



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

MAURÍCIO MAIA RIBEIRO

**ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUOS INDUSTRIAIS, LAMA
VERMELHA E CAULIM, NAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS DE
MATRIZ POLIÉSTER REFORÇADOS COM FIBRAS DE JUTA E MALVA**

Belém-PA

2022



PRODERNA

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



Instituto de Tecnologia

**ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUOS INDUSTRIAIS, LAMA
VERMELHA E CAULIM, NAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS DE
MATRIZ POLIÉSTER REFORÇADOS COM FIBRAS DE JUTA E MALVA**

MAURÍCIO MAIA RIBEIRO

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

Orientadora: Prof^ª. Dra. Verônica Scarpini Candido

Belém-PA

2022



“ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUOS INDUSTRIAIS, LAMA VERMELHA E CAULIM, NAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIÉSTER REFORÇADOS COM FIBRAS DE JUTA E MALVA”

Maurício Maia Ribeiro

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE RECURSOS NATURAIS DA AMAZÔNIA - PRODERNA/ITEC/UFPA COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM ENGENHARIA DE RECURSOS NATURAIS.

Aprovada por:

Prof.ª. Dra. Verônica Scarpini
(Candido (Orientadora – PRODERNA/UFPA))

Prof. Dr. Eduardo de Magalhães Braga
(Membro Interno – PRODERNA/UFPA)

Prof. Dr. Alisson Clay-Rios da Silva
(Membro Externo ao Programa - PPGCEM/UFPA)

Prof. Dr. Felipe Perissé Duarte Lopes
(Membro Externo à Instituição - PPGGCM/UENF)

Prof. Dr. Sérgio Neves Monteiro
(Membro Externo à Instituição - IME)

Prof. Dr. Michel Picanço de Oliveira
(Membro Externo à Instituição - UFES)

Belém, PA - Brasil
Julho de 2022

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)

R484e RIBEIRO, MAURÍCIO MAIA.
ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUOS
INDUSTRIAIS, LAMA VERMELHA E CAULIM, NAS
PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIÉSTER
REFORÇADOS COM FIBRAS DE JUTA E MALVA /
MAURÍCIO MAIA RIBEIRO. — 2022.
174 f. : il. color.

Orientador(a): Prof^ª. Dra. Verônica Scarpini Candido
Coorientador(a): Prof. Dr. Alisson Clay Rios da Silva
Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Pará, Instituto de
Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de
Recursos Naturais na Amazônia, Belém, 2022.

1. Materiais Compósitos – Comportamento Mecânico –
Fractografia. . 2. Engenharia de Materiais.. 3. Compósitos.. 4.
Propriedades Mecânicas. . I. Título.

CDD 620.11

" Se não puder voar, corra. Se não puder correr, ande. Se não puder andar, rasteje, mas continue em frente de qualquer jeito."

Martin Luther King Jr.

DEDICATÓRIA

A toda a minha família, em especial a minha linda e adorável esposa Erika Maia, aos meus filhos Miguel e Sofia Maia e a minha querida mãezinha Doralice Maia por todo ensinamneto.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus (a Ele toda honra e toda glória) pela sabedoria e saúde a mim concedida para realizar minhas conquistas todos os dias da vida. Agradeço a minha família, esposa Erika Maia, filhos Miguel e Sofia Maia e a minha mãe Doralice Maia, os quais eu tenho certeza que são os principais pilares da minha vida.

Aos Orientadores responsáveis pela elaboração do trabalho teórico, tratamento e análise dos dados, em especial ao Professora Dra. Verônica Scarpini Candido, Professor Alisson Clay Rios da Silva e ao Professor Dr. Jean da Silva Rodrigues.

Agradeço a Universidade Federal do Pará (UFPA) *Campus Belém*, pela oportunidade de ingresso de estudo a nível superior e todas as perspectivas para a continuação na área acadêmica. Agradeço ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia (PRODERNA) por ajudar no desenvolvimento das pesquisas que foram proposta no desenvolvimento do trabalho.

Agradeço ao Instituto Federal do Pará (IFPA) *Campus Ananindeua*, minha segunda casa, pelo apoio e licença concedida para a realização do Doutorado. Ao Instituto Federal do Pará (IFPA) *Campus Belém*, pelo uso dos equipamentos dos laboratórios do curso técnico de Mineração na pessoa do prof. Dr. Jaime, pelo uso dos equipamentos dos laboratórios do curso técnico de Estradas na pessoa do prof. Dr. Roberto, pelo uso dos equipamentos dos laboratórios do curso técnico de Edificações na pessoa do prof. Eurico, pelo uso dos equipamentos dos laboratórios do curso Técnico de Mecânica e curso de Engenharia de Materiais na pessoa do prof. Dr. Jean Rodrigues (meu também Orientador) ao qual teve papel fundamental no desenvolvimento desta Tese em todas as etapas, principalmente no período durante e pós quarentena onde todos os espaços estavam com acesso retido ou restrito, o mesmo lutou para que tivéssemos acesso para que a Tese não fosse comprometida *gratidão eterna que Deus continue iluminando sua vida*. Ao Instituto Federal do Pará (IFPA) *Campus Abaetetuba* pelo uso dos equipamento do Laboratórios de Ensaio Mecânicos nas pessoas da Diretora Geral Prof^a Dra. Diselma, Coordenador do Curso Técnico em Mecânico Professor Fernando e em especial meu amigo Prof. Me. Reuel Rocha que sempre disponibilizou de seu precioso tempo para acompanhar nos ensaios mecânicos meu reconhecimento e eterno agradecimento. Também agradeço a banca composta para avaliação do trabalho por aceitarem o convite.

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

ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUOS INDUSTRIAIS, LAMA VERMELHA E CAULIM, NAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS DE MATRIZ POLIÉSTER REFORÇADOS COM FIBRAS DE JUTA E MALVA

MAURÍCIO MAIA RIBEIRO

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Verônica Scarpini Candido

Área de Concentração: Uso e Transformação de Recursos Naturais

A região amazônica do Brasil é um grande produtor de bauxita e caulim, sendo o estado do Pará responsável por uma grande quota nacional da produção destes materiais. O processamento destas matérias-primas gera quantidades consideráveis de resíduos que são depois armazenados em tanques de sedimentação o que podem causar sérios danos ambientais, por conseguinte, é muito importante explorar métodos razoáveis de utilização da lama vermelha e do resíduo de caulim, e assim reduzir os seus volumes dos aterros. Muitos estudos recentes têm sido realizados e apresentados várias formas de utilização abrangente destes resíduos. Os compósitos reforçados com fibras naturais, com inserção destes resíduos industriais, têm recebido nas últimas décadas uma atenção crescente, pois boas propriedades mecânicas específicas podem ser alcançadas e os resíduos industriais podem ser reduzidos e utilizados numa forma útil. Neste trabalho, foram fabricados materiais compósitos de matriz poliéster reforçados por fibras de juta e malva na configuração contínuas e alinhadas a 0° e a 90° na direção de carregamento, e materiais compósitos com inserção de resíduos industriais. A matriz poliéster utilizada foi a ortofitálica pré-acelerada e curada a temperatura ambiente com peróxido de metil-etil-cetona 1,0% em massa. As fibras de juta e malva foram cortadas manualmente no comprimento de 300 mm e dispostas manualmente de forma contínua e alinhadas na direção de carregamento e sem tratamento superficial. Os compósitos com fibras foram produzidos por laminação manual assistido a vácuo / ensacamento a vácuo. As proporções da fração volumétrica das fibras variaram em 5, 15 e 25%. Os compósitos com resíduos de caulim e lama vermelha foram confeccionados pelo processo manual na forma de silicone. Variaram-se as proporções das frações mássicas dos resíduos em

5, 10, 15, 20, 25 e 30 %. Os resíduos foram caracterizados quanto ao aspecto físico, morfológico e químico e as fibras quanto ao aspecto físico e mecânico e os valores experimentais são semelhantes aos apresentados em pesquisas anteriores. Assim como os compósitos fabricados tiveram suas massas específicas determinadas o que resultou no aumento no valor médio da massa específica dos compósitos com inserção de resíduos de lama vermelha e caulim. No caso dos compósitos reforçados com fibras, de juta e malva, apresentaram uma redução no valor médio quando comparado com a matriz. As propriedades de tração e cisalhamento foram observadas para os compósitos com resíduos industriais, lama vermelha e caulim. O compósito 5RC exibiu valor de resistência a tração mais próximo a matriz, assim como para 5RLV, 10RLV e 15 RLV que exibiram mesmo comportamento. Para a resistência ao cisalhamento os compósitos 10RLV e 15 RLV foram mais próximo a matriz. Assim como os compósitos reforçados com fibras de juta 0° apresentaram a maior resistência a tração foram 0J5, 0J15 e 0J25, excedendo em 2%, 150% e 166% a resistência à tração do poliéster. Para os compósitos reforçados com fibras de malva 0° apresentaram a maior resistência a tração foram 0M15 e 0M25, excedendo em 67% e 96% a resistência à tração do poliéster. Para resistência ao cisalhamento os compósitos reforçados com fibras de juta (0J15 e 0J25) e malva (0M15 e 0M25) excederam a matriz em 201%, 206%, 71% e 144%, respectivamente. A resistência a tração dos compósitos trifásicos (0JRLV, 0JRC, 0MRLV e 0MRC) excederam a matriz em 129%, 100%, 54% e 21%, respectivamente. Para resistência ao cisalhamento excederam em 49%, 47%, 63% e 52% a matriz. Os compósitos com fibras alinhadas a 0 apresentaram comportamento mecânico satisfatório para aplicação em materiais compósitos apresentando características de reforço.

Palavras-chave: Impactos Ambientais; Recursos Naturais; Caracterização.

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

STUDY OF THE INCORPORATION OF INDUSTRIAL WASTE, RED MUD AND KAOLIN, IN THE PROPERTIES OF POLYESTER MATRIX COMPOSITES REINFORCED WITH JUTE AND MALLOW FIBERS

Maurício Maia Ribeiro

Advisor: Prof^a. Dr^a. Verônica Scarpini Candido

Concentration area: Use and Transformation of Natural Resources

The Amazon region of Brazil is a major producer of bauxite and kaolin, with the state of Pará accounting for a large national share of the production of these materials. The processing of these raw materials generates considerable amounts of waste that is then stored in sedimentation ponds which can cause serious environmental damage, therefore it is very important to explore reasonable methods of utilizing the red mud and kaolin waste, and thus reduce their landfill volumes. Many recent studies have been conducted and presented various ways of comprehensive utilization of these wastes. Natural fiber reinforced composites with insertion of these industrial wastes have received increasing attention in recent decades, as good specific mechanical properties can be achieved and industrial wastes can be reduced and used in a useful form. In this work, polyester matrix composite materials reinforced by jute and mallow fibers in continuous configuration and aligned at 0° and 90° in the loading direction, and composite materials with insertion of industrial waste were manufactured. The polyester matrix used was a pre-accelerated orthophthalic and cured at room temperature with methyl ethyl ketone peroxide 1.0% by mass. The Jute and mallow fibers were manually cut in length of 300 mm and manually arranged in a continuous manner and aligned and without surface treatment. Fiber composites were produced by vacuum-assisted hand lay-up/vacuum-bagging procedure. The proportions of the fiber volume fraction have varied by 5, 15 e 25 %. The composites with kaolin and red mud residues were manufactured by a manual process in the form of silicone and pressed mold. The proportions of the mass fractions of waste have varied by 5, 10, 15, 20, 25 e 30 %. The residues were characterized in terms of their physical, morphological and chemical aspects and the fibers in terms of their physical and mechanical aspects and the

experimental values are similar to that presented from old newspaper. Just as the composites manufactured had their specific mass determined, which resulted in an increase in the average value of the specific mass of the composites with insertion of red mud and kaolin residues. In the case of composites reinforced with fibers of jute and mallow, there was a reduction in the average value when compared to the matrix. Tensile and shear properties were observed for the composites with industrial waste, red mud and kaolin. The composite 5RC exhibited tensile strength value closer to the matrix, as well as for 5RLV, 10RLV and 15 RLV which exhibited the same behavior. For shear strength the composites 10RLV and 15 RLV were closer to the matrix. As well as the composites reinforced with jute fibers 0° presented the highest tensile strength were 0J5, 0J15 and 0J25, exceeding in 2%, 150% and 166% the tensile strength of polyester. For the composites reinforced with mallow fibers 0° showed the highest tensile strength were 0M15 and 0M25, exceeding in 67% and 96% the tensile strength of polyester. For shear strength the composites reinforced with jute (0J15 and 0J25) and mallow (0M15 and 0M25) fibers exceeded the matrix in 201%, 206%, 71% and 144%, respectively. The tensile strength of the three-phase composites (0JRLV, 0JRC, 0MRLV and 0MRC) exceeded the matrix by 129%, 100%, 54% and 21%, respectively. For shear strength they exceeded the matrix by 49%, 47%, 63% and 52%. Composites with 0-aligned fibers showed satisfactory mechanical behavior for application in composite materials presenting reinforcement characteristics.

Keywords: Environmental Impacts; Natural Resources; Characterization.

SUMÁRIO

SUMÁRIO.....	xii
LISTA DE FIGURAS.....	xvi
LISTA DE TABELAS.....	xx
NOMENCLATURAS.....	xxiii
CAPÍTULO 1- INTRODUÇÃO.....	26
1.1 - ASPESTOS GERAIS, JUSTIFICATIVA E MOTIVAÇÃO.....	26
1.2 - INEDITISMO E CONTRIBUIÇÃO DA TESE.....	28
1.3 - OBJETIVOS GERAL E ESPECÍFICOS.....	29
1.4 - ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO.....	29
CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	31
2.1 - RESÍDUO INDUSTRIAL MINERAL.....	31
2.1.1 - Resíduo de Lama Vermelha.....	31
2.1.2 - Resíduo de Caulim.....	32
2.2 - FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS	33
2.2.1 - A Fibra de Juta.....	34
2.2.2 - A Fibra de Malva.....	36
2.2.3 - Anatomia e Morfologia de Fibras Lignocelulósicas	37
2.3 - MATRIZ POLIMÉRICA.....	38
2.3.1 – Matriz de Resina Poliéster.....	38
2.4 – MATERIAIS COMPÓSITOS.....	39
2.5 - MATERIAIS COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS COM FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS.....	41
2.5.1 - Materiais Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras de Juta.....	43
2.5.2 - Materiais Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras de Malva.....	44
2.6 - MATERIAIS COMPÓSITOS HÍBRIDOS COM FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS E RESÍDUO DE LAMA VERMELHA.....	45
2.7 – MATERIAIS COMPÓSITOS HÍBRIDOS COM FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS E RESÍDUO DE CAULIM	46
CAPÍTULO 3 - MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	48
3.1 - MATERIAIS.....	48
3.2 - PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS.....	48
3.2.1 - Beneficiamento das matérias primas.....	48
3.2.1.1 - Beneficiamento do RLV	48

3.2.1.2 - <i>Beneficiamento do RC</i>	49
3.2.1.3 - <i>Beneficiamento das fibras lignocelulósicas</i>	49
3.2.2 – <i>Caracterização dos resíduos</i>	50
3.2.2.1 – <i>Massa específica dos resíduos</i>	50
3.2.2.2 – <i>Microscopia eletrônica de varredura dos resíduos</i>	50
3.2.2.3 – <i>Fluorescência de Raios X dos resíduos</i>	51
3.2.3 – <i>Caracterização das fibras lignocelulósicas</i>	52
3.2.3.1 – <i>Caracterização física das fibras lignocelulósicas</i>	52
3.2.3.1.1 – <i>Massa específica das fibras lignocelulósicas</i>	52
3.2.3.1.2 – <i>Diâmetro médio das fibras lignocelulósicas</i>	53
3.2.3.2 – <i>Microscopia eletrônica de varredura das fibras lignocelulósicas</i>	53
3.2.3.3 – <i>Caracterização mecânica das fibras lignocelulósicas</i>	53
3.2.4 – <i>Produção dos compósitos bifásicos</i>	55
3.2.4.1 – <i>Produção dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha e resíduo de caulim</i>	55
3.2.4.1.1 – <i>Produção dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha e resíduo de caulim para o ensaio de tração</i>	55
3.2.4.1.2 – <i>Produção dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha e resíduo de caulim para o ensaio de cisalhamento</i>	56
3.2.4.2 – <i>Produção dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas</i>	58
3.2.4.2.1 – <i>Produção dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas para o ensaio de tração</i>	58
3.2.4.2.2 – <i>Produção dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas para o ensaio de cisalhamento</i>	62
3.2.5 – <i>Caracterização dos compósitos com resíduos</i>	62
3.2.5.1 – <i>Massa específica dos compósitos com resíduos</i>	62
3.2.5.2 – <i>Ensaio de tração dos compósitos com resíduos</i>	64
3.2.5.3 – <i>Ensaio de cisalhamento dos compósitos com resíduos</i>	66
3.2.5.4 – <i>Microscopia eletrônica de varredura das superfícies de fratura dos compósitos com resíduos</i>	67
3.2.6 – <i>Caracterização dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas</i>	67
3.2.6.1 – <i>Massa específica dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas</i>	67
3.2.6.2 – <i>Ensaio de tração dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas</i>	68
3.2.6.3 – <i>Ensaio de cisalhamento dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas</i>	70
3.2.6.4 – <i>Microscopia eletrônica de varredura das superfícies de fratura dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas</i>	70
3.2.7 – <i>Planejamento Fatorial para os compósitos trifásicos</i>	70
3.2.8 – <i>Produção dos compósitos trifásicos</i>	72
3.2.9 – <i>Caracterização dos compósitos trifásicos</i>	72

3.2.9.1 – <i>Massa específica dos compósitos trifásicos</i>	72
3.2.9.2 – <i>Ensaio mecânicos dos compósitos trifásicos</i>	73
3.2.9.2.1 – <i>Ensaio de tração dos compósitos trifásicos</i>	73
3.2.9.2.2 – <i>Ensaio de cisalhamento dos compósitos trifásicos</i>	73
3.2.9.3 – <i>Microscopia eletrônica de varredura das superfícies de fratura dos compósitos trifásicos</i>	73
3.2.10 – <i>Análise Estatística</i>	73
CAPÍTULO 4 - RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	75
4.1 – CARACTERIZAÇÃO DOS RESÍDUOS INDUSTRIAIS	75
4.1.1 - <i>Massa específica dos resíduos</i>	75
4.1.2 - <i>Microscopia eletrônica de varredura dos resíduos</i>	75
4.1.2.1 - <i>Microscopia eletrônica de varredura do RLV</i>	75
4.1.2.2 - <i>Microscopia eletrônica de varredura do RC</i>	77
4.1.3 - <i>Fluorescência de Raios X dos resíduos</i>	79
4.2 – CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS	80
4.2.1 – <i>Caracterização física das fibras lignocelulósicas</i>	80
4.2.1.1 – <i>Massa específica das fibras lignocelulósicas</i>	80
4.2.1.2 – <i>Diâmetro médio das fibras lignocelulósicas</i>	81
4.2.2 – <i>Microscopia eletrônica de varredura das fibras lignocelulósicas</i>	82
4.2.3 – <i>Caracterização mecânica das fibras lignocelulósicas.....</i>	82
4.3 – CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL COMPÓSITO	84
4.3.1 – <i>Massa específica dos materiais compósitos</i>	84
4.3.1.1. <i>Massa específica dos materiais compósitos com inserção de RLV.....</i>	84
4.3.1.2. <i>Massa específica dos materiais compósitos com inserção de RC.</i>	86
4.3.1.3. <i>Massa específica dos compósitos reforçados com fibras de juta e malva</i>	87
4.3.2 – <i>Ensaio de tração</i>	88
4.3.2.1. <i>Ensaio de tração dos corpos de prova de matriz poliéster pura.....</i>	88
4.3.2.2. <i>Ensaio de tração dos materiais compósitos com inserção de resíduo de RLV.....</i>	88
4.3.2.3. <i>Micrografias das superfícies fraturadas por MEV dos materiais compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha após ensaio de tração.....</i>	93
4.3.2.4. <i>Ensaio de tração dos materiais compósitos com inserção de RC.....</i>	94
4.3.2.5. <i>Micrografias das superfícies fraturadas por MEV dos materiais compósitos com inserção de resíduo de caulim após ensaio de tração.....</i>	98
4.3.2.6. <i>Ensaio de tração dos materiais compósitos reforçados com fibras de Juta na configuração contínua e alinhada a 0°.....</i>	100
4.3.2.7. <i>Micrografias das superfícies fraturadas por MEV dos materiais compósitos reforçados com fibras de juta 0° após ensaio de tração.....</i>	104
4.3.2.8. <i>Ensaio de tração dos materiais compósitos reforçados com fibras de Juta na configuração contínua e alinhada a 90°.....</i>	105

4.3.2.9. Micrografias das superfícies fraturadas por MEV dos materiais compósitos reforçados com fibras de juta 90° após ensaio de tração.....	109
4.3.2.10. Ensaio de tração dos materiais compósitos reforçados com fibras de Malva na configuração contínua e alinhada a 0°.....	110
4.3.2.11. Micrografias das superfícies fraturadas por MEV dos materiais compósitos reforçados com fibras de malva 0° após ensaio de tração.....	114
4.3.2.12. Ensaio de tração dos materiais compósitos reforçados com fibras de Malva na configuração contínua e alinhada a 90°.....	115
4.3.2.13. Micrografias das superfícies fraturadas por MEV dos materiais compósitos reforçados com fibras de malva 90° após ensaio de tração.....	118
4.3.3 – Ensaio de cisalhamento.....	119
4.3.3.1. Ensaio de cisalhamento dos materiais compósitos com inserção de RLV.....	119
4.3.3.2. Ensaio de cisalhamento dos materiais compósitos com inserção de RC.....	123
4.3.3.3. Ensaio de cisalhamento dos materiais compósitos reforçados com fibras de Juta na configuração contínua e alinhada a 0° e 90°.....	128
4.3.3.4. Ensaio de cisalhamento dos materiais compósitos reforçados com fibras de Malva na configuração contínua e alinhada a 0° e 90°.....	133
4.3.4 – Critério de Escolha do sistema de compósito trifásico.....	137
4.3.5 – Ensaio mecânicos dos sistemas de compósitos trifásicos.....	138
4.3.5.1. Ensaio de tração dos materiais compósitos com inserção de resíduo de caulim e lama vermelha, reforçados com fibras de juta e malva na configuração contínua e alinhada a 0°.....	138
4.3.5.2. Micrografias das superfícies fraturadas por MEV dos materiais compósitos trifásicos com inserção de resíduo, reforçados com fibras de juta e malva a 0°, após ensaio de tração.....	141
4.3.5.3. Ensaio de cisalhamento dos materiais compósitos com inserção de resíduo de caulim e lama vermelha, reforçados com fibras de juta e malva na configuração contínua e alinhada a 0°.....	142
4.3.5.4. Ensaio de cisalhamento dos materiais compósitos com inserção de resíduo de caulim e lama vermelha, reforçados com fibras de juta e malva na configuração contínua e alinhada a 90°.....	146
CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES	150
CAPÍTULO 6 – PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS	152
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	153
APÊNDICE	164

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Imagem aérea da fábrica da (a) ALUNORTE em Barcarena, PA, destacando onde é o depósito de rejeitos sólidos (DRS), a lama vermelha, e imagem aérea da fábrica da (b) YMERIS RIO CAPIM CAULIM em Barcarena, PA, onde o DRS da produção de caulim é armazenado.....	32
Figura 2.2 - Ciclo de produção da juta: 1 - Colheita; 2 – Secagem; 3 - Processamento; 4 – Produto final.....	35
Figura 2.3 - (a) Planta de malva e (b) feixe de fibras de malva.....	36
Figura 2.4 - Curvas típicas tensão x deformação das fibras: (a) curauá, sisal, juta e (b) piaçava e coco.....	37
Figura 2.5 - Microestrutura das fibras de sisal (a) células-fibras com lúmen e lamela média e (b) detalhe da lamela média e parede celular.....	38
Figura 3.1 - (a) Resíduo de lama vermelha (RLV) antes da cominuição e (b) após a cominuição	48
Figura 3.2 - (a) Resíduo de caulim (RC) antes da cominuição e (b) após a cominuição	49
Figura 3.3. (a) Fibras de juta e (b) fibras de malva	49
Figura 3.4 - (a) RLV e água destilada adicionados ao picnômetro, (b) RC e água destilada adicionados ao picnômetro e (c) processo de pesagem	50
Figura 3.5 - (a) Metalizadora e (b) Espectroscopia de Energia Dispersiva por Fluorescência de Raios X (EDS) integrada ao Microscópio Eletrônico de Varredura do IFPA, da OXFORD VEGA 3 SBU TESCAN	51
Figura 3.6 - (a) molde de alumínio, (b) Prensa hidráulica, (c) amostras de caulim e lama vermelha utilizadas na análise FRX e (d) Equipamento Espectômetro de fluorescência de raios-X - Marca Bruker- modelo S2 Ranger	52
Figura 3.7 - (a) Fibras cortadas para determinação da sua massa, (b) álcool metílico para imersão das fibras e (c) picnometria (Balança de precisão, Fabricante: MARTE, Modelo: AY220, $d=10^{-4}g$)	52
Figura 3.8 - Microscopia ótica. (Microscópio Estereoscópio Binocular, Fabricante: Carl Zeiss, modelo: Stemi 508, câmera AXIOCAM 105 Color.....	53
Figura 3.9 - Os TABs de papel KRAFT (200g/m ²) com as dimensões de 30 mm x 50 mm	54
Figura 3.10 - (a) Máquina de ensaio universal e (b) ensaio de tração de fibra lignocelulósica	54
Figura 3.11 - Fluxograma da fabricação dos materiais compósitos com inserção de resíduos.....	55
Figura 3.12 - Molde em silicone para moldagem de corpos de prova de tração norma ASTM D 638	56
Figura 3.13 - Dimensões (mm) de corpos de prova para ensaio de tração conforme ASTM D 638 (sem escala).....	56
Figura 3.14 - Placas de materiais compósitos para confecção dos corpos de provas para ensaio de cisalhamento (a) placas de compósitos com resíduo de caulim e (b) com resíduo de lama vermelha	57
Figura 3.15 – (a) Dimensões de corpos de prova para ensaio de cisalhamento conforme ASTM D 5379 (sem escala) e (b) ilustração da posição ortogonal dos strain gage para medição da deformação angular. Fonte: Adaptado de ASTM D 5379.....	57
Figura 3.16 - Fluxograma da fabricação dos materiais compósitos com fibras de juta e malva.....	58
Figura 3.17 - (a) Tecido de fibras de juta alinhadas, contínuas, unidirecionais.....	59

Figura 3.18 - Desenho esquemático do processo de fabricação dos compósitos por laminação manual assistida por vácuo. Adaptado de RODRIGUES (2014).....	60
Figura 3.19 - Configuração utilizada no processo de fabricação dos compósitos	60
Figura 3.20 - Fabricação dos compósitos por laminação manual assistido por vácuo.....	61
Figura 3.21 - Dimensões (mm) de corpos de prova para ensaio de tração conforme ASTM D3039 para fibras alinhadas, continua, unidirecionais e com orientação 0° em relação a carga aplicada (sem escala)	61
Figura 3.22 - Dimensões (mm) de corpos de prova para ensaio de tração conforme ASTM D3039 para fibras alinhadas, continua, unidirecionais e com orientação 90° em relação a carga aplicada (sem escala)	61
Figura 3.23 - Placa (lâmina) de compósito reforçado com fibras de malva após cura.....	62
Figura 3.24- Amostras (50 mm de diâmetro) das placas compósitas utilizadas para a determinação da porosidade e frações de resíduo e matriz. (a) Matriz pura, (b) compósito com RLV e (c) compósitos com RC.....	63
Figura 3.25 - Corpos de prova de ensaio de tração de (a) matriz poliéster, (b) RLV e (c) RC	64
Figura 3.26 – Corpos de provas para ensaio de tração instrumentado por strain gage nas posições longitudinal e transversal.	65
Figura 3.27 - Corpo de prova durante ensaio de tração	65
Figura 3.28 - Corpos de provas para ensaio de cisalhamento instrumentado por strain gage para medição da deformação angular	66
Figura 3.29 - Corpo de prova durante ensaio de cisalhamento.....	67
Figura 3.30 - Amostras (50 mm de diâmetro) das placas compósitas utilizadas para a determinação da porosidade e frações de fibra e matriz. (a), (b) e (c) compósito reforçado com fibras de malva nas frações volumétrica determinadas de 5%, 15% e 25%, respectivamente	68
Figura 3.31 – (a) Corpos de provas para ensaio de tração ASTM 3039, (b) instrumentados por strain gage nas posições longitudinal e transversal, para fibras alinhadas, continua, unidirecionais e com orientação 0° em relação a carga aplicada.....	69
Figura 3.32 – (a) Corpos de provas para ensaio de tração ASTM 3039, (b) instrumentados por strain gage nas posições longitudinal e transversal, para fibras alinhadas, continua, unidirecionais e com orientação 90° em relação a carga aplicada.....	69
Figura 3.33 - Corpo de prova durante ensaio de tração (a) fibras alinhadas a 0° e (b) fibras alinhadas a 90° em relação a carga aplicada.....	70
Figura 3.34 - Fluxograma da fabricação dos materiais compósitos trifásicos.....	72
Figura 4.1 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra do RLV	76
Figura 4.2 – Mapas das análises de Espectroscopia de Energia dispersiva por Fluorescência de Raios X (EDS), mostrando os principais elementos presentes no RLV como O, Fe, Al, Na, Si e Ti	77
Figura 4.3 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra do RC	78
Figura 4.4 – Mapas das análises de Espectroscopia de Energia dispersiva por Fluorescência de Raios X (EDS), mostrando os principais elementos presentes no RC como O, Al e Si	79
Figura 4.5 - Microscopia ótica mostrando os diâmetros específicos: (a) Para a fibra de juta e (b) fibras de malva	81
Figure 4.6 - Microscopia eletrônica de varredura das fibras, (a) fibra de juta ampliação de 1,5kx e (b) fibra de malva ampliação de 2,5kx	82
Figura 4.7 - Curvas tensão deformação de corpos de provas típicos das fibras de juta e	84

malva submetidas a ensaio de tração	
Figura 4.8 – Gráfico massa específica do compósito matriz poliéster e resíduo de RLV.....	85
Figura 4.9 – Gráfico massa específica do compósito matriz poliéster e resíduo de RC.....	86
Figura 4.10 – Gráfico massa específica do compósito matriz poliéster reforçados com fibras de juta e malva	87
Figura 4.11 – Gráfico das frações volumétricas dos compósitos com resíduo de lama vermelha versus suas propriedades mecânicas de tração.....	91
Figura 4.12 – Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha com 5% (a) e 30% (b) em massa. 65x	94
Figura 4.13 - Gráfico das frações volumétricas dos compósitos com resíduo de caulim versus suas propriedades mecânicas de tração.....	96
Figura 4.14 – Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos com inserção de resíduo de caulim com 5% (a) e 30% (b) em massa. 65x	99
Figura 4.15 - Gráfico das frações volumétricas dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° versus suas propriedades mecânicas de tração.....	101
Figura 4.16 – Curvas tensão x deformação de corpos de provas típicos de materiais compósitos reforçados por das fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° submetidas a ensaio de tração.....	103
Figura 4.17 - Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos reforçados com fibras de juta na dispostas contínuas e alinhadas a 0°, onde 0J5 (a), 0J15 (b) e 0J25 (c).....	105
Figura 4.18 - Gráfico das frações volumétricas dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 90° versus suas propriedades mecânicas.....	107
Figura 4.19 - Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos reforçados com fibras de juta na dispostas contínuas e alinhadas a 90°, onde 90J5 (a), 90J15 (b) e 90J25 (c).....	109
Figura 4.20 - Gráfico das frações volumétricas dos compósitos reforçados com fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° versus suas propriedades mecânicas.....	111
Figura 4.21 – Curvas tensão x deformação de corpos de provas típicos de materiais compósitos reforçados por das fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° submetidas a ensaio de tração.....	113
Figura 4.22 - Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos reforçados com fibras de malva na dispostas contínuas e alinhadas a 0°, onde 0M5 (a), 0M15 (b) e 0M25 (c).....	114
Figura 4.23 - Gráfico das frações volumétricas dos compósitos reforçados com fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 90° versus suas propriedades mecânicas.	116
Figura 4.24 - Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos reforçados com fibras de malva na dispostas contínuas e alinhadas a 90°, onde 90M5 (a), 90M15 (b) e 90M25 (c).....	119
Figura 4.25 – Gráfico das frações volumétricas dos compósitos com resíduo de lama vermelha versus suas propriedades mecânicas de cisalhamento.....	121
Figura 4.26 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha com 5, 10, 15, 20, 25 e 30% em massa.....	123
Figura 4.27 - Gráfico das frações volumétricas dos compósitos com resíduo de caulim versus suas propriedades mecânicas de cisalhamento.....	125
Figura 4.28 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos com inserção de resíduo de caulim com 5, 10, 15, 20, 25 e 30% em massa.....	127
Figura 4.29 - Gráfico das frações volumétricas dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° e 90° versus suas propriedades mecânicas de	129

cisalhamento.....	
Figura 4.30 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos reforçados com fibras de juta dispostas contínuas e alinhadas a 0°, onde 0J15 (a) e 0J25 (b).....	131
Figura 4.31 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos reforçados com fibras de juta dispostas contínuas e alinhadas a 90°, onde 90J15 (a) e 90J25 (b).....	132
Figura 4.32 - Gráfico das frações volumétricas dos compósitos reforçados com fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° e 90° versus suas propriedades mecânicas de cisalhamento	134
Figura 4.33 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos reforçados com fibras de malva dispostas contínuas e alinhadas a 0°, onde 0M15 (a) e 0M25 (b).	136
Figura 4.34 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos reforçados com fibras de malva dispostas contínuas e alinhadas a 0°, onde 90M15 (a) e 90M25 (b).	136
Figura 4.35 - Gráfico das composições dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 0°, com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, versus suas propriedades mecânicas de tração.....	139
Figura 4.36 - Micrografias obtidas por MEV, após ensaio de tração, das amostras dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva dispostas contínuas e alinhadas a 0°, amostras com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, onde 0JRLV (a), 0JRC (b), 0MRLV (c) e 0MRC (d).....	142
Figura 4.37 - Gráfico das composições dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 0°, com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, versus suas propriedades mecânicas de cisalhamento.....	144
Figura 4.38 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva dispostas contínuas e alinhadas a 0° amostras com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, onde 0JRLV (a), 0JRC (b), 0MRLV (c) e 0MRC (d).....	145
Figura 4.39 - Gráfico das composições dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 90°, com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, versus suas propriedades mecânicas de cisalhamento.....	147
Figura 4.40 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva dispostas contínuas e alinhadas a 90°, amostras com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, onde 90JRLV (a), 90JRC (b), 90MRLV (c) e 90MRC (d).....	148

