido à estrutura “oca” das cenosferas.

Em estudos realizados por Costa (2016), ao analisar a incorporação de resíduos de lama vermelha e caulim nas proporções de 10 %, 20 %, 30 %, 40 % e 50 %, observou que o incremento de uma maior fração mássica de resíduo no compósito resulta em uma melhora no retardo de chamas, consolidando a este estudo, Cunha (2015) observou que a adição de lama vermelha, em frações volumétricas acima de 25 %, em resina poliéster insaturada, além de contribuir no retardo de chama, propicia também a formação de carbono residual na etapa de degradação do polímero, na redução do calor durante a fase de pirólise, limita a liberação de gases inflamáveis, e contribui com a extinção da chama no processo de combustão.

2.2.1 Resíduos Sólidos Industriais

Embora não haja consenso sobre o significado do termo "resíduos sólidos", por se tratar de um termo de múltiplos significados em uma mensagem de múltiplas possibilidades de análise, segundo BRASIL (2012), os “resíduos industriais” podem ser definidos como aqueles gerados nos processos produtivos e instalações industriais. Dentre os resíduos industriais, na classificação, estão incluídos também materiais perigosos que precisam de tratamento especial devido ao seu alto potencial de impacto à saúde e ao meio ambiente.

Nos resíduos industriais estão contidos produtos químicos, metais e solventes químicos que ameaçam os ciclos naturais onde são despejados, sendo um dos maiores responsáveis pelas agressões ao ambiente. Com o aumento da geração de resíduos pelas indústrias, os resíduos sólidos industriais constituem uma ameaça permanente a saúde pública e ao meio ambiente, sendo um dos desafios enfrentado pelas industriais, o de compatibilizar o desenvolvimento tecnológico com o equilíbrio ambiental e a preservação de recursos naturais. Uma metodologia empregada para auxiliar na preservação ambiental é a reutilização ou reciclagem dos resíduos industriais, pois além de preservar o meio ambiente, proporciona uma economia dos recursos naturais, desde que condições de proteção à saúde humana sejam mantidas (SANTOS, 2007; LIMA, 2002).

2.2.1.1 Cinza Volante

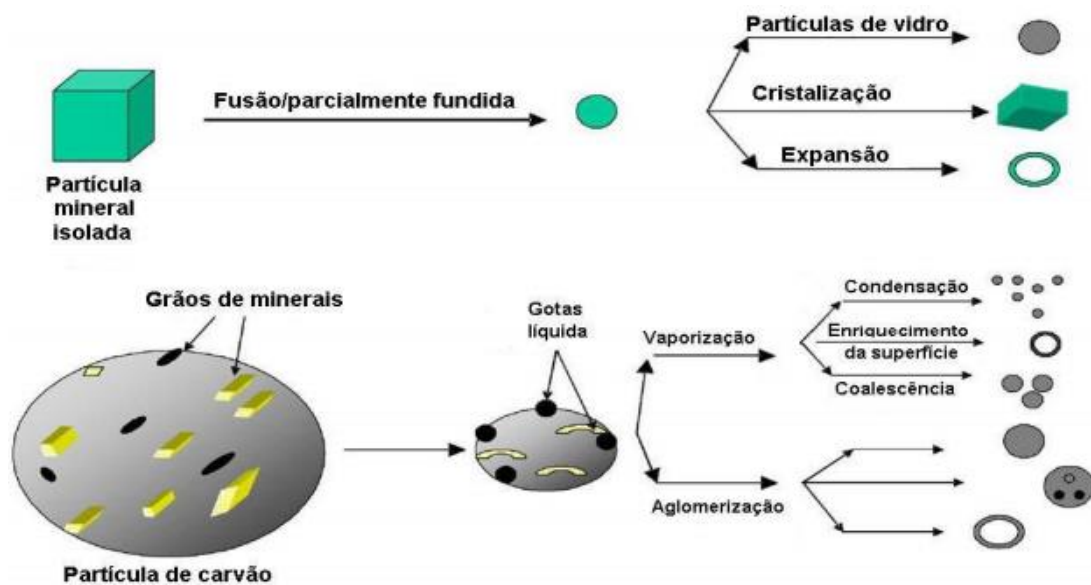
De acordo com a ASTM C618 (2019), cinza volante é um resíduo finamente dividido que resulta da combustão do carvão pulverizado, que é transportado pelos gases da combustão.

A formação das cinzas nas fornalhas termoelétricas está ligada a uma cadeia de mecanismos desencadeados pela combustão do carvão mineral: em temperaturas entre 1200 a 1600 °C, ocorre a fusão total ou parcial da matéria prima, resultando na formação das cinzas volantes, onde suas partículas são transportadas pelos gases de combustão das fornalhas das caldeiras até precipitadores eletrostáticos, sendo coletadas e conduzidas a silos de armazenamento (VARGAS, 2006).

Durante a combustão, a fração da matéria mineral disseminada na matriz (carvão) não perde quantidades consideráveis de massa através da vaporização. Contudo, com o seu consumo e a exposição à chama, importantes transformações se iniciam. Após o desprendimento dos voláteis e o consumo do carbono, há um recuo da superfície da partícula, expondo as inclusões minerais, devido as altas temperaturas (1300 – 1600 °C) fundem, formando gotículas pequenas

que quando aglomeradas, formam gotículas líquidas maiores, sendo estas responsáveis pela formação das partículas de cinza, que por sua vez podem aglomerar-se, resultando em partículas maiores ou sofrer expansão devido à formação de gases no seu interior. A Figura 6 demonstra a formação das cinzas através de uma cadeia de mecanismos desencadeados pela combustão do carvão (ROCHA JUNIOR, 2011).

Figura 6 - Processo de combustão do carvão em termoelétricas.



Fonte: Rocha Junior, 2011.

As partículas de cinzas possuem certa particularidade, a maior parte das partículas nelas presentes, ocorre como esfera sólida de vidro, porém, pode estar presente um pequeno número de esferas ocas, denominadas de cenosferas (completamente vazias) e plenosferas (preenchidas com microesferas), sendo constituídas predominantemente por fases vítreas, o que as caracterizam como materiais amorfos (COSTA, 2016).

Parâmetros como composição química, conteúdo de carbono, características microestruturais e morfológicas dos grãos de cinza volante, condicionados pelas características do carvão mineral utilizado além da combustão e sistema de coleta, influem no comportamento das cinzas como materiais pozolânicos (VARGAS, 2006).

A geração dessas cinzas, no contexto nacional, é em média de 1,7 milhões de ton/ano, estando 80 % relacionada a produção de cinza leve ou volante, onde menos de 30 % desse valor é reutilizado, sendo o restante utilizado para recompor minas de carvão desativadas ou depositados em bacias de rejeito. Diante disso, processos que transformem esta cinza em

material de alto valor agregado tornam-se necessários, a fim de diminuir a sua presença no meio ambiente (ROCHA JUNIOR, *et al*, 2012).

2.3 Propriedades dos Compósitos

Um material apresenta diferentes propriedades, entre as quais estão as físicas, mecânicas, ópticas, térmicas, entre outras, em função do tipo de estímulo que é capaz de provocar diferentes respostas. As propriedades físicas dos materiais são fatores importantes a serem levados em consideração para conhecer a sua adequada utilização com as exigências de uma dada aplicação. Estas propriedades físicas são dependentes da sua homogeneidade e das características isotrópicas do material, ou seja, apresenta igualdade nas três direções. Enquanto a anisotropia, está relacionada com a simetria da estrutura cristalina, onde o grau de anisotropia aumenta em função da diminuição desta simetria estrutural (ISAIA, 2017; CALLISTER, 2016).

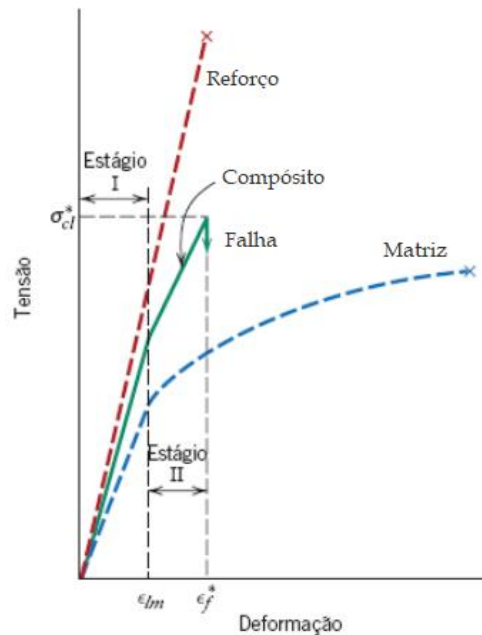
Enquanto isso, o comportamento mecânico de um material está ligado diretamente a relação entre sua resposta ou deformação a uma força aplicada, podendo esta ser uma força de tração, compressão ou de cisalhamento. Para um projeto, ter o conhecimento de propriedades mecânicas importantes como ductibilidade, rigidez, dureza e tenacidade, facilitam o desenvolvimento e implementação dos materiais (CALLISTER, 2016). Dentre da diversa gama de ensaios mecânicos que podem ser realizados nos materiais compósitos para determinação de suas propriedades, os ensaios mecânicos de tensão-deformação mais comuns são conduzidos por flexão e tração (MORAES, 2019)

Propriedades importantes para o controle de qualidade como: resistência a flexão, deformação sob flexão, módulo de elasticidade, entre outras, podem ser determinadas através do ensaio de flexão. De acordo com a norma ASTM D 790, esse método de teste é geralmente aplicado em materiais rígidos e semirrígidos. No entanto, a resistência à flexão não pode ser determinada para os materiais que não quebrem ou que não falhem na superfície externa da amostra. Esses métodos de teste utilizam um sistema de carregamento de três pontos, onde o dado obtido é usado para selecionar quais partes do material irão suportar peso sem flexionar.

O ensaio de tração é um ensaio destrutivo e pode ser empregado para caracterizar propriedades mecânicas dos materiais que são importantes para projetos. O ensaio tem como objetivo deformar uma amostra, geralmente até a sua fratura, através da aplicação de cargas de tração as quais são aumentadas gradativamente e é distribuída uniaxialmente ao longo do eixo do corpo de prova. O corpo de prova é preso por suas extremidades nas garras de fixação de uma máquina de ensaios, projetada para alongar o corpo de prova em uma taxa constante, ao

mesmo tempo em que mede contínua e simultaneamente a carga que está sendo aplicada e os alongamentos resultantes (CALLISTER, 2016). A Figura 7, demonstra curva tensão-deformação esquemática para um compósito.

Figura 7 - Curva tensão-deformação esquemática para compósitos.



Fonte: Adaptado de Callister, 2016.

A falha de materiais é quase sempre um evento indesejado, embora as causas das falhas e o comportamento dos materiais possam ser conhecidos, é difícil garantir a prevenção de falhas. Diante disso, é necessário ter conhecimento da seleção e do processamento de materiais para se antecipar e planejar levando em considerações possíveis falhas (CALLISTER, 2016).

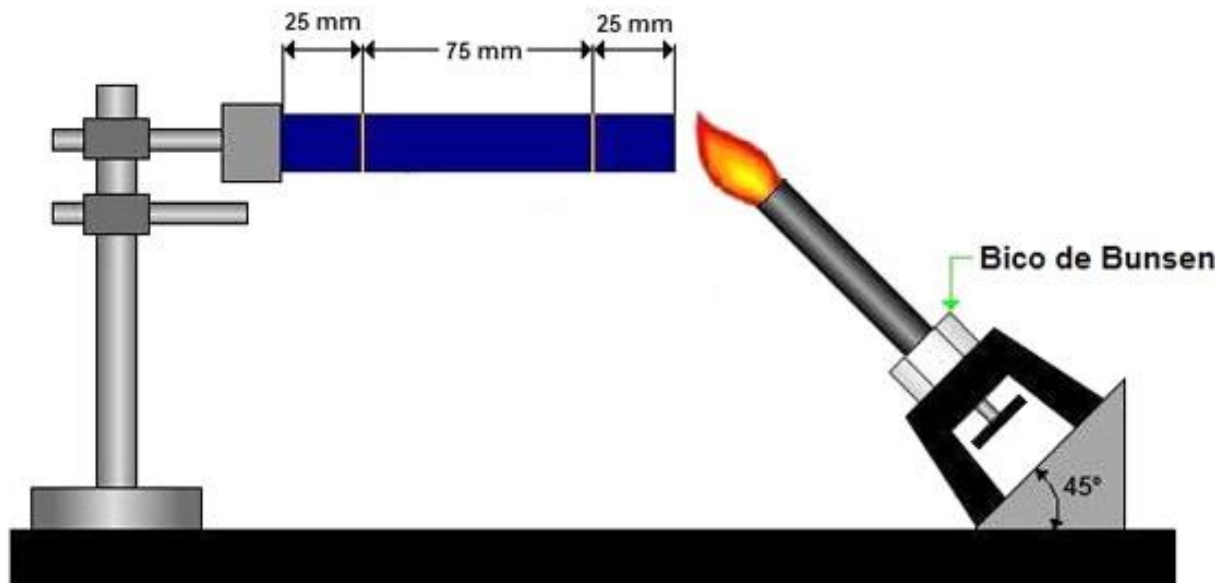
Existem diversas técnicas para o processo de análise de materiais após a falha, porém, uma das principais é a análise fractográfica através de Microscopia Eletrônica de Varredura. Segundo Costa (2016), a fractografia consiste em identificar aspectos fractográficos e estabelecer relações entre a presença ou ausência destes com a sequência de eventos da fratura, podendo determinar as condições e carregamento dos esforços no momento da falha, sendo um fator extremamente relevante para se tomar conhecimento dos eventos ocorridos durante o processo de fratura e identificar o estado de tensões atuantes no momento da falha.

Além das propriedades físicas e mecânicas, o comportamento dos materiais compósitos em resposta a chama deve ser levado em consideração. Compósitos poliméricos são inflamáveis, em diferentes graus, e comparados com metais, podem queimar com vigor, sendo

suscetíveis a danos causados pelo fogo devido à matriz polimérica ter baixa resistência a chamas. Entretanto, através da incorporação de cargas inorgânicas em materiais poliméricos, é possível se obter melhoras significativas em suas propriedades, inclusive na retardância a chamas. Propriedade importante quando os compósitos são utilizados em aplicações mais suscetíveis à ocorrência de incêndios, como por exemplo: cabines de aeronaves, carros de trens, navios, entre outros (RIBEIRO *et al*, 2013; BECKER *et al*, 2009).

Os testes de flamabilidade, em geral, são classificados em pequena escala e de grande escala. Para os testes em grande escala, procura-se aproximar o máximo possível das condições reais de trabalho através de simulações, o tornando difícil de se realizar em laboratórios devido ao custo elevado e longos períodos de tempo. Em contrapartida, testes feitos em pequenas escalas podem não simular incêndios, porém, ainda são úteis para se analisar o efeito de determinados parâmetros sobre o comportamento do material frente ao incêndio (SILVA, 2006). A Figura 8 demonstra um esquemático de um ensaio de flamabilidade em pequena escala.

Figura 8 - Ensaio de flamabilidade horizontal.



Fonte: Adaptado de Caetano, 2020.

3 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

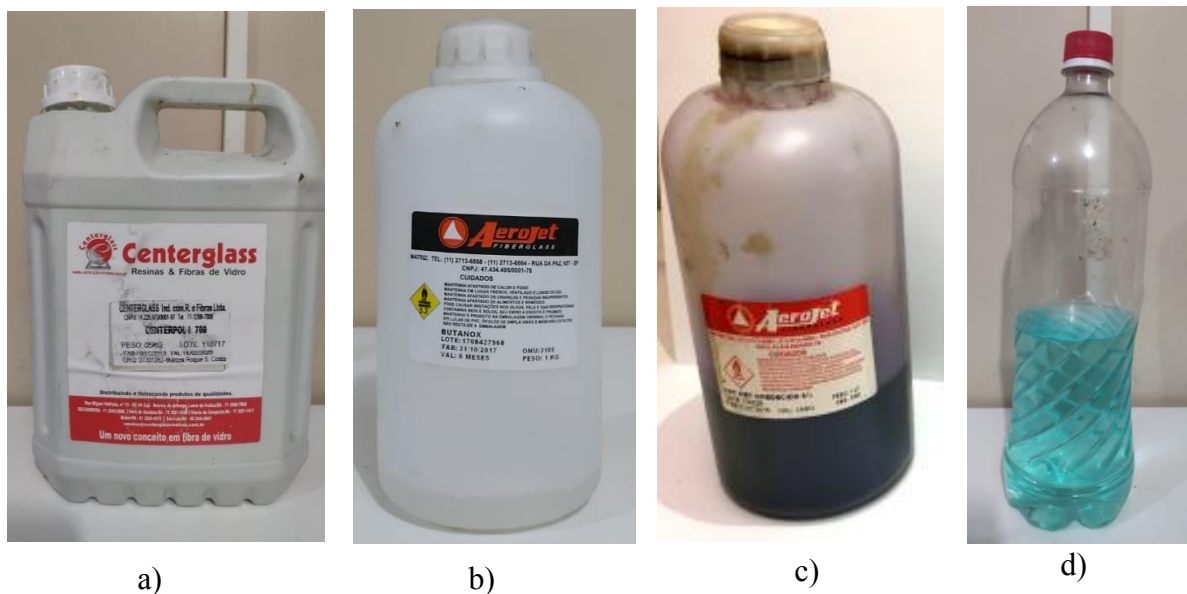
3.1 Materiais

Os materiais utilizados para a confecção dos compósitos foram: Cinza volante, resina poliéster isoftálica, iniciador BUTANOX M-50, ativador de cobalto e desmoldante.

3.1.1 Materiais Sintéticos

Para fabricação dos compósitos utilizou-se como matriz a resina poliéster isoftálica que possui massa específica de $1,157 \text{ g/cm}^3$, além de propriedades como: baixa viscosidade, boa resistência química e boa resistência mecânica. Foi utilizado neste trabalho como iniciador o produto comercial BUTANOX M-50 (Peróxido de metil etil cetona [MEK-P]). O ativador de cobalto utilizado na fabricação dos compósitos foi o produto comercial denominado CAT MET UMEDECIDO (Solução de Octoato de cobalto 1,5 %). A Figura 9 exibe todos os produtos comerciais, resina isoftálica, MEK- P, e CAT MET UMEDECIDO e desmoldante, provenientes das empresas Centerglass Industria e Comércio Resina e Fibras de Vidro Ltda e Aerojet Brasileira de Fiberglass Ltda.

Figura 9 - Materiais da esquerda para a direita: a) Resina Poliéster; b) iniciador; c) ativador, d) desmoldante.

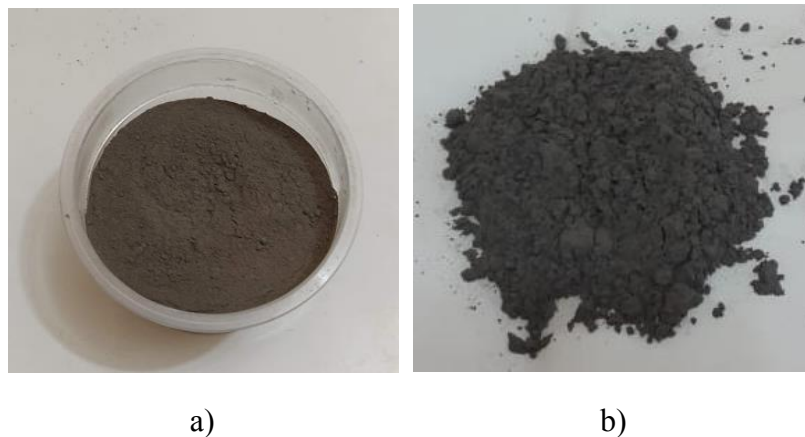


Fonte: Elaborado pelo autor.

3.1.2 Cinza Volante

A cinza volante (Figura 10), cedido pela Hydro Alunorte, passou por um beneficiamento prévio antes da sua utilização. O resíduo de cinza volante sofreu um peneiramento manual a seco, onde este procedimento se fundamenta na escolha das peneiras a serem utilizadas, para este trabalho foram utilizadas as peneiras de meshes (#) 100, 200, 325 e 400 da série Tyler (Tabela 1) com o intuito de analisar a influência do tamanho do particulado nas propriedades dos compósitos. Primeiramente, o resíduo foi submetido a secagem em estufa com temperatura de 105 °C por 24 h, evitando assim o efeito da umidade no peneiramento, visto que, amostras úmidas podem sofrer o processo de aglomeração, dificultando assim, o procedimento.

Figura 10 - Resíduo de cinza volante: a) antes do beneficiamento, b) após o beneficiamento.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 1- Série Tyler de peneiras com aberturas em malhas em mm

Série Tyler	Abertura (mm)
100	0,149
200	0,074
325	0,044
400	0,037

Fonte: Elaborado pelo autor.

Em seguida, iniciou-se o processo de peneiramento manual, peneirando de forma decrescente em abertura (malha), iniciando com a série Tyler de mesh 100 até 325. Onde após isso, para a série Tyler de mesh 400, o peneiramento foi realizado com auxílio de um agitador,

devido à dificuldade de se obter o passante em meshes mais elevados. No agitador, o resíduo foi adicionado em uma coluna de peneiras durante 20 minutos, onde após a operação remove-se as peneiras e armazena-se o passante. Em seguida, caso necessário, repete-se o procedimento. A Figura 11 demonstra as peneiras utilizadas e o agitador.

Figura 11 - a) Peneiras utilizadas; b) Agitador.



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.2 Procedimentos Experimentais

Todos os equipamentos utilizados neste trabalho foram disponibilizados pelo Laboratório de Engenharia Química (LEQ – UFPA) e pela Usina de Materiais (USIMAT).

Durante o processo de secagem da cinza volante, utilizou-se uma estufa da marca DE LEO — Equipamentos Laboratoriais, T 50 °C a 250 °C. A determinação das massas dos constituintes da fase matriz e fase dispersa, foi realizada com o auxílio de uma balança digital, ELETRONIC COMPACT SCALET, modelo SF-400 C, para os ensaios físicos, foi utilizada uma balança analítica da marca BIOSCALE, modelo FA-2204.

Para a confecção dos compósitos, foi utilizado um molde metálico com dimensões de (320 mm x 172,5 mm x 5 mm). A etapa de prensagem foi realizada com o auxílio de uma prensa hidráulica da marca MARCON, modelo MPH-15, que possui capacidade de 15 toneladas, enquanto para a confecção dos materiais compósitos, utilizou-se um molde metálico de aço inoxidável. Todos os equipamentos citados podem ser observados na Figura 12.

Figura 12 - Equipamentos utilizados: a) estufa; b) molde metálico; c) balança digital; d) balança analítica; e) prensa hidráulica.



a)

b)



c)



d)

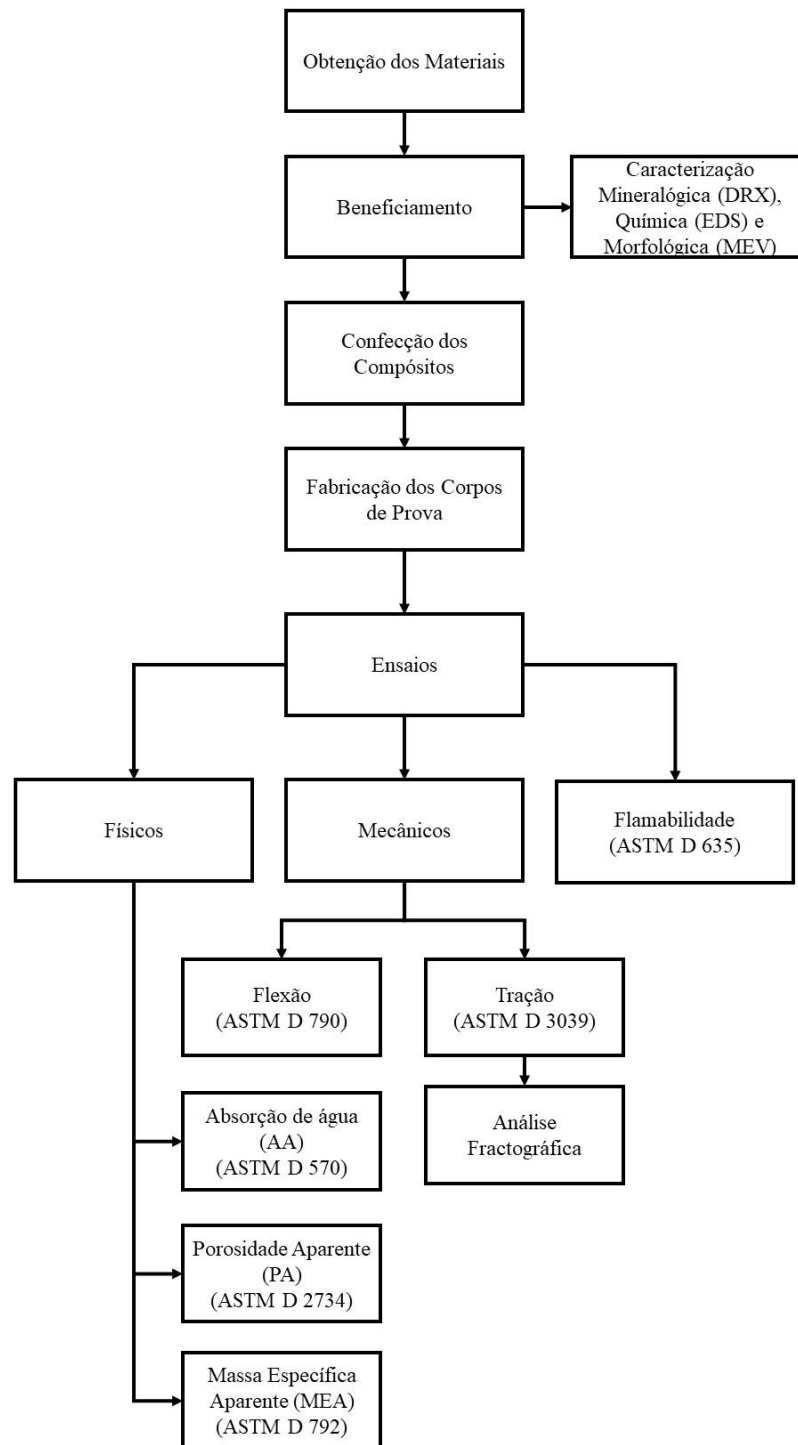


e)

Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 13 apresenta o fluxograma geral do processo de fabricação e caracterização dos compósitos, desde a obtenção dos materiais até os ensaios realizados para a obtenção dos resultados.

Figura 13 - Fluxograma do processo.



Fonte: Elaborado pelo autor.

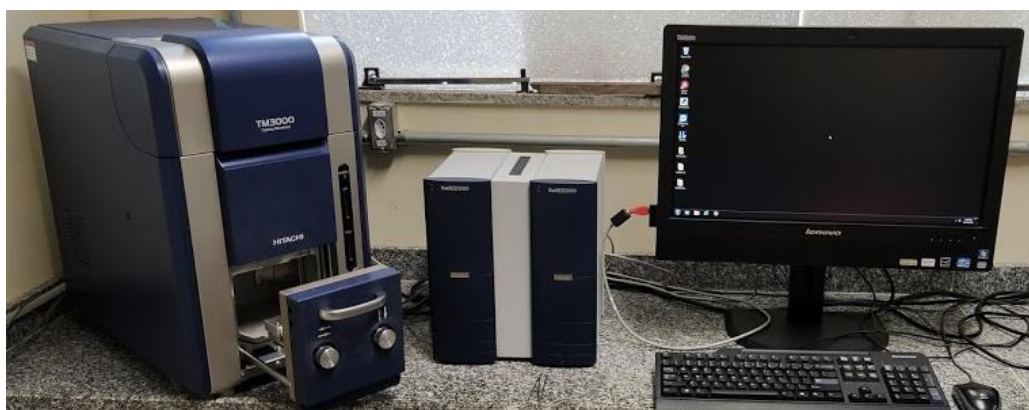
3.2.1 Caracterização Mineralógica da Cinza Volante

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

3.2.2 Caracterização Química e Morfológica da Cinza Volante

A caracterização morfológica do resíduo foi realizada através de um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) de bancada da marca HITACHI, modelo TM3000 e, a microanálise dos principais elementos químicos foi realizada por espectroscopia de energia dispersiva (EDS), do modelo SwiftED3000, o qual foi acoplado ao MEV, buscando identificar quais elementos químicos encontram-se em determinados pontos da amostra. A Figura 14 apresenta o Microscópio Eletrônico de Varredura e o espectrômetro de energia dispersiva.

Figura 14 - Equipamento MEV e EDS.



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.3 Processo de Fabricação dos Compósitos

Após o beneficiamento da cinza volante, iniciou-se o processo fabricação dos compósitos seguindo o método manual *hand lay up* para confecção de placas. Os materiais compósitos foram fabricados na Usina de Materiais do Laboratório de Engenharia Química, estabeleceram-se composições variando em proporções de 0 %, 10 %, 20 % e 30 % em massa.

Em seguida, aplicou-se desmoldante no molde metálico com dimensões de (320 mm x 172,5 mm x 5 mm), para evitar o contato direto com o compósito e facilitar a sua retirada após o processo de prensagem. Paralelamente, iniciou-se o preparo da mistura seguindo a ordem de preparo: resina, ativador (1,5 % v/v), resíduo industrial e iniciador (1 % v/v), sendo estes misturados até serem homogeneizados, em seguida, vazou-se a mistura no molde metálico de maneira uniforme, esperou-se atingir o ponto de gel, em torno de 4 a 7 min (variando conforme as proporções). O molde foi então conduzido para uma prensa hidráulica, sendo submetido a uma carga fixa de 25 kN por um período de 20 minutos, passado esse período, o compósito é retirado do molde e armazenado por 24 horas para a finalização do processo de cura. Um fluxograma geral do processo de fabricação dos compósitos pode ser observado na Figura 15.

Os parâmetros utilizados para a fabricação dos compósitos de cinza volante foram baseados em estudos realizados por Costa (2016) e El Banna (2017).

Figura 15 - Fluxograma de fabricação dos compósitos.



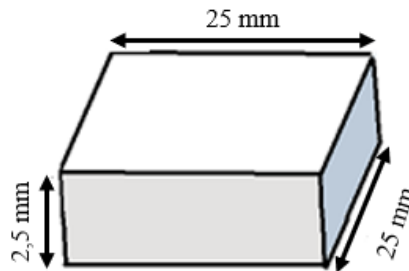
Fonte: Elaborado pelo autor.

3.3.1 Preparo dos Corpos de Prova para os Ensaio

Após a finalização do processo de cura, iniciou-se a elaboração dos corpos de prova com o auxílio de uma máquina de corte EINHELL, modelo BT-TC-9005, seguido de um acabamento, onde foi utilizada uma mini retífica da marca Dremell.