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Propriedades básicas das fibras naturais e fibras de vidro	34
Tabela 2.2 – Configuração das fibras e porcentagem da fração em peso	42
Tabela 2.3 – Propriedades mecânicas e configuração dos laminados	42
Tabela 3.1 - Variáveis operacionais e codificação	71
Tabela 3.2 – Matriz de planejamento experimental	71
Tabela 4.1 - Massa Específica dos resíduos de lama vermelha e de caulim	75
Tabela 4.2 - Composição nominal (quantidade % massa), em óxidos, do RLV e RC estudados nesta pesquisa.....	79
Tabela 4.3 – Principais composições químicas das fibras de juta e malva.....	81
Tabela 4.4 - Resultado da caracterização mecânica das fibras de juta e de malva.....	83
Tabela 4.5 - Massa Específica (g/cm ³) dos compósitos com adição de RLV.	85
Tabela 4.6 - Massa específica (g/cm ³) dos compósitos com adição de RC.....	86
Tabela 4.7 - Massa específica (g/cm ³) dos compósitos reforçados com fibras de juta e malva	87
Tabela 4.8 - Resultado da caracterização da matriz poliéster.....	88
Tabela 4.9 - Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha em matriz poliéster.....	89
Tabela 4.10 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de tração dos compósitos com resíduos de lama vermelha.....	91
Tabela 4.11 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios da resistência a tração para os tratamentos: MP, 5RLV, 10RLV, 15RLV, 20RLV, 25RLV e 30RLV.....	92
Tabela 4.12 - Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com inserção de resíduo de caulim em matriz poliéster.....	94
Tabela 4.13 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de tração dos compósitos com resíduos de caulim.....	97
Tabela 4.14 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios da resistência a tração para os tratamentos: MP, 5RC, 10RC, 15RC, 20RC, 25RC e 30RC.....	98
Tabela 4.15 - Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com reforço de fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° em matriz poliéster.....	100
Tabela 4.16 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de tração dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0°.....	102
Tabela 4.17 – Resultados do teste de Tukey para os tratamentos MP, 0J5, 0J15 e 0J25.....	103
Tabela 4.18- Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com reforço de fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 90° em matriz poliéster.....	105
Tabela 4.19 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de tração dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 90°.....	107

Tabela 4.20 – Resultados do teste de Tukey para os tratamentos MP, 90J5, 90J15 e 90J25	108
Tabela 4.21 - Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com reforço de fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° em matriz poliéster.....	110
Tabela 4.22 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de tração dos compósitos reforçados com fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0°.....	112
Tabela 4.23 – Resultados do teste de Tukey para os tratamentos MP, 0M5, 0M15 e 0M25	112
Tabela 4.24 - Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com reforço de fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 90° em matriz poliéster.....	115
Tabela 4.25 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de tração dos compósitos reforçados com fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 90°.....	117
Tabela 4.26 – Resultados do teste de Tukey para os tratamentos MP, 5M90, 15M90 e 25M90.....	118
Tabela 4.27 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha em matriz poliéster.....	119
Tabela 4.28 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de cisalhamento dos compósitos com resíduos de lama vermelha.....	121
Tabela 4.29 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios da resistência ao cisalhamento para os tratamentos: MP, 5RLV, 10RLV, 15RLV, 20RLV, 25RLV e 30RLV.....	122
Tabela 4.30 - Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com inserção de resíduo de caulim em matriz poliéster.....	124
Tabela 4.31 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de cisalhamento dos compósitos com resíduos de caulim.....	125
Tabela 4.32 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios da resistência a tração para os tratamentos: MP, 5RC, 10RC, 15RC, 20RC, 25RC e 30RC	126
Tabela 4.33 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com reforço de fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° em matriz poliéster.....	128
Tabela 4.34 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com reforço de fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 90° em matriz poliéster.....	128
Tabela 4.35 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de cisalhamento dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° e 90°.....	130
Tabela 4.36 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios da resistência ao cisalhamento para os tratamentos: MP, 0J15, 0J25, 90J15 e 90J25.....	131
Tabela 4.37 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com reforço de fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° em matriz poliéster.....	133
Tabela 4.38 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com reforço de fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 90° em matriz poliéster.....	133
Tabela 4.39 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de cisalhamento dos compósitos reforçados com fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a	135

0° e 90°.....	
Tabela 4.40 - Massa específica dos compósitos trifásicos (g/cm ³) reforçados com fibras de juta e malva, com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, além das frações volumétricas e frações mássicas dos constituintes.....	137
Tabela 4.41 - Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com reforço de fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 0°, com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim em matriz poliéster.....	138
Tabela 4.42 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de tração dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 0°, com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim	140
Tabela 4.43 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios da resistência à tração para os tratamentos: MP, JRLV, JRC, MRLV e MRC.....	140
Tabela 4.44 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com reforço de fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 0°, com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim em matriz poliéster.....	143
Tabela 4.45 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de cisalhamento dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim.....	144
Tabela 4.46 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com reforço de fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 90°, com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim em matriz poliéster.....	146
Tabela 4.47 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de cisalhamento dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 90° , com inserção de resíduo lama vermelha e caulim.....	147

NOMENCLATURAS

ANOVA	Análise de variância
ASTM	American Society Testing Materials
v	Coefficiente de Poisson
5RC	Compósitos em matriz poliéster com inserção de resíduo de caulim com fração mássica de 5%
10RC	Compósitos em matriz poliéster com inserção de resíduo de caulim com fração mássica de 10%
15RC	Compósitos em matriz poliéster com inserção de resíduo de caulim com fração mássica de 15%
20RC	Compósitos em matriz poliéster com inserção de resíduo de caulim com fração mássica de 20%
25RC	Compósitos em matriz poliéster com inserção de resíduo de caulim com fração mássica de 25%
30RC	Compósitos em matriz poliéster com inserção de resíduo de caulim com fração mássica de 30%
5RLV	Compósitos em matriz poliéster com inserção de resíduo de lama vermelha com fração mássica de 5%
10RLV	Compósitos em matriz poliéster com inserção de resíduo de lama vermelha com fração mássica de 10%
15RLV	Compósitos em matriz poliéster com inserção de resíduo de lama vermelha com fração mássica de 15%
20RLV	Compósitos em matriz poliéster com inserção de resíduo de lama vermelha com fração mássica de 20%
25RLV	Compósitos em matriz poliéster com inserção de resíduo de lama vermelha com fração mássica de 25%
30RLV	Compósitos em matriz poliéster com inserção de resíduo de lama vermelha com fração mássica de 30%
0J5	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° com fração volumétrica de 5%
0J15	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° com fração volumétrica de 15%
0J25	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° com fração volumétrica de 25%
90J5	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de juta na disposição contínuas e alinhadas a 90° com fração volumétrica de 5%
90J15	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de juta na disposição contínuas e alinhadas a 90° com fração volumétrica de 15%
90J25	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de juta na disposição contínuas e alinhadas a 90° com fração volumétrica de 25%
0M5	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° com fração volumétrica de 5%
0M15	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° com fração volumétrica de 15%
0M25	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° com fração volumétrica de 25%
90M5	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de malva na disposição contínuas e alinhadas a 90° com fração volumétrica de 5%
90M15	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de malva na disposição

	continuas e alinhadas a 90° com fração volumétrica de 15%
90M25	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de malva na disposição continuas e alinhadas a 90° com fração volumétrica de 25%
0JRC	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de juta na disposição continuas e alinhadas a 0° com resíduo de caulim
0JRLV	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de juta na disposição continuas e alinhadas a 0° com resíduo de lama vermelha
0MRC	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de malva na disposição continuas e alinhadas a 0° com resíduo de caulim
0MRLV	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de malva na disposição continuas e alinhadas a 90° com resíduo de lama vermelha
90JRC	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de juta na disposição continuas e alinhadas a 90° com resíduo de caulim
90JRLV	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de juta na disposição continuas e alinhadas a 90° com resíduo de lama vermelha
90MRC	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de malva na disposição continuas e alinhadas a 90° com resíduo de caulim
90MRLV	Compósitos em matriz poliéster reforçados com fibra de malva na disposição continuas e alinhadas a 90° com resíduo de lama vermelha
γ	Deformação angular
ε	Deformação
ε_{rup}	Deformação na ruptura
ϕ	Diâmetro médio
EDS	Espectroscopia de Energia dispersiva por Fluorescência de Raios X
Vol	Em volume
M	Fibras de malva
J	Fibras de Juta
FRX	Fluorescência de Raios X
M_p	Fração mássica de particulado
M_f	Fração mássica de fibra
M_m	Fração mássica da matriz
V_p	Fração volumétrica de particulado
V_f	Fração volumétrica de fibra
V_m	Fração volumétrica da matriz
V_v	Fração volumétrica de vazios
FV	Fração Volumétrica
GPa	Giga Pascal
g/cm^3	Gramas por centímetro cúbico
IFPA	Instituto Federal do Pará
ρ	Massa específica
ρ_p	Massa específica do particulado
ρ_f	Massa específica da fibra
ρ_m	Massa específica da matriz
ρ_c	Massa específica do compósito
MP	Matriz Poliéster
MPa	Mega Pascal
MEK	Metil-Etil-Cetona
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
μm	Micrometro
mm/mm	Milímetro por milímetro
E	Módulo de elasticidade
E_{12}	Módulo de elasticidade longitudinal

E_{21}	Módulo de elasticidade transversal
G	Módulo de cisalhamento
G_{12}	Módulo de cisalhamento no plano
PO	Poliéster ortoftálica
PRFN	Polímeros Reforçados por Fibras Naturais
PRFV	Polímeros Reforçados por Fibras de Vidros
RC	Resíduo de caulim
RLV	Resíduo de lama vermelha
τ	Tensão de cisalhamento
σ	Tensão de tração
UFPA	Universidade Federal do Pará

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

1.1 – ASPECTOS GERAIS, JUSTIFICATIVAS E MOTIVAÇÃO

Materiais compósitos são caracterizados por apresentarem uma fase matriz e uma fase de reforço que, quando combinadas, conferem ao produto final propriedades que tendem a serem superiores às fases individuais (MENDONÇA, 2019). Devido a essas características os compósitos são amplamente empregados em diferentes áreas da engenharia.

Os compósitos podem ser reforçados com partículas ou fibras (PICKERING *et al.*, 2016). A utilização de resíduos como reforço pode contribuir para a confecção de materiais com desejáveis propriedades mecânicas para aplicação em diversas áreas industriais (DING *et al.*, 2022). Além disso, o uso de resíduos pode contribuir para o descarte final ambientalmente correto. Dentre alguns resíduos que podem ser utilizados como reforço pode se destacar a lama vermelha e o resíduo de caulim. A lama vermelha é um resíduo gerado durante a etapa de clarificação da bauxita para a produção de alumina no processo Bayer. Sua classificação de acordo com a NBR 10004/2004 é um resíduo Classe II A, não inerte. Por essa característica, a lama vermelha pode apresentar risco potencial de contaminação de solos e mananciais e sua utilização como agente de reforço em materiais poliméricos pode ser uma alternativa de destinação final (VIGNESHWARAN *et al.*, 2019). O caulim após a extração na mina passa pelo processo de beneficiamento úmido, ao qual é imerso em uma solução de água e dispersante. Após isso, segue ao desareamento e produz o primeiro resíduo, constituído principalmente, por partículas de quartzo. O produto segue para centrifugação, onde acontece o branqueamento químico, a eliminação do ferro e a geração do segundo resíduo, volumoso e composto de caulinita (COSTA, 2016). Neste contexto é classificados como classe II A, de acordo com NBR 10004/ 2004 , não inerte. Também pode apresentar risco potencial ao meio ambiente e sua aplicação como agente de reforço em materiais poliméricos pode ser uma opção para seu uso final (SANTOS, 2020).

As fibras utilizadas como agente de reforço podem ser do tipo artificial, como vidro e carbono e lignocelulósicas, como juta e malva. As fibras artificiais geralmente apresentam elevadas propriedades mecânicas e são comumente usadas nas indústrias de engenharia aeronáutica e aeroespacial (AZMAN *et al.*, 2021). Essas fibras tendem a contribuir para o aumento resistência à tração e à flexão de materiais compósitos estruturais (LAU *et al.*, 2018).

Fibras sintéticas, como vidro, aramida e carbono, dominam os mercados de compósitos reforçados com fibras. No entanto, essas fibras não são biodegradáveis nem recuperáveis e, no final de sua vida útil, agravam o desafio do desperdício e do descarte (AKONDA, *et al.*, 2020; CHAUDHARY *et al.*, 2020). O crescente interesse na utilização das fibras lignocelulósicas, paralelamente às fibras de vidro e carbono, deve-se principalmente ao seu baixo custo, propriedades mecânicas, leveza, menor desgaste no processamento, ampla disponibilidade, biodegradabilidade, junto com outras vantagens usuais (SANJAY *et al.*, 2018). A incorporação de fibras lignocelulósicas como agente de reforço em compósitos poliméricos termofixos e termoplásticos tem ganhado cada vez mais aplicações em diversas áreas da Engenharia e Tecnologia (SABA, *et al.*, 2016; OMRANI *et al.*, 2016; LAU *et al.*, 2018).

Entre as fibras lignocelulósicas promissoras em aplicações de reforço em compósitos poliméricos, destacam-se as fibras de juta (*Corchorus capsularis*) e as fibras de malva (*Urena lobata*), ambas abundante na região Norte do Brasil. No estado do Pará está instalada a Companhia Têxtil de Castanhal, maior fabricante de juta e malva das Américas. (NASCIMENTO *et al.*, 2017a). Estas fibras possuem propriedades mecânica promissoras, como por exemplo, a fibra de juta, conforme afirmam BALLA *et al.* (2019), pode alcançar de 187 - 800MPa de resistência a tração. COSTA (2016), em seu estudo com fibras de malva, obteve um valor de resistência a tração de 396 MPa.

Os compósitos poliméricos reforçados com fibras lignocelulósicas tem despertado grande interesse na comunidade científica e diversos estudos tem sido desenvolvidos. Costa (2016) estudou compósitos híbridos com fibras de malva e inserção do resíduo de caulim, assim como compósitos híbridos com fibras de juta com inserção do resíduo de caulim e após ensaio de tração verificou que a resistência a tração foi superior em 28% e 25% quando comparados com a matriz poliéster.

Luz *et al.* (2018) estudaram o comportamento térmico de compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras de bagaço de cana-de-açúcar e concluíram que a adição das fibras induziu a uma modificação no módulo de armazenamento do compósito e a adição das fibras em 30% em volume promoveu uma diminuição na mobilidade da cadeia do poliéster diminuindo o valor da Tg.

Moraes *et al.*, (2018) apresentaram em sua pesquisa compósitos reforçados com tecido de malva em matriz poliéster ortoftálica e para resistência a tração alcançaram 110MPa para frações volumétricas de 40%.

Vigneshwaran *et al.* (2019) pesquisaram materiais compósitos híbridos de matriz poliéster reforçados com fibras de sisal com inserção de lama vermelha e observaram que as

propriedades em tração melhoraram na proporção de 20% do resíduo em conjunto com 40% em volume de fibra de sisal.

Souza *et al.* (2020) estudaram as propriedades mecânicas de compósitos de matriz epóxi reforçados com fibras de caranã e concluíram que a adição de 30% em volume de fibras proporcionou um aumento significativo da resistência em tração dos compósitos.

Reis *et al.* (2021) estudaram a resistência ao impacto de compósitos de matriz epóxi reforçados com fibras de guarumã e concluíram que o aumento no percentual volumétrico das fibras resultou em um aumento na resistência mecânica.

Assim, este trabalho tem por objetivo estudar as propriedades mecânicas de materiais compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas e alinhadas de juta e malva com inserção de resíduo industriais (lama vermelha e caulim).

1.2 - INEDITISMO E CONTRIBUIÇÃO DA TESE

O trabalho abordará o estudo de fibras de juta, malva e resíduos de lama vermelha e caulim aplicados na formação de um material compósito, bem como desenvolver técnicas que sejam apropriadas à sua produção. Foi investigado o desempenho através da micromecânica e macromecânica de materiais compósitos.

Não foram encontrados na literatura informações a respeito da adição de resíduo de lama vermelha e de resíduo de caulim em materiais compósitos reforçados por fibras lignocelulosicas em matrizes poliméricas o que indica que a presente Tese é inédita. Além de que a obtenção das propriedades mecânicas destes tipos de materiais compósitos foram realizadas originalmente pela primeira vez.

Neste sentido este trabalho pretende contribuir de forma inédita com a produção e caracterização dos compósitos poliméricos com uso de resíduos industriais (lama vermelha e caulim) com as fibras vegetais (malva e juta), confeccionando e avaliando as propriedades físicas (massa específica aparente e volume de vazios), mecânicas (tração e cisalhamento), composição química (Fluorescência de Raios X (FRX) e Espectroscopia de Energia Dispersiva por Fluorescência de Raios X (EDS)), análises morfológicas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) das partes contituente e dos compósitos poliméricos fabricados.

1.3 – OBJETIVOS: GERAL E ESPECÍFICOS

Este trabalho teve como **objetivo geral** estudar as propriedades mecânicas de materiais compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas e alinhadas (0° e 90°) de juta e malva com inserção de resíduo industriais (lama vermelha e caulim):

Objetivos específicos:

- Estudar as propriedades físicas e morfológicas dos resíduos de lama vermelha e caulim;
- Estudar as propriedades físicas e mecânicas das fibras de juta e malva, bem como avaliar sua morfologia;
- Avaliar o efeito da incorporação de resíduos de lama vermelha e caulim nas proporções mássicas de 5, 10, 15, 20, 25 e 30%, nas propriedades físicas e mecânicas dos compósitos;
- Avaliar o efeito da incorporação de fibras de juta e malva orientadas em 0° e 90° nas proporções de frações volumétricas de 5, 15 e 25%, nas propriedades mecânicas dos compósitos;
- Avaliar a influência da incorporação das fibras de juta e malva com inserção de resíduos no comportamento físico e mecânico dos compósitos trifásicos;
- Estudar as propriedades mecânicas dos compósitos produzidos;

1.4 - ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO

No Capítulo 1 enfatiza a introdução, onde no presente capítulo buscou-se enfatizar as motivações e objetivos que levaram ao estudo do aproveitamento da lama vermelha, caulim e fibras de malva e juta. Além dos principais estudos referentes ao emprego da lama vermelha e caulim em vários segmentos

No Capítulo 2 é apresentada a revisão da literatura e o estado da arte acerca dos materiais compósitos, com ênfase nas matrizes de polímeros termofixos como: o poliéster ortoftálico, os principais processos de produção. A importância da fibra de malva e juta no contexto amazônico e sua aplicação industrial, caracterização física e mecânica, e os estudos de sua aplicação em compósitos com matrizes poliméricas e as características dos compósitos, com ênfase nas propriedades físicas e mecânica.

O Capítulo 3 trata dos materiais e das metodologias experimentais utilizadas para a caracterização dos materiais usados na obtenção dos compósitos poliméricos E as principais

metodologias para avaliação das propriedades físicas e mecânicas dos compósitos elaborados.

Resultados e suas discussões são apresentados no Capítulo 4, incluindo as características das matérias primas e a influência da lama vermelha e caulim e das fibras de malva e juta nas propriedades mecânicas dos compósitos com resíduos industriais e fibras.

No Capítulo 5, são apresentadas as principais conclusões.

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 - O RESÍDUO INDUSTRIAL MINERAL

2.1.1 Resíduo Lama Vermelha

A lama vermelha é um resíduo insolúvel gerado no processo de obtenção do alumínio da bauxita, por meio do processo Bayer, o qual é disposto em locais adequados denominados lagoas de disposição. A lama vermelha possui elevado teor alcalino e é composta por finas partículas de óxidos e hidróxidos de sílica, alumínio, ferro, cálcio e titânio, podendo também conter elementos traços de óxidos de outros metais (SANTOS, 2020; HIND *et al.*, 1999).

Nota-se que há uma crescente preocupação em desenvolver novos adsorventes de metais pesados utilizando-se materiais disponíveis, como os resíduos industriais. Estudos realizados mostram o uso de cinzas volantes, lamas de alto-forno, lodos, resíduos de fábricas de chá, polpa de beterraba, entre outros, como adsorventes de baixo-custo de metais pesados em águas residuárias, além da lama vermelha, ou red mud, um dos mais promissores adsorventes da atualidade (AHMARUZZAMAN, 2011).

No que diz respeito as propriedades da lama vermelha, essas variam de maneira significativa de diferentes bauxitas e diferentes métodos de produção, porém, as propriedades básicas são o alto pH (variando de 10 a 12,5) e distribuição extremamente fina de sólidos em suspensão com teor de 15 a 30 % de sólidos. Esse resíduo possui composição química complexa e devido aos altos teores de cálcio e hidróxido de sódio em associação com as grandes quantidades produzidas anualmente, é relativamente tóxico e um sério poluente ambiental (HIND *et al.*, 1999).

A armazenagem da lama, que antes era feita em lagoas de estocagem, vem sendo substituída pelo método de empilhamento a seco, que é mais eficiente e seguro para o meio ambiente, método este que já vem sendo adotado pela Hydro Alunorte (HYDRO ALUNORTE, 2021). Nesta planta industrial mostra-se uma imagem superficial da área da fábrica e lagoa de rejeitos, conforme observado na figura 2.1 a.

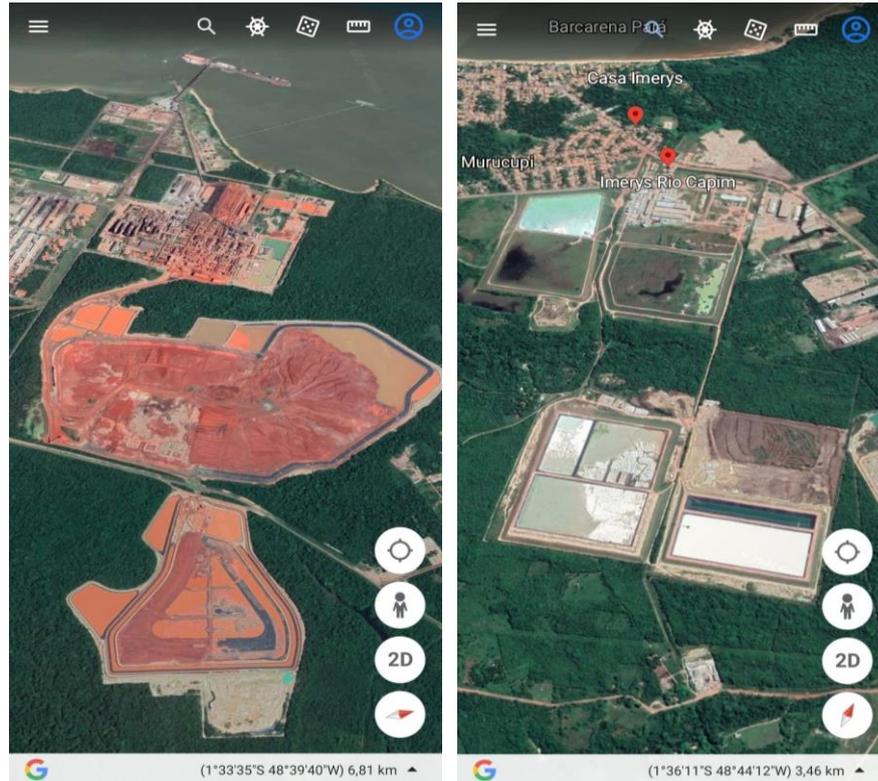


Figura 2.1 - Imagem aérea da fábrica da (a) ALUNORTE em Barcarena, PA, destacando onde é o depósito de rejeitos sólidos (DRS), a lama vermelha, e imagem aérea da fábrica da (b) YMERIS RIO CAPIM CAULIM em Barcarena, PA, onde o DRS da produção de caulim é armazenado. Fonte: Autor, via Google Earth (novembro, 2021).

2.1.2 - Resíduo de Caulim

O caulim é uma rocha formada por um grupo de silicatos hidratados de alumínio, principalmente caulinita e haloisita. Essa rocha ainda é constituída de outras substâncias na forma de impurezas como por exemplo: areia, quartzo, palhetas de mica, grãos de feldspato, óxidos de ferro e titânio, etc (SILVA FILHO, 2014). Embora o mineral caulinita, teoricamente apresente a fórmula $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$, outros elementos além do alumínio, silício, hidrogênio e oxigênio encontram-se geralmente presentes na sua estrutura em posições mais complexa e muitas vezes desconhecidas.

O caulim destaca-se como sendo um dos seis minerais mais abundantes da crosta terrestre e pode ser encontrado com até 10 metros de profundidade, apresenta como característica a granulometria fina, que permite maior plasticidade e a cor branca ou quase branca, devido ao baixo teor de ferro. Em função de suas propriedades, pode ser utilizado na fabricação de diversos produtos, como produtos farmacêuticos, materiais cerâmicos, esmaltes para revestimento cerâmico, tintas, papéis, dentre outros, sendo assim, a extração desse

mineral contribui diretamente com a economia do país. Cerca de 28% das reservas mundiais de caulim são encontradas no Brasil (SANTOS, 2020; ALMEIDA e LUZ, 2012).

Indica-se que nas reservas brasileiras (medidas e indicadas), aproximadamente 97 % encontram-se na região norte do País, nos estados do Pará (Imerys S/A e PPSA), Amapá (CADAM) e Amazonas (Mineração Horboy Clays Ltda). O mercado produtor de caulim apresenta-se concentrado e competitivo. Os Estados Unidos juntamente com a Comunidade dos Estados Independentes, Coréia do Sul, República Tcheca, Brasil e Reino Unido, são responsáveis por 62 % do caulim produzido no mundo. É importante ressaltar que apenas o Brasil disponibiliza o minério já beneficiado para o mercado interno e externo a ser utilizado na indústria de fabricação de papel, o qual responde por 7 % da produção mundial (COSTA, 2016).

Na região Norte, no que diz respeito ao beneficiamento e produção do caulim, dois grupos empresariais - Cia. Vale do Rio Doce - Vale e Imerys Rio Capim Caulim - IRCC - controlam cerca de 92,5 % do caulim produzido no país. Enquanto a Vale responde por 51,6 %, através de suas controladas CADAM S/A (29,3 %) e Pará Pigmentos S/A - PPSA (22,3 %), a Imerys detém a fatia de 40,9 % da produção. Em conjunto, destinam entre 80 % e 90 % da produção para a indústria de papel na Europa, Ásia e América do Norte, colocando o restante no mercado doméstico. As demais regiões do país produzem caulim para outras finalidades, notadamente para cerâmicas branca e vermelha, cimento, borracha, plástico, tintas, refratários e, também, em menor proporção, para enchimento (filler) e cobertura (coating) na indústria de papel (COSTA, 2016; FARIAS, 2009).

A Figura 2.1 b mostra o sistema de armazenamento do resíduo resultante do processamento do caulim, empresa Imerys Rio Capim Caulim – IRCC em Barcarena – PA.

2.2 – FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS

As fibras naturais em definição simples são fibras que não são sintéticas ou artificiais. Eles podem ser provenientes de plantas ou animais (MOHAMMED *et al.*, 2015). O uso de fibras naturais, como dendê, sisal, linho e juta para a produção de materiais compósitos, ganhou considerável atenção nas últimas décadas.

Fibras lignocelulósicas, como por exemplo, juta, cânhamo, sisal kenaf, coco, flax, bambu e banana, etc, são comumente misturadas com polímeros para formar compósitos PRFN (Polímeros Reforçados por Fibras Naturais) para a fabricação de produtos ecologicamente corretos, dos quais custo e resistência são os fatores fundamentais. Tais fibras

são classificadas como fontes renováveis e podem ser extraídas da natureza sem danificar o meio ambiente, elas podem substituir, como exemplo as fibras de vidro em diversas aplicações na engenharia, já que as propriedades mecânicas dos compostos PRFN são comparáveis ao compostos poliméricos reforçados com fibra de vidro PRFV (Polímeros Reforçados por Fibras de Vidros). A Tabela 2.1 apresenta comparativo entre as fibras lignocelulósicas e sintéticas (LAU, 2018).

Tabela 2.1 - Propriedades básicas das fibras naturais e fibras de vidro.

	Densidade (g/cm ³)	Resistência a tração (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Deformação da ruptura (%)
Juta	1,3-1,5	200-770	20-55	2,0-3,0
Sisal	1,5	100-800	9-22	3,0-7,0
Kenaf	1,4-1,5	930	53	1,6
Milho	1,2	180	4-6	30,0
Linho	1,5	350-1040	28-70	2,0-4,0
Cânhamo	1,5	690	30-70	1,5-4,0
Bambo	0,6-1,1	140-230	11-17	4,0-7,0
Carbono	1,4	4000	230-240	1,4-1,8
Aramida	1,4	3000-3150	63-67	3,3-3,7
vidro	2,5	1200-1500	70	2,5
Epoxi	1,1-1,4	41-90	3,0-6,0	1-6
Poliéster	1,04-1,46	35-100	2,1-4,4	1-3

Adaptado de LAU *et al.* (2018)

Entre as diversas aplicações de fibras lignocelulósicas estão a produção de artigos têxteis e decorativos, até aplicações mais complexas como reforço em materiais compósitos e em aplicações automotivas. No entanto, há algumas desvantagens na utilização dessas fibras como reforço em materiais compósitos, como: a qualidade e eficiência da produção, que depende das condições naturais; a heterogeneidade de suas propriedades que podem ser associadas à produção, extração e condições de processamento das fibras; e seu comportamento hidrofílico que leva a absorção de água nos compósitos (FIDELIS *et al.*, 2013)

2.2.1 – Fibras de Juta

Originária da Índia, a fibra de juta (*Corchorus Capsularis*) é uma fibra vegetal muito resistente e totalmente ecológica. Sua planta pode alcançar altura de 3 a 4 metros e o seu talo

a espessura de aproximadamente 20 mm, crescendo em climas úmidos e tropicais. É uma das mais baratas fibras naturais e, em quantidade produzida e número de aplicações, em escala mundial, é superada somente pelo algodão. O ciclo do plantio leva seis meses e coincide com os períodos de cheia e vazante dos rios. Por ser plantada nas calhas dos rios, não provoca desmatamento. A época do plantio varia segundo a natureza e o clima, geralmente se dá entre agosto e janeiro conforme afirma (RIBEIRO, 2015).

O processo de produção tem duração aproximada de cinco dias e não utiliza nenhum produto químico. Após o corte dos talos, procede-se a limpeza das hastes, que são reunidas em feixes e colocadas em água corrente ou parada, numa etapa chamada de afogamento ou maceração. Em seguida, as fibras são facilmente desprendidas da casca e lavadas. As fibras são então golpeadas na água e submetidas a uma segunda lavagem, para posteriormente serem estendidas em varais ou estendais de secagem. Finalmente, as fibras são encaminhadas para processamento, onde são produzidas bobinas ou tecidos. Algumas das etapas deste processo estão ilustradas na Figura 2.2. (PIRES, 2009)



Figura 2.2 - Ciclo de produção da juta: 1 - Colheita; 2 – Secagem; 3 - Processamento; 4 – Produto final. Fonte: PIRES (2009).

A juta é uma das fibras naturais mais baratas e atualmente é a melhor fibra com maior volume de produção. As fibras de juta estão disponíveis em produtos ecológicos baratos com dirigibilidade superior e capacidade de retenção de umidade. A juta é o material mais útil que está disponível comercialmente e pode ser moldado em diferentes formas (OMRAMI *et al.*, 2016). Assim como afirmado por Silva *et al.* (2020) que as fibras de juta têm uma densidade

de cerca de 1,30-1,45 g/cm³, características importantes no desenvolvimentos das pesquisas envolvendo este fibra.

Em sua pesquisa Silva *et al.* (2020) determinaram a resistência à tração das fibras de juta e sisal, e observou que apesar da diferença em suas resistências à tração, ambas as fibras apresentam um módulo de elasticidade semelhante.

2.2.2 – Fibras de Malva

Conforme afirmam Costa *et al.* (2020) um exemplo típico de fibras lignocelulósicas naturais promissoras sendo investigadas para reforço de composto de polímero é a fibra de malva. Uma fibra forte e flexível que é obtida a partir dos caules da planta de malva (*Urena lobata*). Um exemplo da planta de malva e de feixe de fibra de malva recebida é ilustrado na Figura 2.3.



Figura 2.3 - (a) Planta de malva e (b) feixe de fibras de malva.
Fonte: NASCIMENTO, *et al.*(2017b)

Em trabalhos específicos recentes, observam-se características e propriedades promissoras para fibra de malva, como por exemplo, a obtenção de fibras com comprimentos de até um metro e que estão sendo usadas para ensacamento de cordas, tecidos grossos, cordas, redes, tapetes e outros artesanatos de textura (COSTA, 2020). Assim como afirmado por Moraes *et al.* (2018) que as fibras de malva têm uma densidade de 0,996 g / cm³, outra característica importante foi informada por Margem *et al.* (2015) que determinaram a resistência à tração de 309 MPa, demonstrando um grande potencial para seu possível uso como reforço em compósitos de matriz polimérica.

2.2.3 – Anatomia e Morfologia de Fibras Lignocelulósicas

FIDELIS *et al.* (2013) pesquisaram a influência da morfologia de fibras naturais na sua resistência à tração. As fibras pesquisadas foram juta, sisal, curauá, coco e piaçava. No cálculo da tensão, a área da seção transversal das fibras foi determinada através de microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostraram maior propriedade no ensaio de tração para a fibra de curauá (limite de resistência de 543 MPa e módulo de elasticidade de 63.7GPa), sendo obtido 249 MPa para a juta e 484 MPa para o sisal.

O autor classifica as fibras em duas categorias: alto desempenho (curauá, sisal e juta) e baixo desempenho (piaçava e coco) Figura 2.4. Nas conclusões foi relacionado que a resistência a tração das fibras são influenciadas também pela composição química, por exemplo, sisal apresenta 73% de celulose e a juta 65%, ou seja, fibras com maior celulose apresentam maior resistência a tração. Enquanto que Piaçava e coco apresentam 39,30% e 26,60% de celulose, respectivamente.

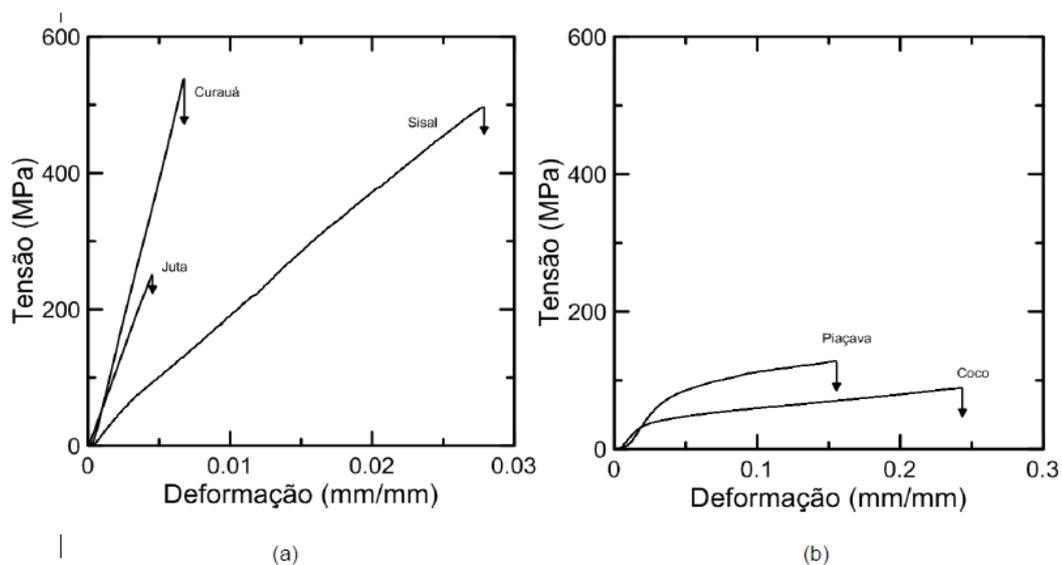


Figura 2.4 - Curvas típicas tensão x deformação das fibras: (a) curauá, sisal, juta e (b) piaçava e coco. Fonte: FIDELIS *et al.* (2013).

Geralmente as fibras vegetais têm uma morfologia semelhante. Elas são compostas por muitas células-fibras ao qual são formadas por células primárias, secundárias e terciárias e lumens. Cada célula-fibra é unida por lamelas médias, ao qual consiste de lignina e celulose, como mostrado na Figura 2.5. A diferença entre os vários tipos de fibras são os números de células-fibras, a dimensão da parede celular e área transversal da fibra. Por isso cada fibra apresenta diferentes características e comportamento mecânico (FIDELIS *et al.*, 2013).

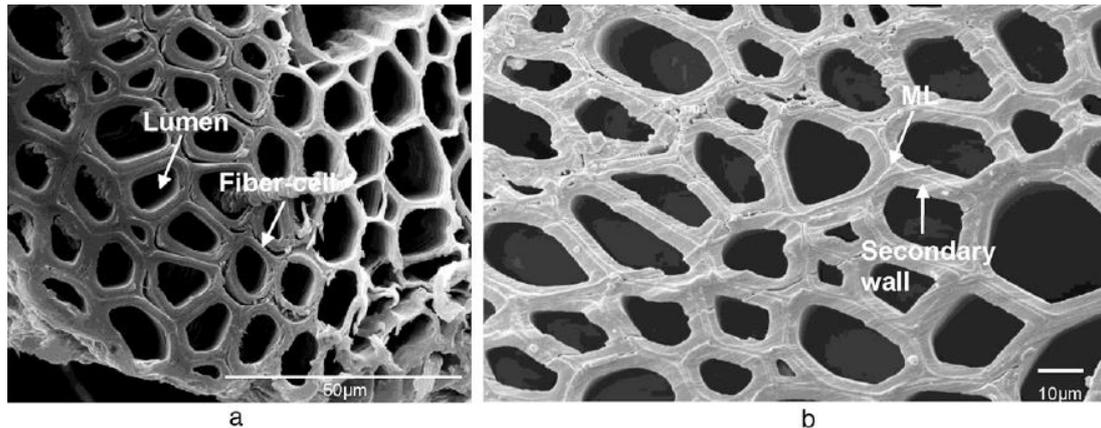


Figura 2.5 - Microestrutura da fibras de sisal (a) células-fibras com lúmen e lamela média e (b) detalhe da lamela média e parede celular. Fonte: FIDELIS *et al.* (2013).

2.3 – MATRIZ POLIMÉRICA

A matriz é uma parte importante de um compósito reforçado com fibra. Fornece uma barreira contra ambientes adversos, protege a superfície das fibras da abrasão mecânica e transfere carga para as fibras. As matrizes mais comuns usadas atualmente em compósitos reforçados por fibras naturais são poliméricas, pois são leves e podem ser processadas em baixa temperatura. Polímeros termoplásticos e termofixos têm sido usados para matrizes com fibras naturais (PICKERING *et al.*, 2016).

A seleção da matriz é limitada pela temperatura na qual as fibras naturais se degradam. A maioria das fibras naturais usadas para reforço em compósitos de fibras naturais são termicamente instáveis acima de 200 C, devido a essa limitação, apenas termoplásticos que amolecem abaixo dessa temperatura, como polietileno (PE), Polipropileno (PP), cloreto de polivinila e poliestireno e termofixos (que podem ser curados abaixo dessa temperatura) são utilizáveis como uma matriz. Os principais termofixos utilizados são poliéster insaturado (PI) e resina epóxi. (PICKERING *et al.*, 2016).

2.3.1 - Matriz de Resina Poliéster

A resina poliéster é a mais empregada para confecção de compósitos poliméricos, isto se deve ao fato de aliar bom desempenho mecânico, boas condições de reatividade, custo mais acessível quando comparada com a resina epóxi ou éster-vinilica à diversidade de formulações disponíveis para atender os requisitos exigidos em diferentes áreas de aplicações dos compósitos. (MARINUCCI, 2011).

Os poliésteres insaturados são formados pela reação de esterificação, na qual diácidos insaturados (ácido fumárico ou anidrido maleico, ácidos que retiraram água de hidratação ligada quimicamente na molécula) e diácidos saturados (ortoftálico, isoftálico ou tereftálico) reagem com um diálcool (monoetileno glicol, propileno glicol, neo pentil glicol, etc.) gerando éster e água. Devido à reação ocorrer nas duas extremidades da cadeia, é possível ter moléculas com cadeias muito longas e obter uma infinidade de grupos ésteres ao longo desta cadeia. (EL BANNA, 2017).

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 e que atuam como solventes, conferindo menor viscosidade e melhor processabilidade, além de auxiliar na umectação das fibras. Devido à cura de resinas poliésteres se processarem lentamente e apresentarem baixa mobilidade, a probabilidade das reações intramoleculares ocorrerem é muito pequena. Os monômeros utilizados como solventes atuam também, como copolimerizadores da resina tornando a probabilidade das reações intramoleculares da resina serem maiores (MOREIRA, 2008).

De acordo com o tempo de cura, tempo de gel e propriedades esperada, as resinas poliésteres podem ser aditivadas com aceleradores ou promotores que auxiliam no processo de cura reagindo com o iniciador peróxido formando radicais livres. O uso de inibidores (retardantes) para melhorar a estabilidade de armazenamento da resina evita que o monômero e a parte polimérica reajam entre si antes da adição do iniciador. Os aceleradores mais utilizados são as aminas terciárias e os sais de metal pesado, destacando-se o cobalto e os retardantes mais comuns são hidroquinona e di-tercio-butil hidroquinona (MOREIRA, 2008).

2.4 – MATERIAIS COMPOSITOS

A classe de materiais compósitos é bastante ampla e abrangente, compreendendo desde os polímeros reforçados com fibras, os materiais híbridos metal/compósito e os concretos estruturais, e outros compósitos que incorporam matriz metálica ou matriz cerâmica. Portanto, a característica básica dos compósitos é combinar, a nível macroscópico, pelo menos duas fases distintas denominadas matriz e reforço (LEVY NETO e PARDINI, 2006).

Os materiais compósitos podem combinar propriedades incomuns, que não podem ser individualmente atendidas com as tradicionais ligas metálicas, materiais poliméricos e cerâmicos existentes. Um material compósito é formado pela combinação de dois ou mais

microconstituintes ou macroconstituintes que diferem na forma e na composição química e que, na sua essência, são insolúveis uns nos outros (CALLISTER, 2012).

Um compósito é constituído por um reforço e uma matriz. O reforço, de elevada resistência e rigidez, é impregnado pela matriz, o que mantém as fibras na sua posição geométrica e transmite tensão através do componente, garantindo ao mesmo tempo a resistência química. Os materiais compósitos são usados em uma ampla gama de aplicações dos setores automotivo, aeronáutico e esportivo e para a construção e arquitetura. Existem diferentes processos de fabricação, dependendo do tipo de aplicação, a taxa de produção e tamanho dos componentes (EL BANNA, 2017).

As propriedades dos compósitos reforçados por fibras estão diretamente associadas às propriedades dos elementos constituintes dos materiais, tais como propriedades da fibra e da matriz, concentração ou frações volumétricas, interface e adesão fibra/matriz, disposição das camadas e orientação, bem como pela geometria do filamento, como forma e tamanho. Os compósitos podem ser formados por elementos de reforço particulados ou fibrosos. Os reforços particulados podem ser esféricos, cúbicos, tetragonais ou de qualquer outra forma regular ou irregular, mas quase sempre equiaxiais. Já os reforços fibrosos têm a fibra como elemento de reforço, a qual apresenta como característica o fato de possuir um comprimento muito maior que as dimensões da seção transversal (MARINUCCI, 2011). Outro fator determinante no desempenho de um compósito frente aos mais diversos tipos de solicitações são as frações volumétricas de fibra (V_f), matriz (V_m) e vazios (V_v). Estes parâmetros são usados para quantificar os volumes percentuais de cada componente (fibras, matriz e vazios, respectivamente), em relação ao volume total do compósito. Os valores de V_f e V_m em qualquer tipo de compósito são determinados pelo processo de fabricação adotado (LEVY NETO e PARDINI, 2006).

Por fim os compósitos de polímero são alternativas promissoras para a maioria dos materiais convencionais usados em várias aplicações. Por exemplo, uso de resíduos industriais como cargas em compósitos poliméricos oferece uma vantagem inerente no gerenciamento de resíduos industriais (PRABU *et al.*, 2017). A adição de resíduos industriais em compósitos reforçados por fibras naturais melhora as práticas tradicionais de gestão de resíduos. (VIGNESHWARAN, *et al.*, 2019)

2.5 – MATERIAIS COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS COM FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS

Nos últimos anos as pesquisas e implementações de materiais compósitos laminados, tem-se intensificado, principalmente os que contem em suas fases dispersas os materiais de origem natural, este principalmente para substituir materiais sintéticos ou combinação com este e manter os níveis de desempenho semelhantes e, ao mesmo tempo, reduzir efetivamente os danos ambientais.

FRAGASSA *et al.* (2018) em seu trabalho realizaram uma investigação experimental das propriedades mecânicas de compósitos laminados reforçados por fibras de linho e fibras de basalto e seus híbridos utilizando como matriz a resina viniléster. Os resultados obtidos indicaram uma maior resistência a tração para o laminado de Basalto que obtiveram um valor de 165 MPa, enquanto que o laminado de Linho apresentou resistência de 47,50 MPa, e o laminado híbrido Linho/Basalto uma resistência de 86,50 MPa.

SEPE *et al.* (2018) avaliaram as propriedades mecânicas em tração de materiais compósitos laminados de resina epóxi, produzidos via processo de infusão e reforçados com fibras de cânhamo não tratadas e tratadas com NaOH e silano, as fibras foram dispostas em quatro camadas na configuração de 0°/90°/0°. Os resultados indicaram que as fibras não tratadas obtiveram um melhor resultado de Resistência a Tração, quando comparadas com as fibras tratadas com NaOH e silano .

FILHO *et al.* (2019) em sua pesquisa realizaram um estudo sobre as propriedades mecânicas em tração de dois materiais compósitos poliméricos laminados, um à base de tecido de fibra de piaçava unidirecional e outro um compósito híbrido à base de fibra de piaçava unidirecional e tecidos de vidro bidirecional, a fibras de piaçava foram tratadas em solução de NaOH com concentração a 10% por pelo menos 1 h. Os resultados obtidos indicaram que o compósito laminado híbrido apresentou melhor desempenho em tração, com um valor médio de 67,60 MPa.

NAVEEN *et al.* (2019) realizaram estudo de substituição da fibra de aramida por fibras da casca da palmeira do coco nucifera em matriz epóxi, foram produzidos compósitos laminados com fibra de aramida, laminados com fibras da casca da palmeira do coco e laminados híbridos, dispostos em quatro camadas como indicado na Tabela 2.2

Tabela 2.2 – Configuração das fibras e porcentagem da fração em peso.

Símbolo	Configuração	Porcentagem Fração em peso (wt. %)	
		K	CS
S1	K/K/K/K	100	0
S2	K/CS/K/K	75	25
S3	K/CS/CS/K	50	50
S4	CS/CS/K/CS	25	75
S5	CS/CS/CS/CS	0	100

K, Kevlar; CS, Coco nucifera.

Fonte: Adaptado de NAVEEN *et al.* (2019).

Os resultados mostraram que a composição S1 apresenta melhor resistência em tração, com um valor aproximado de 210 MPa, com a substituição de 25% em peso de fibra da palmeira do coco nucifera (S2) houve redução da resistência à tração em apenas 19%.

THIAGAMANI *et al.* (2019) trabalharam em sua pesquisa com materiais compósitos laminados utilizando o epóxi como matriz e reforçado com tecidos bidirecional de fibras de cânhamo e de fibra de sisal e disposto em quatro camadas. Os resultados de propriedades mecânicas dos compósitos está apresentado na Tabela 2.3.

Tabela 2.3 – Propriedades mecânicas e configuração dos laminados.

Configurações dos Laminados	Resistência a Tração (MPa)	Módulo de Elasticidade (MPa)	Deformação até Fratura (%)
Epóxi	25,67 ± 1,53	‘	2,20 ± 0,00
CCCC	32,00 ± 1,39	1158,95 ± 46,22	2,25 ± 0,09
SSSS	30,70 ± 0,60	968,97 ± 70,37	5,28 ± 1,45
CSSC	30,24 ± 0,73	1095,51 ± 26,64	3,28 ± 1,03
SCCS	30,76 ± 1,17	1095,00 ± 43,64	3,63 ± 2,44
CCSS	30,00 ± 1,23	1028,41 ± 60,19	6,85 ± 2,47
CSCS	31,76 ± 0,88	1173,47 ± 32,97	3,26 ± 0,41

C, Cânhamo; S, Sisal.

Fonte: Adaptado de THIAGAMANI *et al.* (2019).

De acordo com os dados da tabela o compósito com configuração CCCC apresentou melhor resistência, seguido pelo compósito CSCS, entretando ao observar as margens de erro não há diferença significativa nos resultados.

NURAZZI *et al.* (2020) avaliaram a resistência em tração de compósitos de matriz poliéster insaturado reforçado com fibra de palmeira-do-açúcar (*Arenga Pinnata*) com fibras

dispostas em três configurações de ângulo de 0°, 45° e 90°. Os resultados indicaram que o maior desempenho mecânico dos compósitos foi alcançado para a orientação das fibras de 0°, seguido por orientações de fibra de 45° e 90°.

YORSENG *et al.* (2020) avaliaram o comportamento mecânico de materiais compósitos híbridos de matriz epóxi reforçados com fibras de kenaf/sisal na forma de tecido e produzidos através de moldagem por compressão. Os melhores resultados de Resistência à Tração foram de 53,59 MPa para matriz plena de epóxi.

ATMAKURI *et al.* (2021) exploraram em sua pesquisa material compósito laminado híbrido de matriz epóxi reforçados com diferentes proporções de fibras de cariota (derivadas da palmeira rabo de peixe) e fibras de sisal, que foram tratadas quimicamente em solução de HCl a 2%. A adição de 15% de fibra da cariota em conjunto com 25% em volume de fibra de sisal apresentou o melhor resultado de resistência à tração. O compósito laminado com

BATU *et al.* (2021) investigaram as propriedades mecânicas de materiais compósitos laminados híbridos de matriz epóxi reforçados com fibra de vidro / fibra de banana falsa (Ensete) tratada com hidróxido de sódio em diferentes frações de volume e orientações de fibras híbridas (banana falsa e vidro). Os resultados indicaram que a adição de fibra não elevou o resultado de resistência à tração da matriz.

SARI *et al.* (2021) concentraram suas pesquisas na caracterização das propriedades mecânicas de materiais compósitos laminados com matriz de resina poliéster insaturado com fibra de casca de milho não tratados (FCM) com inserção de particulado de casca de coco (PCC). Os resultados obtidos variaram entre 16,95 a 22,46 MPa.

2.5.1 - Materiais Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras de Juta

Dentre as diversas fibras naturais, a fibra de juta possui grande potencial para ser utilizada como reforço em compósitos poliméricos. A juta é uma fibra vegetal de grande disponibilidade e esta revela-se importante fonte de fibras para diversas aplicações é uma das fibras naturais mais barata para se cultivada no mundo (SANJAY *et al.*, 2018b).

DOBAH *et al.* (2016) realizaram caracterização mecânica de compósitos poliméricos laminados reforçados com tecido de fibras de juta e matriz poliéster, os laminados foram fabricados em baixa pressão usando uma técnica de hand lay-up. Os compósitos apresentaram valores médios de resistência à tração de 42,236MPa.

ASHWORTH *et al.* (2016) em seus estudos investigaram compósitos poliméricos laminados reforçados com fibra de carbono (CRFC), juta (CRFJ) e híbridos (CRFH),

fabricados usando o processo de moldagem por transferência de resina (RTM). Os compósitos reforçados com fibras de carbono apresentaram os melhores resultados de resistência em tração.

MASLINDA *et al.* (2017) estudaram em sua pesquisa o efeito da absorção de água nas propriedades mecânicas de compósitos de matriz epóxi com reforço de fibras de kenaf, juta e cânhamo. Foram formuladas cinco tipos de compósito com a combinação das fibra. Os estudos mostraram que as propriedades mecânicas e de resistência à água das fibras de kenaf, juta e cânhamo foram melhoradas por meio da hibridização. No entanto, como resultado da penetração da água na interface fibra / matriz reduziram a resistência à tração dos compósitos.

CAVALCANTI *et al.* (2019) caracterizaram mecanicamente materiais compósitos laminados híbridos reforçados com fibras de vidro e fibras de juta, sisal e curauá tratadas quimicamente. A combinação de fibras de juta e fibra de vidro apresentou o melhor resultado em tração.

SUJON *et al.* (2020) elaboraram uma investigação experimental das propriedades mecânicas de compósitos poliméricos laminados de matriz epóxi reforçados com tecido de fibras de juta (06 camadas) e com tecidos de fibras de carbono (quatro camadas) com quatro sequências de empilhamento diferentes e três orientações de fibra diferentes. Os resultados experimentais apresentados pelos autores revelaram que a orientação da fibra e a sequência de empilhamento das camadas de fibra têm uma influência significativa nas propriedades mecânicas dos materiais compósitos.

SURESH *et al.* (2021) investigaram as características mecânicas de materiais compósitos laminados reforçados por combinações de fibra de pseudo-caule de banana (BPSF) e fibra de juta (JF) em matriz epóxi, a combinação de 30% em peso de BPSF + 30% em peso de JF + 40% em peso de resina epóxi apresentou o melhor valor médio de resistência à tração.

2.5.2 - Materiais Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras de Malva

Apesar da utilização de fibras lignocelulósicas para reforço em materiais poliméricos está presente no meio científico, entretanto, algumas fibras como é o caso da malva ainda são pouco conhecidas e pouco aproveitadas. Embora suas características conhecidas, como resistência, densidade, demonstrem um grande potencial para uso como material de reforço, poucas iniciativas de aprofundamento destes estudos foram localizadas na literatura.

SOUZA *et al.*, (2005), observaram as propriedades mecânicas da fibra de malva em conjunto a fibra de juta. Os mesmos autores evidenciaram que a fibra híbrida (juta + malva) apresentou bom comportamento de resistência à carga máxima de 139,3N; alongamento 24,6mm e módulo de elasticidade de 31,2GPa.

MARGEM (2013) em sua pesquisa desenvolveu compósito em matriz poliéster reforçados com fibras de malva variando fração volumétrica em 10, 20 e 30%, e após ensaio de tração obteve valores de resistência a tração de $16,1 \pm 1,8$; $33,7 \pm 9,1$; $49,4 \pm 7,8$ e $60,7 \pm 1,7$ MPa. Para o caso do módulo de elasticidade os valores foram obtidos foram de $7,8 \pm 2,6$; $10,7 \pm 2,1$; $13,9 \pm 2,8$ e $16,4 \pm 4,8$ GPa, respectivamente.

MORAES *et al.*, (2018) apresentaram em suas pesquisa compósitos reforçados com tecido de malva variando a fração volumétrica em 10, 20, 30 e 40% em matriz poliéster ortoftálica, os corpos de provas foram submetidos a ensaio de tração. Os melhores resultados para resistência a tração foram de aproximadamente 80 e 110MPa para frações volumétricas de 30 e 40%.

2.6 – MATERIAIS COMPÓSITOS HÍBRIDOS COM FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS E RESÍDUO DE LAMA VERMELHA

PRABU *et al.* (2014) desenvolveram um novo compósito híbrido com inserção de lama vermelha como enchimento de reforço secundário em compósitos de matriz resina de poliéster isoftálico insaturada reforçada por fibra de banana (CLVFB), foi observado um aumento na resistência mecânica para os CLVFB com a adição de lama vermelha com tamanho de partícula de 4 μ m e 8% em peso.

COSTA (2016) em sua pesquisa desenvolveu compósito polimérico híbrido usando como matriz a resina poliéster insaturada isoftálica, com inserção de lama vermelha, reforçado com fibras vegetais de sisal, malva e juta, observou-se que a adição de 5% de fibra de juta e 10% de resíduo de lama vermelha elevou a propriedades de resistência à tração da matriz poliéster.

VIGNESHWARAN *et al.* (2019) pesquisaram materiais compostos híbridos de matriz poliéster reforçados com fibras de sisal preenchido com lama vermelha (CSLV), os resultados obtidos indicam que a proporção de 20% de resíduo de lama vermelha em conjunto com 40% em volume de fibra de sisal, melhora o desempenho em tração do compósito.

SANTOS (2020) apresentou em seu trabalho compósito polimérico híbridos reforçados com 3% de fração mássica de fibras de bambu variando comprimento em 15 e 30

mm, fibras tratadas e não tratadas quimicamente com solução de hidróxido de sódio (NaOH) e com inserção de lama vermelha nas proporções de 10 %, 20 %, 30 % e 40 % . Os compósitos que apresentaram os melhores resultados de resistência a tração foi para 10% de lama vermelha e 3% de fibras de bambum não tratados de 15 mm que foi de 70% maior que a matriz poliéster.

VIGNESHWARAN *et al.* (2020) investigaram a viabilidade da utilização de lama vermelha nas proporções de 10, 20 e 30% na matriz poliéster com fibras da casca da palmeira do coco (CC) não tratadas e tratadas com silano e em tratamento alcalino. Os resultados indicaram que o tratamento com silano é mais eficiente, e a proporção de 20% em volume de lama vermelha apresenta melhor desempenho em tração.

2.7 – MATERIAIS COMPÓSITOS HÍBRIDOS COM FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS E RESÍDUO DE CAULIM

COSTA (2016) em sua pesquisa desenvolveu compósito polimérico híbrido usando como matriz a resina poliéster insaturada isoftálica, com inserção de resíduo de caulim, reforçado com fibras vegetais de sisal, juta e malva, observou-se que a adição de 5% de fibras e 10% de resíduo de caulim elevou a propriedades de resistência à tração em 8,28%; 8,53% e 9,01% e flexão em 42,7%; 41,05% e 40,7%, em relação a matriz poliéster.

BORAZAN e ADIGUZEL (2018), utilizaram o resíduo de caulim e particulado da casca de castanha em matriz de poliéster ortoftálica; para a fabricação dos corpos de prova foram utilizadas proporções variadas para a particulado da casca castanha e 3% de inserção resíduo de caulim branco ou caulim cinza, para posterior ensaio de tração, flexão e impacto. Entre os resultados apresentados o aumento da fração do particulado da casca de castanha reduziu a resistência a tração e a dureza, no entanto aumentou o módulo de flexão. Ao utilizar o resíduo de caulim observou-se aumento a resistência a tração e flexão. O caulim, segundo o estudo, melhorou a ligação interfacial entre matriz/carga, além de melhorar a coalescência da matriz.

No estudo de MOHMMED (2018), avaliou o percentual de 0, 10, 20, 30 e 40% de adição de resíduo de caulim em matriz epóxi, observou como essas formulações comportavam-se as solicitações mecânicas do módulo de flexão, dureza e impacto. Os resultados apontaram que quanto maior a carga de caulim na matriz, maior será o desempenho a flexão e aumento a resistência ao impacto e rigidez.

SANTOS (2020) apresentou em seu trabalho compósito polimérico híbridos reforçados com 3% de fração mássica de fibras de bambu variando comprimento em 15 e 30 mm, fibras tratadas e não tratadas quimicamente com solução de hidróxido de sódio (NaOH) e com inserção de resíduo de caulim nas proporções de 10 %, 20 % e 30 % . . Os compósitos que apresentaram os melhores resultados de resistência a tração foi para 20% de resíduo de caulim e 3% de fibras de bambum tratadas de 15 mm que foi de 92% maior que a matriz poliéster.

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.1 – MATERIAIS

Os materiais usados nesse trabalho foram: O resíduo de lama vermelha (RLV) que foi fornecido pela empresa Hydro Alunorte e o resíduo de caulim (RC) foi fornecido pela empresa Imerys Rio Capim Caulim – PA, ambas localizadas na cidade de Barcarena, Mesorregião metropolitana de Belém. As fibras de juta (J) (*Corchorus capsularis*) e fibras de malva (M) (*Urena lobata*) foram cedidas pela empresa Companhia Castanhal Têxtil da região de Castanhal-PA. A resina utilizada como matriz foi a resina poliéster ortoftálica com uma proporção do catalisador metil-etil-cetona de 1% em peso, fabricado pela empresa CENTER GLASS.

3.2 - PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.2.1 - Beneficiamento das matérias primas

3.2.1.1 – Beneficiamento do RLV

O RLV passou pelo processo de secagem em uma estufa de recirculação de ar - Fabricante DE LEO Equipamentos Laboratoriais, por período aproximado de 24 horas a temperatura de 100°C, em seguida passou pelo processo de cominuição e peneiramento manual em peneira de 100 mesh da série Tyler. A Figura 3.1 mostra o RLV antes e após processo de cominuição para uso neste trabalho.

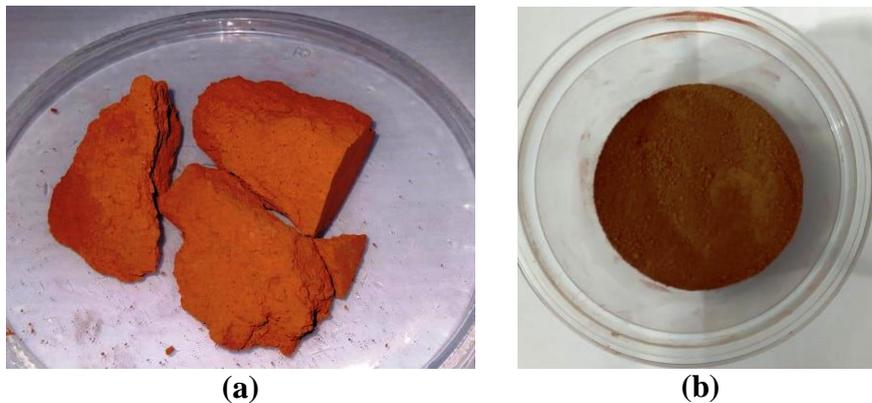


Figura 3.1 – Resíduo de lama vermelha. (a) Resíduo de lama vermelha (RLV) antes da cominuição e (b) após a cominuição.

3.2.1.2 – Beneficiamento do RC

Foi utilizado o resíduo secundário do caulim, gerado na etapa de beneficiamento. O RC passou pelo mesmo tratamento aplicado ao RLV. A Figura 3.2 mostra o RC antes e após processo de cominuição para uso neste trabalho.

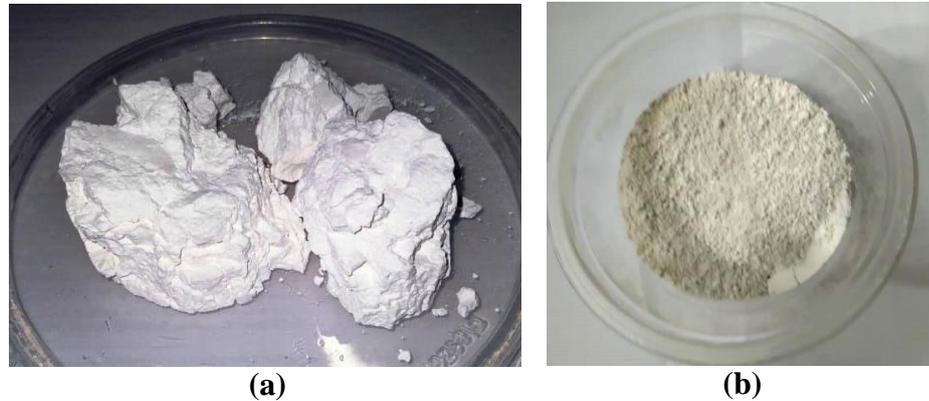


Figura 3.2 - Resíduo de caulim. (a) Resíduo de caulim (RC) antes da cominuição e (b) após a cominuição.

3.2.1.3 – Beneficiamento das fibras lignocelulósicas

As fibras de Juta (J) e as fibras de Malva (M) foram limpas e posteriormente separadas manualmente. A Figura 3.3 mostra as fibras.

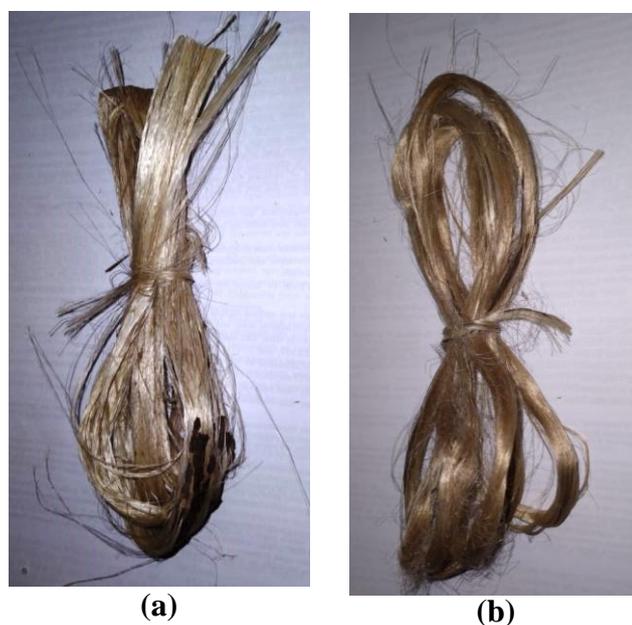


Figura 3.3. Fibras lignocelulósicas. (a) Fibras de juta e (b) fibras de malva.

3.2.2 – Caracterização dos resíduos

O RLV e RC após beneficiamento foram caracterizados através da análise da massa específica, por análises morfológica e microestrutural.

3.2.2.1 – *Massa específica dos resíduos*

A determinação da massa específica do RLV e RC seguiu as diretrizes da NBR NM 52/2009, onde o método utilizado foi o picnométrico com uso de água destilada e 3 amostras de aproximadamente 1,0g de particulados para cada resíduo, Figura 3.4.

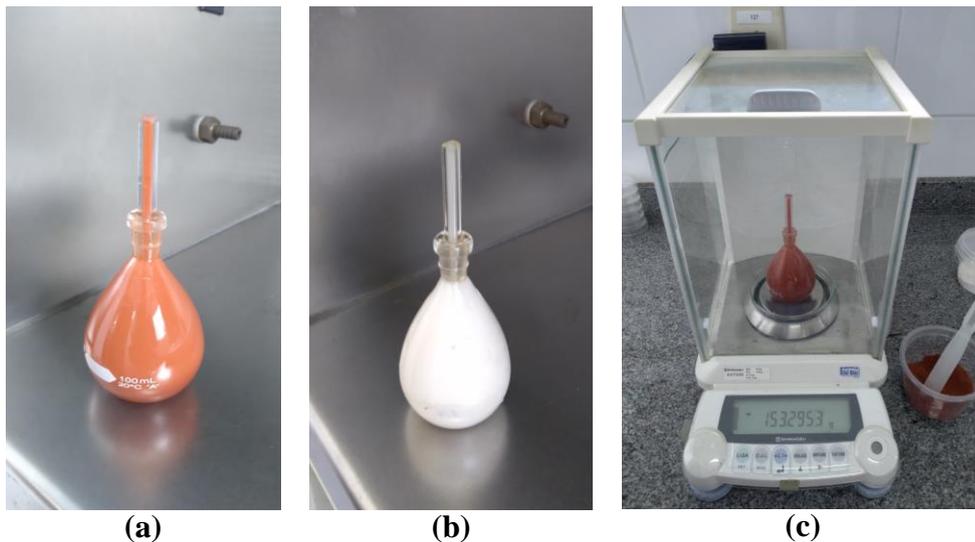


Figura 3.4 – Instrumentos utilizados na determinação da massa específica dos resíduos. (a) RLV e água destilada adicionados ao picnometro, (b) RC e água destilada adicionados ao picnometro e (c) processo de pesagem.

3.2.2.2 – *Microscopia eletrônica de varredura dos resíduos*

As análises morfológicas e microestruturais foram feitas em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), modelo VEGA 3 SBU da TESCAN e sistema acoplado de Espectroscopia de Energia Dispersiva por Fluorescência de Raios X (EDS), modelo AZTec Energy-X-Act, resolução 129eV, marca OXFORD. Equipamentos que estão instalados no Laboratório de Materiais do Instituto Federal do Pará – IFPA, Campus Belém (a). Estes equipamentos são identificados na Figura 3.5.

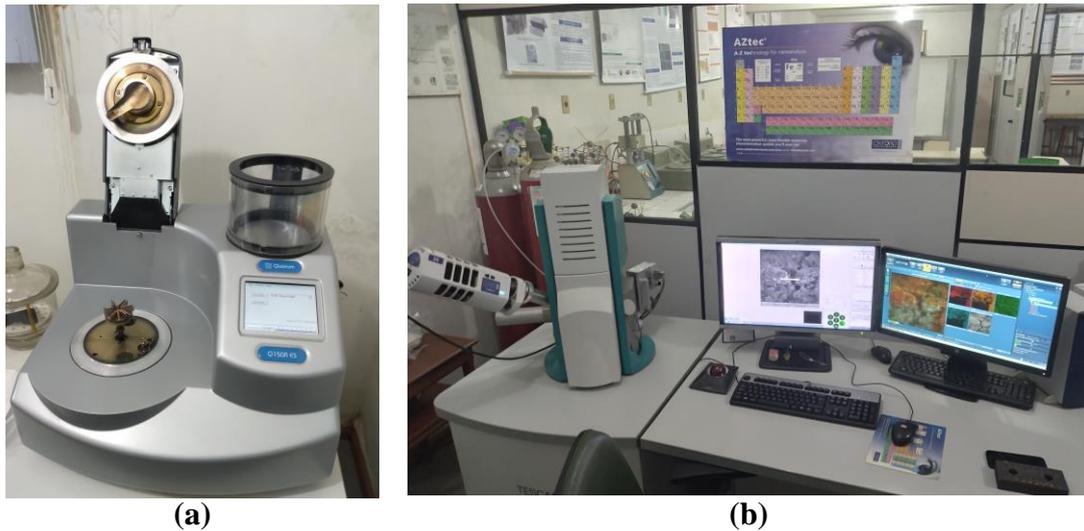


Figura 3.5 – Instrumentos utilizados nas análises morfológicas e microestruturais. (a) Metalizadora e (b) Espectroscopia de Energia Dispersiva por Fluorescência de Raios X (EDS) integrada ao Microscópio Eletrônico de Varredura.