Os corpos de prova para as análises físicas de Massa Específica Aparente (MEA), Porosidade Aparente (PA) e Absorção de Água (AA) foram confeccionados conforme a norma ASTM D 792, ASTM D 2734 e ASTM D 570, respectivamente, com dimensões de 2,5 x 25 x 25 mm, conforme demonstrado na Figura 16

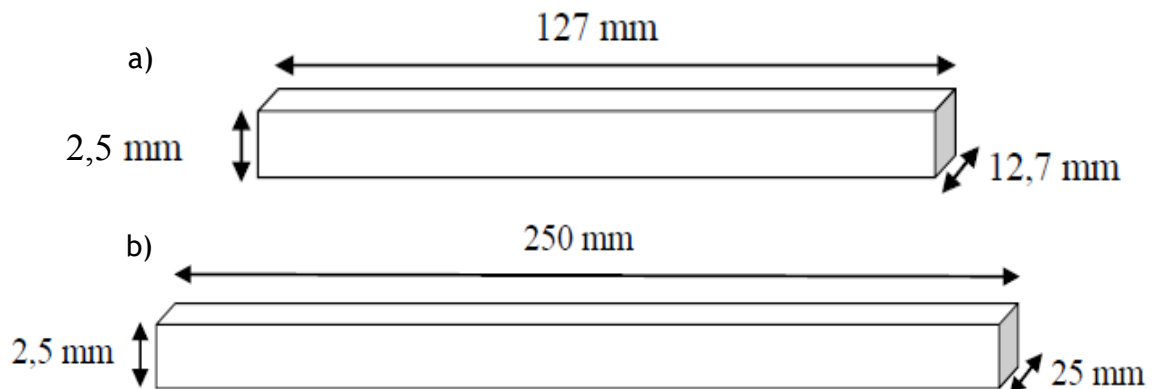
Figura 16 - Dimensões dos corpos de prova para os ensaios físicos.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Para os ensaios mecânicos de flexão e tração, os corpos de prova seguiram as normas ASTM D 790 e ASTM D 3039, respectivamente. As dimensões dos corpos de prova para os ensaios mecânicos podem ser observadas nas Figura 17.

Figura 17 - Dimensões dos corpos de prova para os ensaios mecânicos: a) flexão; b) tração.



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.4 Caracterização Física dos Compósitos

3.4.1 Análise das Propriedades Físicas (MEA, PA E AA) dos Compósitos

Para a análise das características físicas dos compósitos, foram preparadas cinco amostras para cada composição. Os ensaios físicos de Massa Específica Aparente (MEA), Porosidade Aparente (PA) e Absorção de Água (AA) foram avaliados seguindo as normas e diretrizes estabelecidos pelas normas ASTM D 792, ASTM D 2734 e ASTM D 570, respectivamente.

A massa específica aparente foi determinada pela Equação 1:

$$MEA \left(\frac{g}{cm^3} \right) = \frac{Ms}{Mu - Mi} \times \rho_{H_2O} \quad (1)$$

A absorção de água foi determinada pela Equação 2:

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

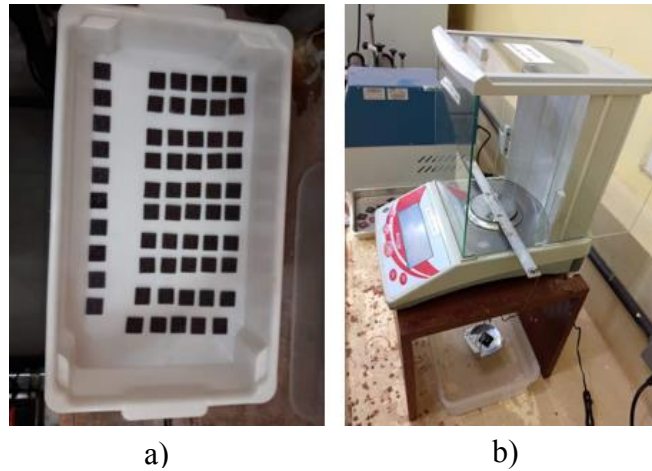
A porosidade aparente foi determinada pela Equação 3:

$$PA (\%) = \frac{Mu - Ms}{Mu - Mi} \times 100 \quad (3)$$

Onde Ms é a massa seca em gramas, Mu é a massa úmida em gramas, Mi é a massa imersa em gramas e ρ é a massa específica da água em g/cm³.

As amostras foram secas a 105 °C por 24 h para se obter a massa seca, em seguida, as amostras foram imersas em água destilada pelo mesmo período para a verificação da massa úmida e posteriormente, com o auxílio de um aparato acoplado na balança analítica, foi obtida a massa úmida. A Figura 18 demonstra as amostras e a balança analítica com o aparato.

Figura 18 - a) amostras para os ensaios físicos; b) balança analítica com o aparato instalado.



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.5 Caracterização Mecânica dos Compósitos

3.5.1 Ensaio de Resistência à Flexão

O ensaio de flexão foi realizado com o auxílio de uma máquina da marca EMIC, modelo DL 500, com célula de carga de 5 kN. O deslocamento do cabeçote foi configurado com velocidade de 2 mm/min, parâmetro estabelecido de acordo com a norma ASTM D 790. O equipamento utilizado para o ensaio pode ser visualizado na Figura 19.

Figura 19 - Equipamento utilizado para o ensaio de flexão.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A tensão de resistência a flexão (TRF) é calculada pode ser calculada pela Equação 4:

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

Sendo P a carga no instante da ruptura em Newtons, L é a distância em milímetros entre os apoios do corpo de prova em milímetros, enquanto b e h são, respectivamente, a largura e altura do corpo de prova, ambos em milímetros.

3.5.2 Ensaio de Resistência à Tração

O equipamento utilizado para o ensaio de tração foi uma máquina modelo KE 2000 MP da marca KRATOS (Figura 20), configurada com célula de carga de 5000 N a uma velocidade de 2 mm/min, seguindo os parâmetros estabelecidos pela norma ASTM D 3039.

Figura 20 - Máquina universal de ensaio.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A tensão de resistência à tração (TRT), medida em MPa, pode ser determinada pela relação entre carga aplicada no corpo de prova com sua área útil, como demonstrado na Equação 5.

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

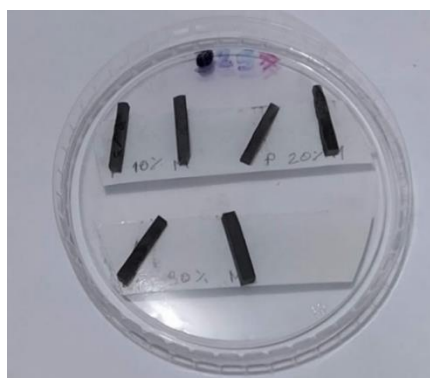
Sendo F a carga aplicada em Newtons, A é área útil da seção transversal do corpo de prova, em milímetros quadrados. O módulo de elasticidade (E) em MPa pode, ainda, ser calculado utilizando-se a Equação 6, onde TRT é a tensão de resistência à tração e ε é a deformação do corpo de prova.

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

3.5.2.1 Análise Fractográfica

As micrografias foram realizadas no Laboratório de Caracterização de Materiais (MATCAM) da Universidade Federal do Pará. Para a análise fractográfica, primeiramente foi isolada a fratura do corpo de prova de tração. Em seguida, com o auxílio do equipamento de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), da marca HITACHI, modelo TM 3000, as imagens foram capturadas através de feixes de elétrons retro espalhados, de um filamento de tungstênio com voltagem de 5 kV. A Figura 21 demonstra as fraturas isoladas dos corpos de prova que foram utilizadas para a análise.

Figura 21 - Fraturas dos corpos de prova de tração.



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.6 Ensaio de Resistência a Chama

O ensaio de flamabilidade foi realizado na Usina de Materiais do Laboratório de Engenharia Química, o equipamento utilizado foi um aparato para o acoplamento e sustento do corpo de prova, sendo este com as mesmas dimensões dos corpos de flexão, juntamente a um

bico de Bunsen. O ensaio seguiu os parâmetros e diretrizes da norma ASTM D 635, onde a taxa de propagação da chama foi calculada através do tempo de queima em relação ao comprimento útil do corpo de prova, como demonstrado na Equação 7.

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

Onde L é o comprimento útil do corpo de prova em milímetros e t é o tempo, em segundos, para a chama percorrer o comprimento útil. A Figura 22 demonstra o ensaio de flamabilidade horizontal.

Figura 22 - Propagação da chama durante o ensaio de flamabilidade: a) Início da queima; b) Durante a queima.



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.7 Análise Estatística

Os resultados obtidos para os ensaios mecânicos de tração e flexão foram submetidos à análise de variância (ANOVA) de dois fatores através do software *Past 3.2* com confiança de 95 %, onde, para os resultados estatisticamente significativos ($p\text{-Valor} > 0,05$) a hipótese nula (H_0) foi rejeitada. Dessa forma, é possível analisar a significância estatística do efeito da inserção do resíduo na variável dependente.

Enquanto para os resultados que atendam a condição para a rejeição da H_0 , na qual ao menos um dos níveis seja estatisticamente diferente dos demais, foi empregado o teste de Tukey (TSD) para comparação entre as médias

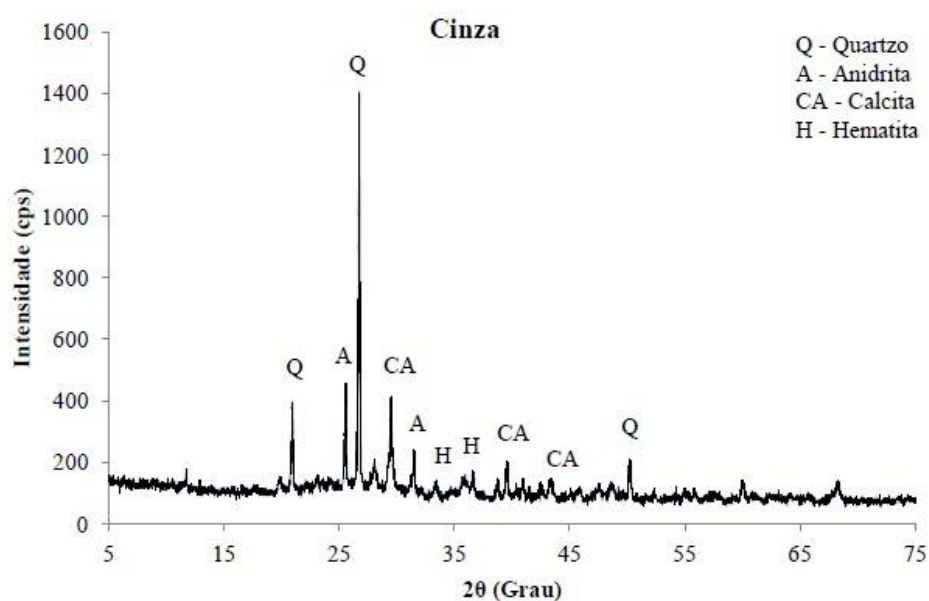
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização da Cinza Volante

4.1.1 Difração de Raios X (DRX)

A Figura 23 demonstra o difratograma de raios x para a cinza volante.

Figura 23 - Difratograma de raios X da cinza volante.



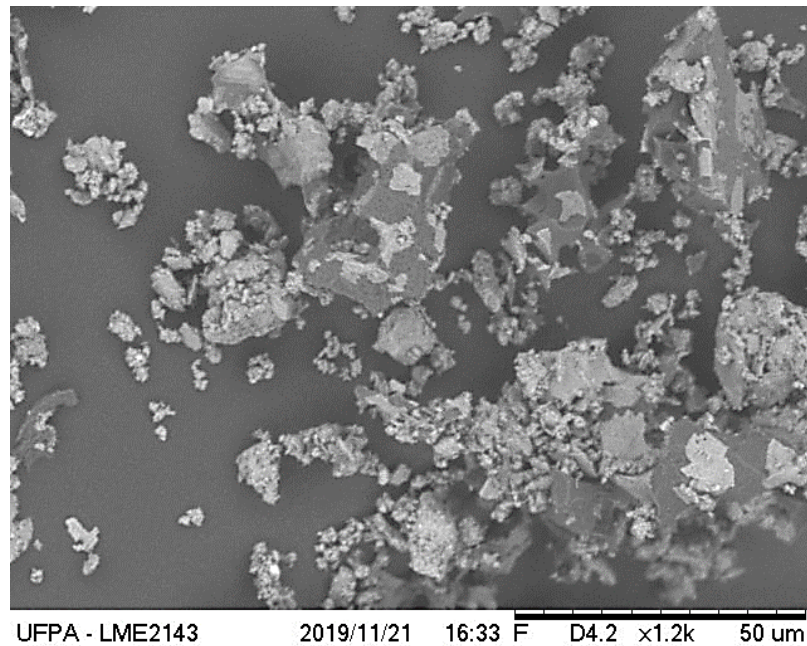
Fonte: Elaborado pelo autor.

Através da análise da Figura 23, referente a cinza volante, nota-se que a difração de raios X apresenta picos característicos do mineral quartzo (Q) onde se encontram a aproximadamente 27° (3,3 Å), 21° (4,3 Å) e 50° (2,0 Å). Apresenta também características do mineral anidrita (A) em aproximadamente 26° (3,5 Å) e 32° (2,9 Å), e os picos por volta de 30° (3,1 Å), 40° (2,4 Å) e 43° (2,2 Å) indicam a presença do mineral calcita (CA), além do mais, os picos em torno de 33° (2,8 Å) e 38° (2,5 Å) apontam o mineral de hematita (H). Os resultados estão de acordo com trabalhos semelhantes realizados por Costa (2016) e Siqueira (2011).

4.1.2 Caracterização Morfológica e Química da Cinza Volante

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) mostra a característica morfológica do resíduo da cinza volante utilizado, representado pela Figura 24.

Figura 24 - Micrografia do resíduo de cinza volante.

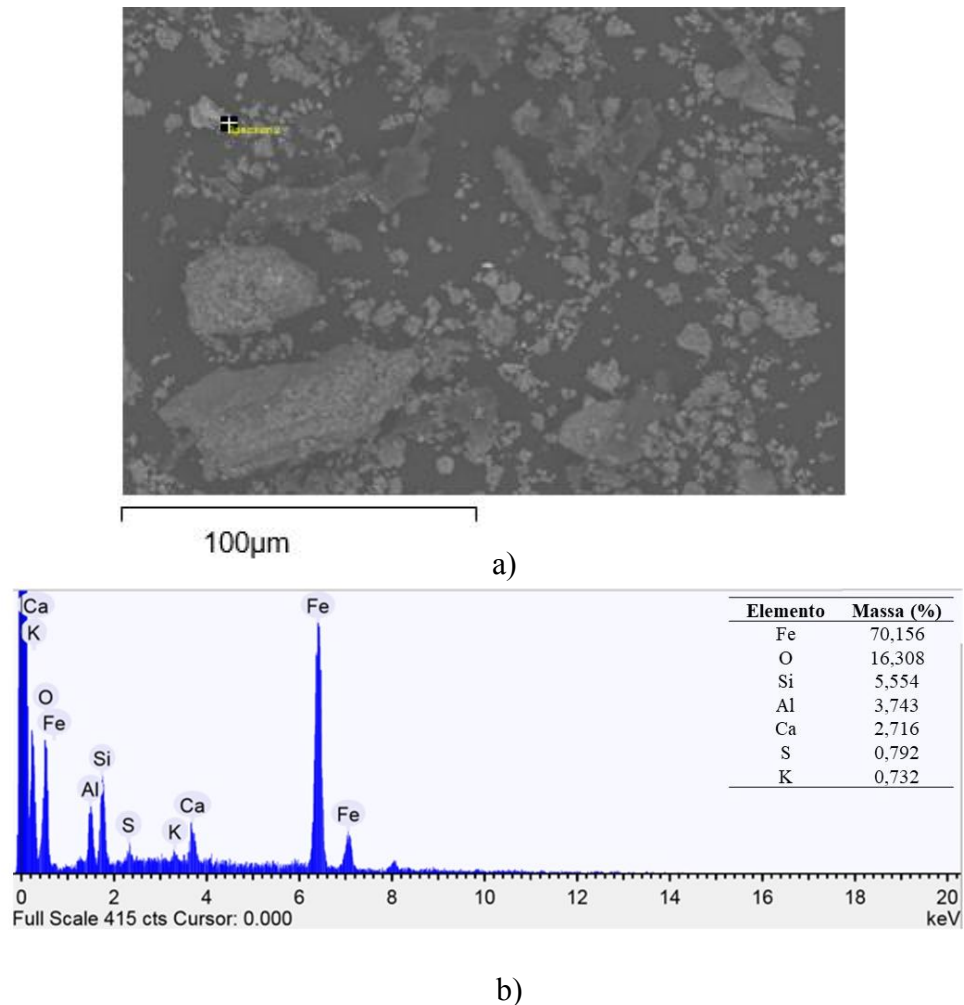


Fonte: Elaborado pelo autor.