3.2.2.3 – Fluorescência de Raios X dos resíduos

A composição química dos resíduos foi analisada por Fluorescência de Raios X, em equipamento da marca: Bruker, modelo S2 – Ranger (d). Este equipamento está instalado no Laboratório de Engenharia de Materiais do Instituto Federal do Pará – IFPA, Campus Belém (a). Este equipamento apresentado na Figura 3.6, assim como os moldes e a prensa utilizada para fabricação das amostras a serem analisadas no FRX.

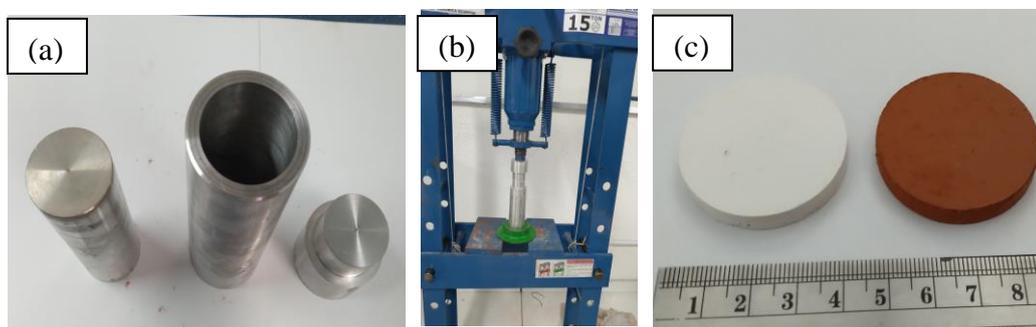




Figura 3.6 – Instrumentos e equipamentos utilizados na fabricação das amostras e determinação da composição química dos resíduos. (a) Molde de alumínio para produção das amostras, (b) prensa hidráulica, (c) amostras de caulim e lama vermelha utilizadas na análise FRX e (d) Equipamento Espectrômetro de fluorescência de raios-X - Marca Bruker- modelo S2 Ranger.

3.2.3 – Caracterização das fibras lignocelulósicas

As fibras de malva e juta foram caracterizadas quanto a massa específica, aspecto superficial e propriedade mecânica no ensaio de tração.

3.2.3.1 – Caracterização física das fibras lignocelulósicas

3.2.3.1.1 – Massa específica das fibras lignocelulósicas

Para determinação da massa específica das fibras foi usado o mesmo método aplicado no item 3.2.2.1, porém com uso de álcool metílico em substituição a água destilada, conforme Figura 3.7.

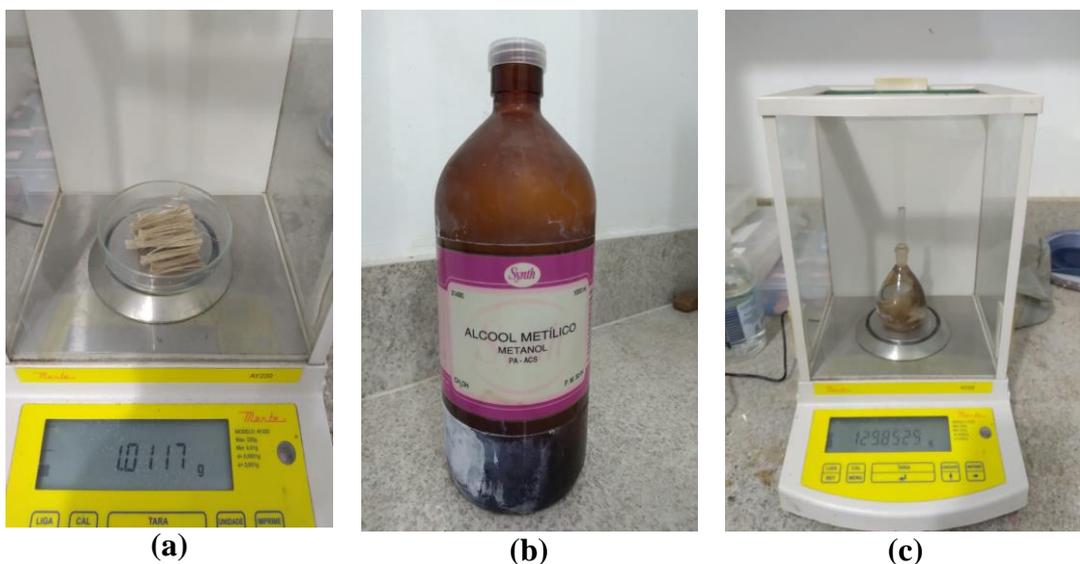


Figura 3.7 - Instrumentos utilizados na determinação da massa específica das fibras. (a) Fibras cortadas para determinação da sua massa, (b) álcool metílico para imersão das fibras e (c) picnometria (Balança de precisão, Fabricante: MARTE, Modelo: AY220, $d=10^{-4}$ g).

3.2.3.1.2 – Diâmetro médio das fibras lignocelulósicas

O diâmetro médio das fibras foi medido em microscópio ótico da marca: Carl Zeiss, modelo: Stemi 508, câmera AXIOCAM 105 Color. Foram realizadas três medidas ao longo do comprimento em 50 fibras. Após essa etapa, foi calculado o diâmetro médio assumindo que as fibras possuem seção transversal circular, Figura 3.8.

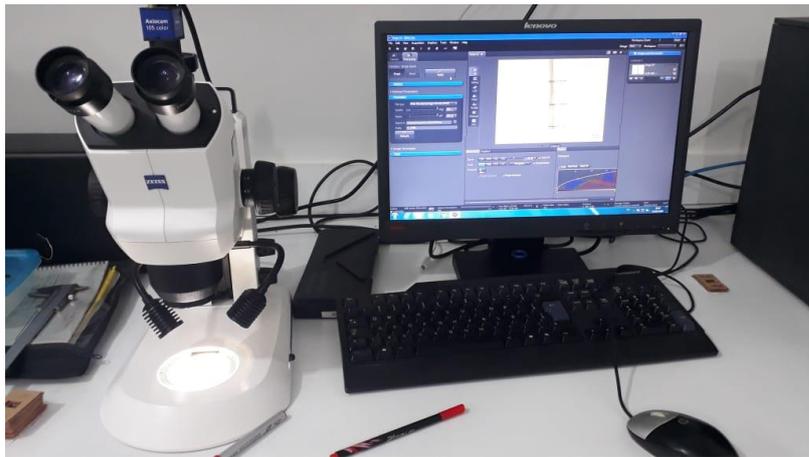


Figura 3.8 – Equipamento de microscopia ótica. (Microscópio Estereoscópio Binocular).

3.2.3.2 – Microscopia eletrônica de varredura das fibras lignocelulósicas

As análises morfológicas das fibras foram realizadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), modelo VEGA 3 SBU da TESCAN do Laboratório de Materiais do Instituto Federal do Pará – IFPA, Campus Belém.

3.2.3.3 – Caracterização mecânica das fibras lignocelulósicas

O ensaio de resistência à tração foi realizado de acordo com a norma ASTM D3822, inicialmente 50 fibras foram colocadas em suporte de papel kraft e ensaiadas em uma máquina de ensaio universal EMIC DL10000 – com célula de carga de 5 kN, a uma velocidade de ensaio de 0,5 mm/min. A Figura 3.9 ilustra as fibras preparadas no suporte e a Figura 3.10 apresenta as fibras no momento do ensaio. As caracterizações mecânica das fibras

foram realizadas no Laboratório de Mecânica do Instituto Federal do Pará Campus Abaetetuba.

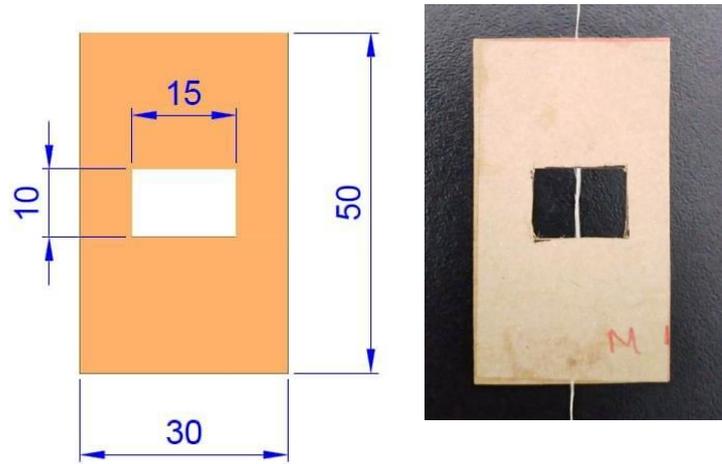


Figura 3.9. Dimensões dos TABs de 30 mm x 50 mm feitos de papel KRAFT (200 g/m²).

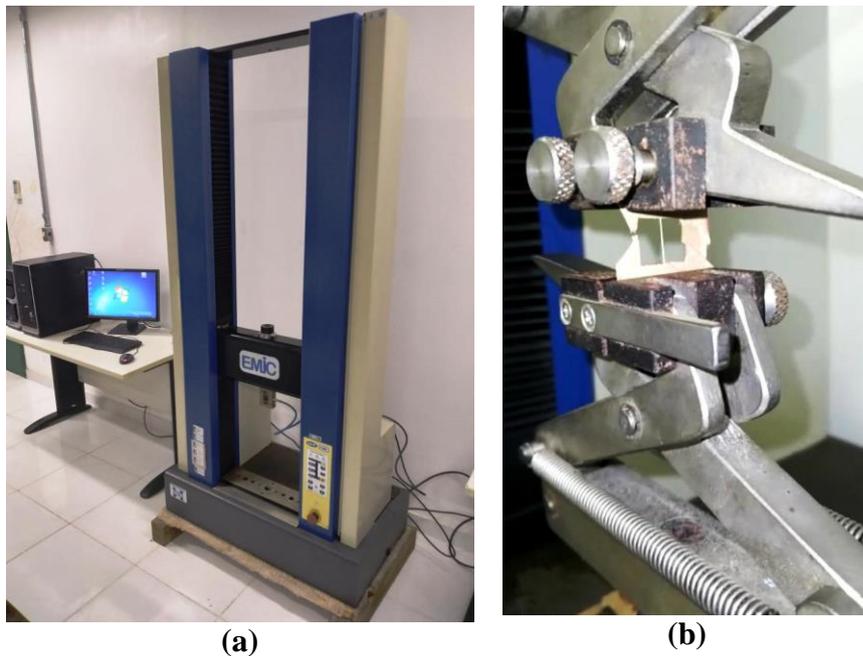


Figura 3.10. Equipamento de ensaio mecânico das fibras. (a) Máquina de ensaio universal e (b) ensaio de tração de fibra lignocelulósica.

3.2.4 – Produção dos compósitos bifásicos

3.2.4.1 – Produção dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha e resíduo de caulim

O Fluxograma na Figura 3.11 ilustra a metodologia seguida na obtenção dos corpos de provas dos materiais compósitos com inserção de resíduos de lama vermelha e caulim.

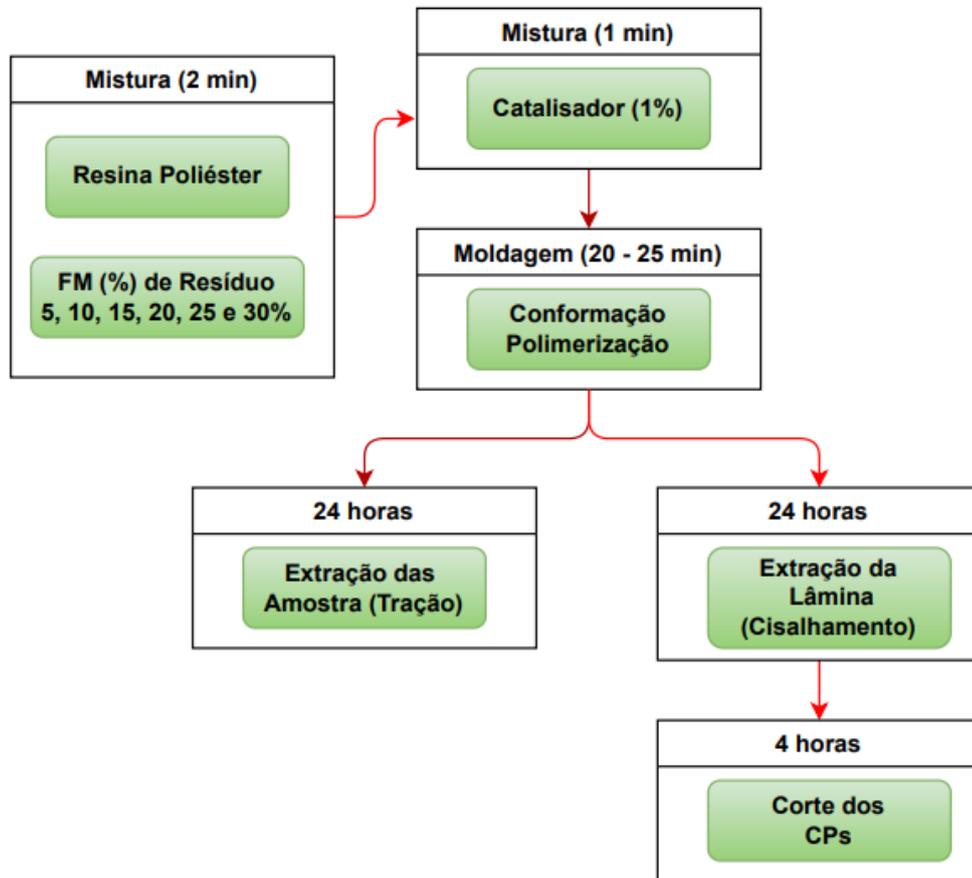


Figura 3.11 - Fluxograma da fabricação dos materiais compósitos com inserção de resíduos.

3.2.4.1.1 – Produção dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha e resíduo de caulim para o ensaio de tração

Os corpos de provas foram fabricados primeiramente de matriz poliéster, conhecendo suas massas, fez-se a correlação de variação de fração mássica de resíduo no compósito, variando em 5, 10, 15, 20, 25 e 30%, posteriormente estas frações mássicas foram convertidas em frações volumétricas. Os corpos de prova para ensaio de tração foram produzidos por moldagem manual utilizando-se moldes de silicone, sem desmoldante e sem pressão. A mistura do resíduo e matriz foi homogeneizada por cerca de dois minutos, logo em seguida adicionado o catalisador (1%) em massa, homogeneizado por mais dois minutos e a mistura

final vazada, à temperatura ambiente nos moldes. A Figura 3.12 mostra um modelo do molde de silicone utilizado para a fabricação de corpos de prova de tração.



Figura 3.12 - Molde em silicone para moldagem de corpos de prova de tração norma ASTM D 638.

Os corpos de provas de matriz pura e dos compósitos de resíduos foram realizados de acordo com a norma ASTM D638 e seguiram as medidas como demonstrado esquematicamente na figura 3.13.

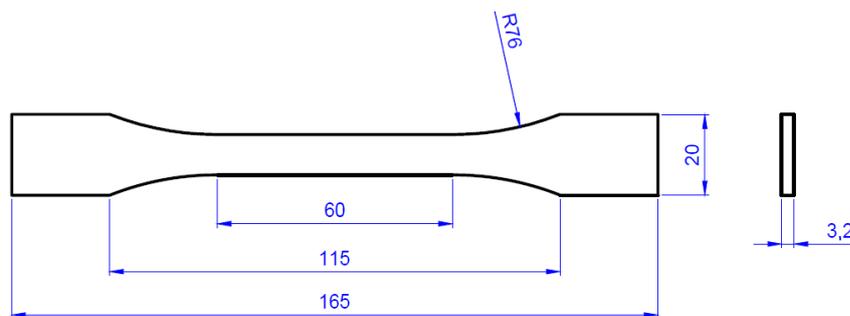


Figura 3.13 - Dimensões (mm) de corpos de prova para ensaio de tração conforme ASTM D 638 (sem escala). Fonte: Adaptado de ASTM D 638.

3.2.4.1.2 – Produção dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha e resíduo de caulim para o ensaio de cisalhamento

Para a produção dos corpos de prova para o ensaio de cisalhamento foram adotados os mesmos métodos de misturas aplicados no item 3.2.4.1.1, no entanto a mistura final foi vazada em molde de alumínio, de dimensões de 150 x 200 mm, com aplicação de desmoldante e sem pressão. Após a cura, as placas dos compósitos foram obtidas e os corpos de provas foram cortados com equipamento retifica manual da marca: Dremel 3000, Figura 3.14 as placas de materiais compósitos.

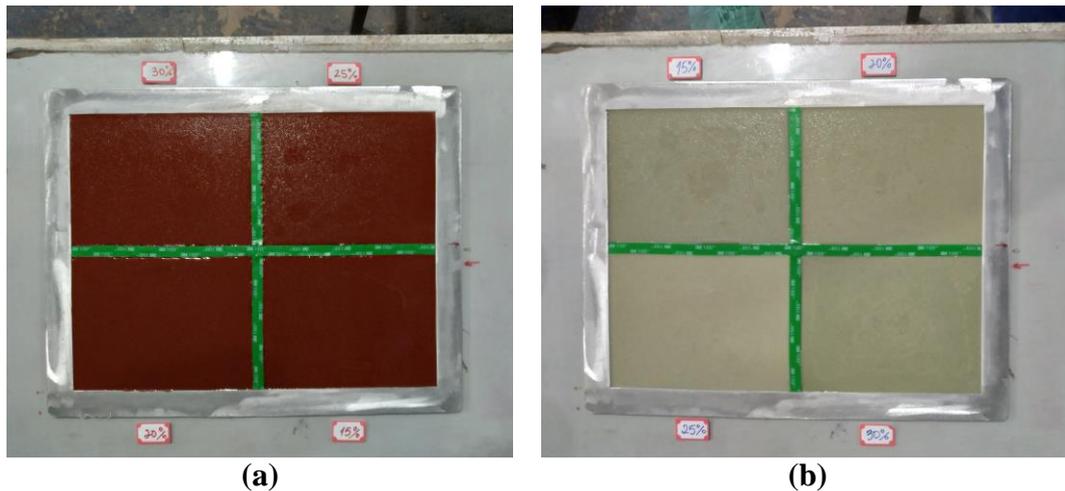


Figura 3.14 - Placas de materiais compósitos para confecção dos corpos de provas para ensaio de cisalhamento. (a) Placas de compósitos com resíduo de lama vermelha e (b) com resíduo de caulim.

Os corpos de provas de matriz pura e dos compósitos de resíduos foram produzidos de acordo com a norma ASTM D5379 e seguiram as medidas como demonstrado esquematicamente na figura 3.15.

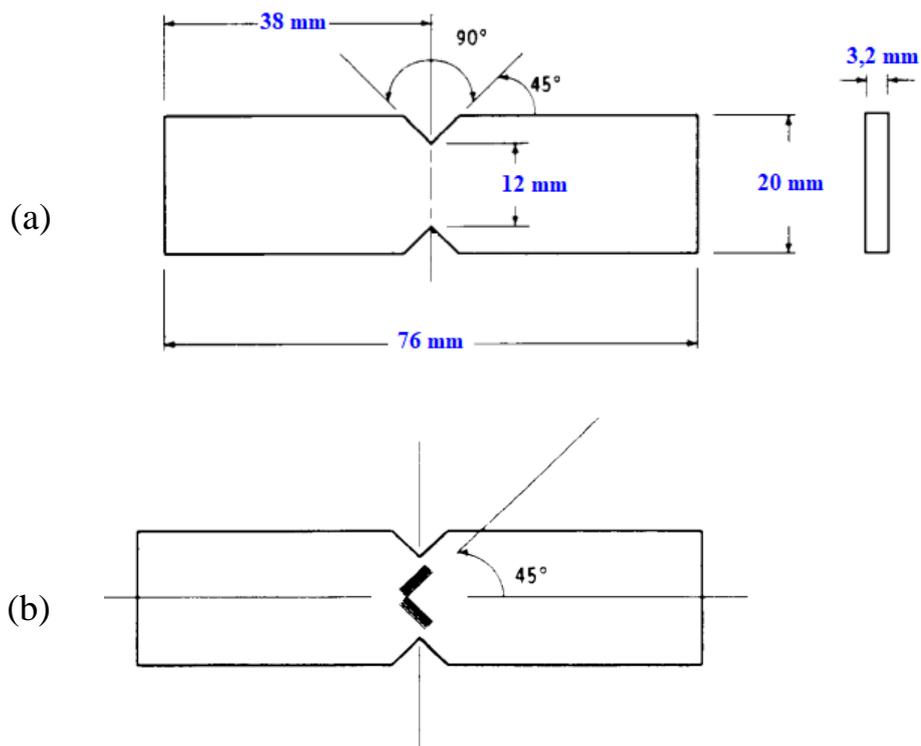


Figura 3.15 – Configurações adotadas dos corpos de provas para ensaio de cisalhamento. (a) Dimensões de corpos de prova para ensaio de cisalhamento conforme ASTM D 5379 (sem escala) e (b) ilustração da posição ortogonal dos strain gage para medição da deformação angular. Fonte: Adaptado de ASTM D 5379.

3.2.4.2 – Produção dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas

O Fluxograma na Figura 3.16 ilustra a metodologia seguida na obtenção dos corpos de provas dos materiais compósitos com fibras de juta e malva.

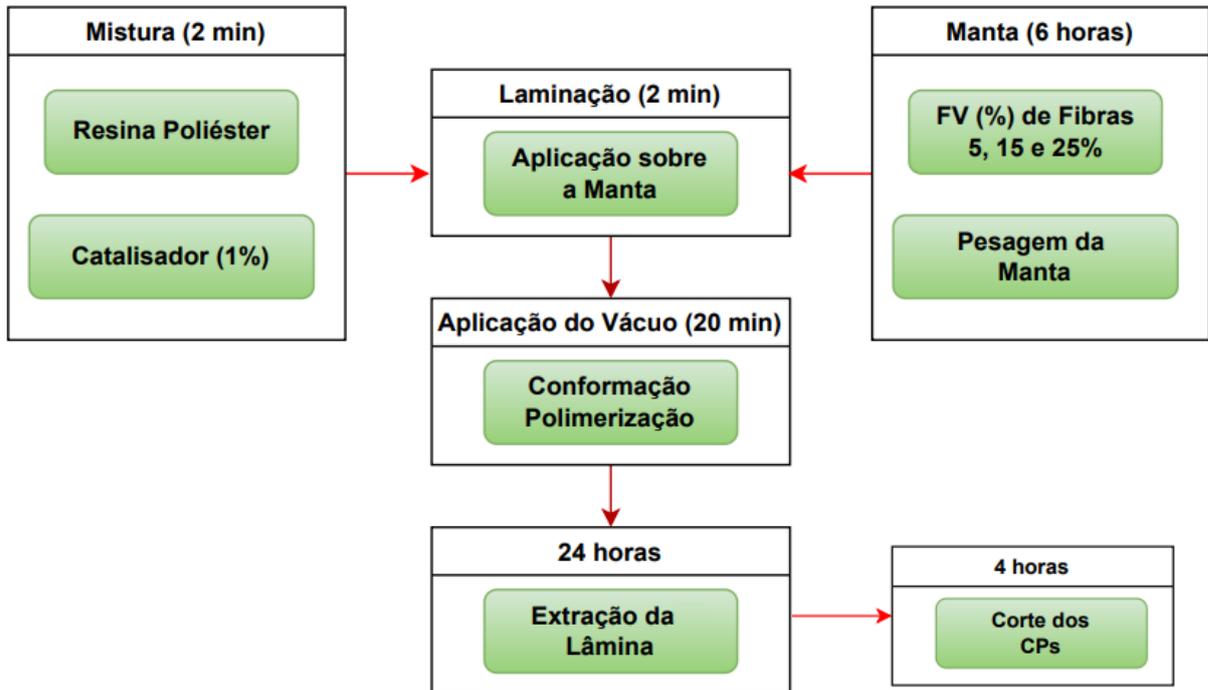


Figura 3.16 - Fluxograma da fabricação dos materiais compósitos com fibras de juta e malva.

3.2.4.2.1 – Produção dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas para o ensaio de tração

Os corpos de prova para ensaio de tração para os compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas foram produzidos por laminação manual assistida por vácuo.

No primeiro momento, as fibras foram dispostas de formas contínuas e alinhadas, obtendo assim o tecido de reforço (camada). A Figura 3.17 ilustra o tecido de fibras de juta.



Figura 3.17 - Tecido de fibras de juta dispostas na configurações alinhadas, contínuas e unidirecionais.

O tecido com variação de 1 a 3 camadas teve sua massa determinada em balança de precisão, Fabricante: MARTE, Modelo: AY220, $d=10^{-4}$ g. Em seguida o tecido foi colocado sobre um molde plano de vidro previamente tratado com cera desmoldante. A quantidade de resina foi definida a partir do valor em massa dos tecidos de fibras, assim determinando os valores de frações mássicas de fibras e matriz. As frações mássicas de fibras de juta para o tecido de 1 camada foi de 7,23% (FV de 5%), para 2 camadas foi de 15,65% (FV de 15%) e para 3 camadas foi de 30,97% (FV de 25%). As frações mássicas de fibras de malva para o tecido de 1 camada foi de 5,57% (FV de 5%), para 2 camadas foi de 15,87% (FV de 15%) e para 3 camadas foi de 23,22% (FV de 25%).

A mistura da matriz e catalisador (1%) foi homogeneizada por cerca de dois minutos, após essa etapa foi aplicada sobre o tecido e distribuída manualmente até observar a permeabilidade total do mesmo. E sobre ele foram posicionados o filme desmoldante (peel ply), o filme perfurado, o meio distribuidor, mangueira e espirais para garantir que a frente de fluxo fosse plana e por fim o saco de vácuo. Todo o sistema foi então lacrado pelo uso do adesivo selante (RODRIGUES, 2014), mantendo assim estanqueidade do sistema e aplicado o vácuo. Dentro da câmara de vácuo entre o canal de saída de resina e as fibras de reforço, foi posicionado uma faixa de feltro, para funcionar como retardante de fluxo da frente de fluxo. Como adotado por RODRIGUES (2014), a colocação de uma resistência adicional, posicionada como um anexo ao canal de saída de resina, retarda a taxa de sangramento da resina e também proporciona uma pressão mais elevada e maior tempo de residência da resina

no molde para saturar os feixes de fibras. A Figura 3.18 mostra um desenho esquemático do processo e a Figura 3.19 apresenta com detalhes a configuração utilizada.

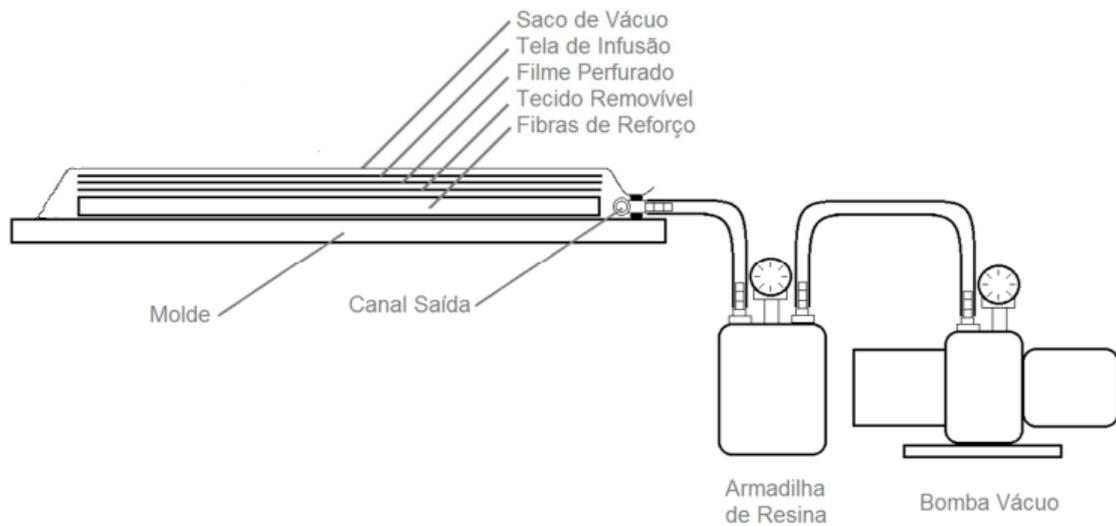


Figura 3.18 - Desenho esquemático do processo de fabricação dos compósitos por laminação manual assistida por vácuo. Adaptado de RODRIGUES (2014).

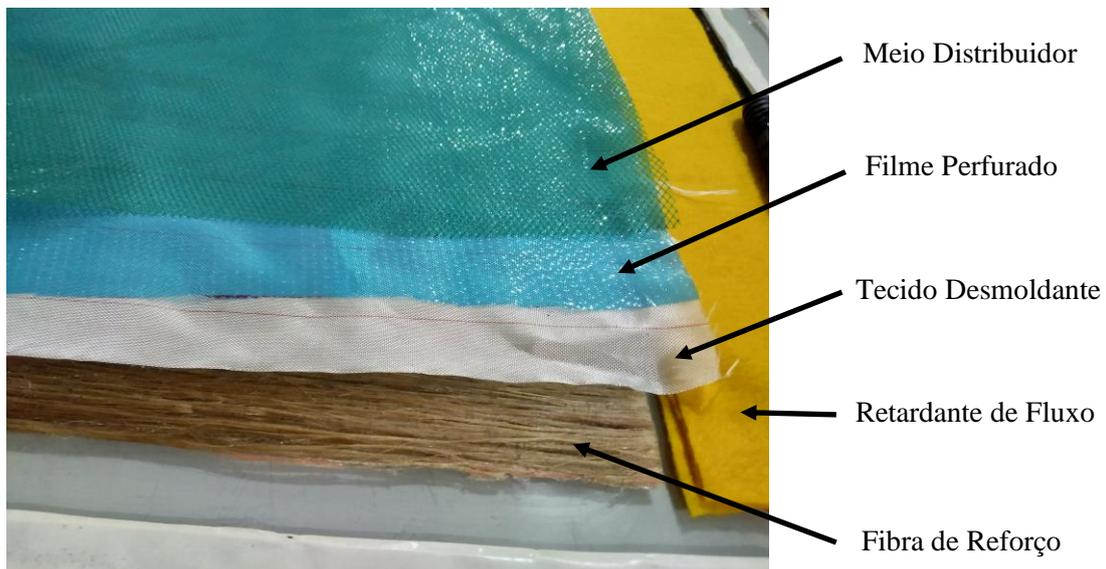


Figura 3.19 - Configuração utilizada no processo de fabricação dos compósitos.

O nível de vácuo adotado foi de 51,3 kPa, como observado por RODRIGUES (2014) a esse nível houve maior permeabilidade dos tecidos com a resina. Figura 3.20 mostra o momento de aplicação do vácuo durante a fabricação do compósito.

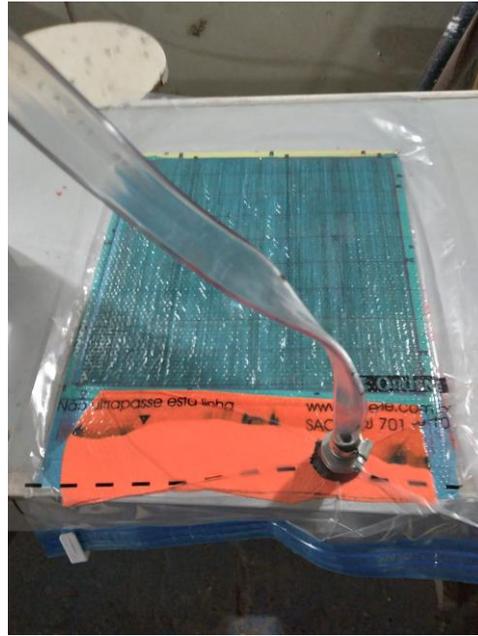


Figura 3.20 - Fabricação dos compósitos por laminação manual assistido por vácuo.

Os corpos de provas reforçados com fibras lignocelulósicas foram produzidos de acordo com a norma ASTM D3039. As Figuras 3.21 e 3.22 ilustram as geometrias dos corpos de prova para fibras alinhadas, contínuas, unidirecionais e com orientação 0° e 90° em relação a carga aplicada, respectivamente.

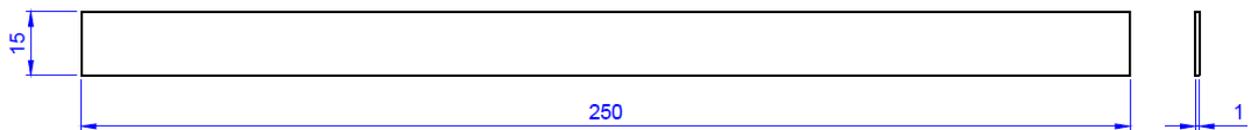


Figura 3.21 - Dimensões (mm) de corpos de prova para ensaio de tração conforme ASTM D3039 para fibras alinhadas, contínua, unidirecionais e com orientação 0° em relação a carga aplicada (sem escala).

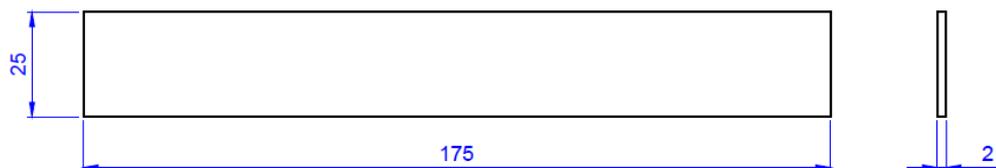


Figura 3.22 - Dimensões (mm) de corpos de prova para ensaio de tração conforme ASTM D3039 para fibras alinhadas, contínua, unidirecionais e com orientação 90° em relação a carga aplicada (sem escala).

A Figura 3.23 ilustra a placa de material compósito fabricada com dimensões de 300mm x 300mm, o corte dos corpos de provas foram realizados com equipamento retifica manual, marca: Dremel 3000, de forma a obter amostras com fibras alinhadas a 0° e 90°.



Figura 3.23 – Placa (lâmina) de compósito reforçado com fibras de malva após cura.

3.2.4.2.2 – *Produção dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas para o ensaio de cisalhamento*

Para a produção dos corpos de prova para o ensaio de cisalhamento dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas foram adotados os mesmos procedimentos aplicados no item 3.2.4.2.1, no entanto as dimensões dos corpos de provas são as mesmas da Figura 3.15.

3.2.5 – Caracterização dos compósitos com resíduos

Os compósitos com resíduos foram caracterizados quanto à sua massa específica, porosidade, resistência à tração, resistência ao cisalhamento e aspecto morfológico da superfície de fratura.

3.2.5.1 – *Massa específica dos compósitos com resíduos*

A determinação da massa específica dos compósitos com resíduos foi realizada segundo os procedimentos descritos em LEVY NETO e PARDINI (2006).