É possível notar a presença de aglomerados e agregados dispersos ao longo do porta amostra, entretanto, observa-se também a presença de partículas semelhantes a cinza volante, partículas estas que podem ser esferas ocas ou podem conter partículas de menor dimensão no seu interior. A análise morfológica da cinza está condizente com estudos realizados por Azevedo *et al* (2017). Ademais, pode ser observado estruturas semelhantes a carbono residual, provenientes da calcita citada anteriormente no DRX, esse resultado encontra-se em concordância com estudos realizados por Rocha Junior *et al* (2012).

Na espectroscopia de energia dispersiva (EDS) determina-se a composição química elementar dos pontos determinados do resíduo de cinza volante utilizado na confecção dos compósitos deste trabalho. A Figura 25, apresenta a micrografia por EDS do resíduo e a sua espectroscopia.

Figura 25 - Análise química semiquantitativa do resíduo de cinza volante, determinado com sonda EDS: (a) ponto de análise e (b) espectrografia.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Verificou-se que os elementos presentes são característicos da constituição de argilominerais tais como ferro (Fe), oxigênio (O), potássio (K), silício (Si), Alumínio (Al) e cálcio (Ca). O enxofre (S) está intimamente ligado ao processo de dessulfuração interna aplicado durante a queima do carvão mineral. Os resultados mostram que os elementos presentes estão de acordo com estudos previamente realizados por Vargas (2007).

4.2 Viabilidade de Confeção

Através das composições estabelecidas, abrangendo as proporções de 0 %, 10 %, 20 % e 30 % de massa de resíduo, foi possível constatar a viabilidade de confecção de compósitos através do método manual *hand lay up*. A Figura 26 exhibe o compósito obtido após o processo total de cura, sendo possível observar uma boa homogeneidade no formato da placa e na

distribuição de resíduo, bem como ausência de defeitos, tais como trincas e outras deformidades que inviabilizariam sua aplicação.

Figura 26 - Compósito de cinza volante fabricado.



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3 Caracterização Física dos Compósitos Fabricados

4.3.1 Análise das Propriedades Físicas (MEA, PA E AA) dos Compósitos

A caracterização física dos compósitos seguiu as normas e diretrizes estabelecidas e anteriormente citadas no tópico 3.4. A Tabela 2 demonstra os resultados de massa específica aparente, porosidade aparente e absorção de água obtidos para os compósitos poliméricos.

Tabela 2 - Resultados para os ensaios físicos de todas as granulometrias

Cinza volante	AA (%)	PA (%)	MEA (g/cm³)
Matriz Plena	1,3796 ± 0,2280	1,6803 ± 0,2734	1,2180 ± 0,0040
CV 10 % Mesh 100	0,6453 ± 0,2068	0,8295 ± 0,2650	1,2858 ± 0,0034
CV 20 % Mesh 100	0,7063 ± 0,2331	0,9560 ± 0,3120	1,3548 ± 0,0051
CV 30 % Mesh 100	0,7951 ± 0,1257	1,1348 ± 0,1759	1,4278 ± 0,0044
CV 10 % Mesh 200	0,6350 ± 0,1678	0,8128 ± 0,2132	1,2806 ± 0,0026
CV 20 % Mesh 200	0,8544 ± 0,0946	1,1538 ± 0,1263	1,3506 ± 0,0017
CV 30 % Mesh 200	0,9435 ± 0,0675	1,2340 ± 0,0900	1,3521 ± 0,0028
CV 10 % Mesh 325	1,0407 ± 0,2261	1,3088 ± 0,2829	1,2609 ± 0,0072
CV 20 % Mesh 325	1,0717 ± 0,2182	1,4126 ± 0,2836	1,3187 ± 0,0046
CV 30 % Mesh 325	1,1006 ± 0,0046	1,4588 ± 0,2931	1,4024 ± 0,0050
CV 10 % Mesh 400	0,9786 ± 0,1710	1,2410 ± 0,2157	1,2683 ± 0,0019
CV 20 % Mesh 400	0,9755 ± 0,1549	1,3187 ± 0,2053	1,3403 ± 0,0035
CV 30 % Mesh 400	0,9741 ± 0,1579	1,3863 ± 0,2177	1,4240 ± 0,0068

Fonte: Elaborado pelo autor.

Analisa-se na Tabela 2, que todos os valores de absorção de água e porosidade aparente, foram inferiores aos resultados obtidos para a matriz plena. Esse resultado pode ser explicado pelo tamanho da partícula do resíduo, onde, de acordo com Rocha Junior (2012), o diâmetro médio de partículas de cinza está entre 0,5 µm e 100 µm, podendo ter contribuído para o preenchimento de vazios, e conseqüentemente a diminuição dos índices de porosidade aparente e absorção de água.

Também é possível observar na Tabela 2, entre os compósitos com cinza volante, o aumento da absorção de água conforme ocorre a adição de resíduo na matriz, onde os valores das proporções de 30 % são superiores que os valores das proporções de 10 %. Conforme Fang *et al* (2013), a absorção de água em compósitos pode ocorrer de diversas maneiras, sendo uma delas através da presença de poros e através da interface entre as fases, ou seja, através da difusão das moléculas de água dentro das micro lacunas do sistema reforço/matriz, diante disso, o aumento de resíduo de cinza volante na matriz pode ter auxiliado na formação desses espaços vazios, resultando assim em um aumento na absorção de água.

Porém, dentre as granulometrias analisadas, a faixa de 325 mesh obteve os maiores

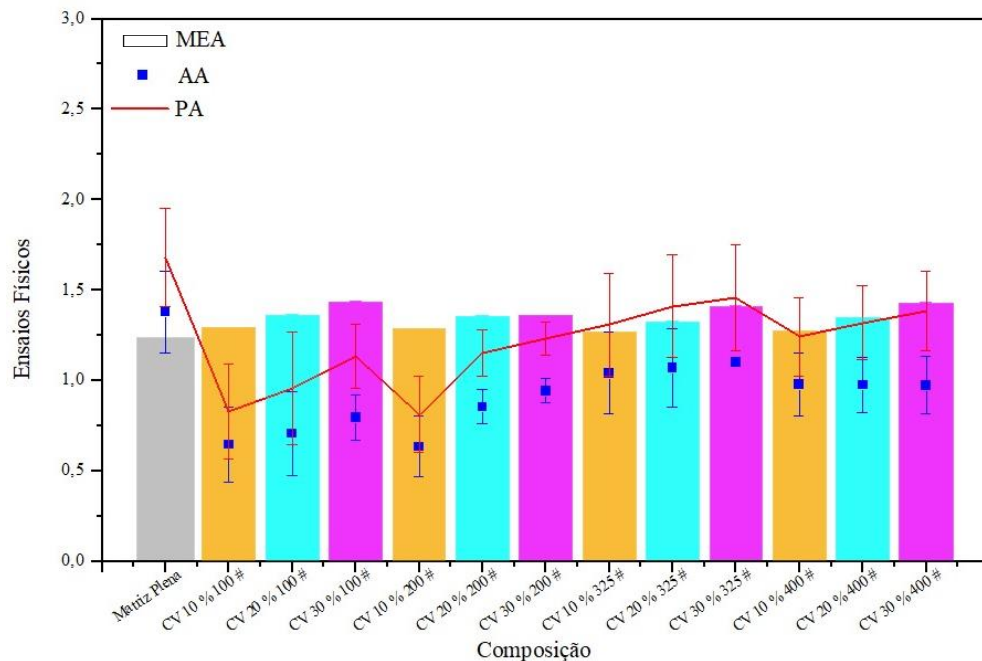
resultados para a porosidade aparente, o que poderá acarretar em um maior número de defeitos, prejudicando sua resposta a esforços mecânicos, principalmente quando comparada com as outras granulometrias. Este aumento na porosidade, pode ser explicado através do método de fabricação utilizado na confecção dos materiais compósitos *-hand lay up-* onde por ser um método manual, há uma maior probabilidade de defeitos como trincas, poros e vazios, devido a simplicidade do processo.

Compósitos particulados seguem a regra da mistura, onde, segundo Callister (2016), cada fase constituinte do compósito contribui diretamente nas propriedades efetivas do material, sendo esta contribuição dependente apenas da fração volumétrica dos constituintes.

Segundo Costa (2016), a cinza volante possui massa específica de $2,70 \text{ g/cm}^3$ enquanto a massa específica para a resina poliéster isoftálica é de $1,157 \text{ g/cm}^3$. Diante disso, a regra da mistura tem suas afirmações validadas pelos resultados dos ensaios, sendo possível observar o aumento de MEA de acordo com o aumento do percentual em massa de cinza volante nos compósitos, ocorreu crescimento de aproximadamente 17 %, 11 %, 15 % e 16,9 %, para os compósitos com proporções de 30 % e granulometrias de mesh (#) 100, 200, 325 e 400, respectivamente, quando comparados com a matriz plena.

A Figura 27 demonstra um gráfico comparativo entre a matriz plena e os compósitos com adição de resíduo quanto as suas propriedades físicas.

Figura 27 - Comparativo entre a massa específica aparente, absorção de água e porosidade aparente dos compósitos com particulados de cinza volante.



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.4 Caracterização Mecânica

4.4.1 Ensaio de Resistência à Flexão

O ensaio de flexão de 3 pontos, realizado nos materiais compósitos, seguiu as diretrizes da norma ASTM D 790. Através deste ensaio, é possível determinar algumas das propriedades mecânicas do material, especialmente o limite de resistência à flexão. A Tabela 3, demonstra os resultados de tensão de resistência à flexão obtidos para cada composição.

Tabela 3 - Dados obtidos a partir do ensaio de flexão para cada composição.

Resíduo/Composição	Tensão de resistência à flexão (MPa)	Alongamento Linear (mm)	Módulo de Elasticidade (GPa)
Matriz Plena	65,40 ± 6,06	1,80	1,80
CV 10 % Mesh 100	92,31 ± 10,72	2,68	1,70
CV 20 % Mesh 100	78,38 ± 13,96	2,17	1,84
CV 30 % Mesh 100	67,59 ± 7,67	1,70	2,05
CV 10 % Mesh 200	89,90 ± 7,75	3,39	1,33
CV 20 % Mesh 200	78,35 ± 8,02	1,80	2,20
CV 30 % Mesh 200	73,46 ± 7,02	1,62	2,30
CV 10 % Mesh 325	66,50 ± 7,25	1,93	1,69
CV 20 % Mesh 325	78,17 ± 6,11	1,99	1,76
CV 30 % Mesh 325	63,83 ± 4,95	1,73	1,92
CV 10 % Mesh 400	84,56 ± 8,08	2,78	1,54
CV 20 % Mesh 400	72,73 ± 9,25	2,09	1,77
CV 30 % Mesh 400	86,62 ± 7,71	2,57	1,75

Fonte: Elaborado pelo autor.

De acordo com a Tabela 3, pode-se observar parâmetro semelhante entre as granulometrias de mesh 100 e 200, nota-se um decréscimo da TRF com o aumento da quantidade de cinza na matriz, padrão esse que pode ser explicado devido a saturação da matriz com adição gradual de resíduo, aumentando sua massa específica e rigidez, resultando em uma perda na flexibilidade do material.

A granulometria de mesh 325, obteve os menores resultados de resistência a flexão dentre as demais, o que já era esperado devido a faixa granulométrica ter obtido um maior resultado em relação a porosidade aparente, como demonstrado nos ensaios físicos, resultando em um aumento da probabilidade de vazios e defeitos, como por exemplo, a aglomeração de partículas. Onde, segundo Joseph (2010), a aglomeração de partículas tende a reduzir a resistência de um material, pois os aglomerados são pontos fracos no material que atuam como concentradores de tensões. Aglomerações resultantes de partículas maiores, pelas quais espaços vazios são gerados, produzem materiais mais fracos do que os compósitos com boa dispersão de partículas menores, desencadeando assim, uma depreciação da resistência à flexão dos compósitos.

Dentre as granulometrias estudadas, a que obteve maiores resultados de TRF foi a faixa granulométrica de mesh 400, onde pode ter ocorrido uma boa interação no sistema resíduo/matriz. Visto que, de acordo com Satapathy (2016) e Joseph (2010), as propriedades mecânicas de compósitos particulados são influenciadas principalmente pela presença do particulado e o tratamento sofrido pelo mesmo, onde boas propriedades mecânicas podem ser obtidas quando o particulado encontra-se de forma bem dispersa na matriz, isto é, com uma menor abertura de malha resulta em um menor tamanho de partícula, pois partículas menores possuem maior área superficial, estas partículas podem ter uma maior interação com a matriz, acarretando melhor distribuição de tensão no interior do material.

Através da análise dos resultados da Tabela 3, é notável que por meio da inserção do resíduo de cinza volante na matriz, houve um aumento da resistência a flexão nos compósitos quando comparados em relação a matriz polimérica plena, aumentando em aproximadamente 15 %, 25,6 % e 48,5 % para as proporções de 30 % mesh 100, 200 e 400, respectivamente. Sendo assim, a cinza atuou como reforço efetivo dentro da matriz, resultando em uma melhora na sua resistência a flexão para estas granulometrias.

Observa-se também pelos dados da Tabela 3, a respeito do módulo de elasticidade dos compósitos com cinza e da matriz, que a adição do resíduo influencia na redução da rigidez dos compósitos com frações de 10 % CV, quando comparadas com a matriz plena. Entretanto, em frações maiores (30 % de CV), resultam em valores semelhantes e, até superiores, em relação aos resultados da matriz.

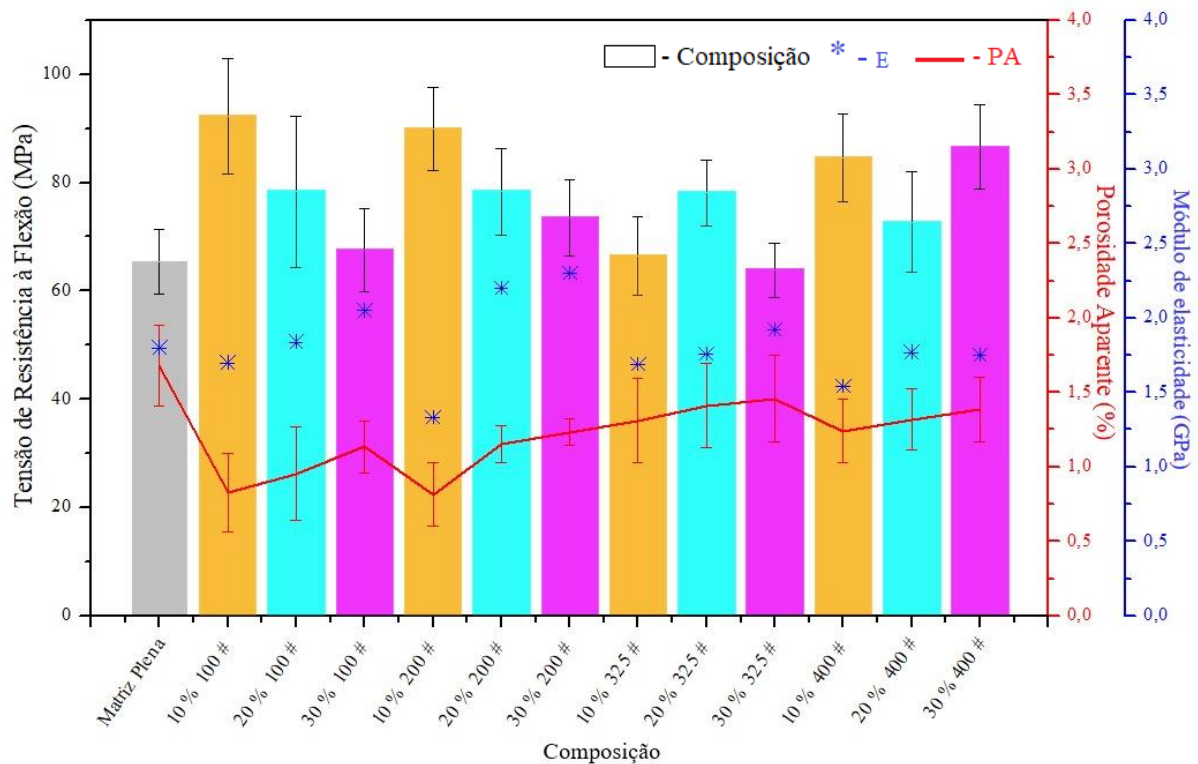
A influência do resíduo de cinza volante nos compósitos de poliéster isoftálico ocasionou uma redução do módulo de elasticidade de aproximadamente 26,11 % (10 % mesh 200) em relação a matriz plena. Entretanto, o aumento do particulado de CV promoveu uma expressiva recuperação do módulo, como observado na proporção de 30 % mesh 200,

proporção esta que superou o módulo de elasticidade da matriz em, aproximadamente, 27,77 %.

Além do mais, El Banna (2017) reportou que compósitos com altas quantidades de particulados na matriz polimérica, acarreta em uma melhor distribuição no interior do compósito, melhorando a homogeneização e compactação, aumentando a resistência à flexão e módulo de elasticidade para os compósitos com maior fração mássica de resíduo.

A Figura 28 ilustra o gráfico comparativo entre a matriz plena e os compósitos com adição de resíduo quanto as suas resistências à flexão. Através da análise da Figura 28, pode-se perceber uma diminuição de resistência à flexão para as proporções de 30 % mesh 100, 200 e 325, onde pode ter ocorrido uma maior concentração de minerais de quartzo, conferindo maior dureza e conseqüentemente menor flexibilidade ao compósito, resultando em tensões de resistência à flexão inferiores. Entretanto, a composição 30 % mesh 400 obteve uma resistência à flexão superior as outras composições, podendo ter ocorrido uma maior concentração de calcita em sua estrutura, mineral que possui baixa dureza, resultando em uma maior resistência à flexão ao compósito, padrão semelhante a estudos realizados por Carvalho (2013).

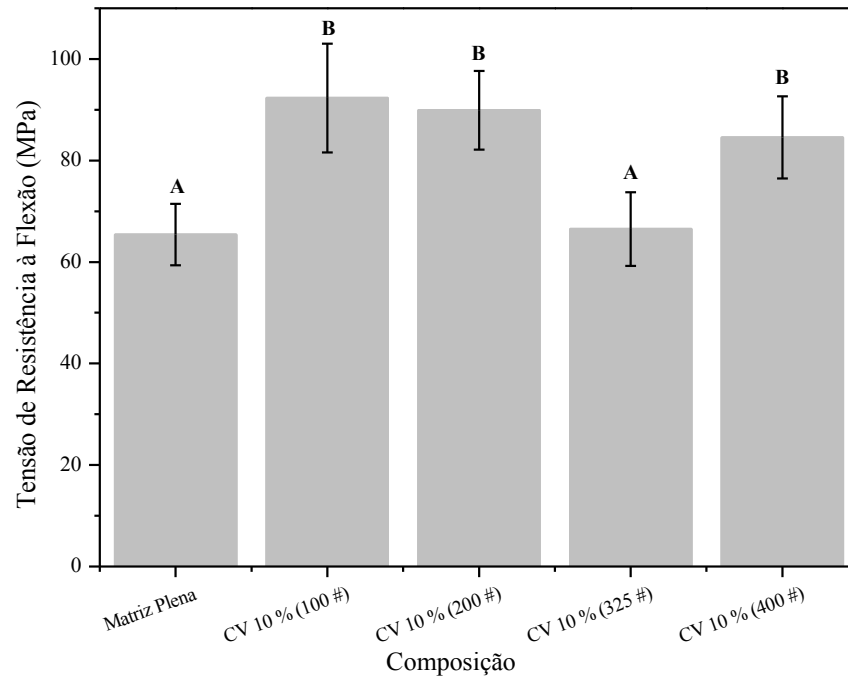
Figura 28 - Comportamento de resistência a flexão dos compósitos



Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 29, apresenta o gráfico de resistência a flexão dos compósitos de 10 % de cinza na matriz em função da granulometria do particulado, onde a análise de variância indicou efeito significativo na granulometria, com valores de probabilidade de significância de 8,27E-05.

Figura 29 - Comparativo entre a tensão de resistência à flexão e a inserção de 10 % de CV na matriz, variando as granulometrias, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).

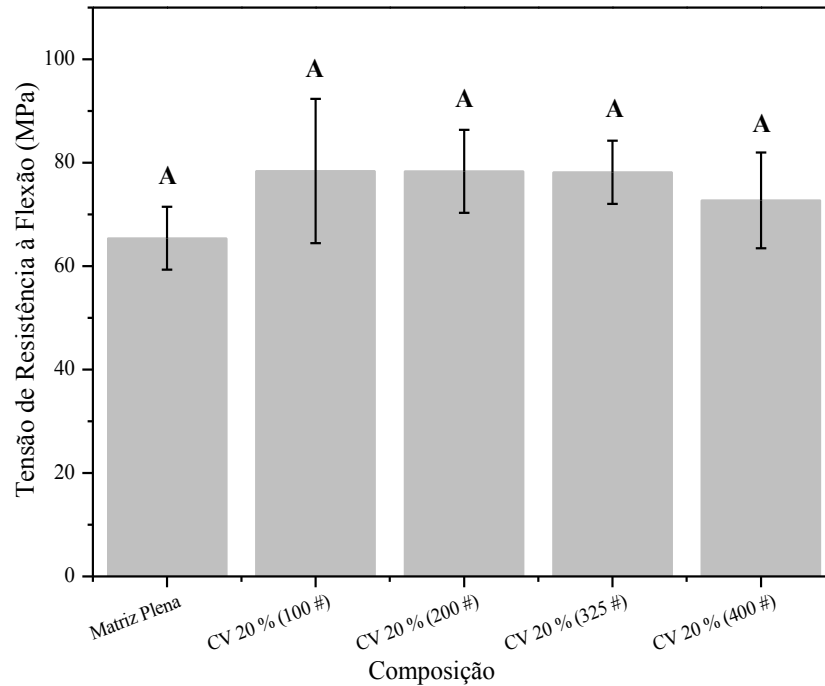


Fonte: Elaborado pelo autor.

O comparativo entre pares indica que os grupos B foram significativamente diferentes dos demais, sendo assim, as granulometrias de mesh 100, 200 e 400 influenciaram diretamente no aumento da resistência à flexão, entretanto, a matriz plena e granulometria de mesh 325 (grupo Tukey A) mostraram-se estatisticamente equivalentes entre si. A probabilidade da fração 10 % mesh 325 está semelhante a matriz plena, pode ser devido aos seus maiores resultados de absorção de água e porosidade aparente, além de sua resistência, em valores absolutos, ser inferior as demais composições (meshs 100, 200 e 400).

A Figura 30, apresenta o gráfico de resistência a flexão dos compósitos de 20 % de cinza na matriz em função da granulometria do particulado, onde a análise de variância não indicou efeito significativo na granulometria, com valores de probabilidade de significância de 5,15 E-01.

Figura 30 - Comparativo entre a tensão de resistência à flexão e a inserção de 20 % de CV na matriz, variando as granulometrias, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).

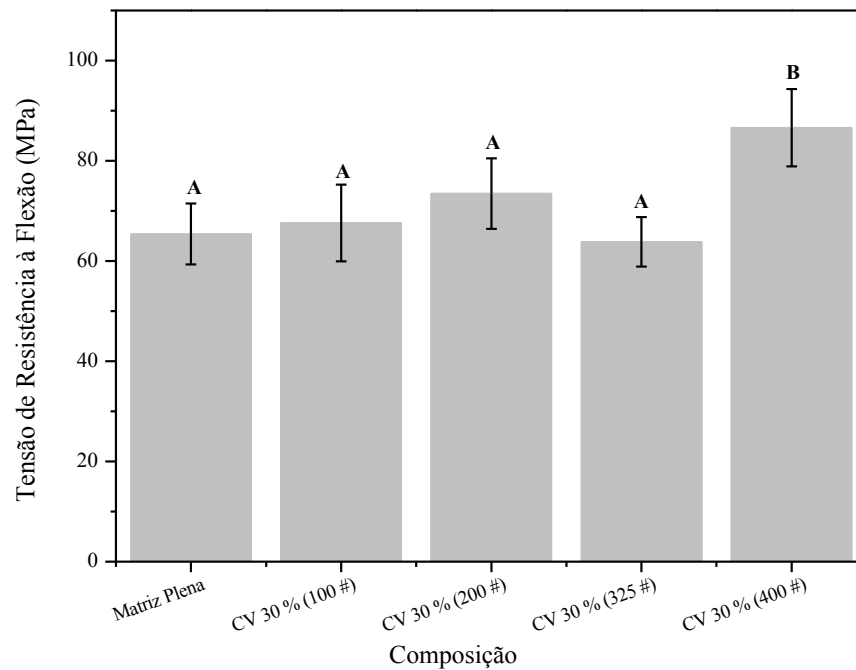


Fonte: Elaborado pelo autor.

Através da análise de variância das composições envolvendo os compósitos com 20 % de adição de cinza, observa-se que o desempenho do material apresentado indica que os compósitos exibiram resultados estatisticamente similares a matriz plena, dessa forma, nota-se que a variação da granulometria não apresentou influência significativa na tensão de resistência à flexão dos compósitos.

A Figura 31, apresenta o gráfico de resistência a flexão dos compósitos de 30 % de cinza na matriz em função da granulometria do particulado, onde a análise de variância indicou efeito significativo na granulometria, com valores de probabilidade de significância de $6,50E-04$.

Figura 31 - Comparativo entre a tensão de resistência à flexão e a inserção de 30 % de CV na matriz, variando as granulometrias, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).



Fonte: Elaborado pelo autor.

A análise comparativa entre pares para a resistência à flexão indicou que a matriz plena e os grupos com 30 % de cinza com granulometrias de mesh 100, 200 e 325 foram análogos entre si. Entretanto, com base na análise apresentada no gráfico, nota-se um expressivo aumento na tensão de resistência à flexão na granulometria de mesh 400 (Grupo Tukey B), validando assim, a influência da variação da granulometria para estes compósitos.

A Tabela 4 exibe um comparativo entre a composição CV 30 % mesh 400, por ser a proporção com granulometria mais elevada em relação aos demais compósitos confeccionadas, e com outros resultados encontrados por outros autores.

Tabela 4 - Comparativo dos dados de flexão obtidos com a literatura.

Materiais de referência	Tensão de resistência à flexão (MPa)	Fonte
CV 30 % Mesh 400	86,62	Este trabalho
Compósito com 30 % de CV	63,32	COSTA (2016)
Compósito com 30 % de CV	53,30	SIM (2020)
Compósito com 25 % de CV	77,08	ALMEIDA (2018)
Compósito com 20 % de CV	34,90	SATAPATHY (2016)

Fonte: Adaptado dos autores citados.

Através da Tabela 4, pode-se observar que na granulometria estudada, os compósitos contendo cinza volante obtiveram resultados das suas tensões de resistência à flexão de acordo e superiores a literatura.

Porém, é importante ressaltar que o comparativo realizado neste trabalho com a de outros autores é apenas uma comparação, tendo em vista somente a fração mássica, visto que, além da fração mássica, existem diversos fatores que podem influenciar nas propriedades mecânicas destes materiais, como o próprio método de fabricação ou características estruturais e químicas dos particulados.

4.4.2 Ensaio de Resistência à Tração

O ensaio de tração é vastamente utilizado na determinação das propriedades mecânicas dos materiais, pois ao aplicar uma tensão com característica uniaxial e crescente, e permitindo medir diversos parâmetros de resistência mecânica. A realização do ensaio de tração nos materiais compósitos produzidos seguiu as diretrizes da norma ASTM D 3039. A Tabela 5, demonstra os resultados do ensaio de tração para todas as composições.

Tabela 5 - Dados obtidos a partir do ensaio de tração para cada composição.

Resíduo/Composição	Tensão de resistência à tração (MPa)	Alongamento Linear (mm)	Módulo de Elasticidade (GPa)
Matriz Plena	14,39 ± 3,22	1,74	1,62
CV 10 % Mesh 100	22,39 ± 3,68	6,73	1,08
CV 20 % Mesh 100	27,28 ± 3,59	4,11	1,14
CV 30 % Mesh 100	25,26 ± 4,03	2,55	1,11
CV 10 % Mesh 200	19,79 ± 4,09	2,82	1,02
CV 20 % Mesh 200	26,74 ± 4,41	4,44	1,39
CV 30 % Mesh 200	33,22 ± 3,20	6,93	1,54
CV 10 % Mesh 325	15,13 ± 1,12	1,34	2,24
CV 20 % Mesh 325	19,15 ± 2,49	1,93	2,08
CV 30 % Mesh 325	18,38 ± 4,19	1,44	2,43
CV 10 % Mesh 400	26,32 ± 4,28	2,57	1,82
CV 20 % Mesh 400	22,77 ± 2,96	2,05	1,32
CV 30 % Mesh 400	30,40 ± 3,91	2,81	1,62

Através dos resultados da Tabela 5, observa-se o aumento da resistência a tração em função da incorporação dos resíduos de cinza volante nos compósitos, quando comparado com a matriz plena. Nos compósitos com granulometrias de mesh 100, 200 e 400, pode ter ocorrido uma boa homogeneização, acomodação, disposição e impregnação no sistema resíduo/matriz desencadeando compósitos com bom acabamento, poucos defeitos e porosidades, resultando em aumento de sua resistência à tração. Entretanto, como esperado, houve uma diminuição da resistência à tração na granulometria de mesh 325, onde há a possibilidade de ter ocorrido uma situação oposta as outras faixas granulométricas, resultando assim, em uma maior probabilidade de defeitos nos compósitos e aumento da porosidade, fato este observado nos resultados obtidos nos ensaios físicos, onde esta granulometria obteve os maiores resultados de porosidade aparente, depreciando a resistência à tração dos compósitos.