Seguindo o procedimento, foi inicialmente determinada a massa de uma amostra de compósito utilizando-se uma balança analítica com precisão de 0,0001 g. Foi determinada a massa específica da água destilada através do método de picnometria. Em seguida em um

béquer com 100 ml de água destilada sobre a balança, mergulhou-se parcialmente na água um arame fino preso sobre a capela da balança, sendo a balança tarada para descontar o volume de água deslocado pelo arame. Em seguida, a amostra de compósito foi completamente imersa na água presa pelo arame e a força de reação adicional devido ao volume de água deslocada, o qual é o próprio volume do compósito, foi registrada pela balança e anotada. Essa reação é proporcional ao empuxo provocado sobre a peça submersa. Por fim, dividiu-se a reação de empuxo registrada (g) pela massa específica da água destilada (g/cm^3), obtendo-se o volume do compósito (cm^3), permitindo-se assim encontrar a massa específica do mesmo (RODRIGUES, 2014).

A Figura 3.24 ilustra as amostras utilizadas para a determinação das frações volumétricas e porosidade das placas fabricadas. Para cada placa foram extraídas de 03 amostras.

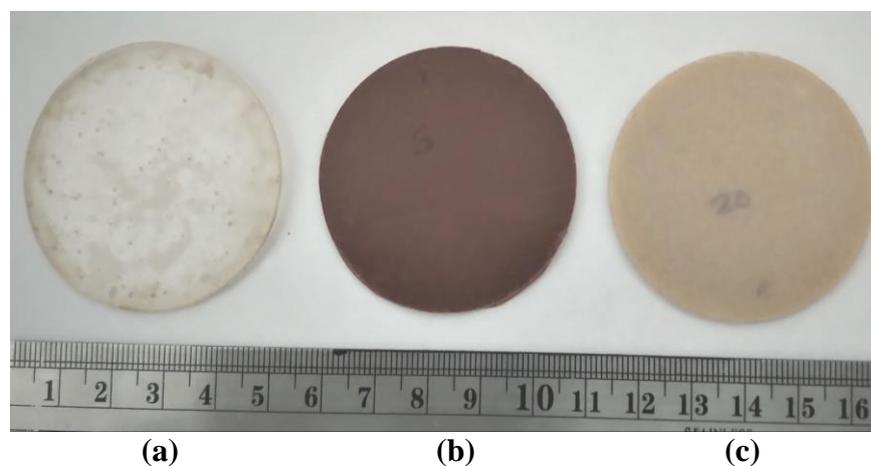


Figura 3.24- Amostras (50 mm de diâmetro) das placas compósitas utilizadas para a determinação da porosidade e frações de resíduo e matriz. (a) Matriz pura, (b) compósito com RLV e (c) compósitos com RC.

A porosidade, ou fração volumétrica de vazios (V_v) foi determinada a partir da equação (3.1) (DHAKAL *et al.*, 2007):

$$V_v = 1 - \rho_c \left(\frac{M_p}{\rho_p} + \frac{M_m}{\rho_m} \right) \quad (3.1)$$

Onde: V_v é a fração volumétrica de vazios; ρ_c a massa específica do compósito; M_p a fração mássica do resíduo (particulado) (%); M_m a fração mássica da matriz (%); ρ_p a massa específica do resíduo (g/cm^3) e ρ_m a massa específica da matriz (g/cm^3).

As frações volumétricas dos resíduos foram calculadas a partir da equação (3.2) (MADSEN, 2004):

$$V_p = M_p \left(\frac{\rho_c}{\rho_p} \right) \quad (3.2)$$

Onde: V_p é a fração volumétrica do resíduo e ρ_c a massa específica do compósito (g/cm^3) obtida experimentalmente.

3.2.5.2 – Ensaio de tração dos compósitos com resíduos

A resistência à tração (σ), o módulo de elasticidade (E) e a deformação na ruptura (ϵ) dos corpos de provas de matriz pura e dos compósitos de resíduos foram realizados de acordo com a norma ASTM D638. Os ensaios foram realizados em uma máquina de ensaio universal EMIC DL10000 – com célula de carga de 5 kN, a uma velocidade de ensaio de 2 mm/min, extensômetro Clip-On para medidas de deslocamento e strain gage para obtenção do coeficiente de Poisson. O número de corpos de prova fabricados foi de oito para cada composição testada.

Figura 3.25 ilustra corpos de prova fabricados de matriz poliéster, com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim para ensaio de resistência à tração.

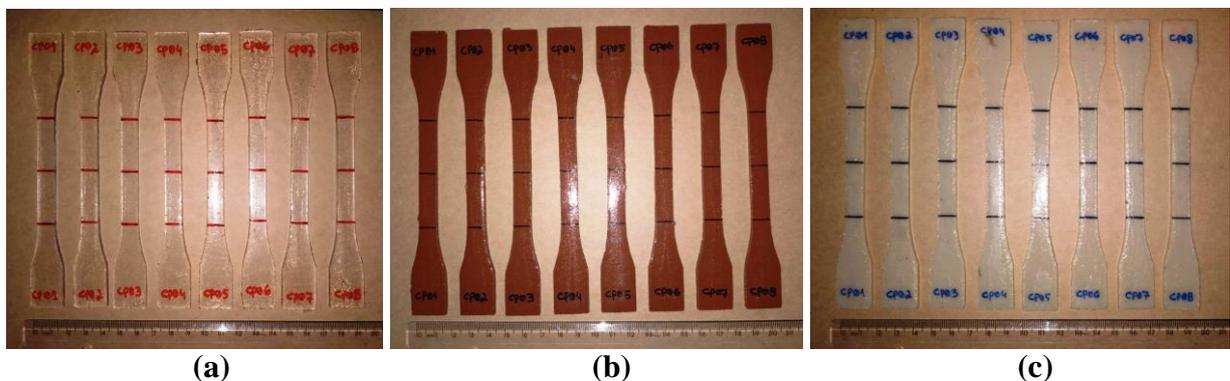


Figura 3.25 - Corpos de prova de ensaio de tração de (a) matriz poliéster, (b) RLV e (c) RC.

Figura 3.26 destaca o posicionamento dos strain gage acoplados no ponto médio do corpo de prova, para obtenção das deformações longitudinais e transversais.

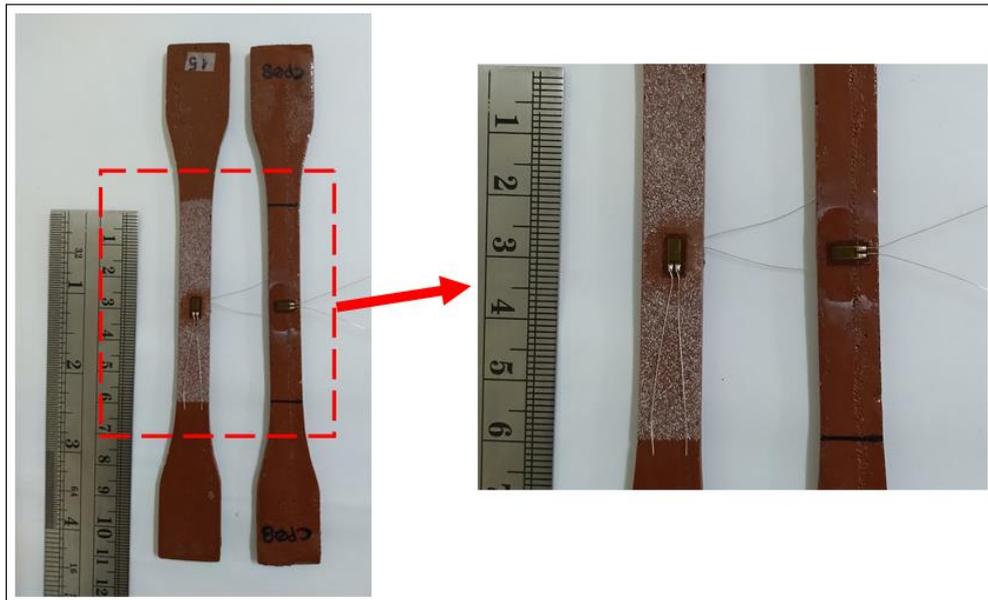


Figura 3.26 – Corpos de provas para ensaio de tração instrumentado por strain gage nas posições longitudinal e transversal.

A Figura 3.27 mostra o momento do ensaio de tração e destaca a fixação do extensômetro Clip-On e dos strain gage.



Figura 3.27 - Corpo de prova durante ensaio de tração.

3.2.5.3 – Ensaio de cisalhamento dos compósitos com resíduos

A resistência ao cisalhamento (τ), o módulo de cisalhamento (G) e a deformação angular (γ) dos corpos de provas dos compósitos com resíduos foram realizados seguindo os procedimentos estabelecidos na norma ASTM D5379, sendo ensaiados seis corpos de prova de cada variação testada, tanto para resíduos quanto para fibras. Os ensaios foram realizados em uma máquina de ensaio universal EMIC DL10000 – com célula de carga de 5 kN, a uma velocidade de ensaio de 2 mm/min, aos corpos de provas foram acoplados strain gage para obtenção da deformação angular, conforme a norma.

A Figura 3.28 ilustra os corpos de prova de material compósito destacando o posicionamento dos strain gage acoplados ortogonalmente no corpo de prova, os mesmo para obtenção da deformação angular.

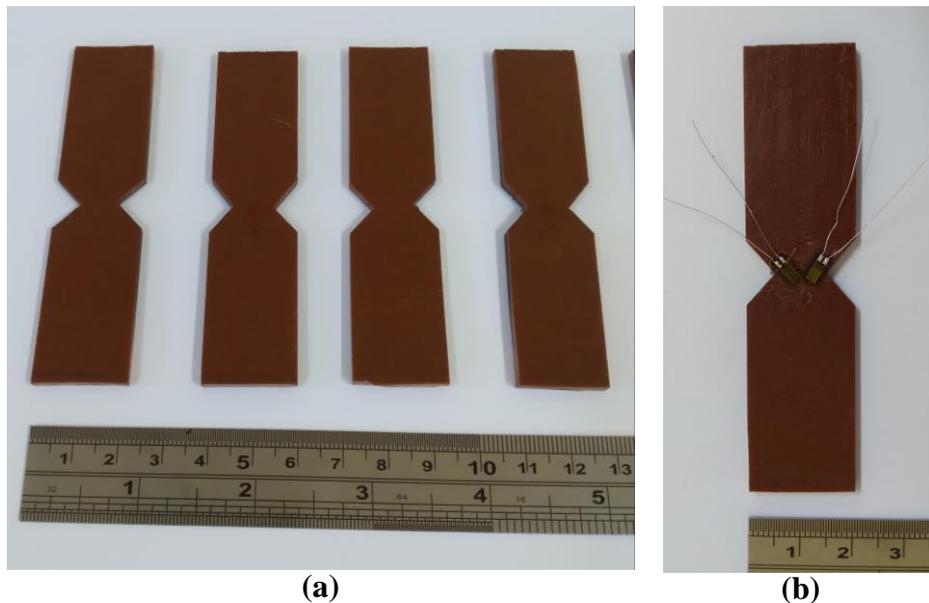


Figura 3.28 – Corpos de provas para ensaio de cisalhamento. (a) Corpos de provas para ensaio de cisalhamento instrumentado por (b) strain gage para medição da deformação angular.

A figura 3.29 mostra o momento do ensaio de cisalhamento e destaca a fixação dos strain gage.

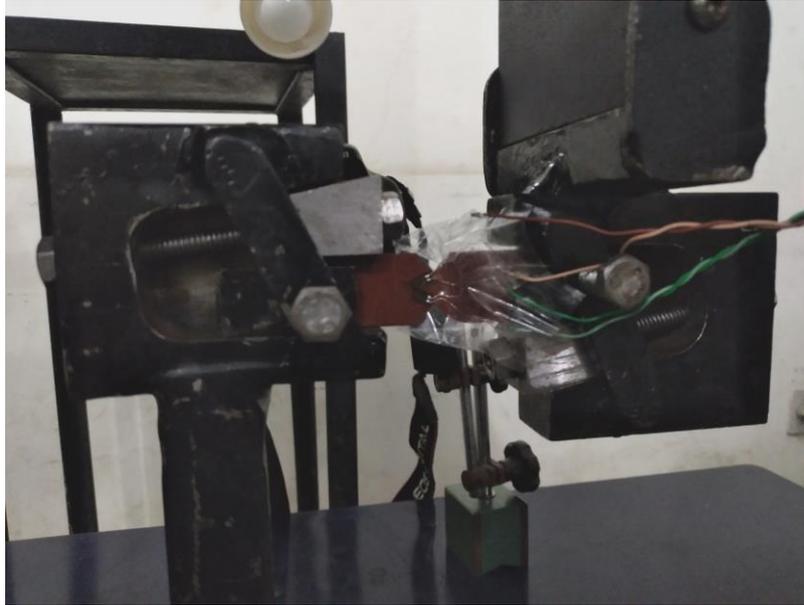


Figura 3.29 - Corpo de prova durante ensaio de cisalhamento.

3.2.5.4 – Microscopia eletrônica de varredura das superfícies de fratura dos compósitos com resíduos

Após ensaios mecânicos as superfícies fraturadas foram analisadas por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) pelo mesmo equipamento citado no item 3.2.2.2

3.2.6 – Caracterização dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas

Os compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas foram caracterizados também quanto à sua massa específica, porosidade, resistência à tração, resistência ao cisalhamento e aspecto morfológico da superfície de fratura.

3.2.6.1 – Massa específica dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas

Para a determinação da massa específica dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas foram adotados os mesmos procedimentos utilizados no item 3.2.5.1. A Figura 3.30 ilustra as amostras utilizadas para a determinação das frações volumétricas e porosidade das placas fabricadas.

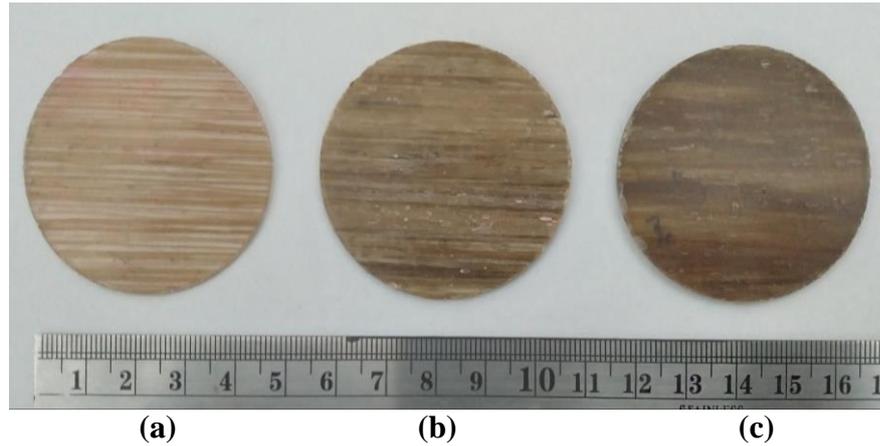


Figura 3.30 - Amostras (50 mm de diâmetro) das placas compósitas utilizadas para a determinação da porosidade e frações de fibra e matriz. (a), (b) e (c) compósito reforçado com fibras de malva nas frações volumétrica determinadas de 5%, 15% e 25%, respectivamente.

3.2.6.2 – Ensaio de tração dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas

A resistência à tração (σ), o módulo de elasticidade (E) e a deformação na ruptura (ϵ) dos compósitos reforçados com fibras de juta e malva foram determinados de acordo com os procedimentos estabelecidos na norma ASTM D3039. Os ensaios foram realizados em uma máquina de ensaio universal EMIC DL10000 – com célula de carga de 5 kN, a uma velocidade de ensaio de 2 mm/min, extensômetro Clip-On para medidas de deslocamento e strain gage para obtenção do coeficiente de Poisson, sendo ensaiado 08 corpos de prova de cada condição testada.

As figuras 3.31 e 3.32 ilustram corpos de prova reforçados com fibras na disposição contínuas e alinhadas na direção 0° e 90° , respectivamente, em relação a carga aplicada, além de destacar o posicionamento dos strain gage acoplados no ponto médio do corpo de prova, para obtenção das deformações longitudinais e transversais.

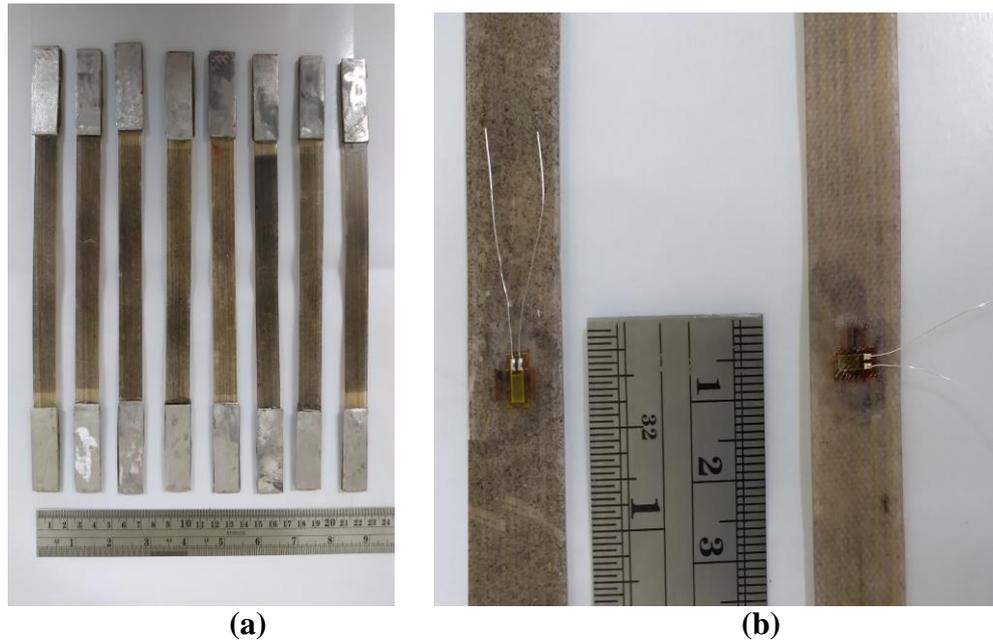


Figura 3.31 – Corpos de provas para ensaio de tração. (a) Corpos de provas para ensaio de tração ASTM 3039, (b) instrumentados por strain gage nas posições longitudinal e transversal, para fibras alinhadas, continua, unidirecionais e com orientação 0° em relação a carga aplicada.

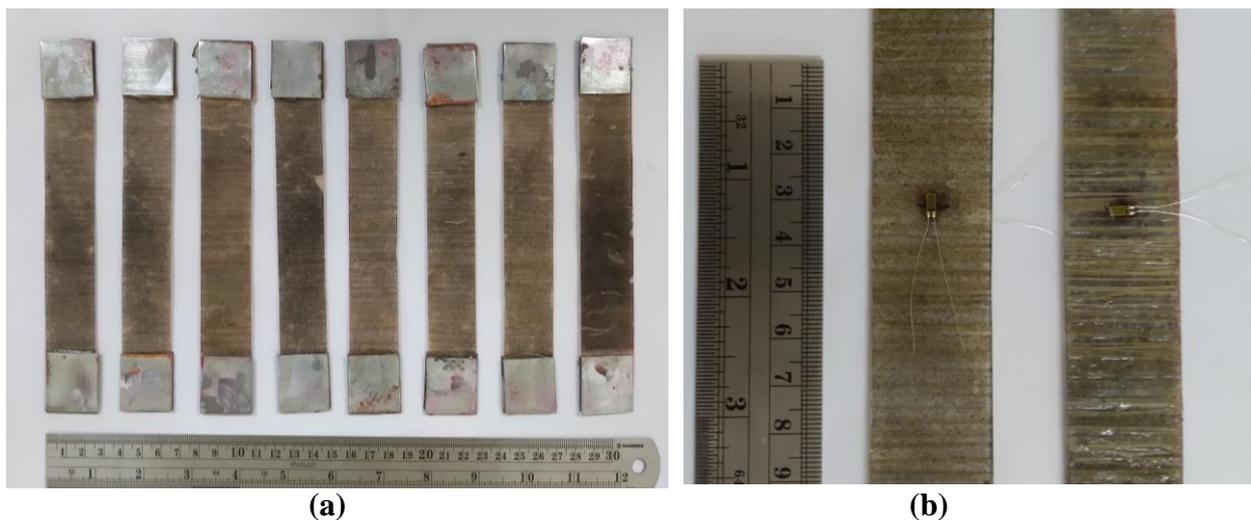


Figura 3.32 – Corpos de provas para ensaio de tração. (a) Corpos de provas para ensaio de tração ASTM 3039, (b) instrumentados por strain gage nas posições longitudinal e transversal, para fibras alinhadas, continua, unidirecionais e com orientação 90° em relação a carga aplicada.

A figura 3.33 mostra o momento do ensaio de tração e destaca a fixação do extensômetro Clip-On e dos strain gage.

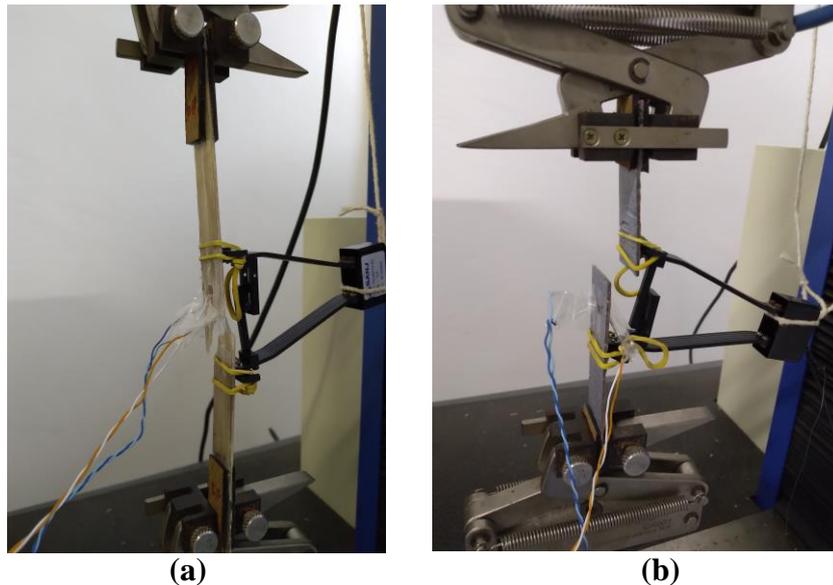


Figura 3.33 - Corpo de prova durante ensaio de tração. (a) Fibras alinhadas a 0° e (b) fibras alinhadas a 90° em relação a carga aplicada.

3.2.6.3 – Ensaio de cisalhamento dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas

A resistência ao cisalhamento (τ), o módulo de cisalhamento (G) e a deformação angular (γ) dos corpos de provas dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas foram realizados seguindo os mesmos procedimentos adotados no item 3.2.5.3.

3.2.6.4 – Microscopia eletrônica de varredura das superfícies de fratura dos compósitos reforçados com fibras lignocelulósicas

Após ensaios mecânicos as superfícies fraturadas foram analisadas por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) pelo mesmo equipamento citado no item 3.2.2.2

3.2.7 – Planejamento Fatorial para os compósitos trifásicos

O planejamento fatorial para os compósitos trifásicos (matriz + fibra lignocelulósica + resíduo industrial) proposto foi adotado visando para otimizar os métodos analíticos, e desta forma reduzir consumo de insumos e tempo de exposição no laboratório, através do número exato de experimentos a serem executados. Assim foram analisadas as influências das configurações das variáveis operacionais: tipo de resíduos, tipo de fibras lignocelulósicas e disposição das fibras lignocelulósicas na lâmina, em relação as variáveis de respostas: resistência à tração (σ), módulo de elasticidade (E) e deformação na ruptura (ϵ), deformação angular (γ), módulo de cisalhamento (G) e coeficiente de poisson (ν).

Neste trabalho o número de fatores foi de $k = 3$ variáveis, parâmetro este que está vinculado à dois níveis experimentais adotados: -1 e +1. Para os compósitos trifásicos o planejamento fatorial está representado na Tabela 3.1, ao qual as variáveis codificadas e originais estão destacadas.

Tabela 3.1 - Variáveis operacionais e codificação.

Níveis	Tipo de fibra	Tipo de resíduo	Orientação das fibras
	X_1	X_2	X_3
-1	Juta (J)	Lama Vermelha (RLV)	0°
+1	Malva (M)	Caulim (RC)	90°

A definição das frações volumétricas de resíduos e fibras para os compósitos trifásicos foram baseados nos melhores resultados obtidos após ensaio de tração.

Os 08 ensaios experimentais para os compósitos trifásicos foram realizados de forma aleatória, para objetivar a minimização de ocorrências de erros. O software RStudio foi utilizado para analisar o possíveis resultados obtidos nos ensaios.

A Tabela 3.2 sumariza e mostra a matriz original do planejamento com indicação dos valores das variáveis de resposta avaliadas (σ , E , ϵ , ν , τ , G , γ).

Tabela 3.2 – Matriz do planejamento fatorial experimental.

Nº de Ensaio	Variáveis Codificadas			Variáveis reais			Variáveis de respostas						
	X_1	X_2	X_3	Fibra	Resíduo	Ângulo	σ (MPa)	E (GPa)	ϵ (mm/mm)	ν	τ (MPa)	G (GPa)	γ (mm/mm)
1	-	-	-	J	RLV	0°	σ_{12}	E_{12}	ϵ_{12}	ν_{12}	τ_{12}	G_{12}	γ_{12}
2	+	-	-	M	RLV	0°	σ_{12}	E_{12}	ϵ_{12}	ν_{12}	τ_{12}	G_{12}	γ_{12}
3	-	+	-	J	RC	0°	σ_{12}	E_{12}	ϵ_{12}	ν_{12}	τ_{12}	G_{12}	γ_{12}
4	+	+	-	M	RC	0°	σ_{12}	E_{12}	ϵ_{12}	ν_{12}	τ_{12}	G_{12}	γ_{12}
5	-	-	+	J	RLV	90°	σ_{21}	E_{21}	ϵ_{21}	ν_{21}	τ_{21}	G_{21}	γ_{21}
6	+	-	+	M	RLV	90°	σ_{21}	E_{21}	ϵ_{21}	ν_{21}	τ_{21}	G_{21}	γ_{21}
7	-	+	+	J	RC	90°	σ_{21}	E_{21}	ϵ_{21}	ν_{21}	τ_{21}	G_{21}	γ_{21}
8	+	+	+	M	RC	90°	σ_{21}	E_{21}	ϵ_{21}	ν_{21}	τ_{21}	G_{21}	γ_{21}

3.2.8 – Produção dos compósitos trifásicos

Para a produção dos corpos de prova para o ensaio de tração e ensaio de cisalhamento dos compósitos trifásicos foram adotados alguns procedimentos aplicados no item 3.2.4.1.1 e 3.2.4.2.1. Após definição das frações volumétricas de resíduos e fibras pelo planejamento fatorial.

O Fluxograma na Figura 3.34 ilustra a metodologia seguida para a obtenção dos corpos de provas dos materiais compósitos trifásicos.

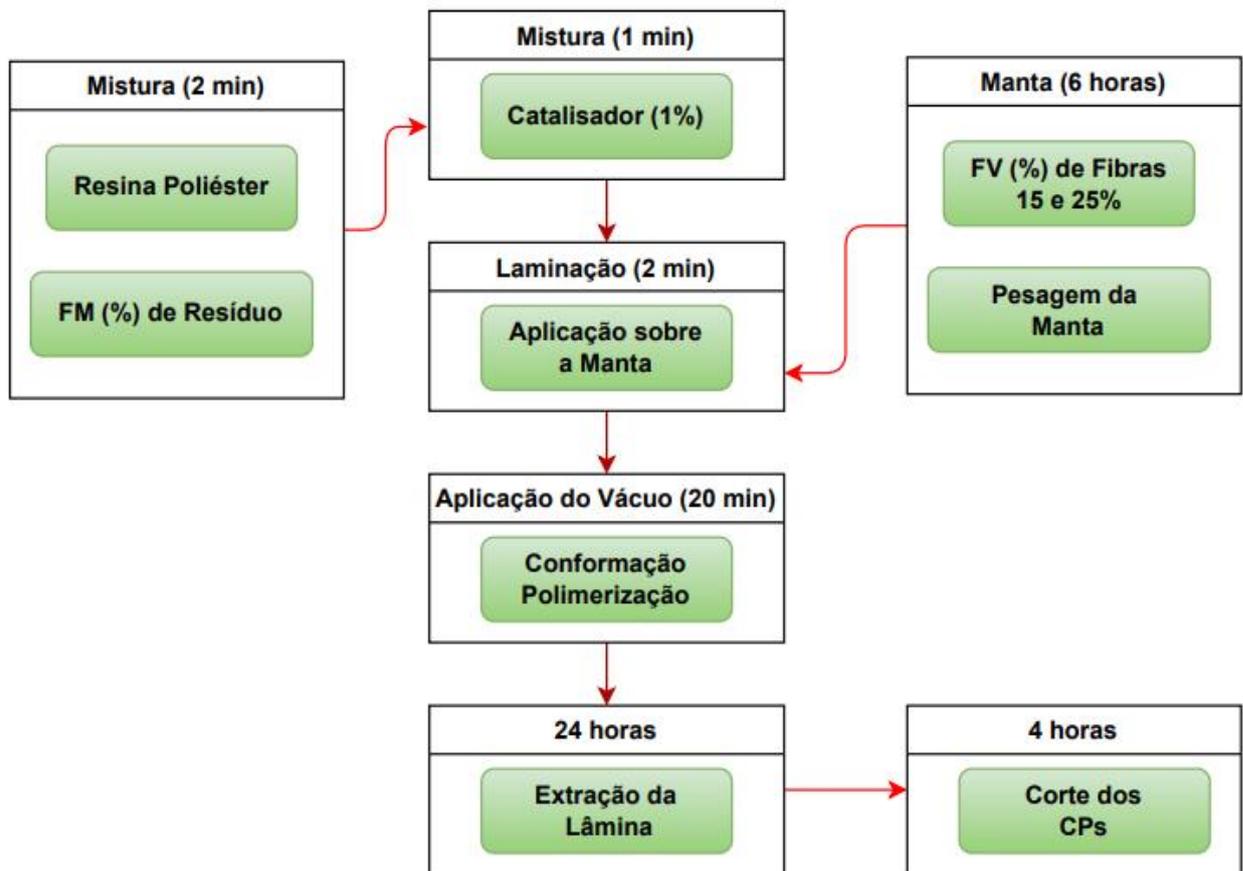


Figura 3.34 - Fluxograma da fabricação dos materiais compósitos trifásicos.

3.2.9 – Caracterização dos compósitos trifásicos

3.2.9.1 – Massa específica dos compósitos trifásicos

Para a determinação da massa específica dos compósitos trifásicos foram adotados os mesmos procedimentos utilizados no item 3.2.5.1.

3.2.9.2 – Ensaio mecânicos dos compósitos trifásicos

3.2.9.2.1 – Ensaio de tração dos compósitos trifásicos

A resistência à tração (σ), o módulo de elasticidade (E) e a deformação na ruptura (ε) dos corpos de provas dos compósitos trifásicos foram realizados seguindo os mesmos procedimentos adotados no item 3.2.6.2.

3.2.9.2.2 – Ensaio de cisalhamento dos compósitos trifásicos

A resistência ao cisalhamento (τ), o módulo de cisalhamento (G) e a deformação angular (γ) dos corpos de provas dos compósitos trifásicos foram realizados seguindo os mesmos procedimentos adotados no item 3.2.5.3.

3.2.9.3 – Microscopia eletrônica de varredura das superfícies de fratura dos compósitos trifásicos

Após ensaios de tração as superfícies fraturadas foram analisadas por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) pelo mesmo equipamento citado no item 3.2.2.2

3.2.10 – Análise Estatística

Foi utilizada a análise de variância (ANOVA), através do teste F, para verificar se existiam diferenças significativas entre as médias dos resultados das resistências a tração obtidos nos ensaios mecânicos, variando-se a fração volumétrica de resíduos e de fibras em cada amostra (tratamentos). Para comparar os meios de tratamento foi aplicado o teste de Diferença Significativa de Tukey (teste posterior). O nível de significância adotado foi de (α) de 5%, tendo como Hipótese nula (H_0) - equivalência entre médias; na qual para P-valor menor que α , rejeita-se H_0 . A análise estatística foi conduzida utilizando inteiramente o Ambiente R CORE TEAM (2020), utilizando o ambiente de desenvolvimento integrado RSTUDIO TEAM (2020) e com apoio de pacotes adicionais.

O valor da diferença mínima significativa (**d.m.s.**) foi encontrado através da Eq.(3.3) e para a resistência à tração e ao cisalhamento dos compósitos.

$$d. m. s. = q \cdot \sqrt{\frac{QMR}{n}} \quad (3.3)$$

Onde:

q = Amplitude total estudentizada (valor tabulado), ao qual é função do grau de liberdade do resíduo (GLR) e número de tratamentos;

QMR = Quadrado médio do resíduo dentro do grupo;

n = Número de repetições de cada tratamento dentro do grupo;

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 – CARACTERIZAÇÃO DOS RESÍDUOS INDUSTRIAIS

4.1.1 – Massa específica dos resíduos

Os resultados das massas específicas dos RLV e RC estão demonstrados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Massa Específica dos resíduos de lama vermelha e de caulim.

Amostras	RLV	RC
	ρ (g/cm ³)	
Média	2,04 ± 0,06	1,96 ± 0,03

O resultado da massa específica obtido para a lama vermelha foi de $2,04 \pm 0,06$ g/cm³ e o valor obtido para o resíduo de caulim foi de $1,96 \pm 0,03$ g/cm³. Isso sugere que os compósitos com inserção de RLV podem resultar em maiores valores de massa específica em comparação com os compósitos com inserção de RC.

Esses valores de massas específicas dos resíduos de lama vermelha estão similares aos encontrados por CUNHA (2015) que foi de 2,13 g/cm³, LIU e POON (2016) foi de 2,18 g/cm³, WANG (2018) de 2,21 g/cm³, SANTOS (2020) de 2,11 g/cm³ e MA *et al.* (2022) 2,95 g/cm³. Assim como para a massa específica do resíduo de caulim apresentado nessa pesquisa também está coerente com apresentado por SANTOS *et al.* (2018) que foi de 2,50g/cm³, COSTA(2016) e SUN (2019) que foi de 2,60 g/cm³.

4.1.2 – Microscopia eletrônica de varredura dos resíduos

4.1.2.1 – Microscopia eletrônica de varredura do RLV

A figura 4.1 apresenta a miscroscopia eletrônica de varredura do resíduo de lama vermelha.

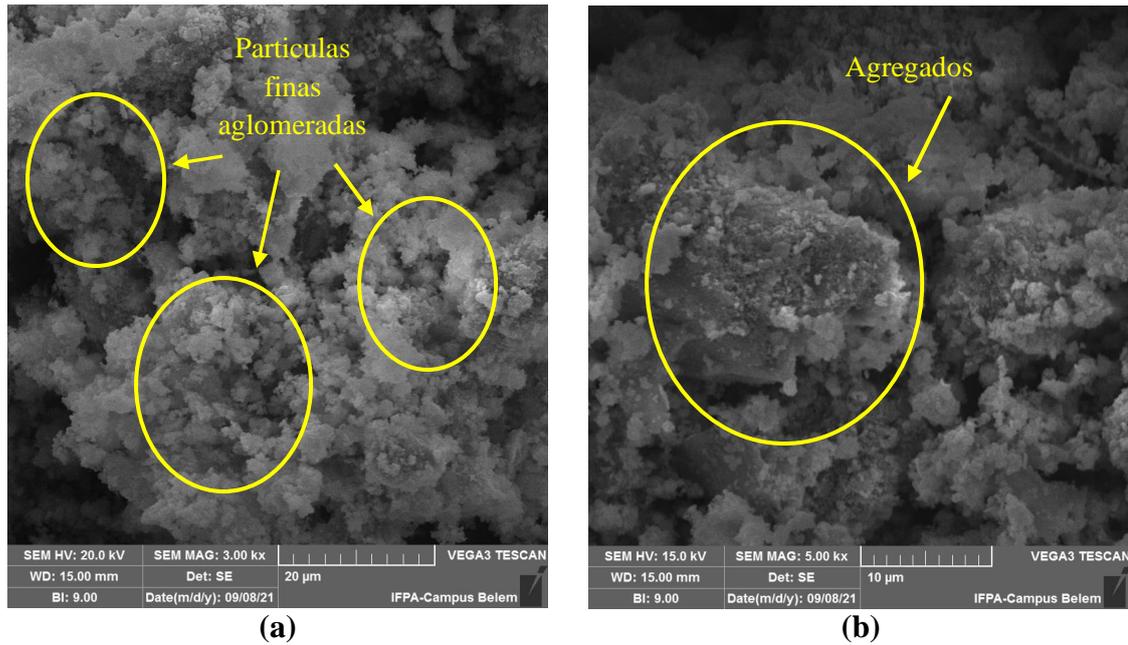
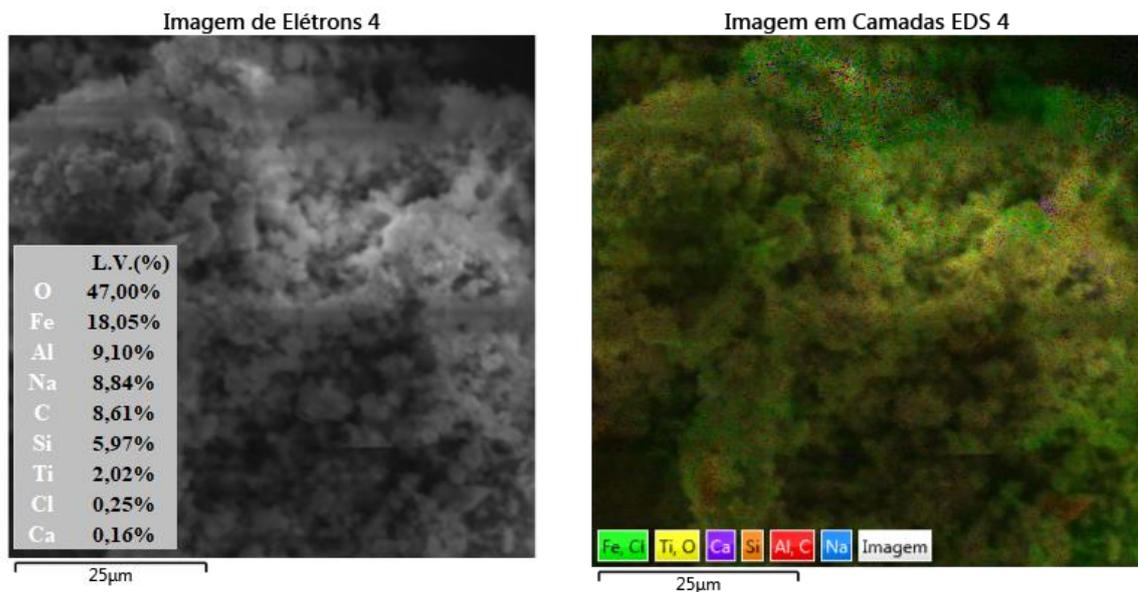


Figura 4.1 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra do RLV, (a) 3kx e (b) 5kx.

Pode-se observar que em (a) ocorre distribuição granulométrica heterogênea e irregular, com presença de partículas finas que tendem a se aglomerarem como observado por LIMA e THIVES (2020). Estes particulados aglomerados tendem a formar agregados (b) relativamente maiores de acordo com ZHANG *et al.* (2020a) e ZHANG *et al.* (2021a).

Na Figura 4.2 mostra os mapas das análises de Espectroscopia de Energia Dispersiva por Fluorescência de Raios X (EDS) do RLV.



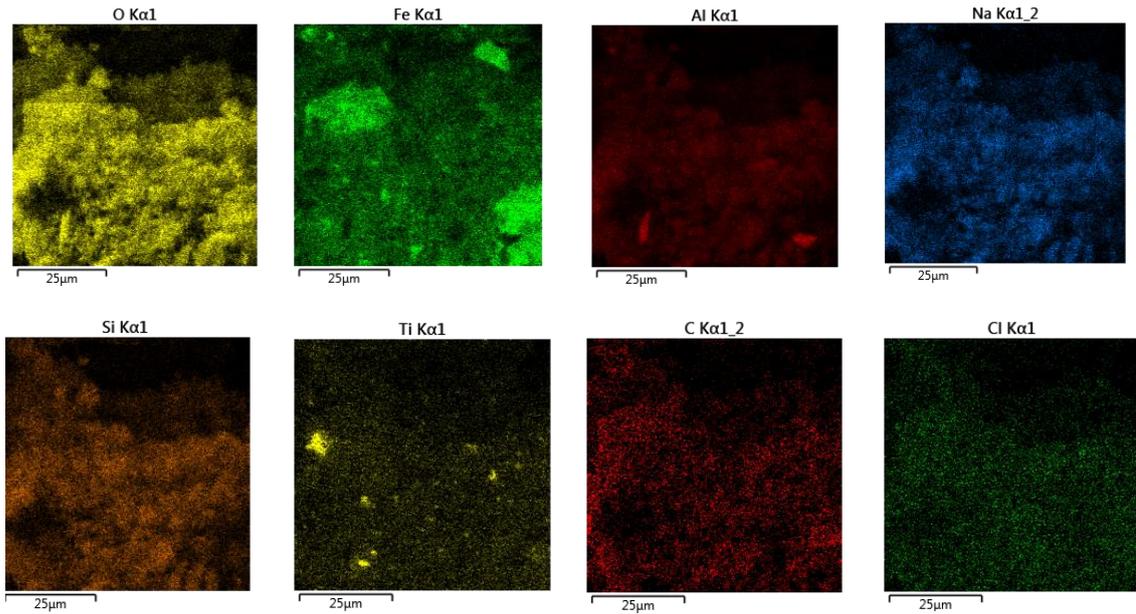


Figura 4.2 – Mapas das análises de Espectroscopia de Energia dispersiva por Fluorescência de Raios X (EDS), mostrando os principais elementos presentes no RLV como O, Fe, Al, Na, Si e Ti.

A presença percentual de elementos é apresentada como 47% de oxigênio; 18,05% de ferro; 9,10% de alumínio; 8,84% de sódio; 8,61% de Carbono; 5,97% de silício e 2,02% titânio. A presença do elemento químico ferro é que pode definir a coloração avermelhada predominante deste resíduo. Estes valores percentuais estão de acordo com os apresentados por KUCUKDOGAN *et al.* (2018) que foram de 62,45% de oxigênio; 15,44% de ferro; 7,66% de alumínio; 6,28% de sódio; 3,94% de silício e 2,72% titânio. Assim como os valores apresentador por LIMA e THIVES (2020) que foram de 25,94% de oxigênio; 3,78% de ferro; 15,83% de alumínio; 5,22% de sódio; 15,08% de carbono; 22,35% de silício e 9,30% de titânio.

4.1.2.2 – Microscopia eletrônica de varredura do RC

A Figura 4.3 apresenta a miscroscopia eletrônica de varredura do resíduo de caulim.

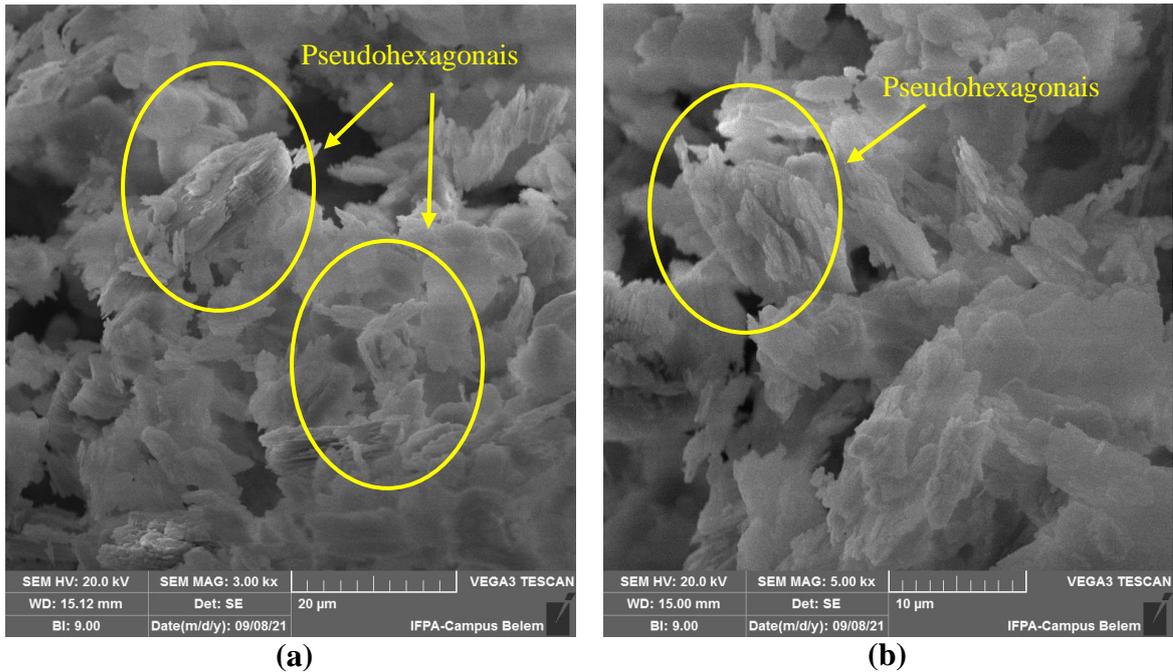
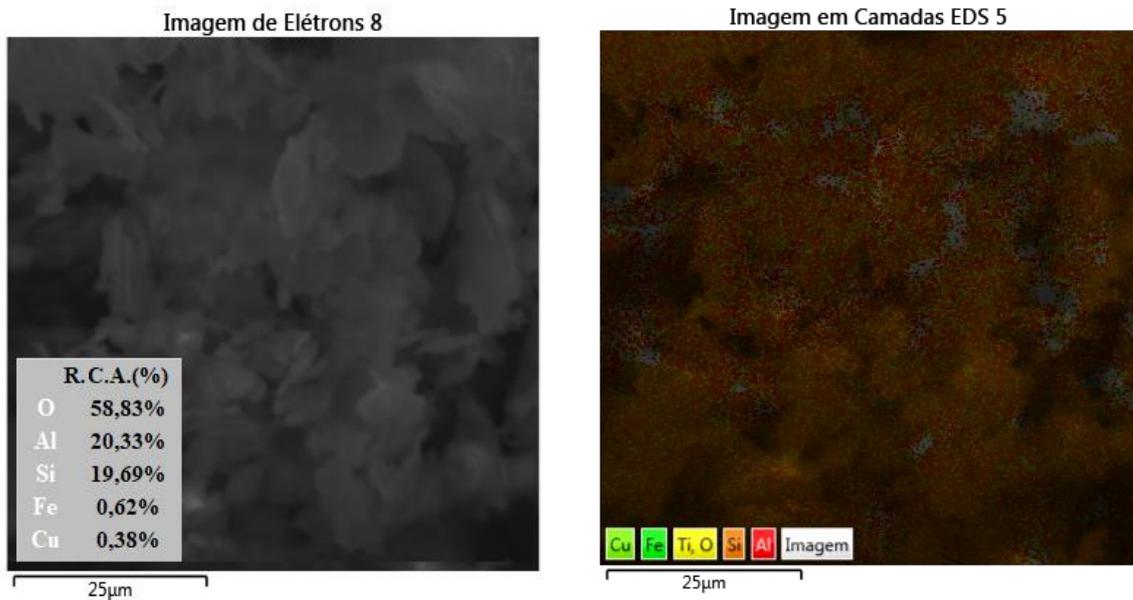


Figura 4.3 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra do RC, (a) 3kx e (b) 5kx.

Observa-se o empilhamento de “partículas grosseiras” de diferentes tamanhos, nas configurações pseudo-hexagonais e semelhantes a estruturas lamelares que são características presentes na caulinita. O mesmo padrão morfológico foi observado por MAIA (2019), DIXIT *et al.* (2020) e SARDE *et al.* (2022).

A Figura 4.4 apresenta os mapas das análises de Espectroscopia de Energia Dispersiva por Fluorescência de Raios X (EDS) do resíduo de caulim.



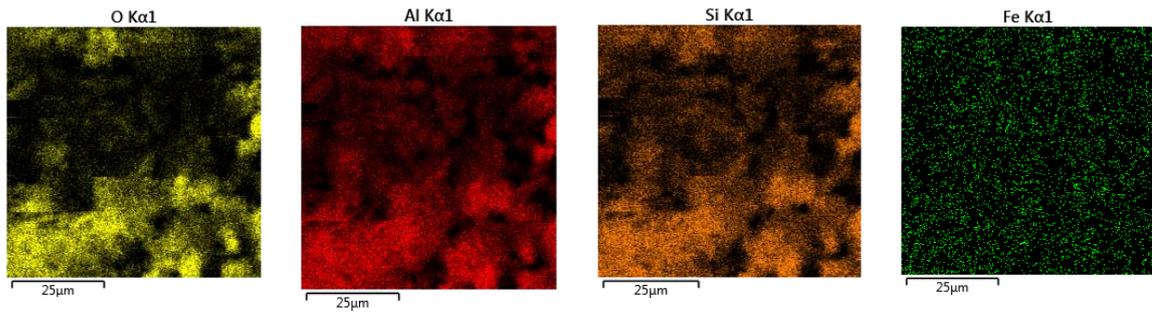


Figura 4.4 – Mapas das análises de Espectroscopia de Energia dispersiva por Fluorescência de Raios X (EDS), mostrando os principais elementos presentes no RC como O, Al e Si.

Destaca-se a presença percentual dos elementos como 58,83% de oxigênio, 20,33% de alumínio e 19,69% de silício. A presença destes elementos químicos podem definir a coloração esbranquiçada predominante deste resíduo. Estes valores percentuais estão de acordo com os apresentados por WANG *et al.* (2022b) que foram de 74,43% de oxigênio; 14,35% de alumínio e 11,22% de silício. Em suas pesquisas ZHANG *et al.* (2021b) e SARDE *et al.* (2022) destacam que a caulinita é um cristal tricíclico anisotrópico, constituído por camadas formadas por uma folha tetraédrica de sílica com uma folha octaédrica de alumínio-oxigênio, com a existência de espaço intercamadas.

4.1.3 – Fluorescência de Raios X dos resíduos

A Tabela 4.2 indica a composição nominal (quantidade % massa), dos teores dos óxidos do resíduo de lama vermelha e resíduo de caulim obtidos pela análise por Fluorescência de Raios X (FRX).

Tabela 4.2 - Composição nominal (quantidade % massa), em óxidos, do RLV e RC estudados nesta pesquisa.

Resíduo	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	PF*
RLV	15,5	0,851	23,4	19,8	0,94	5,25	31,6	2,66
RC	4,54	0,42	36	44,1	x	1,08	0,76	13,09

PF* = Perda ao fogo

O resíduo lama vermelha é composto principalmente por Fe₂O₃ (Hematita) com 31,60%, seguido de Al₂O₃ (Alumina) com 23,40%, a SiO₂ (Silica) com 19,80%, o Na₂O (Óxido de sódio) com 15,50% e o TiO₂ (Dióxido de titânio) com 5,25%. Vários pesquisadores também realizaram em suas pesquisas a análise por Fluorescência de Raios X (FRX) do resíduo de lama vermelha, onde apresentaram o valores entre 29,20 – 34,30% para Fe₂O₃, de

21,40 – 35,47% para Al_2O_3 e de 12,68 – 20,10% para SiO_2 (LIMA e THIVES, 2020; MA *et al.*, 2022; WANG *et al.*, 2022a).

O resíduo de caulim é composto principalmente por SiO_2 (Silica) com 44,10%, a Al_2O_3 (Alumina) com 36,00%, o Na_2O (Óxido de sódio) com 5,54% e o TiO_2 (Dióxido de titânio) com 1,08%. A composição química do resíduo de caulim, apresentado nesta pesquisa, é basicamente constituída por SiO_2 (Sílica) com 44,10%, seguido de Al_2O_3 (Alumina) com 36,00% e são os principais constituintes e que podem estar relacionados com a caulinita, que são típicos do caulim na Região Norte do Brasil, como foi observado por PINHEIRO *et al.* (2021). Vários pesquisadores também realizaram em suas pesquisas a análise por Fluorescência de Raios X (FRX) do resíduo de caulim, onde apresentaram o valores entre 46,11 – 49,53% para SiO_2 e de 27,52 – 38,17% para Al_2O_3 (SANTOS *et al.*, 2018; WANG *et al.*, 2018; MAIA *et al.*, 2019; PINHEIRO *et al.*, 2021).

4.2 – CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS

4.2.1 – Caracterização física das fibras lignocelulósicas

4.2.1.1 – Massa específica das fibras lignocelulósicas

Os resultados de massa específica obtidos para as fibras de juta e malva foram de $1,48 \pm 0,055 \text{ g/cm}^3$ e $1,15 \pm 0,068 \text{ g/cm}^3$, respectivamente. O valor encontrado para a fibra de juta está de acordo com os encontrados na literatura como os apresentador por OMRANI *et al.* (2016) ($1,46 \text{ g/cm}^3$) e ZHANG *et al.* (2020b) (1,3 a $1,5 \text{ g/cm}^3$). Para a fibra de malva MARGEM *et al.* (2013) destaca o valor de $1,04 \text{ g/cm}^3$ e COSTA (2016) ($1,48 \text{ g/cm}^3$).

A massa específica das fibras naturais é uma propriedade física que deve ser levada em consideração, uma vez que para efeito de comparação, pode torná-las mais resistentes mecanicamente, do que as fibras sintéticas como observado por VAISANEN *et al.* (2017).

Com base nos resultados das massa específicas obtidas nesta pesquisa, tem-se a massa específica da fibra de juta com 28% maior do que a massa específica da fibra de malva, esta propriedade física pode está diretamente relacionada com as quantidades dos componentes químicos básicos das fibras celulósicas que são a celulose, a hemicelulose e a lignina (KOMURIAH *et al.*, 2014).

A Tabela 4.3 apresenta as principais composições químicas das fibras de juta e malva adotadas nesta pesquisa.

Tabela 4.3 – Principais composições químicas das fibras de juta e malva.

Fibras	Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Lignina (%)	Cera (%)	Referências
Juta	50-72	12-20	8-13	0,5	ROHIT <i>et al.</i> (2016) e MAHESH <i>et al.</i> (2019)
Malva	56-72	27-29	10-12	0,6	CUNHA <i>et al.</i> (2021b)

Observa-se que ocorrem divergências entre as variações percentuais nas composições de celulose, hemicelulose e lignina, o que pode ter conferido a diferença entre as massas específicas das fibras.

4.2.1.2 – Diâmetro médio das fibras lignocelulósicas

Os valores de diâmetro médio obtidos para as fibras de juta e malva foram de $78,00 \pm 15,57 \mu\text{m}$ e $79,74 \pm 18,15 \mu\text{m}$, respectivamente. O valor do diâmetro encontrado para a fibra de juta está muito próximo dos valores reportados por RODRIGUES (2014) ($61,7 \mu\text{m}$) e OMRANI *et al.* (2016) (40 a $350 \mu\text{m}$). Da mesma forma o diâmetro da fibra de malva está coerente com valores reportados por MARGEM *et al.* (2013) ($65 \mu\text{m}$) e VIGNESH *et al.* (2021) ($44,79$ a $84,34 \mu\text{m}$).

A Figura 4.5 apresenta os aspectos de microscopia ótica das fibras de juta e malva.

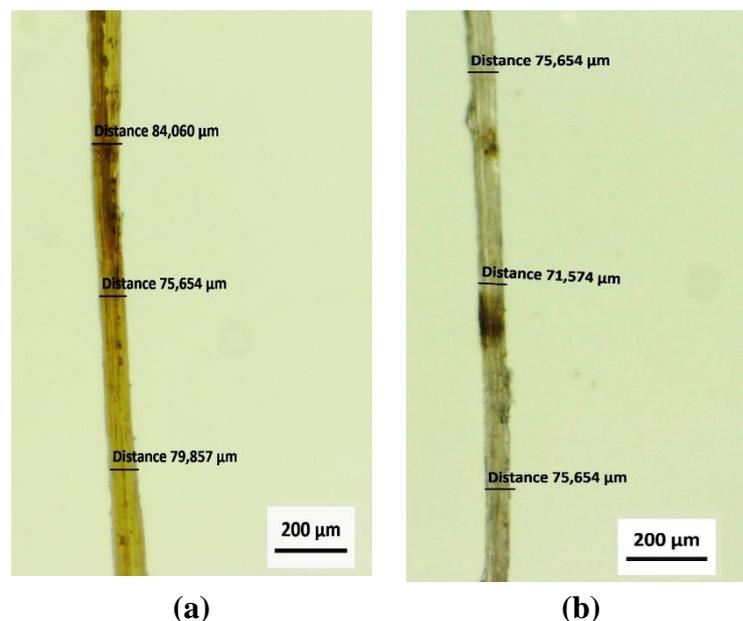


Figura 4.5 - Microscopia ótica mostrando os diâmetros específicos: (a) Para a fibra de juta e (b) fibras de malva.

Pode-se observar que a seção transversal pode ter pequena variação de diâmetro ao longo do comprimento da fibra. Este comportamento foi observado por AHMED *et al.* (2021) ao analisar fibras de cânhamo por microscopia ótica.

4.2.2 – Microscopia eletrônica de varredura das fibras lignocelulósicas

As imagens por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) da seção transversal das fibras de juta e malva são mostradas na Figura 4.6.

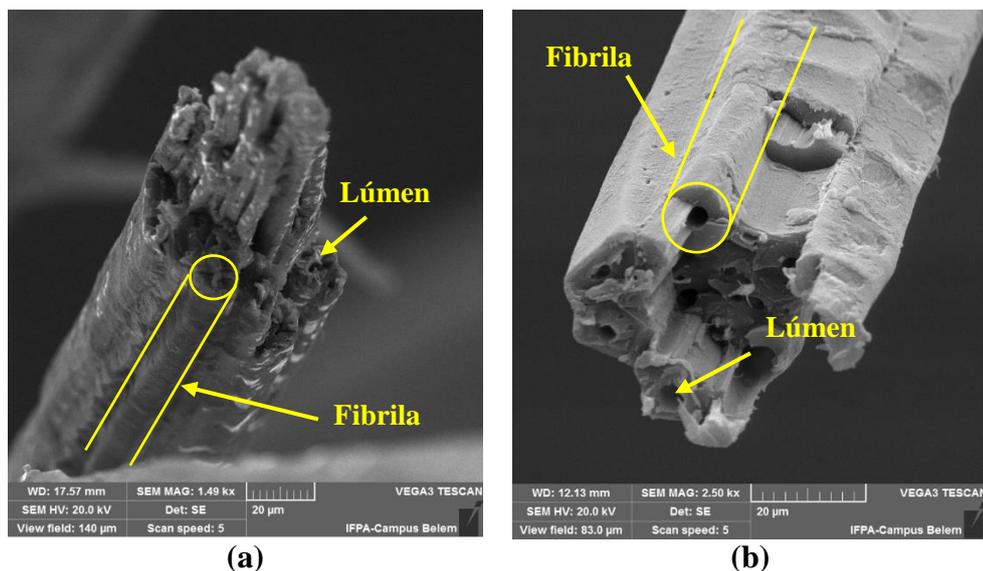


Figure 4.6 - Microscopia eletrônica de varredura das fibras. (a) fibra de juta ampliação de 1,5kx e (b) fibra de malva ampliação de 2,5kx

Como foi observado anteriormente, a fibra de juta apresentou maior massa específica ao comparar com a fibra de malva; também foi sinalizado que os diâmetros médios das mesmas estão com valores próximos entre si, e através da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), pode-se observar que a fibra de juta apresentou seção transversal mais compacta, ao ser comparada com a fibra de malva, comportamento que pode ser observado em FIDELIS *et al.* (2019) e CUNHA *et al.* (2021b), respectivamente. Pode-se verificar que as micrografias destacam o lúmen, as fibrilas e sua seção transversal tem uma forma quase circular, características estas, semelhantes apresentadas por PINHEIRO *et al.* (2019) e CUNHA *et al.* (2021a).

4.2.3 – Caracterização mecânica das fibras lignocelulósicas

Os valores médios das principais propriedades mecânicas em tração foram determinados para as fibras de juta e malva estão apresentadas na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 - Resultados da caracterização mecânica das fibras de juta e de malva.

Material	σ_t (MPa)	ϵ_{rup} (mm/mm)	E (GPa)
Fibra de Juta	380,87 ± 89,32	0,03 ± 0,01	17,95 ± 6,57
Fibra de Malva	446,80 ± 104,47	0,07 ± 0,03	11,72 ± 4,09

Os resultados da caracterização mecânica para as fibra de juta foi de 380,87 ± 89,32MPa para a resistência a tração, de 0,03 ± 0,01 mm/mm para a deformação e 17,95 ± 6,57GPa para o módulo de elasticidade. Assim como para a fibra de malva, os resultados foram de 446,80 ± 104,47MPa para a resistência a tração, de 0,07 ± 0,03mm/mm para a deformação e 11,72 ± 4,09GPa para o módulo de elasticidade.

Para as propriedades mecânica LAU *et al.* (2018) apresentam para a fibra de juta os seguintes valores de 200 – 770 MPa; 0,02 – 0,03mm/mm e 20 – 55 GPa, assim como BALLA *et al.* (2019) mostra de 187 – 800 MPa; 0,015 – 0,018mm/mm e 3 – 64 GPa para resistência a tração, deformação e módulo de elasticidade, respectivamente. Para a fibra de malva NASCIMENTO *et al.* (2017a) apresentaram os seguintes valores para resistência a tração e módulo de elasticidade na sequência de 160 MPa e 13 - 27 GPa respectivamente. Assim como COSTA (2016) apresenta os seguintes valores para resistência a tração e deformação de 396 ± 89 MPa e 0,05 ± 0,0203mm/mm, respectivamente.

A resistência à tração da fibra de malva foi 17% maior que a fibra de juta e em relação a deformação foi de 134% maior. No entanto, a fibra de juta apresentou maior rigidez em relação a fibra de malva com diferença de 53%. Na fibra elementar a celulose é o componente orgânico mais rígido, mais forte e que confere à fibra resistência, rigidez e estabilidade (YAN *et al.*, 2016). As fibras elementares são consideradas como as fibras componentes básicas, para todo o tipo de fibras lignocelulósicas, e que podem ser referidas como um compósito, uma vez que, a parede celular da fibra elementar é basicamente composto por microfibrilas de celulose semi-cristalina orientadas como reforço e que estão embutidos em uma matriz amorfa de hemicelulose-lignina (ZHANG *et al.*, 2020b).

Diante dessas considerações, as variações das principais composições químicas das fibras de juta e malva apresentadas na Tabela 4.3, correlacionadas com as principais propriedades mecânicas determinadas na Tabela 4.4, podem ser justificadas pelos comportamentos dos gráficos de regressão linear que foram desenhados por KOMURIAH *et al.* (2014) em sua pesquisa, ao qual descreve que com o aumento da celulose e da

hemicelulose há um aumento da resistência a tração e com o aumento de percentual de lignina ocorre uma redução acentuada da resistência a tração. No caso da deformação, com o aumento da celulose e hemicelulose provoca uma diminuição da deformação e o aumento de percentual de lignina gera aumento acentuado da deformação. Para o módulo de elasticidade o comportamento é oposto ao apresentado para deformação.

A Figura 4.7 mostra o comportamento típico das fibras de juta e malva ensaiadas em tração.

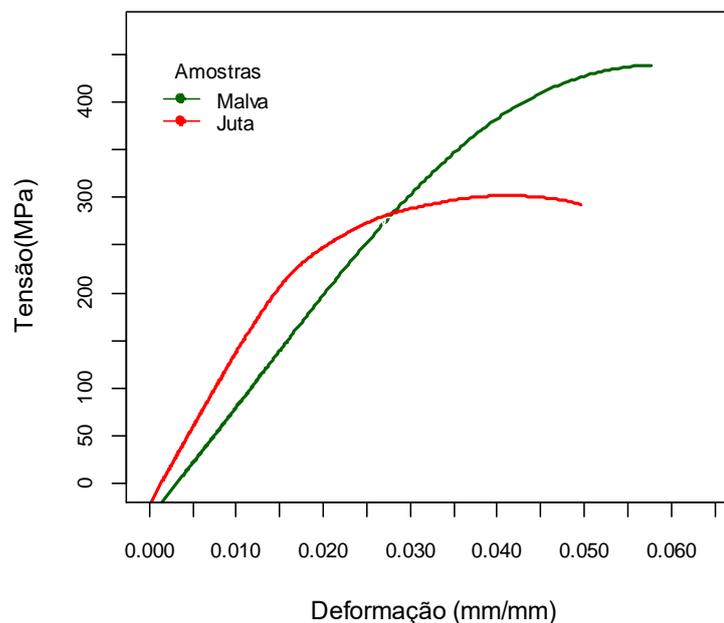


Figura 4.7 - Curvas tensão deformação de corpos de provas típicos das fibras de juta e malva submetidas a ensaio de tração.

O gráfico mostra que a fibra de juta é mais rígida que a fibra de malva, no entanto a fibra de malva possui maior limite de resistência à tração, considerando a inclinação das duas curvas que representam o comportamento em tração das fibras, comportamento semelhante foram observados por FIDELIS *et al.* (2019). Importante salientar que o módulo de elasticidade foi obtido a partir das curvas plotadas no ensaio de tração dos corpos de provas e calculado no início da curvas tensão-deformação. O comportamento destas curvas corrobora com os resultados apresentados na Tabela 4.4.

4.3 – CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL COMPÓSITO

4.3.1 – Massa específica dos materiais compósitos

4.3.1.1. Massa específica dos materiais compósitos com inserção de RLV

Pode-se verificar os resultados das massas específicas para os compósitos com RLV na Tabela 4.5.

Tabela 4.5 - Massa específica (g/cm^3) dos compósitos com adição de RLV.

Amostras	M_p V_p	Matriz	5RLV	10RLV	15RLV	20RLV	25RLV	30RLV
			3,10	6,31	9,65	13,06	16,42	20,02
Média		1,253 $\pm 0,023$	1,265 $\pm 0,033$	1,286 $\pm 0,043$	1,311 $\pm 0,008$	1,331 $\pm 0,004$	1,339 $\pm 0,028$	1,360 $\pm 0,009$

Nota-se que a adição de resíduo de lama vermelha eleva o valor médio da massa específica do compósito.

A Figura 4.8 apresenta a variação da massa específica dos compósitos com o aumento do resíduo na matriz.

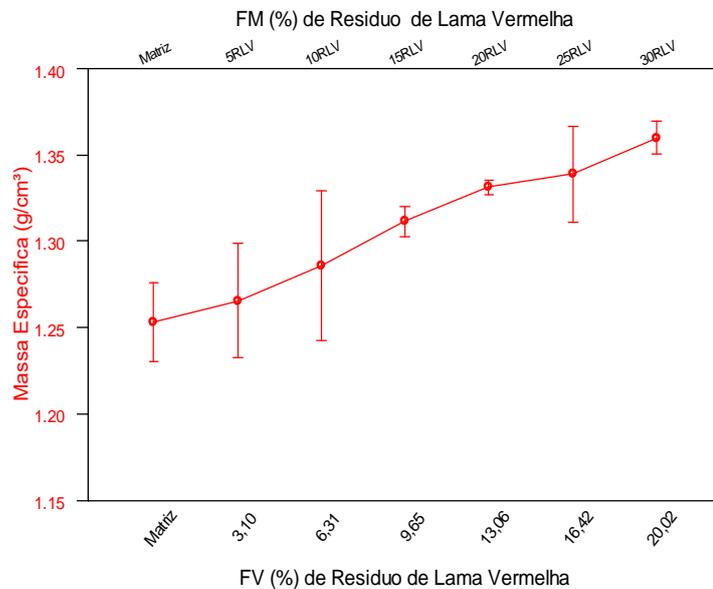


Figura 4.8 – Gráfico massa específica do compósito de matriz poliéster com RLV.

Importante observar que resíduo de lama vermelha apresenta o valor de massa específica de $2,04 \text{ g}/\text{cm}^3$ que é ligeiramente maior em relação à matriz de poliéster de $1,25 \text{ g}/\text{cm}^3$ e com a inserção do resíduo da matriz há um comportamento de crescimento gradativo das massas específicas dos compósitos. Este comportamento foi observado por SANTOS (2020), que obteve os resultados de massa específica de $1,26 \pm 0,08 \text{ g}/\text{cm}^3$ para a matriz poliéster e $1,27 \pm 0,07 \text{ g}/\text{cm}^3$; $1,36 \pm 0,09 \text{ g}/\text{cm}^3$; $1,47 \pm 0,08 \text{ g}/\text{cm}^3$ e $1,57 \pm 0,08 \text{ g}/\text{cm}^3$ para os compósitos com resíduo de lama vermelha nas proporções de 10, 20, 30 e 40% em massa, respectivamente

4.3.1.2. Massa específica dos materiais compósitos com inserção de RC

Os resultados das massas específicas para os compósitos com RC são apresentados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 - Massa Específica (g/cm^3) dos compósitos com adição de RC.

Amostras	M_p V_p	Matriz	5RC	10RC	15RC	20RC	25RC	30RC
			3,23	6,56	9,86	13,24	16,58	20,25
Média		1,253 $\pm 0,023$	1,266 $\pm 0,003$	1,285 $\pm 0,007$	1,289 $\pm 0,011$	1,297 $\pm 0,025$	1,300 $\pm 0,012$	1,323 $\pm 0,018$

Nota-se também que com a adição de resíduo de caulim também ocorre a elevação do valor médio da massa específica do compósito.

A Figura 4.9 apresenta a variação da massa específica dos compósitos com o aumento do resíduo na matriz.