Na influência da granulometria do resíduo na resistência à tração do compósito, os resultados mostram que as granulometrias mais elevadas, com exceção de mesh 325, obtiveram resistência mecânica superior a granulometria de mesh 100. De acordo com Dalpiaz (2006), a influência do tamanho das partículas está diretamente ligada a resistência à tração, pois a resistência à tração diminui à medida que o tamanho das partículas aumenta, por consequência, a redução do diâmetro aumenta a área superficial da partícula, reduzindo a concentração de tensões e aumentando assim, a interação matriz/resíduo, consequentemente resultando em uma maior resistência à tração.

As propriedades dos compósitos reforçados com partículas, principalmente as mecânicas, são fortemente influenciadas pela quantidade de carga dentro dos compósitos, diante disso, para granulometria de mesh 325, os resultados para tensão de resistência a tração podem ser explicados devido a saturação de cenosferas nessa faixa granulométrica. De acordo com estudos realizados por Rohatgi (2009a), compósitos com uma maior fração volumétrica de cenosferas resultaram em uma perda de resistência, acompanhados de um aumento do seu módulo de elasticidade, onde as cenosferas, por serem partículas ocas, possuem módulos menores quando comparados a partículas sólidas do mesmo material devido a presença de cavidades, sendo o valor efetivo do módulo dependente principalmente da espessura da parede da partícula, a qual possui imperfeições e, somado ao formato irregular das partículas de cinza, resulta em uma perda das suas propriedades mecânicas.

Em relação ao módulo de elasticidade, verifica-se a influência do particulado de cinza volante nos compósitos fabricados, causando a redução máxima dos módulos de elasticidade na proporção 10 % Mesh 200, com redução de aproximadamente 37 % em relação a matriz, em contrapartida, a faixa granulométrica de mesh 325 promoveu um aumento expressivo do

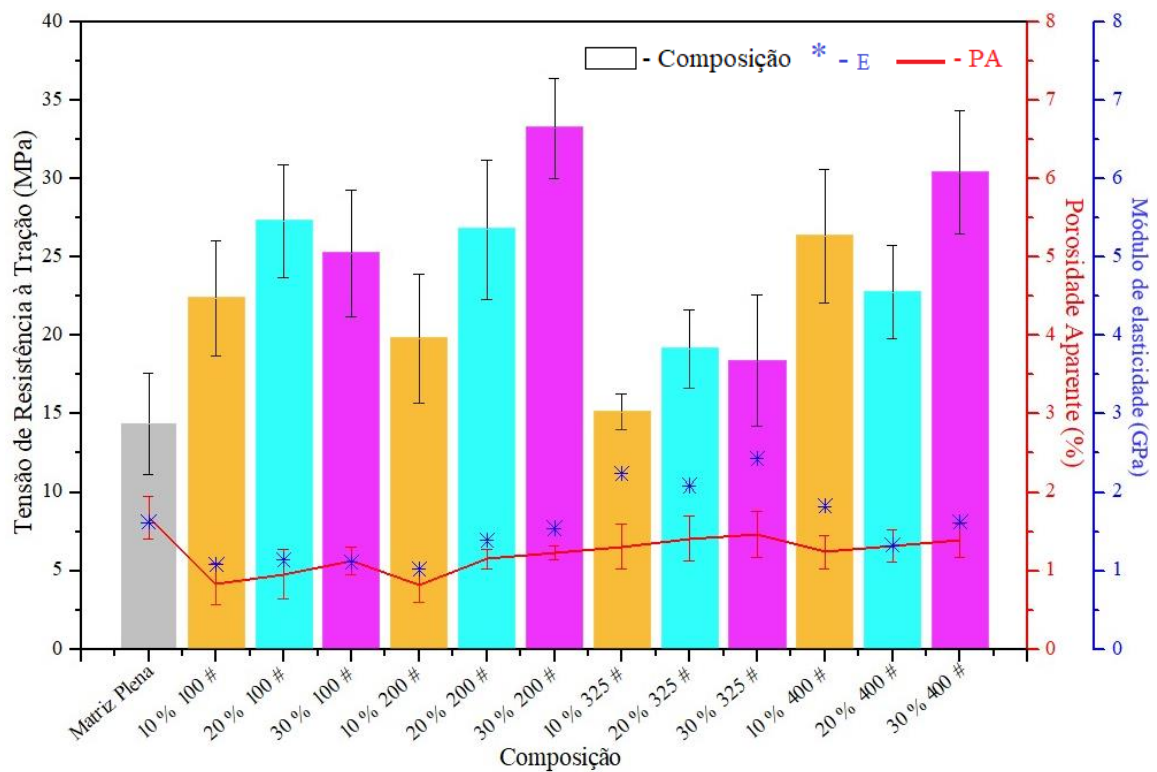
módulo, superando a matriz em aproximadamente 38 %, 28 % e 50 % para as proporções de 10 %, 20 % e 30 %, respectivamente. Além do mais, observa-se comportamento semelhante ao ensaio de flexão, onde, como citado anteriormente e reforçado por El Banna (2017), compósitos com maior fração mássica de resíduo, resultam em uma melhor distribuição dentro do compósito, melhorando a homogeneização e compactação, acarretando em um aumento de seu módulo de elasticidade.

A Figura 32 ilustra o gráfico comparativo entre a matriz plena e os compósitos com adição de resíduo quanto as suas resistências à tração.

De maneira geral, os resultados para resistência foram superiores quando comparados com a matriz plena, demonstrando que o resíduo de cinza volante atuou como reforço no compósito polimérico com melhoras significativas de sua propriedade mecânica de resistência à tração, como pode ser observado através da análise de variância.

Ademais, como pode ser observado comparando as Figuras 28 e 32, nota-se comportamentos semelhantes para faixa granulométrica de mesh 325, onde houve uma diminuição de sua resistência mecânica para ambos os ensaios de flexão e tração.

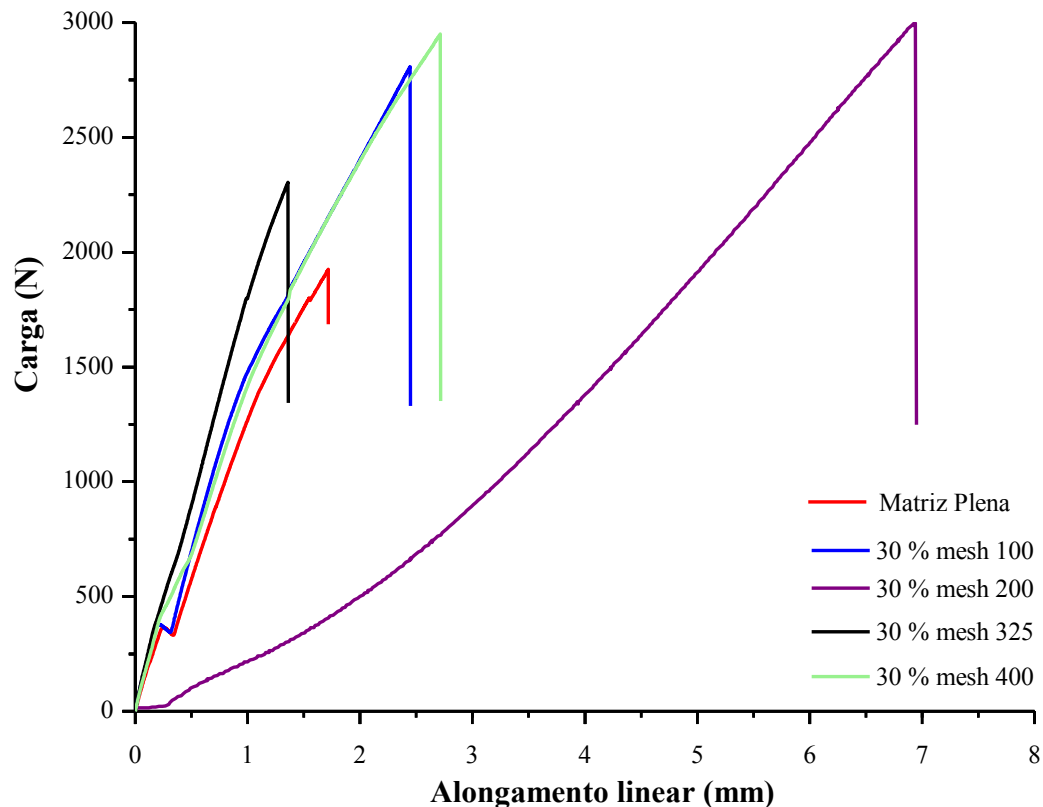
Figura 32 - Comportamento de resistência a tração dos compósitos.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 33, exibe o gráfico que relaciona a carga (N) ao qual foram submetidos os corpos de prova com proporção de 30 % de cada granulometria e o alongamento (mm) que sofreram mediante a sollicitação mecânica, para o resíduo de cinza volante.

Figura 33 - Gráfico carga x alongamento linear para as composições com resíduo de cinza volante.



Fonte: Elaborado pelo autor.

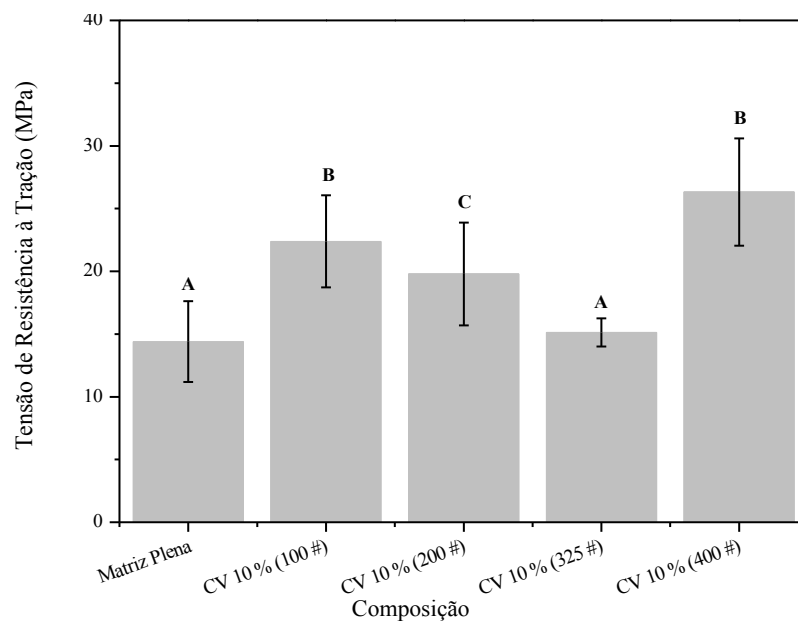
Por meio da análise da Figura 33, pode-se perceber o crescimento das curvas durante o regime elástico, até o momento de uma queda brusca resultante da carga aplicada, configurando uma ruptura do tipo frágil. Comparando as composições CV 30 % mesh 200 e CV 30 % mesh 400, observa-se que as frações suportaram cargas semelhantes, em torno de 3000 N, entretanto, apesar da granulometria de mesh 400 ter mantido um patamar semelhante a faixa de mesh 200 no quesito tensão de resistência à tração, obteve um alongamento de aproximadamente 2,8 mm, o que reflete em um maior módulo de elasticidade, resultando em um aumento de rigidez para a composição 30 % mesh 400.

Além disso, observa-se uma pequena variação no gráfico na região que compreende

entre 0 mm e 0,5 mm, este comportamento pode ser atribuído a ausência de pré-carga durante o decorrer do ensaio, onde o corpo de prova ainda estaria se acomodando as solicitações realizadas pelo equipamento. De acordo com Moraes (2019), uma justificativa para a não aplicação de pré-carga nos compósitos poliméricos tem relação a sua característica de fratura frágil, cuja aplicação de pré-carga poderia contribuir efetivamente para o processo de fratura e alongamento do corpo de prova, e não teria a função de “ajuste” que, normalmente, é aplicado a materiais com características de fratura dúctil.

A Figura 34, exibe o gráfico que salienta a relação entre a tensão de resistência à tração das composições envolvendo 10 % de fração mássica do resíduo de cinza volante, com os respectivos grupos Tukey estudados. Onde, a análise de variância indicou efeito significativo para a granulometria, com valores de probabilidade de significância de 3,65E-06.

Figura 34 - Comparativo entre a tensão de resistência à tração e a inserção de 10 % de CV na matriz, variando as granulometrias, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).

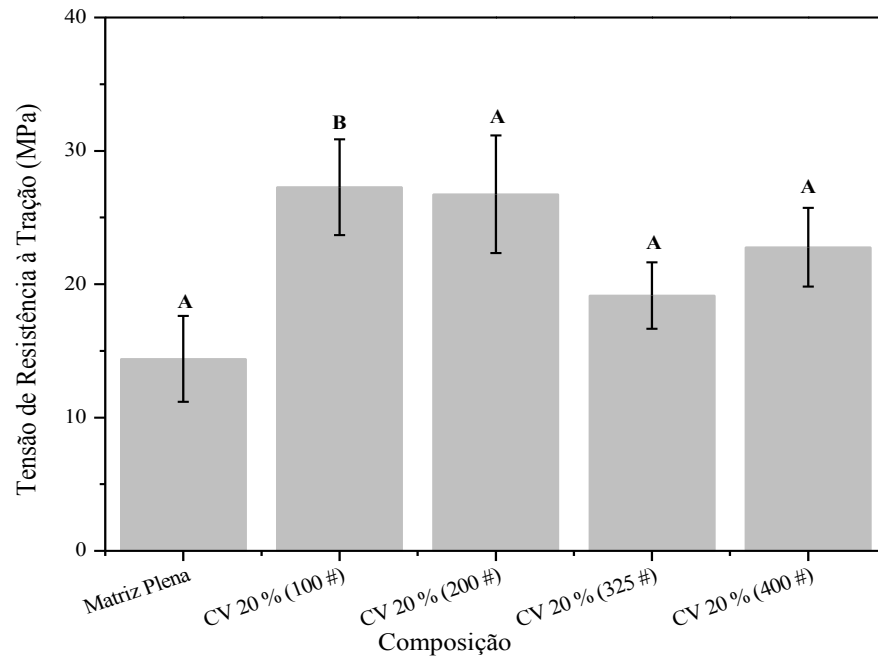


Fonte: Elaborado pelo autor.

A comparação dos pares entre as médias indicou que a granulometria de mesh 325 mostrou-se semelhante a matriz plena. A análise de pares mostrou também, que, as granulometrias de mesh 200 e 400, mostraram-se equivalentes entre si. Entretanto, o grupo Tukey C constituído por corpos de prova com granulometria de mesh 200, demonstrou ser estatisticamente diferente das demais composições.

A Figura 35 exibe os compósitos com 20 % do resíduo de cinzas volantes e os respectivos grupos Tukey.

Figura 35 - Comparativo entre a tensão de resistência à tração e a inserção de 20 % de CV na matriz, variando as granulometrias, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).