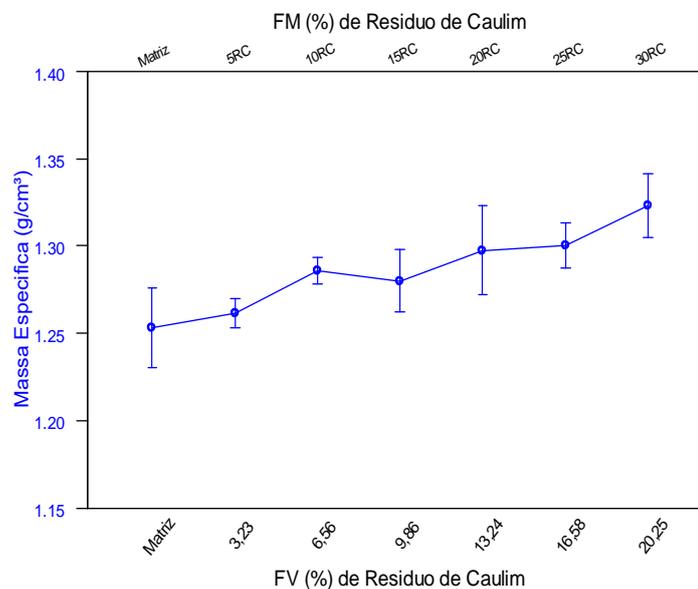


Figura 4.9 – Gráfico massa específica do compósito matriz poliéster e resíduo de RC.

Importante observar que resíduo de caulim apresenta o valor de massa específica de $1,96 \text{ g}/\text{cm}^3$ que é ligeiramente maior em relação à matriz de poliéster de $1,25 \text{ g}/\text{cm}^3$ e com a inserção do resíduo da matriz há um comportamento de crescimento gradativo das massas específicas dos compósitos. Este comportamento foi observado por SANTOS (2020), que obteve os resultados de massa específica de $1,26 \pm 0,08 \text{ g}/\text{cm}^3$ para a matriz poliéster e $1,44 \pm 0,04 \text{ g}/\text{cm}^3$; $1,65 \pm 0,06 \text{ g}/\text{cm}^3$; $1,87 \pm 0,03 \text{ g}/\text{cm}^3$ e $2,09 \pm 0,09 \text{ g}/\text{cm}^3$ para os compósitos com resíduo de caulim nas proporções de 10, 20, 30 e 40% em massa, respectivamente.

4.3.1.3. Massa específica dos compósitos reforçados com fibras de juta e malva

Pode-se verificar os resultados das massas específicas para os compósitos reforçados com fibras de juta e malva na Tabela 4.7.

Tabela 4.7 - Massa específica dos compósitos (g/cm^3) reforçados com fibras de juta e malva.

Amostras	Matriz V_f	Fibras de juta alinhadas a 0° e 90°			Fibras de malva alinhadas a 0° e 90°		
		0	J5	J15	J25	M5	M15
Média	1,253 $\pm 0,023$	1,115 $\pm 0,017$	1,154 $\pm 0,037$	1,172 $\pm 0,016$	1,097 $\pm 0,026$	1,112 $\pm 0,013$	1,176 $\pm 0,016$

Para efeito de nomenclatura foi adotado para as frações volumétricas das fibras de juta (J5=5%, J15=15% e J25=25%) e para as fibras de malva (M5=5%, M15=15% e M25=25%).

Observa-se que a massa específica da matriz foi superior aos compósitos reforçados com fibras de juta J5, J15 e J25 em 12,37%; 8,60% e 7,00%; respectivamente, e em relação aos compósitos reforçados com fibras de malva M5, M15 e M25 em 14,22%; 12,70% e 6,5%; respectivamente. Estes comportamentos foram observados por EL BANNA (2017) ao inserir fibras de bananeiras como reforço em matriz poliéster, assim como SANTOS (2020) ao inserir fibras de bambu como reforço em matriz poliéster.

A Figura 4.10 apresenta a variação da massa específica dos compósitos com o aumento das frações volumétricas das fibras de juta e malva.

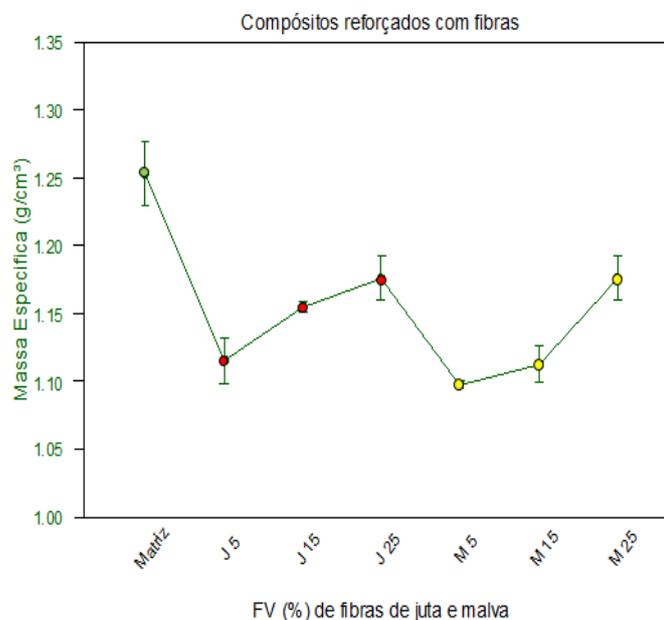


Figura 4.10 – Gráfico massa específica do compósito matriz poliéster reforçados com fibras de juta e malva.

Observa-se que as massas específicas dos compósitos reforçados com fibras de juta, nas frações volumétricas de J5, J15 e J25, tanto na disposição 0° quanto 90°, apresentaram menores valores comparados com a matriz poliéster, fato que ocorreu também para os compósitos reforçados com fibras de malva, nas frações volumétricas de M5, M15 e M25, este fato pode estar associado pela presença de vazios nos compósitos fabricados. No entanto, verificou-se que nos compósitos reforçados com fibras de juta ocorreram o aumento da massa específica de J5 para J15 e de J15 para J25, semelhante comportamento ocorreu para os compósitos reforçados com fibras de malva de M5 para M15 de M15 para M25. Esse fato pode está associado ao processo de produção de laminação manual assistida por vácuo, que foi adotado afim de minimizar a preseça de vazios nos compósitos finais e melhorar a permeabilidade das fibras pela resina.

4.3.2 – Ensaio de tração

4.3.2.1. Ensaio de tração dos corpos de prova de matriz poliéster pura

Os valores médios das principais propriedades física e mecânicas foram determinados para matriz poliéster conforme a Tabela 4.8.

Tabela 4.8 - Resultado da caracterização da matriz poliéster.

Material	ρ (g/cm ³)	σ (MPa)	ϵ (mm/mm)	E (GPa)	ν
Matriz Poliéster	1,253 ± 0,023	23,35 ± 4,46	0,045 ± 0,007	0,501 ± 0,084	0,375 ± 0,027

O resultado da resistência à tração de 23,35 ± 4,46 MPa está de acordo com o valor encontrado por CUNHA (2015), ao ensaiar amostras de matriz poliéster em tração obteve o valor de 22,34 ± 5,38 MPa.

4.3.2.2. Ensaio de tração dos materiais compósitos com inserção de RLV

Os materiais compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha após ensaio de tração foram avaliados quanto suas propriedades mecânicas na tração e os resultados obtidos de tensão de tração (σ), deformação (ϵ), módulo de elasticidade (E) e coeficiente de Poisson (ν) estão apresentados na Tabela 4.9.

Tabela 4.9 - Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha em matriz poliéster.

Fase Dispersa	M_p (%)	V_p (%)	V_v (%)	σ_{12} (MPa)	ϵ_{12} (mm/mm)	E_{12} (GPa)	ν_{12}
Matriz Poliéster	NA	NA	NA	23,35 ± 4,46	0,045 ± 0,007	0,501 ± 0,084	0,375 ± 0,027
Resíduo de Lama Vermelha em Matriz Poliéster	5	3,10	0,63	23,61 ± 2,89	0,030 ± 0,007	1,271 ± 0,261	0,383 ± 0,013
	10	6,31	1,02	22,29 ± 2,42	0,025 ± 0,011	1,553 ± 0,242	0,353 ± 0,007
	15	9,65	1,07	19,78 ± 2,04	0,025 ± 0,010	1,382 ± 0,186	0,396 ± 0,017
	20	13,06	1,66	18,43 ± 1,06	0,023 ± 0,007	1,577 ± 0,162	0,423 ± 0,005
	25	16,42	3,17	15,08 ± 1,81	0,014 ± 0,005	1,777 ± 0,183	0,354 ± 0,007
	30	20,02	3,75	14,60 ± 1,12	0,014 ± 0,004	1,565 ± 0,139	0,312 ± 0,148

NA: Não se aplica

Onde:

M_p = Fração mássica de particulado (Resíduo);

V_p = Fração volumétrica de particulado (Resíduo);

V_v = Fração volumétrica de vazios.

Observa-se que há semelhança entre os valores de resistência à tração da matriz de 23,35 ± 4,46 MPa e o compósito de fração mássica de 5% de resíduo de lama vermelha de 23,61 ± 2,89 MPa com uma diferença mínima de 1%. Comparando com outras variações mássicas de resíduo de lama vermelha, a matriz excedeu aos valores de resistência a tração em 5%, 18%, 27%, 55% e 60%, para as frações mássicas de 10, 15, 20, 25 e 30%, respectivamente.

Observa-se também que o valor de deformação na ruptura para a matriz foi maior que o valores obtidos pelos compósitos em 47%, 77%, 82%, 93%, 220% e 229% para as frações mássicas de 5, 10, 15, 20, 25 e 30%, respectivamente.

Para o caso do módulo de elasticidade, os compósitos com resíduo de lama vermelha apresentaram maior rigidez ao comparar com o resultado da matriz poliéster, excedendo em 153%, 210%, 176%, 215%, 255% e 212% para as frações mássicas de lama vermelha de 5, 10, 15, 20, 25 e 30%, respectivamente.

O coeficiente de Poisson dos compósitos com resíduo de lama vermelha para as frações mássicas de 5, 15 e 20%, excederam o valor da matriz em 2%, 5% e 13%,

respectivamente. Para os compósitos com resíduo de lama vermelha para as frações mássicas de 10, 25 e 30%, o valor da matriz foi superior em 6%, 6% e 20%, respectivamente.

Nos materiais compósitos apresentados na Tabela 4.9, têm-se o resíduo de lama vermelha disperso na matriz exercendo a função de enchimento, uma vez que estes resíduos industriais têm sido utilizados com essa finalidade (SINGH *et al.*, 2019), além do fato de que os resíduos de lama vermelha são ricos em conteúdo mineral e a adição destes resíduos, tais como cargas em compósitos poliméricos podem melhorar o desempenho mecânico (VIGNESHWARAN *et al.*, 2019), como por exemplo, pode-se citar a elevação da rigidez mecânica dos compósitos citados.

Ainda na Tabela 4.9, observa-se que ocorreu a diminuição da resistência a tração dos compósitos citados, este comportamento foi observado por CUNHA (2015), que obteve os seguintes valores de resistência a tração de $10,17 \pm 0,89$ MPa; $13,96 \pm 4,43$ MPa; $11,94 \pm 1,55$ MPa; e $16,38 \pm 3,03$ MPa para os compósitos com RLV nas proporções de 5, 15, 25 e 30% em massa, respectivamente. Essa redução da resistência a tração pode ser justificada devido a possibilidade de aglomeração das partículas de RLV, dificultando a dispersão destas no polímero e o enfraquecimento da adesão poliéster/RLV (CUNHA, 2015), uma possibilidade também é que a interação química na interface partícula/matriz seja fraca para transferir a tensão de tração para aos particulados; a outra é que os pontos dos cantos das partículas de forma irregular resultem em pontos de descontinuidades e de concentrações de tensões na matriz poliéster (COSTA, 2016), além do fato de que o aumento de resíduo de lama vermelha pode aumentar a presença de porosidades no compósito, o que deprecia sua resistência à tração (SANTOS, 2020).

A Figura 4.11 mostra o gráfico comparativo entre as resistências a tração e módulo de elasticidade dos resultados obtidos no ensaio de tração para matriz e para os compósitos com adição do resíduo de lama vermelha nas frações volumétricas de 3,10%; 6,31%; 9,65%; 13,06%; 16,42% e 20,02% e nas frações mássicas 5RLV=5%; 10RLV=10%; 15RLV=15%; 20RLV=20%; 25RLV=25% e 30RLV=30%.

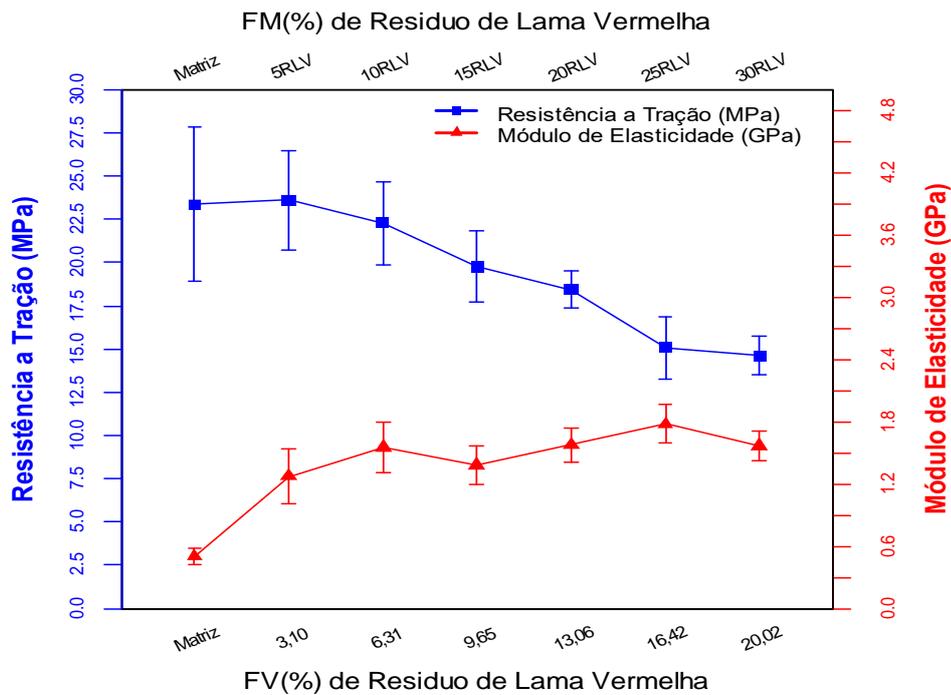


Figura 4.11 - Gráfico das frações volumétricas/frações mássicas dos compósitos com resíduo de lama vermelha versus suas propriedades mecânicas de tração.

Observa-se que a resistência a tração diminui com a elevação da frações de RLV na matriz, o que sugere que a interação química, na interface partícula/matriz, seja fraca para transferir a tensão de tração aos particulados, os mesmos não exercem a função de reforço. Nota-se que há aumento da rigidez do material compósito, com o aumento das frações de RLV na matriz, o que sugere que o resíduo incrementa nesta propriedade.

Os demais gráficos comparativos entre a resistência a tração versus deformação e resistência a tração versus coeficiente de Poisson, para compósitos com resíduo de lama vermelha, são apresentadas no APÊNDICE A.

A Tabela 4.10 apresenta os dados gerados pela ANOVA para o ensaio de tração dos compósitos com adição do resíduo de lama vermelha.

Tabela 4.10 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de tração dos compósitos com resíduos de lama vermelha.

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Varição Entre Grupos (Tratamento)	455,06	6	75,84	13,02	$1,67 \times 10^{-7}$	2,39
Varição Dentro do Grupo (Resíduo)	192,18	33	5,82			

Total 647,25 39

Onde:

SQ = Soma dos Quadrados;

gl = Graus de liberdade;

MQ = Média Quadrática;

F = Estatística F (Calculado).

Como o $F_{\text{calculado}}$ (13,02) foi superior ao F_{tabelado} (2,39) ao nível de significância $\alpha=5\%$, pode-se afirmar que há pelo menos uma diferença significativa para os tratamentos. Desta forma, rejeita-se H_0 , podendo concluir que os tratamentos possuem efeitos diferentes sobre a propriedade analisada (Resistência a tração) com grau de confiança superior a 95% de probabilidade. Pelo P-valor menor que α , constata-se que os tratamentos das frações de resíduo foram significativos na tração. Como H_0 foi rejeitada, pode-se verificar que os tratamentos diferem entre si, com isso foi utilizado o teste de Tukey que permite a comparação das médias uma a uma e assim identificar quais as diferenças entre os resultados.

A Tabela 4.11 apresenta os resultados comparativos do teste de Tukey entre os compósitos com resíduo de lama vermelha para a resistência a tração, concluindo se há ou não diferença significativa. O valor de **d.m.s.** para a resistência à tração dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha em matriz poliéster foi de 3,988.

Tabela 4.11 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios da resistência a tração para os tratamentos: MP, 5RLV, 10RLV, 15RLV, 20RLV, 25RLV e 30RLV.

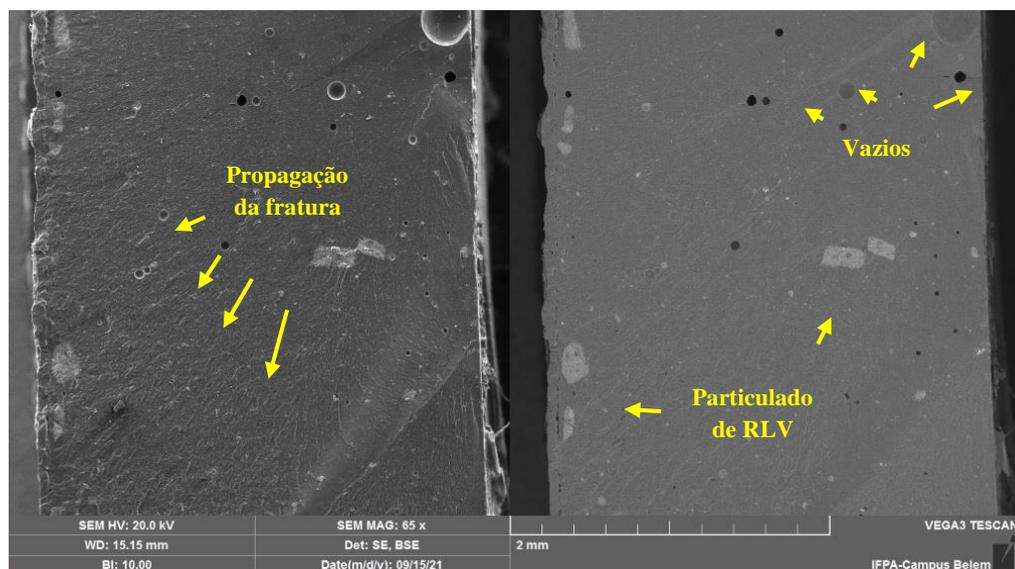
	(d.m.s. = 3,988)						
	MP	5RLV	10RLV	15RLV	20RLV	25RLV	30RLV
MP	0,00	0,253	1,072	3,575	4,929	8,280	8,762
5RLV	0,253	0,00	1,326	3,829	5,182	8,534	9,016
10RLV	1,072	1,326	0,00	2,503	3,856	7,208	7,690
15RLV	3,575	3,829	2,503	0,00	1,353	4,705	5,187
20RLV	4,929	5,182	3,856	1,353	0,00	3,351	3,833
25RLV	8,280	8,534	7,208	4,705	3,351	0,00	0,481
30RLV	8,762	9,016	7,690	5,187	3,833	0,481	0,00

O texto em negrito representa o tratamento que difere significamente.

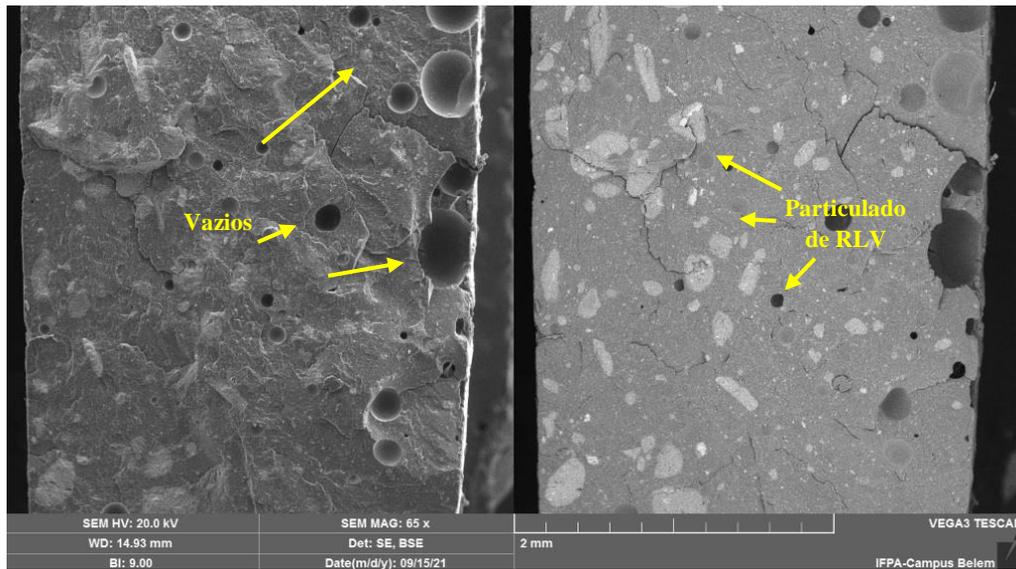
Com base nesses resultados apresentados, pode-se afirmar que houve diferença significativa apenas entre MP-20RLV, MP-25RLV, MP-30RLV, 5RLV-20RLV, 5RLV-25RLV, 5RLV-30RLV, 10RLV-25RLV, 10RLV-30RLV, 15RLV-25RLV e 15RLV-30RLV, sendo que nesses dez casos, o compósito 5RLV apresenta o maior valor médio de resistência à tração comparado com a matriz, os compósitos 10RLV e 15RLV apresentam, estatisticamente, valores de resistência a tração próximos do valor da matriz. Os demais tratamentos apresentaram onde não há nenhuma diferença significativa entre os mesmos. Os compósitos 20RLV, 25RLV e 30RLV apresentam os menores valores médios de resistência à tração.

4.3.2.3. Micrografias das superfícies fraturadas por MEV dos materiais compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha após ensaio de tração

A Figura 4.12 ((a) e (b)) apresenta, respectivamente, as micrografias obtidas por MEV da região da fratura dos corpos de prova ensaiados em tração para os compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha com 5% e 30% em de massa resíduo. As demais micrografias das variações de frações mássicas 10, 15, 20 e 25% são apresentadas no APÊNDICE B.



(a)



(b)

Figura 4.12 – Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha com 5% (a) e 30% (b) em massa. 65x.

Em (a), pode-se perceber presença de vazios e sedimentação lateral do resíduo na matriz que indica o início da propagação da fratura, com destacado pelas setas, o mesmo comportamento é observado nas variações de 10% e 15% em massa de resíduo de lama vermelha, conforme Figura B1 (Ver APÊNDICE B). Em (b) mostra o compósito com 30% em massa, este apresenta o mecanismos de falha como aumento de vazios e com a elevação da presença de RLV ocorre maior dispersão do mesmo sobre a superfície da matriz, estes comportamentos são observados nas variações de 20% e 25% em massa de RLV, conforme Figura B2 (Ver APÊNDICE B).

4.3.2.4. Ensaio de tração dos materiais compósitos com inserção de RC

Os materiais compósitos com inserção de resíduo de caulim após ensaio de tração foram avaliados quanto suas propriedades mecânicas na tração e os resultados obtidos de tensão de tração (σ), deformação (ϵ), módulo de elasticidade (E) e coeficiente de Poisson (ν) estão apresentados na Tabela 4.12.

Tabela 4.12 - Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com inserção de resíduo de caulim em matriz poliéster.

Compósito	M_p (%)	V_p (%)	V_v (%)	σ_{12} (MPa)	ϵ_{12} (mm/mm)	E_{12} (GPa)	ν_{12}
Matriz Poliéster	NA	NA	NA	$23,35 \pm 4,46$	$0,045 \pm 0,007$	$0,501 \pm 0,084$	$0,375 \pm 0,027$

Resíduo de Caulim em Matriz Poliéster	5	3,23	0,43	20,48 ± 1,53	0,017 ± 0,007	2,176 ± 0,451	0,279 ± 0,060
	10	6,56	0,78	16,26 ± 1,26	0,012 ± 0,005	1,960 ± 0,357	0,276 ± 0,027
	15	9,86	2,38	16,08 ± 1,01	0,014 ± 0,008	1,711 ± 0,398	0,292 ± 0,020
	20	13,24	3,64	15,24 ± 0,98	0,020 ± 0,007	1,634 ± 0,150	0,280 ± 0,071
	25	16,58	5,33	14,25 ± 1,37	0,013 ± 0,006	1,570 ± 0,075	0,265 ± 0,024
	30	20,25	5,59	13,86 ± 0,77	0,011 ± 0,004	2,019 ± 0,165	0,366 ± 0,115

NA: Não se aplica

Observa-se que a resistência à tração da matriz excede os valores de resistência a tração dos compósitos com inserção de resíduo de caulim em 14%, 43%, 45%, 53%, 64% e 68% para as frações mássicas de 5, 10, 15, 20, 25 e 30%, respectivamente.

Também foi observado que para a deformação na ruptura a matriz excedeu os valores dos compósitos em 162%, 276%, 209%, 125%, 252% e 314% para as frações mássicas de 5, 10, 15, 20, 25 e 30%, respectivamente.

Para o caso do módulo de elasticidade, os compósitos com resíduo de caulim apresentaram maior rigidez ao comparar com o resultado da matriz poliéster, excedendo em 334%, 291%, 241%, 226%, 213% e 303% para as frações mássicas de caulim de 5, 10, 15, 20, 25 e 30%, respectivamente.

Foi observado que o coeficiente de Poisson da matriz excedeu os valores dos compósitos em 34%, 36%, 28%, 34%, 41% e 2,5% para as frações mássicas de 5, 10, 15, 20, 25 e 30%, respectivamente.

Nos materiais compósitos apresentados na Tabela 4.12, têm-se o resíduo de caulim disperso na matriz e exercendo a função de enchimento, a adição de particulados de caulim na matriz poliéster pode resultar em melhorias de características específicas e em determinadas propriedades mecânicas do compósito resultante (MOHMMED, 2017; BORAZAN e ADIGUZEL, 2018), como por exemplo, pode-se citar a elevação da rigidez mecânica dos compósitos citados na Tabela 4.12.

Observa-se na Tabela 4.12 que também ocorreu a diminuição da resistência a tração dos compósitos citados, este comportamento foi observado por COSTA (2016), que obteve os seguintes valores de resistência a tração de 32,00±2,10MPa para a matriz poliéster e 23,83±1,13MPa; 20,13±1,72MPa; 16,57±1,41MPa; 15,36±1,50MPa e 11,86±1,20MPa para os compósitos com RC nas proporções de 10, 20, 30, 40 e 50% em massa, respectivamente. Essa redução da resistência a tração também pode ser justificada devido a possibilidade de

aglomeração das partículas de RC, dificultando a dispersão destas no polímero e o enfraquecimento da adesão poliéster/RC, também a interação química na interface partícula/matriz seja fraca para transferir a tensão de tração para aos particulados; a outra possibilidade é que os pontos dos cantos das partículas de forma irregular resultem em pontos de descontinuidades e de concentrações de tensões na matriz poliéster, comportamentos estes, que também ocorreram nos compósitos com RLV. O RC atuou como carga de enchimento passiva dentro da matriz polimérica e não atuou como reforço, além do fato de que o aumento de resíduo de caulim pode aumentar a presença de porosidades no compósito, o que deprecia sua resistência à tração (SANTOS, 2020).

A Figura 4.13 mostra o gráfico comparativo entre as resistências a tração e módulo de elasticidade dos resultados obtidos no ensaio de tração para matriz e para os compósitos com adição do resíduo de caulim nas frações volumétricas de 3,23%; 6,56%; 9,86%; 13,24%; 16,58% e 20,25%; e nas frações mássicas 5RC=5%; 10RC=10%; 15RC=15%; 20RC=20%; 25RC=25% e 30RC=30%

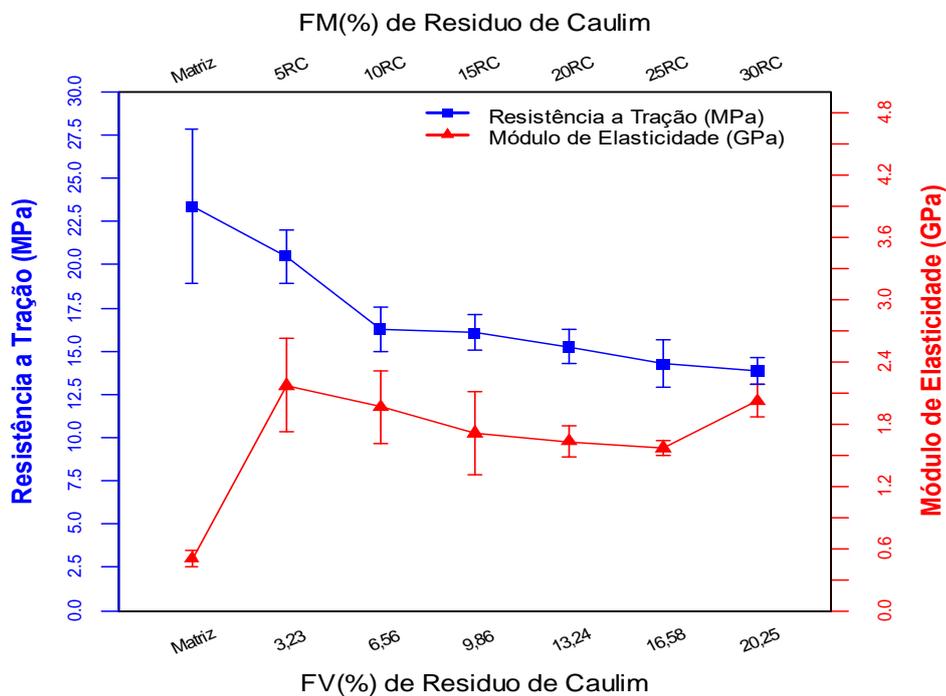


Figura 4.13 – Gráfico das frações volumétricas/frações mássicas dos compósitos com resíduo de caulim versus suas propriedades mecânicas de tração.

Observa-se que a resistência a tração diminui com a elevação da frações de RC na matriz, o que também sugere que a interação química, na interface partícula/matriz, seja fraca para transferir a tensão de tração aos particulados, os mesmos não exercem a função de

reforço. Nota-se que há aumento considerável no módulo de elasticidade dos materiais compósitos com o aumento das frações de RC na matriz, o que sugere que o resíduo incrementa na rigidez destes materiais.

Os demais gráficos comparativos entre a resistência a tração versus deformação e resistência a tração versus coeficiente de Poisson, para compósitos com resíduo de caulim, são apresentadas no APÊNDICE C.

A Tabela 4.13 apresenta os dados gerados pela ANOVA para o ensaio de tração dos compósitos com adição do resíduo de caulim.

Tabela 4.13 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de tração dos compósitos com resíduos de caulim.

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Variação Entre Grupos (Tratamento)	399,42	6	66,57	18,43	$2,89 \times 10^{-9}$	2,39
Variação Dentro do Grupo (Resíduo)	119,22	33	3,61			
Total	518,64	39				

O valor de $F_{\text{calculado}}$ (18,43) foi superior ao F_{tabelado} (2,39) ao nível de significância $\alpha=5\%$, assim, pode-se afirmar que há pelo menos uma diferença significativa para os tratamentos. Desta forma, rejeita-se H_0 , pode-se concluir que os tratamentos possuem efeitos diferentes sobre a propriedade analisada (Resistência a tração) com grau de confiança superior a 95% de probabilidade. Pelo P-valor menor que α , constata-se que os tratamentos das frações de resíduo foram significativos na tração. Como H_0 foi rejeitada, pode-se verificar que os tratamentos diferem entre si, com isso foi utilizado o teste de Tukey que permite a comparação das médias uma a uma e assim identificar quais as diferenças entre os resultados.

A Tabela 4.14 apresenta os resultados comparativos do teste de Tukey entre os compósitos com resíduo de caulim para a resistência a tração, concluindo se há ou não diferença significativa. O valor de **d.m.s.** para a resistência à tração dos compósitos com inserção de resíduo de caulim em matriz poliéster foi de 3,141

Tabela 4.14 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios da resistência a tração para os tratamentos: MP, 5RC, 10RC, 15RC, 20RC, 25RC e 30RC.

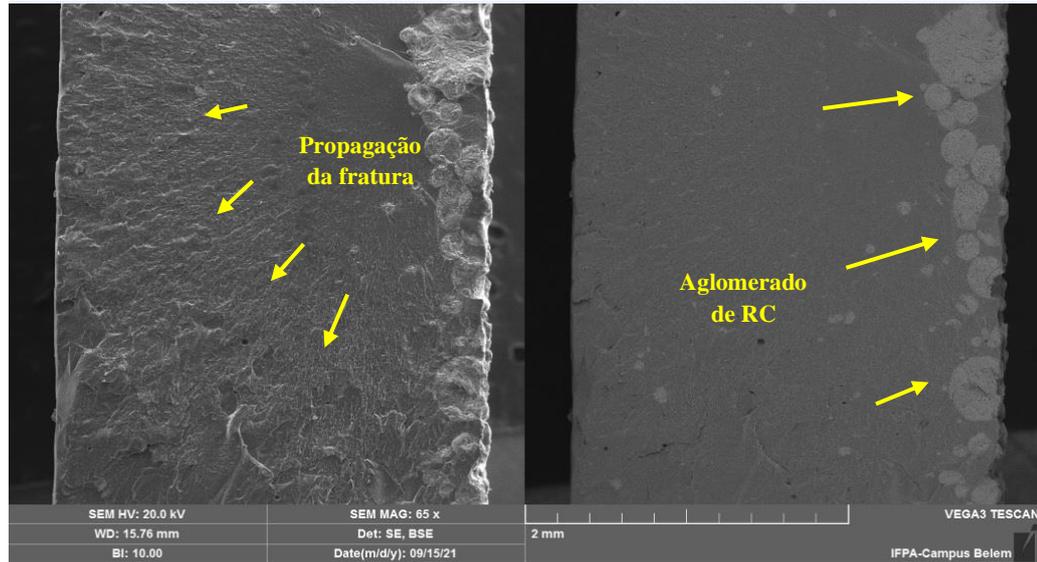
(d.m.s. = 3,141)							
	MP	5RC	10RC	15RC	20RC	25RC	30RC
MP	0,000	2,874	7,093	7,280	8,120	9,118	9,500
5RC	2,874	0,000	4,219	4,405	5,245	6,243	6,626
10RC	7,093	4,219	0,000	0,187	1,026	2,025	2,407
15RC	7,280	4,405	0,187	0,000	0,839	1,837	2,220
20RC	8,120	5,245	1,026	0,839	0,000	0,998	1,381
25RC	9,118	6,243	2,025	1,837	0,998	0,000	0,382
30RC	9,500	6,626	2,407	2,220	1,381	0,382	0,000

O texto em negrito representa o tratamento que difere significamente.