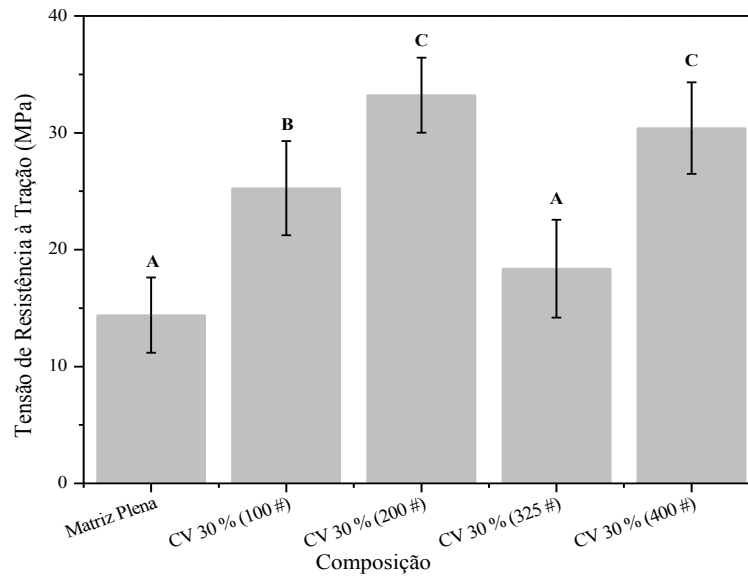


Fonte: Elaborado pelo autor.

A análise de variância nas composições envolvendo 20 % em massa de cinza volante obtiveram uma probabilidade de significância de $1,92E-05$. O teste de Tukey indica que o único grupo significativamente diferente dos demais foi o grupo B, de modo que o compósito com 20 % de cinza e granulometria de mesh 100 apresentou um comportamento em média superior aos demais, observado pelo sutil aumento na resistência mecânica do material.

O gráfico de resistência dos compósitos (Figura 36) com 30 % de cinza em função da granulometria do particulado, onde a análise de variância indicou efeito significativo no limite de resistência à tração, com valores de probabilidade de significância de $9,92E-11$.

Figura 36 - Comparativo entre a tensão de resistência à tração e a inserção de 30 % de CV na matriz, variando as granulometrias, com respectivos grupos Tukey ($p < 0,05$).



Fonte: Elaborado pelo autor.

A análise mostrou que a matriz plena apresenta resultados similares a composição CV 30 % mesh 325 (grupo Tukey A). Ainda assim, é possível observar que as composições CV 30 % mesh 200 e CV 30 % mesh 400 obtiveram resultados equivalentes, sendo assim, a variação da granulometria não apresentou efeito significativo na resistência à tração de ambos. Entretanto, a comparação dos pares indica que o grupo B foi o único significativamente diferente dos demais, apresentando um comportamento em média superior ao grupo A, porém, inferior ao grupo C.

A Tabela 6 exibe um comparativo entre a composição CV 30 % mesh 400, por ser a proporção com a granulometria mais elevada entre as demais confeccionadas, com outros resultados encontrados por outros autores.

Tabela 6 - Comparativo dos dados de tração obtidos com a literatura.

Materiais de referência	Tensão de resistência à tração (MPa)	Fonte
CV 30 % Mesh 400	30,40	Este trabalho
Compósito com 30 % de CV	28,00	KABIR <i>et al</i> (2016)
Compósito com 25 % de CV	35,50	NATH <i>et al</i> (2010)
Compósito com 25 % de CV	19,85	MORAES <i>et al</i> (2019)
Compósito com 30 % de CV	12,14	COSTA (2016)

Fonte: Adaptado dos autores citados.

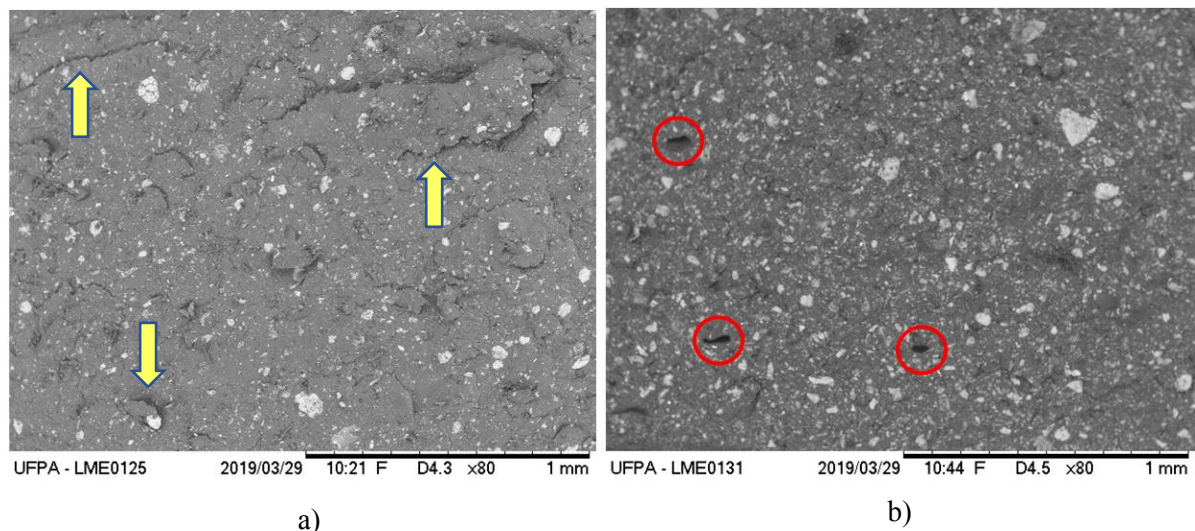
Através dos resultados encontrados por outros autores, exibidos na Tabela 6 é possível observar que os compósitos contendo o resíduo de cinza volante, estão de acordo com os demais estudos realizados e superiores aos realizados por outros autores.

Por fim, reforça-se que, como no comparativo exibido no ensaio de flexão, a analogia é unicamente a respeito da composição percentual, pois como já foi comentado anteriormente, não só a proporção do particulado inserido na matriz pode influenciar na sua resistência mecânica, mas sim, uma enorme gama de fatores como a composição do resíduo e o tratamento sofrido pelo mesmo.

4.4.2.1 Análise Fractográfica

Foram realizadas análises de microscopia eletrônica por varredura (MEV) nos compósitos de poliéster com particulados de cinza volante, realizando um comparativo das menores (10 %) e maiores (30 %) proporções para as granulometrias de mesh 100 e 200, as micrografias estão apresentadas nas Figuras 37 e 38, respectivamente.

Figura 37 - Análise fractográfica dos compósitos com resíduo de cinza volante: a) 10 % mesh 100 e b) 30 % mesh 100.



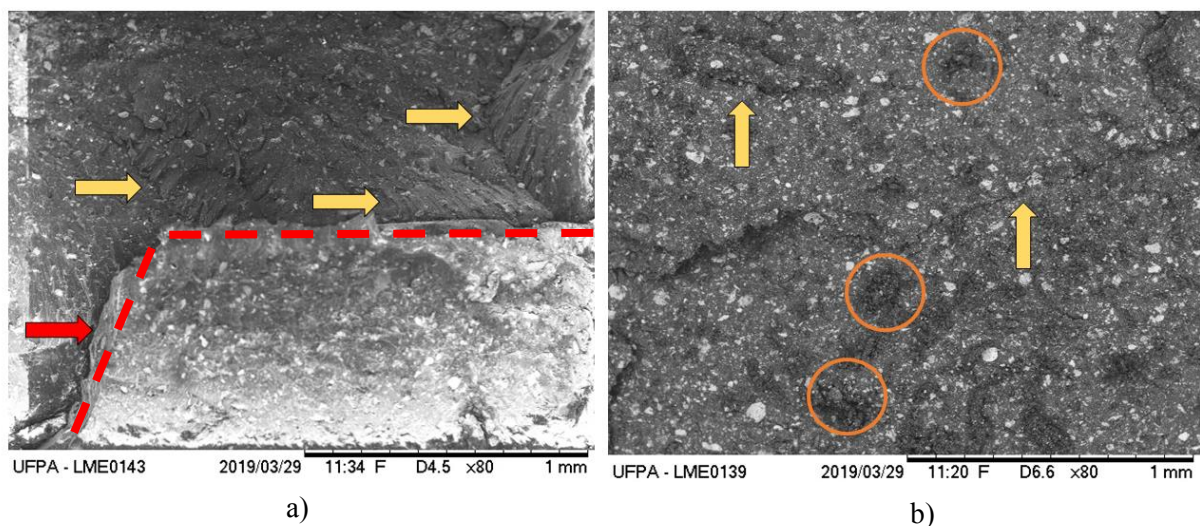
Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 37 (a) mostra a superfície de fratura do compósito com 10 % de cinza, sendo possível observar o surgimento de imperfeições (setas amarelas), tais como trincas, porosidades, desníveis e microcavidades ao se inserir o resíduo na matriz, o que resulta em uma fratura não plana, somado a isso, verifica-se uma má dispersão das partículas visualizadas

através dos pontos claros, interferindo negativamente na resistência mecânica dos compósitos, sem descartar a probabilidade de ocorrer ruptura da partícula do resíduo. Entretanto, na superfície da fratura dos compósitos com 30 % de cinza volante (Figura 37 (b)), é observado um acabamento mais regular quando comparado com a proporção de 10 %, contudo, ainda são possíveis observar mecanismos de falhas, como por exemplo, uma maior incidência de vazios (círculos vermelhos), e até mesmo a possibilidade de *pull-out* da partícula de cinza, acarretando em uma resistência mecânica semelhante a proporção de 10 %.

Conforme mencionado anteriormente, foram observadas presenças de defeitos na superfície da fratura dos compósitos. Em estudos realizados por Rohatgi (2009b) com cinzas volantes, a falha de partículas de cinza volante como resultado de rachaduras e/ou arrancamento (*pull-out*) é governada pela força da ligação interfacial entre a matriz e as partículas de cinza, as influências conjuntas e mutuamente interativas de restrições plásticas locais, tamanho de partícula e grau de aglomeração. As restrições de partículas locais são particularmente importantes para partículas grandes e aglomerados de partículas durante a fratura de compósitos. Esses danos localizados ocorrem quando a superposição local das tensões internas e aplicadas se torna maior do que a resistência da ligação interfacial da cinza volante e a matriz, resultando em uma depreciação da resistência mecânica do material.

Figura 38 - Análise fractográfica dos compósitos com resíduo de cinza volante: a) 10 % mesh 200 e b) 30 % mesh 200.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A composição de 10 % mesh 200 obteve uma tensão de resistência a tração inferior quando comparada a composição de 30 % mesh 200, resultado este validado através da análise da micrografia demonstrada na Figura 38 (a), onde é possível observar marcas de rios (setas

amarelas), morfologia gerada devido a propagação de trincas em planos paralelos, mudando de plano à medida em que se propaga, levando ao aparecimento de degraus (seta vermelha), além do mais, a formação do degrau na superfície da fratura pode estar sendo influenciada também pela formação de agregados localizados na face do mesmo (linha tracejada vermelha em toda área do agregado). Diante disso, pode-se inferir que a concentração de tensão durante a sollicitação mecânica foi maior nessas regiões, devido as marcas de rios serem parâmetros de propagação de dano, contribuindo significativamente para um menor desempenho mecânico de tração dos compósitos.

Através de estudos realizados por Lewandowsk (1989) e Lloyd (1990), há três possíveis mecanismos de fratura em compósitos: se a interface reforço/matriz for fraca, a trinca iniciará e então se propagará pela interface, se a interface e a matriz forem fortes, o reforço será carregado até fraturar e trincar; e, no caso de uma matriz fraca em relação entre às forças interfaciais e de reforço, a fratura ocorrerá na matriz por nucleação e crescimento de vazios. Nos compósitos fabricados, a fratura aparenta começar na interface e então continua a se propagar através da matriz, a combinação de fratura de cinza volante e propagação da rachadura através da matriz acarretam na fratura final do compósito.

Os compósitos com teor de 30 % e granulometria de mesh 200 (Figura 38 (b)) apresentaram maiores concentrações de partículas, conforme observado na microscopia. Entretanto, é nitidamente observado trincas (seta amarela) na superfície da fratura e a formação de aglomerados de partículas menores de cinza volante, indicado pelos círculos de cor laranja. Ainda assim, é possível notar uma boa dispersão de resíduo na matriz, o que acarreta em uma melhor transmissão de tensões no interior do compósito, contribuindo para o aumento da resistência mecânica, conforme observa-se pelo crescimento de seu módulo de elasticidade, a 30 % mesh 200, em relação ao compósito com proporção de 10 % mesh 200, apresentando um aumento do módulo de elasticidade em, aproximadamente, 50 %.

A boa dispersão de resíduo na matriz resulta em um aumento da resistência mecânica, Satapathy (2016) demonstrou que partículas de cinza bem dispersas e ligadas dentro da matriz polimérica, resulta em um maior grau de molhabilidade, aumentando a interação entre o reforço/matriz, o que acarreta em um aprimoramento nas propriedades mecânicas, térmicas e viscoelásticas do compósito.

4.5 Ensaio de Resistência à Chamas

O ensaio de resistência a chama foi realizado de acordo com a norma ASTM D 635. A Tabela 7, apresenta os resultados obtidos para o teste de resistência à chama para a matriz plena e compósitos com cinza volante, avaliando a taxa de propagação de chama.

Tabela 7 - Resultados obtidos para o ensaio de flamabilidade horizontal.

Resíduo/Proporção	Taxa de Propagação (mm/min)
Matriz Plena	29,16
CV 10 % Mesh 100	23,13
CV 20 % Mesh 100	21,81
CV 30 % Mesh 100	20,94
CV 10 % Mesh 200	22,17
CV 20 % Mesh 200	19,64
CV 30 % Mesh 200	17,69
CV 10 % Mesh 325	27,89
CV 20 % Mesh 325	25,02
CV 30 % Mesh 325	22,97
CV 10 % Mesh 400	26,53
CV 20 % Mesh 400	22,82
CV 30 % Mesh 400	15,68

Fonte: Elaborado pelo autor.

É perceptível que, conforme o aumento da proporção de cinza volante na matriz, foi observada uma tendência de diminuição da taxa de propagação de chama, corroborando os estudos realizados por Costa (2016) e Cunha (2015), que obtiveram uma diminuição gradual da taxa de queima conforme aumenta a fração mássica de resíduo na matriz. Este comportamento de retardo de chamas é desejável, visto que com uma menor propagação de chamas, haverá um tempo maior para que medidas de segurança cabíveis sejam tomadas, tais como a extinção da chama ou a evacuação de pessoas.

A resina utilizada na matriz dos compósitos poliméricos influencia diretamente na sua flamabilidade. Compósitos poliméricos apresentam algumas características ao sofrerem processo de combustão, como: facilidade de ignição e propagação de chama, emitindo fumaça com um certo grau de toxicidade, porém, quando utilizados os meios corretos, possuem facilidade de extinguir a mesma. O estudo do comportamento do material quando submetido a altas temperaturas é fundamental para avaliar o seu comportamento, facilitando a sua classificação e adequação para futuras aplicações (MORAES, 2019). Esses estudos são

direcionados à procura de materiais com propriedades retardantes de chamas que, quando expostos ao risco de incineração, tornem o ambiente mais seguro contra incêndios. A atuação dos retardantes de chamas consiste em interferir quimicamente no mecanismo de propagação da chama (MARTINS, 2011).

É evidente também, que com maiores inserções de resíduo de cinza na matriz resultaram em uma tendência de diminuição na taxa de propagação de chama, devido a redução da quantidade de material polimérico. A cinza volante possui grande carga inorgânica, apresentando minerais de quartzo, anidrita, calcita e hematita, minerais evidenciados através do DRX, sendo estes menos suscetíveis à queima, resultando assim em compósitos mais resistentes ao processo de combustão.

Diante disso, a resina poliéster utilizada na confecção dos compósitos apresentou uma taxa de propagação adequada quando comparada aos padrões exigidos pela norma, com um valor de 29,16 mm/min, cerca de 27,1 % menor que o patamar de 40 mm/min estabelecido pela norma ASTM D 635.

Após analisar todos os materiais compósitos fabricados neste trabalho, pode-se confirmar que sua classificação como HB. Visto que nas diretrizes da norma ASTM D 635, é informado de que taxas inferiores a 40 mm/min são classificadas como tal.

O Conselho Nacional de Trânsito (CONTRAN), exige que os revestimentos internos da indústria automobilística possuam uma taxa de propagação de chama de 100 mm/min, enquanto isso, fora do âmbito nacional, em países com pesquisas mais avançadas na área, esse valor é estabelecido em 100 mm/min (CONTRAN, 2014, RIBEIRO, 2013).

A Tabela 8 demonstra uma comparação entre a matriz plena, as composições com 30 % e os padrões exigidos pelas normas e diretrizes:

Tabela 8 - Comparação dos resultados obtidos com as normas.

Normas/ Composição	Taxa de Propagação (mm/min)	Redução da taxa em relação a Matriz Plena (%)	Redução da taxa em relação a CONTRAN 498 (%)	Redução da taxa em relação a ASTM D 635 (%)
CONTRAN 498	100,00	—	—	—
ASTM D 635	40,00	—	—	—
Matriz Plena	29,16	—	—	—
CV 30 % Mesh 100	20,94	30,06	79,06	47,65
CV 30 % Mesh 200	17,69	39,33	82,31	55,77
CV 30 % Mesh 325	22,97	21,22	77,03	42,58
CV 30 % Mesh 400	15,68	47,68	84,32	60,80

Diante dos parâmetros estudados, é notável através da análise da Tabela 8 o ótimo desempenho dos compósitos fabricados nesse trabalho, classificando-os como resistentes à chama, visto que, alcançaram taxas inferiores aos valores exigidos pelas normas.

A Tabela 9, apresenta um comparativo entre a taxa de propagação de chama da composição CV 30 % mesh 400 com alguns materiais poliméricos encontrados na literatura, bem como as taxas para materiais compósitos com outros resíduos industriais obtidas por outros pesquisadores.

Tabela 9 - Comparativo de taxa de queima entre diferentes materiais.

Materiais de referência	Taxa (mm/min)	Fonte
CV 30 % Mesh 400	15,68	Este trabalho
Compósito com 25 % de CV	12,14	ALMEIDA (2018)
Compósito com 35 % de CV	17,60	MORAES (2019)
Polietileno	15,20	ASTM D 635
Acrílico	29,70	ASTM D 635
Polietileno Tereftalato (PET)	192,00	ASTM D 635

Fonte: Elaborado pelo autor.

Através do comparativo apresentado, é notável que os compósitos produzidos apresentaram taxa de queima inferior à inúmeros materiais, demonstrando o bom desempenho do material, corroborando assim, a classificação dos compósitos como resistentes à chama.

5 CONCLUSÃO

Os resultados obtidos por difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de energia dispersiva apresentam características condizentes com o resíduo de cinza volante.

Os compósitos com cinza volante apresentaram boa homogeneidade e livres de defeitos ao longo de sua superfície, demonstrando ser viável a fabricação dos mesmos através do método de confecção manual *hand lay up*.

As propriedades físicas de AA foram inferiores a matriz, porém, com a gradativa inclusão do resíduo, houve um aumento destes resultados, comportamento esse associado ao aumento de PA, o que contribui com o aumento da absorção de água devido a interface entre as fases. Em relação a MEA, houve um aumento de 17 %, 11 %, 15 % e 16,9 %, para os compósitos com proporções de 30 % e granulometrias de mesh 100, 200, 325 e 400, respectivamente, quando comparados com a matriz plena.

Com relação ao ensaio mecânico de flexão, com exceção da granulometria de 30 % mesh 325, todos os compósitos obtiveram resultados superiores quando comparados com a matriz plena, atuando como reforço, porém, é possível observar uma diminuição da resistência conforme aumentou-se a proporção dentro da matriz. A exceção foi a granulometria de mesh 400, a qual a proporção de 30 % obteve uma tensão de resistência superior à sua proporção de 10 % de mesma granulometria.

Para o ensaio de tração, a inserção do resíduo de cinza volante elevou positivamente o patamar estabelecido pela matriz plena, também atuando como reforço, com as proporções de 30 % mesh 200 e 30 % mesh 400, apresentaram uma melhora de aproximadamente 30 % e 11 %, respectivamente, em relação as composições de 10 % de suas respectivas granulometrias.

A respeito do ensaio de flamabilidade, garantiu-se uma classificação HB para os materiais confeccionados, de acordo com a norma ASTM D 635, classificando-os como resistentes à chama. Além do mais, os valores de taxa de propagação foram bem menores do que o máximo exigido pela resolução CONTRAN 498. As composições de 30 % para todas as granulometrias obtiveram excelentes resultados, com destaque para a granulometria de mesh 400 que obteve uma redução na sua taxa de propagação de chama de 60,8 % e 84,32 % quando relacionada com a norma ASTM D 635 e a CONTRAN 498, respectivamente.

Com relação a granulometria do resíduo de cinza volante, a análise de variância indicou efeito significativo para variação do tamanho do particulado nas suas propriedades mecânicas de flexão e tração, sendo possível observar que para proporções com 30 % de fração mássica

de cinza somadas a granulometrias superiores a mesh 100, resultou em grupos Tuckeys diferentes dos demais. Além do mais, a proporção de 30 % mesh 400, obteve taxa de propagação de chama inferior as demais granulometrias (mesh 100, 200 e 325).

Diante disso, destaca-se a viabilidade da aplicação do resíduo de cinza volante em materiais compósitos, tanto por desempenho, quanto em virtude de agregar valor ao resíduo.

5.1 Sugestões para Trabalhos Futuros

- Utilizar outros tipos de resíduos, composições e tratamentos diferentes do presente trabalho, a fim de expandir comparações;

- Estudar a inserção de fibras (sintéticas e naturais) para a confecção de compósitos híbridos com fibras e resíduos, para analisar sua influência nas propriedades físicas, mecânicas e de flamabilidade;

- Verificar a influência de diferentes técnicas de fabricação, como por exemplo, em molde de silicone, nas propriedades físicas e mecânicas dos compósitos elaborados, utilizando o mesmo resíduo;

- Testar as hipóteses de 325 mesh;

- Realizar outras caracterizações, como ensaio de resistência ao impacto, para verificar outras aplicações para o compósito.

REFERÊNCIAS

ABMACO. **Compósitos II: Tecnologia de processos**. Ed. ABMACO, 2009

ALBINANTE, S. R., PACHECO, É. B. A. V., VISCONTE, L. L. Y. **Revisão dos tratamentos químicos da fibra natural para mistura com poliolefinas**. Química Nova, vol. 36, n. 1, (2013).

ALMEIDA, L. R.; V.H. FERREIRA.; OLIVEIRA, G. C.; COELHO, H. C. M. COSTA, D. S.; PINHEIRO, A. P.; COSTA, D. S. **Reaproveitamento de resíduos em compósitos poliéster: influência das cinzas nas propriedades mecânicas e térmica**. In: Anais do 23º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2018, Foz do Iguaçu.

ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS – **ASTM D 635** "Rate of burning and/or extent and time of burning of plastics in a horizontal position", 2010.

ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS – **ASTM D 790** "Flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials", 2010.

ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS – **ASTM D 3039** "Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials", 2000.

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

ASTM C618-19, Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2019.

ASTM D2734-16, Standard Test Methods for Void Content of Reinforced Plastics, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016.

ASTM D3878-20a, Standard Terminology for Composite Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2020.

ASTM D570-98(2018), Standard Test Method for Water Absorption of Plastics, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018.

ASTM D792-20, Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2020.

AZEVEDO, A. G. de S.; STRECKER, K.; ARAUJO JR., A. G. de and SILVA, C. A. da. **Produção de geopolímeros à base de cinza volante usando soluções ativadoras com diferentes composições de Na₂O e Na₂SiO₃**. Cerâmica [online]. 2017, vol.63, n.366, pp.143-151. ISSN 1678-4553. <https://doi.org/10.1590/0366-69132017633662078>.

BARBOSA, A. P. **Características estruturais e propriedades de compósitos poliméricos reforçados com fibras de Buriti**. Tese de Doutorado (Doutorado em Ciência dos Materiais), Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Campos Dos Goytacazes, RJ, 2011.

BECKER, C. M. et al. Estudo das características mecânicas e de inflamabilidade de compósitos Epóxi/HDL. In: **Anais do 10º congresso Brasileiro de Polímeros**. Foz do Iguaçu: ABPol, 2009. p. 1-10.

BRASIL. **Política Nacional de resíduos sólidos**. 2ªed. Brasília: Câmara dos Deputados, Edições Câmara, 2012.

CAETANO, M. J. L. **Borracha**. Disponível em: <http://www.ctb.com.pt>. Acesso em: 03 de novembro de 2020.

CALLISTER, W. **Ciência e Engenharia de Materiais - uma introdução**. 9 Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016.

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

CARVALHO, F. V, & RIBEIRO R. C. C. **Relação da interação do polipropileno com minerais na resistência mecânica do compósito gerado**. (2013).

Conselho Nacional de Trânsito (CONTRAN). Resolução nº. 675 - "Requisitos aplicáveis aos materiais de revestimento interno do habitáculo de veículos e dá outras providências." Diário Oficial da União, Seção 1, página 13534.

COSTA, D. S. **Estudo da influência de resíduos gerados pela indústria de mineração nas propriedades de compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras naturais**. Tese de Doutorado, 2016. Universidade Federal do Pará - UFPA.

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

DALPIAZ, G. **Estudo do efeito de cargas minerais em compósitos poliméricos particulados em matriz de polipropileno**. Tese de doutorado, 2006.

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

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

FERREIRA, Edson Aparecido et al. **Avaliação das propriedades mecânicas e térmicas de um compósito polimérico reforçado por particulados de sabugo de milho triturado**. Dissertação de Mestrado. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2017.

FIRMINO, Helen Cristina Torrano, Chagas, Thais Fernandes das, Melo, Patrícia Maria Alves de, & Silva, Lucineide Balbino. **Caracterização de compósitos particulados de polietileno de alta densidade/pó de concha de molusco**. *Matéria* (Rio de Janeiro), 22(4), e-11879. Epub 02 de outubro de 2017.

ISAIA, G. C. **Materiais de construção civil e princípios de ciências e engenharia de materiais**. Ibracon, 2007.

JOSEPH, S., Bambola, V. A., Sherhtukade, V. V., & Mahanwar, P. A. **Effect of flyash content, particle size of flyash, and type of silane coupling agents on the properties of recycled poly (ethylene terephthalate)/flyash composites**. *Journal of Applied Polymer Science*, 119(1), 201-208 (2011).

KABIR, I. I., et al. **"General model for comparative tensile mechanical properties of composites fabricated from fly ash and virgin/recycled high-density polyethylene."** *Polymer Engineering & Science* 56.10 (2016): 1096-1108.

LEWANDOWSKI JJ, LIU C, HUNT Jr WH. **Effects of matrix microstructure and particle distribution on fracture of an aluminum metal matrix composite**. *Mater Sci Eng A* 1989;107:241–55.

LIMA, A. B. T. **Aplicações de cargas minerais em polímeros**. Tese de Doutorado, 2006. Universidade de São Paulo.

LIMA, M. C. S. **Alternativa de tratamento biológico de resíduos líquidos de elevada carga poluidora**. Campona Grande-PB, Programa Regional de Pós-Graduação em Desenvolvimento e Meio Ambiente, UFPB/UEPB. Dissertação de Mestrado (2002).

LLOYD DJ, LAGACE HP, MCLEOD AD. **Proceeding of the ICCI-III**. New York: Elsevier;1990 [p. 359].

MARTINS, J. C. **Avaliação das propriedades retardantes de chama de hidróxidos de magnésio e alumínio com fibra de vidro em polipropileno**. *Revista Técnico Científica do IFSC*, p. 94, 2011.

MEDEIROS, M. A. R. **Propriedades mecânicas de compósitos de PVC reciclado reforçados com fibras de sisal e de nylon 6**. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia Ambiental Urbana), Escola politécnica da Universidade Federal da Bahia 2006.

MEHTA, P. Kumar; MONTEIRO, Paulo J.M. **Concreto: Microestrutura, propriedades e materiais**. 2. ed. São Paulo: IBRACON, 2014.

MORAES, M. H. M. **Caracterização mecânica de compósitos de matriz polimérica com adição de resíduos sólidos industriais**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2019.

MORAES, M. H. M; et al. **AVALIAÇÃO MECÂNICA E RESISTÊNCIA À CHAMA DE RESÍDUOS DE CINZAS VOLANTES E MÁRMORE-GRANITO EM COMPÓSITOS POLIMÉRICOS**, p. 591-601. In: *74º Congresso Anual da ABM*, São Paulo, 2019.

NATH, D. C. D.; BANDYOPADHYAY, S.; BOUGHTON, P.; YU, A.; BLACKBURN, D.; WHITE, C. **Chemically modified fly ash for fabricating super-strong biodegradable poly(vinyl alcohol) composite films**. *Journal of Material Science* 2010, 45, 2625.

PAULA, P. G. **Formulação e caracterização de compósitos com fibras vegetais e matriz termoplástica**. Tese de Doutorado (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais), Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF), Campos Dos Goytacazes, RJ, 2011.

PUKÁNSZKY, B. *Particulate filled polypropylene: structure and properties*. Ln: KARGER-KOCSIS, J. (Ed.). *Polypropylene: structure, blends and composites* (1995).

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

ROCHA JUNIOR, C. A. F. **Caracterização física, química e mineralógica de cinza leve de caldeira e sua utilização na síntese de zeólitas e aplicação do material zeolítico na adsorção de Cu^{+2} e Cd^{+2}** . Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Pará, 2011.

ROCHA JUNIOR, C. A. F., et al. **"Síntese de zeólitas a partir de cinza volante de caldeiras: caracterização física, química e mineralógica."** *Cerâmica* 58.345 (2012): 43-52.

ROHATGI, K. P.; MATSUNAGA, T.; GUPTA, N. **Compressive and ultrasonic properties of polyester/fly ash composites**. *Journal of Material Science* 2009a, 44, 1485.

ROHATGI, P. K., DAOUD, A., SCHULTZ, B. F., & PURI, T. (2009b). **Microstructure and mechanical behavior of die casting AZ91D-Fly ash cenosphere composites**. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(6-7), 883–896.

SANTOS, A. M. D. **Estudo de compósitos híbridos polipropileno/fibras de vidro e coco para aplicações em engenharia**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Paraná, 2006.

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

SATAPATHY, S. GOLOK, B, N. **"Mechanical, dynamic mechanical, and thermal characterization of fly ash and nanostructured fly ash-waste polyethylene/high-density polyethylene blend composites."** *Polymer composites* 37.11 (2016): 3256-3268.

SILVA, V. L. D. **Comportamento mecânico e de flamabilidade de compósito de polipropileno reciclado com fibra de coco e hidróxido de alumínio.** Dissertação de Mestrado - Universidade Federal do Pará, Centro Tecnológico, Belém, 2006. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.

SIM, J. et al. **Preparation of Fly Ash/Epoxy Composites and Its Effects on Mechanical Properties.** *Polymers*, v. 12, n. 1, p. 79, 2020.

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

VARGAS, A. S. **Cinzas volantes álcali-ativadas para a obtenção de aglomerantes especiais.** Tese de Doutorado, 2006.

VARGAS, A. S; et al. **"Cinzas volantes álcali-ativadas com solução combinada de NaOH e Ca (OH) 2."** *Matéria* (Rio de Janeiro) 12.3 (2007): 462-469.