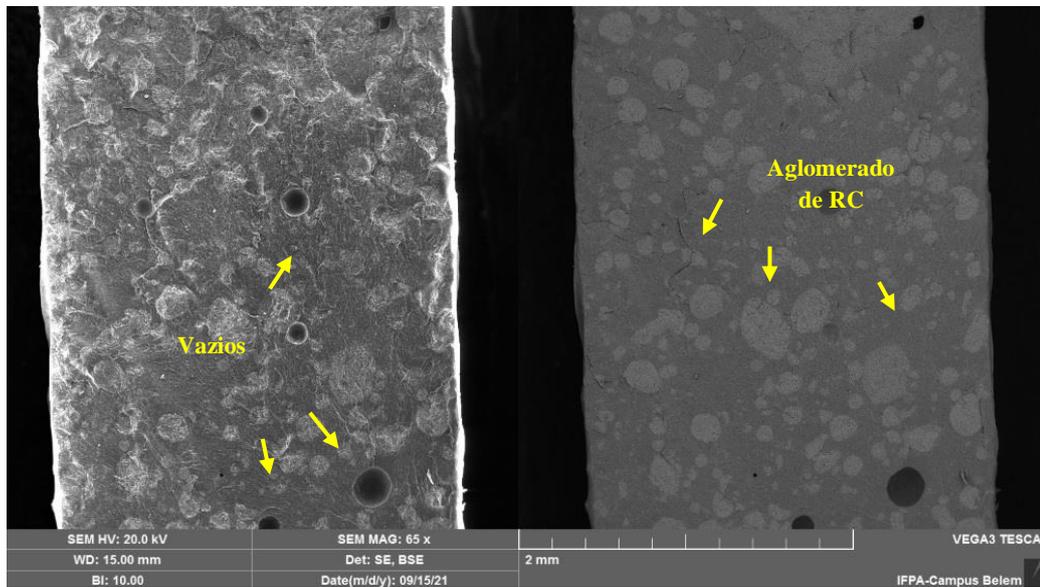
Com base nesses resultados apresentados, pode-se afirmar que houve diferença significativa apenas entre MP-10RC, MP-15RC, MP-20RC, MP-25RC, MP-30RC, 5RC-10RC, 5RC-15RC, 5RC-20RC, 5RC-25RC e 5RC-30RC, sendo que nesses dez casos, o compósito 5RC apresenta o maior valor médio de resistência à tração comparado com os demais compósitos e que mais se aproxima com o valor de resistência a tração da matriz plena. Os demais tratamentos apresentaram resultados equivalentes, indicando que não há nenhuma diferença significativa entre os mesmos. Os compósitos 10RC, 15RC, 20RC, 25RC e 30RC apresentam os menores valores médios de resistência à tração quando comparados com a matriz plena.

4.3.2.5. Micrografias das superfícies fraturadas por MEV dos materiais compósitos com inserção de resíduo de caulim após ensaio de tração

A Figura 4.14 ((a) e (b)) apresenta, respectivamente, as micrografias obtidas por MEV da região da fratura dos corpos de prova ensaiados em tração para os compósitos com inserção de caulim com 5% e 30% em massa de resíduo. As demais micrografias das variações de frações mássicas 10, 15, 20 e 25% são apresentadas no APÊNDICE D.



(a)



(b)

Figura 4.14 – Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos com inserção de resíduo de caulim com 5% (a) e 30% (b) em massa. 65x.

Em (a), pode-se perceber sedimentação lateral acentuada do resíduo na matriz e que indica o início da propagação da fratura, com destacado pelas setas, os mesmo comportamento é observado nas variações de 10% e 15% em massa de RC, conforme Figura D1 (Ver APÊNDICE D). Em (b) mostra o compósito com 30% em massa, observa-se o aumento de vazios com elevação da presença de RC e apresenta maior dispersão de resíduo sobre a superfície da matriz, os mesmos comportamentos são observados nas variações de 20% e 25% em massa de RC, conforme Figura D2 (Ver APÊNDICE D).

4.3.2.6. Ensaio de tração dos materiais compósitos reforçados com fibras de Juta na configuração contínua e alinhada a 0°

Os materiais compósitos reforçados com fibras de juta na configuração contínua e alinhada a 0°, após ensaio de tração, também foram avaliados quanto suas propriedades mecânicas em tração e os resultados obtidos de tensão de tração (σ), deformação (ϵ), módulo de elasticidade (E) e coeficiente de Poisson (ν) estão apresentados na Tabela 4.15.

Tabela 4.15 - Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com reforço de fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° em matriz poliéster.

Fase Dispersa	V _f (%)	V _v (%)	σ_{12} (MPa)	ϵ_{12} (mm/mm)	E ₁₂ (GPa)	ν_{12}
Matriz Poliéster	NA	NA	23,35 ± 4,46	0,045 ± 0,007	0,501 ± 0,084	0,375 ± 0,027
Fibra de Juta 0° unidirecional	5	19,58	23,88 ± 4,22	0,008 ± 0,001	0,934 ± 0,136	0,310 ± 0,073
	15	10,34	58,37 ± 2,53	0,009 ± 0,002	2,831 ± 0,166	0,472 ± 0,017
	25	10,76	62,11 ± 2,12	0,008 ± 0,005	3,177 ± 0,794	0,438 ± 0,012

NA: Não se aplica

Onde:

V_f = Fração volumétrica de fibras;

V_v = Fração volumétrica de vazios.

Nota-se que os compósitos reforçados com fibra de juta a 0° nas as frações volumétricas de 5, 15 e 25Vol.% exibiram maiores resistências à tração ao comparar com a resistência à tração da matriz poliéster excedendo em 2%, 150% e 166%, respectivamente. Destaca-se que o compósito com 25% em volume obteve maior valor médio para esta propriedade, sugerindo que as inserções das fibras de juta induzem a um reforço efetivo da matriz.

Para a deformação na ruptura, em todos os casos, a matriz de poliéster apresentou o maior resultado que foi de 418%, 395% e 478%, comparando com os compósitos de 5, 15 e 25Vol.%, respectivamente.

Os módulos de elasticidades dos compósitos com 5, 15 e 25Vol.% de fibras, excederam em 86%, 465% e 534%, a rigidez do poliéster puro.

Foi observado que o coeficiente de Poisson da matriz excedeu o valor do compósito de fração volumétrica 5Vol.% em 20%, no entanto os compósitos de frações volumétricas 15 e 25Vol.% excederam o valor do coeficiente de Poisson da matriz em 26% e 17%, respectivamente.

Observa-se que os resultados para 25Vol% de fibras de juta, apresentados na Tabela 4.15, são semelhantes aos apresentados por CAVALCANTI *et al.* (2019) que em sua pesquisa fabricaram compósitos reforçados com fibras de juta na fração de 30Vol.% em matriz epóxi, com as fibras alinhadas a 0° na direção do carregamento, e que após ensaio de tração os resultados obtidos pelos autores foram os seguintes de $39,75 \pm 0,97$ e $39,08 \pm 3,35$ MPa para a resistência a tração, assim como $3,44 \pm 0,20$ e $3,60 \pm 0,224$ GPa para o módulo de elasticidade, para fibras de jutas tratada e não tratadas, respectivamente. Assim como TEZARA *et al.* (2021) apresentaram resultados de ensaio de tração de materiais compósitos reforçados com fibras de juta em forma de tecido, dispostos em cinco camadas, utilizaram matriz epóxi e obtiveram 52MPa de resistência a tração. Semelhantemente CHATURVEDI *et al.* (2022) também ensaiaram em tração materiais compósitos reforçados com fibras de juta, em forma de tecido, dispostos em duas camadas, utilizaram matriz epóxi e obtiveram $34,53 \pm 1,50$ MPa de resistência a tração e $2,46 \pm 0,08$ GPa para o módulo de elasticidade.

A Figura 4.15 mostra o gráfico comparativo entre as resistências a tração e módulo de elasticidade dos resultados obtidos no ensaio de tração para matriz e para os compósitos reforçados com fibras de juta a 0° nas frações volumétricas de 5%=0J5, 15%=0J15 e 25%=0J25.

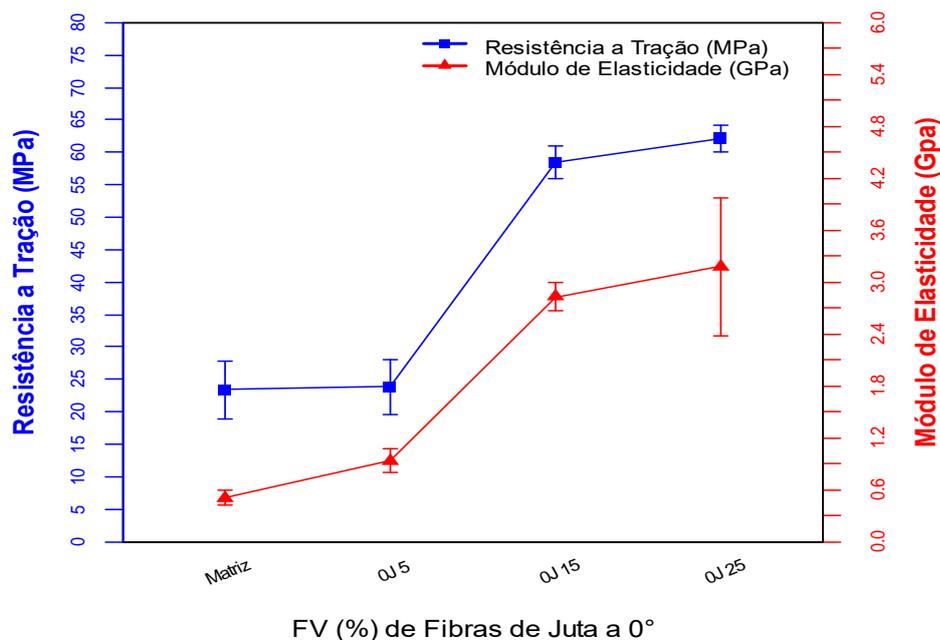


Figura 4.15 - Gráfico das frações volumétricas dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° versus suas propriedades mecânicas de tração.

Como observado a resistência a tração aumenta com a elevação da fração volumétrica de fibra de juta na matriz, o valor máximo obtido foi para 25% Vol. Da mesma forma o módulo de elasticidade aumenta com a inserção de fibras na matriz, confirmando que as fibras de juta nas configurações contínuas, alinhadas e dispostas à 0° em relação a carga aplicada, exercem a função de reforço, uma vez que as mesmas são mais rígidas que a matriz, logo os compósitos nestas configurações têm a resistência a tração e rigidez incrementadas com aumento da fração de fibras (MENDONÇA, 2019).

Os demais gráficos comparativos entre a resistência a tração versus deformação e resistência a tração versus coeficiente de Poisson, para compósitos reforçados com fibras de juta a 0°, são apresentadas na Figura E1 (Ver APÊNDICE E).

A análise de variância para os resultados das médias de resistência à tração entre a matriz plena e as variações de frações volumétricas de fibras de juta 0° (MP; 5%=0J5, 15%=0J15 e 25%=0J25) é destacada na Tabela 4.16.

Tabela 4.16 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de tração dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0°.

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Varição Entre Grupos (Tratamento)	5044,28	3	1681,43	12,89	3,42 x 10 ⁻⁴	3,41
Varição Dentro do Grupo (Resíduo)	1696,32	13	130,49			
Total	6740,60	16				

Como o $F_{\text{calculado}}$ (12,89) foi superior ao F_{tabelado} (3,41) ao nível de significância $\alpha=5\%$, pode-se afirmar que há pelo menos uma diferença significativa para os tratamentos. Desta forma, rejeita-se H_0 . Conclui-se que pelo menos umas das médias de resistência a tração é diferente das demais com grau de confiança superior a 95% de probabilidade, assim pelo P-valor menor que α , constata-se que os tratamentos das frações de resíduo foram significativos na tração. Como H_0 foi rejeitada, pode-se verificar os tratamentos que diferem entre si, com isso foi utilizado o teste de Tukey que permite a comparação das médias uma a uma e assim identificar quais as diferenças entre os resultados.

A Tabela 4.17 apresenta os resultados comparativos do teste de Tukey entre os compósitos com fibras de juta a 0° para a resistência a tração, concluindo se há ou não diferença significativa. O valor de **d.m.s.** foi de 23,70.

Tabela 4.17 – Resultados do teste de Tukey para os tratamentos MP, OJ5, OJ15 e OJ25.

(d.m.s. = 23,70)				
	MP	OJ5	OJ15	OJ25
MP	0,00	0,53	35,02	38,76
OJ5	0,53	0,00	34,49	38,23
OJ15	35,02	34,49	0,00	3,74
OJ25	38,76	38,23	3,74	0,00

O texto em negrito representa o tratamento que difere significamente

Com base nesses resultados apresentados na Tabela 4.17, pode-se afirmar que houve diferença significativa apenas entre MP-OJ15, MP-OJ25, OJ5-OJ15 e OJ5-OJ25, sendo que nesses quatro casos, os compósitos OJ5, OJ15 e OJ25 apresentam maiores valores médio de resistência à tração comparado com a matriz, os tratamentos MP-OJ5 e OJ15-OJ25 observa-se que não houve diferença significativa.

A Figura 4.16 apresenta o comportamento típico dos materiais compósitos reforçados com fibras de juta dispostas na forma contínuas e alinhadas 0° na direção à carga aplicada no ensaio de tração.

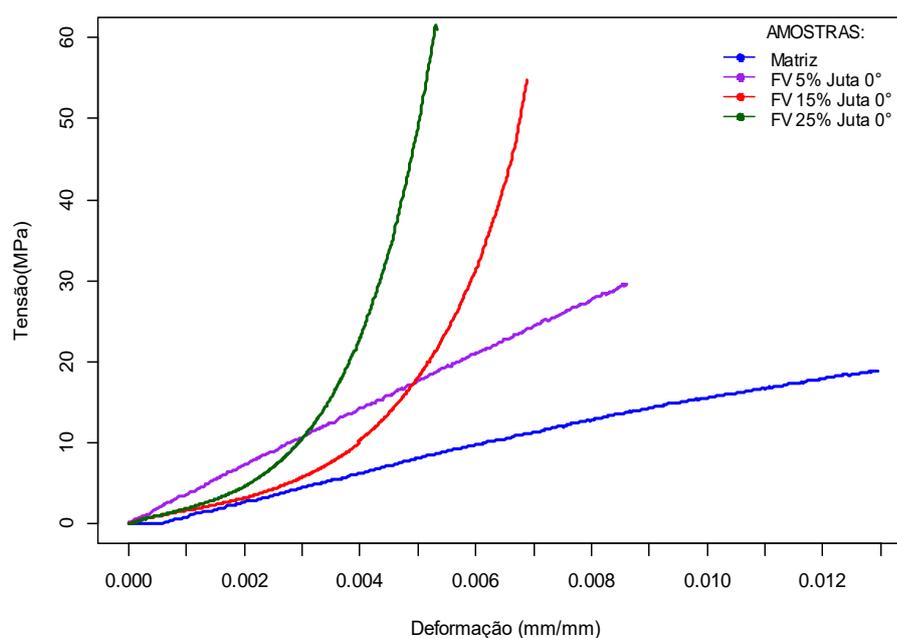


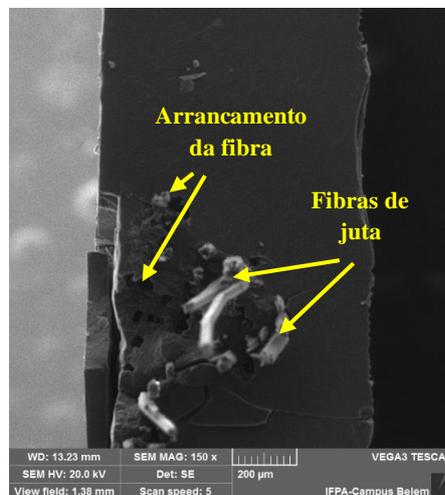
Figura 4.16 – Curvas tensão x deformação de corpos de provas típicos de materiais compósitos reforçados por das fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° submetidas a ensaio de tração.

Este gráfico destaca que em todas as frações volumétricas estudadas (5, 15 e 25% Vol)

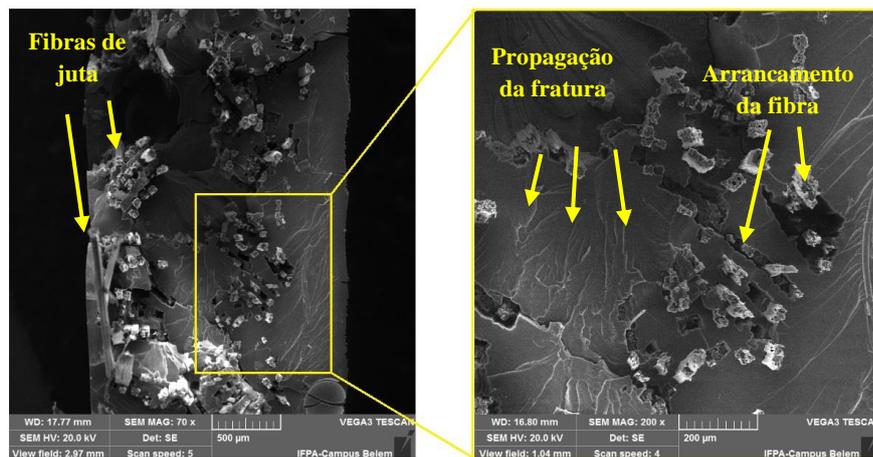
as resistências as trações superaram o valor da matriz, além também de apresentarem maiores rigidezes comparados com a matriz, comportamento que é explicado devido as fibras serem mais rígidas que a matriz e exercerem a função de reforço, nestes casos, particularmente por estarem nas disposições contínuas e alinhadas a 0° no compósito (MENDONÇA, 2019). Entre os três compósitos apresentados nessa série, o com fração volumétrica de 25% mostrou ser mais resistente e mais rígido do que os demais, observa-se este comportamento na inclinação das curvas. Este comportamento foi observado por AHMAD e BAJPAI (2018) que ao inserir fibras de juta como reforço em matriz epoxi houve aumento da rigidez dos materiais compósitos estudados.

4.3.2.7. Micrografias das superfícies fraturadas por MEV dos materiais compósitos reforçados com fibras de juta 0° após ensaio de tração

As micrografias obtidas por MEV da região da fratura dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° estão apresentadas na Figura 4.17 ((a), (b) e (c)), compósitos com 5%, 15% e 25% Vol. de fibras de juta, respectivamente.



(a)



(b)

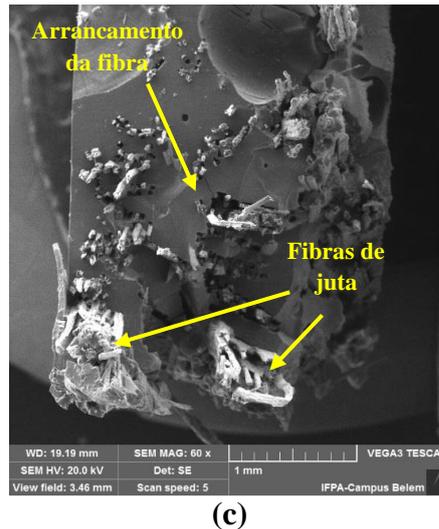


Figura 4.17 - Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposições contínuas e alinhadas a 0° , onde OJ5 (a), OJ15 (b) e OJ25 (c).

Observa-se em ((a), (b) e (c)) que a matriz poliéster apresenta uma superfície irregular com áreas em que as fibras foram arrancadas, sugerindo fraca adesão entre a fibra e matriz. Nota-se também que há presença de certa homogeneidade na distribuição das fibras, as fibras de juta nesses compósitos se apresentaram como um reforço efetivo.

4.3.2.8. Ensaio de tração dos materiais compósitos reforçados com fibras de Juta na configuração contínua e alinhada a 90°

Os materiais compósitos reforçados com fibras de juta na configuração contínua e alinhada a 90° , após ensaio de tração, também foram avaliados quanto suas propriedades mecânicas na tração e os resultados obtidos de tensão de tração (σ), deformação (ϵ), módulo de elasticidade (E) e coeficiente de Poisson (ν) estão apresentados na Tabela 4.18.

Tabela 4.18 - Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com reforço de fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 90° em matriz poliéster.

Fase Dispersa	V_f (%)	V_v (%)	σ_{21} (MPa)	ϵ_{21} (mm/mm)	E_{21} (GPa)	ν_{21}
Matriz Poliéster	NA	NA	$23,35 \pm 4,46$	$0,045 \pm 0,007$	$0,501 \pm 0,084$	$0,375 \pm 0,027$
Fibra de	5	19,58	$5,96 \pm 0,94$	$0,004 \pm 0,001$	$1,535 \pm 0,134$	$0,0247 \pm 0,006$

Juta 90° unidirecional	15	10,34	2,14 ± 0,55	0,020 ± 0,012	1,283 ± 0,190	0,0330 ± 0,029
	25	10,76	1,15 ± 0,27	0,008 ± 0,003	0,240 ± 0,042	0,0428 ± 0,013

NA: Não se aplica

Observa-se que a resistência à tração da matriz poliéster excedeu em 290%, 990% e 1930% comparado aos valores de resistências à tração dos compósitos reforçados com fibra de juta a 90°, nas frações volumétricas de 5, 15 e 25Vol.%, respectivamente. Este comportamento sugere que as inserções das fibras de juta, na disposição 90°, não se comportam como reforços no material compósito.

Para o caso da deformação na ruptura, em todos os casos, a matriz de poliéster apresentou também o maior resultado que foi de 950%; 121% e 470%, comparando com os compósitos de 5, 15 e 25Vol.%, respectivamente.

Os módulos de elasticidades dos compósitos com 5 e 15Vol.% de fibras, excederam em 206% e 157%, a rigidez do poliéster puro. Apenas para 25Vol.% de juta que a matriz foi superior em 108% em relação ao módulo de elasticidade.

Foi observado que o coeficiente de Poisson da matriz excedeu os valores dos compósitos de frações volumétricas 5, 15 e 25Vol.% em 1418%, 1036% e 776%, respectivamente.

Estes comportamentos foram observados por TANGUY *et al.* (2018) que ensaiaram materiais compósitos reforçados com fibras de juta unidirecionais em matriz de polipropileno e obtiveram os seguintes resultados para resistência a tração de $145 \pm 0,7\text{MPa}$ e $7,8 \pm 0,8\text{MPa}$, além de ter a rigidez do material compósito reduzida em 45% para as fibras na disposição 0° e 90°, respectivamente.

A Figura 4.18 mostra o gráfico comparativo entre as resistências a tração e módulo de elasticidade dos resultados obtidos no ensaio de tração para matriz e para os compósitos reforçados com fibras de juta a 90° nas frações volumétricas de 5%=90J5, 15%=90J15 e 25%=90J25.

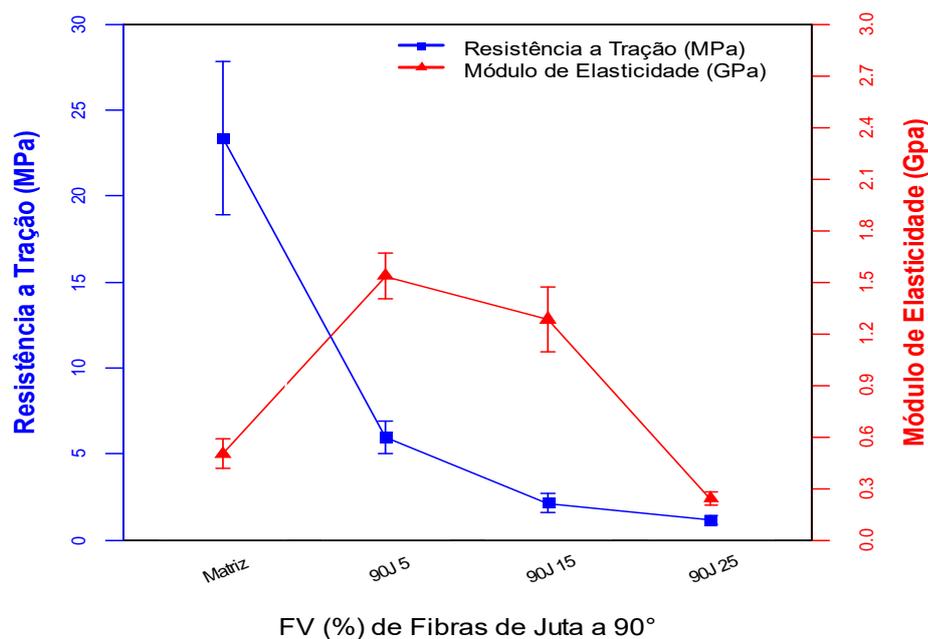


Figura 4.18 - Gráfico das frações volumétricas dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 90° versus suas propriedades mecânicas.

Como observado a resistência a tração diminui com a elevação da fração volumétrica de fibras de juta na matriz, confirmando que as fibras de juta nas configurações contínuas, alinhadas e dispostas à 90° em relação a carga aplicada, deixam de exercer a função de reforço, prevalecendo as propriedades elásticas da matriz (MENDONÇA, 2019). O módulo de elasticidade tem uma elevação da rigidez, nas frações volumétricas de 5% e 15%, o que sugere que a presença de fibras influenciou nesta propriedade.

Os demais gráficos comparativos entre a resistência a tração versus deformação e resistência a tração versus coeficiente de Poisson, para compósitos reforçados com fibras de juta a 90°, são apresentados na Figura E2 (Ver APÊNDICE E).

A análise de variância para os resultados das médias de resistência à tração entre a matriz plena e as variações de frações volumétricas de fibras de juta 90° (5%=90J5, 15%=90J15 e 25%=90J25) é destacada na Tabela 4.19.

Tabela 4.19 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de tração dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 90°.

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Variação Entre Grupos (Tratamento)	1392,69	3	464,23	66,47	9,56 x10 ⁻⁸	3,50

Varição Dentro do Grupo (Resíduo)	83,81	12	6,98
Total	1476,50	15	

Como o $F_{\text{calculado}}$ (66,47) foi superior ao F_{tabelado} (3,50) ao nível de significância $\alpha=5\%$, pode-se afirmar que há pelo menos uma diferença significativa para os tratamentos. Desta forma, rejeita-se H_0 . Conclui-se que pelo menos umas das médias de resistência a tração é diferente das demais com grau de confiança superior a 95% de probabilidade, assim pelo P-valor menor que α , constata-se que os tratamentos das frações de resíduo foram significativos na tração. Como H_0 foi rejeitada, pode-se verificar os tratamentos que diferem entre si, com isso foi utilizado o teste de Tukey que permite a comparação das médias uma a uma e assim identificar quais as diferenças entre os resultados.

A Tabela 4.20 apresenta os resultados comparativos do teste de Tukey entre os compósitos com fibras de juta a 90° para a resistência a tração, concluindo se há ou não diferença significativa. O valor de **d.m.s.** foi de 5,78.

Tabela 4.20 – Resultados do teste de Tukey para os tratamentos MP, 90J5, 90J15 e 90J25.

(d.m.s. = 5,78)				
	MP	90J5	90J15	90J25
MP	0,00	17,40	21,21	22,20
90J5	17,40	0,00	3,82	4,80
90J15	21,21	3,82	0,00	0,98
90J25	22,20	4,80	0,98	0,00

O texto em negrito representa o tratamento que difere significamente.

Com base nesses resultados apresentados na Tabela 4.20, pode-se afirmar que houve diferença significativa apenas entre MP-90J5, MP-90J15 e MP-90J25, sendo que a resistência a tração da matriz foi superior a todos os demais valores de resistência a tração apresentados na Tabela 4.18, os tratamentos 90J5-90J15, 90J5-90J25 e 90J15-90J25 observa-se que não houve diferença significativa.

4.3.2.9. Micrografias das superfícies fraturadas por MEV dos materiais compósitos reforçados com fibras de juta 90° após ensaio de tração

As micrografias obtidas por MEV da região da fratura dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 90° estão apresentadas na Figura 4.19 ((a), (b) e (c)), compósitos com 5%, 15% e 25% Vol. de fibras de juta, respectivamente.

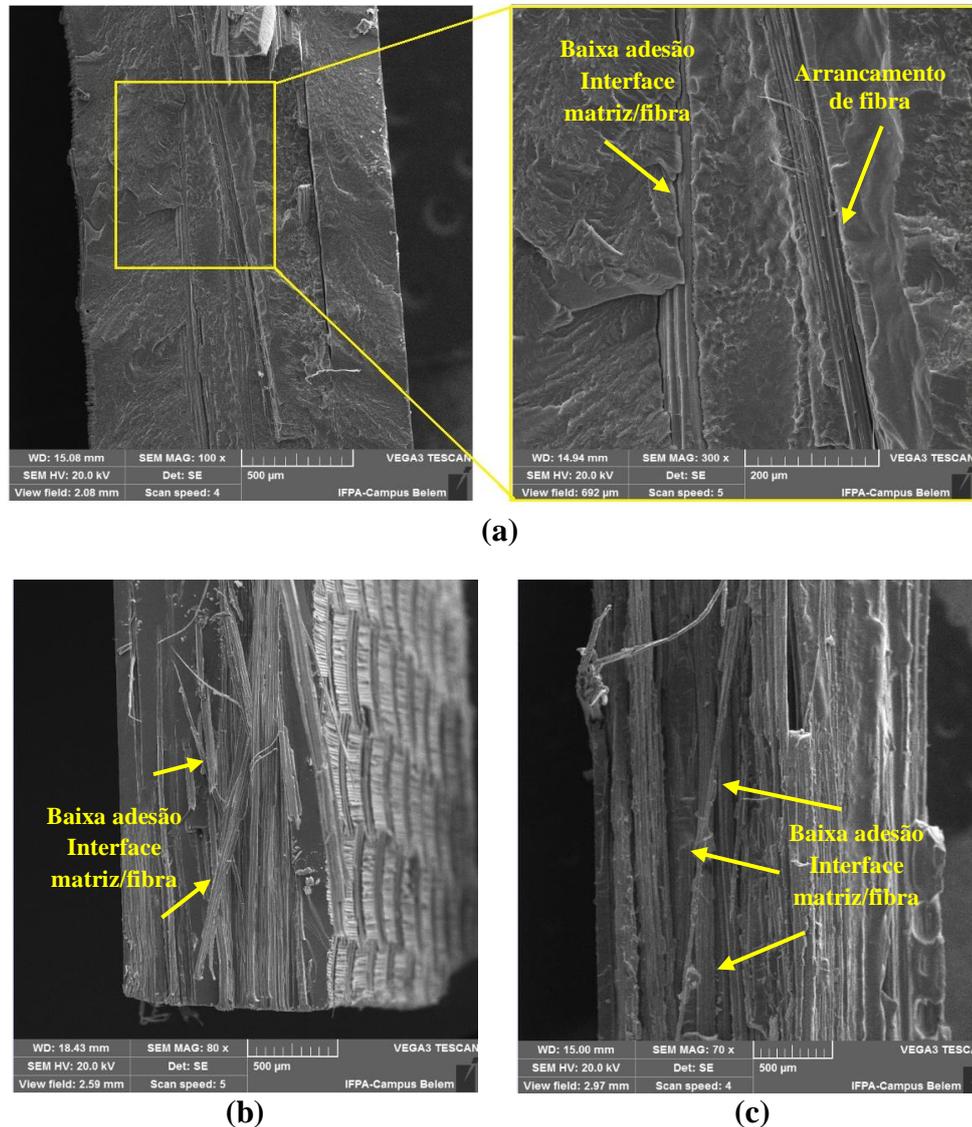


Figura 4.19 - Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos reforçados com fibras de juta na dispositas contínuas e alinhadas a 90°, onde 90J5 (a), 90J15 (b) e 90J25 (c).

Em ((a), (b) e (c)), nota-se a presença evidente do descolamento lateral das fibras da matriz, indicando assim que não há boa adesão na interface fibra/matriz e conseqüentemente acaba apresentando uma resistência a tração muito inferior quando comparados com a matriz plena. Constata-se que para esta configuração de compósito as fibras não desempenham papel de reforço.

4.3.2.10. Ensaio de tração dos materiais compósitos reforçados com fibras de Malva na configuração contínua e alinhada a 0°

Os materiais compósitos reforçados com fibras de malva na configuração contínua e alinhada a 0°, após ensaio de tração, também foram avaliados quanto suas propriedades mecânicas na tração e os resultados obtidos de tensão de tração (σ), deformação (ϵ), módulo de elasticidade (E) e coeficiente de Poisson (ν) estão apresentados na Tabela 4.21.

Tabela 4.21 - Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com reforço de fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° em matriz poliéster.

Fase Dispersa	V _f (%)	V _v (%)	σ_{12} (MPa)	ϵ_{12} (mm/mm)	E ₁₂ (GPa)	ν_{12}
Matriz Poliéster	NA	NA	23,35 ± 4,46	0,045 ± 0,007	0,501 ± 0,084	0,375 ± 0,027
Fibra de Malva 0° unidirecional	5	12,60	17,93 ± 3,20	0,006 ± 0,002	0,847 ± 0,080	0,354 ± 0,076
	15	9,70	39,11 ± 2,62	0,006 ± 0,002	1,744 ± 0,179	0,307 ± 0,031
	25	3,91	45,82 ± 1,13	0,007 ± 0,001	2,271 ± 0,561	0,384 ± 0,129

NA: Não se aplica

Observa-se que a resistência a tração da matriz foi superior em 30% ao comparar com o compósito de fração volumétrica de 5Vol.%. Para os compósitos nas as frações volumétricas de 15 e 25Vol.%, exibiram maiores resistências à tração, ao comparar com a resistência à tração da matriz poliéster excedendo em 67% e 96%, respectivamente. Destaca-se que o compósito com 25% em volume obteve maior valor médio para esta propriedade, sugerindo que as inserções das fibras de malva induzem a um reforço efetivo da matriz.

Para o caso da deformação na ruptura, em todos os casos, a matriz de poliéster apresentou o maior resultado que foi superior em 604%, 580% e 553%, comparando com os compósitos de 5, 15 e 25Vol.%, respectivamente.

Os módulos de elasticidades dos compósitos com 5, 15 e 25 Vol.% de fibras, excederam em 69%, 248% e 353%, a rigidez do poliéster puro.

Foi observado que o coeficiente de Poisson da matriz excedeu os valores dos compósitos de frações volumétrica 5 e 15Vol.% em 6% e 22%, respectivamente. No entanto o compósito de fração volumétrica 25Vol.% excedeu o valor do coeficiente de Poisson da matriz em 2%.

Semelhante aos resultados apresentados para os compósitos com fibra de juta, também observa-se que os resultados para 25Vol% de fibras de malva, apresentados na Tabela 4.21, são semelhantes aos apresentados por MORAES *et al.* (2018) que em sua pesquisa fabricaram

compósitos reforçados com fibras de malva na fração de 10,20,30 e 40Vol.% em matriz poliéster, e que após ensaio de tração os resultados de resistência a tração e módulos de elasticidades dos compósitos aumentaram com o incremento de fibras na matriz.

A Figura 4.20 apresenta o gráfico comparativo entre as resistências a tração e módulo de elasticidade dos resultados obtidos no ensaio de tração para matriz e para os compósitos reforçados com fibras de malva a 0° nas frações volumétricas de 5%=0M5, 15%=0M15 e 25%=0M25.

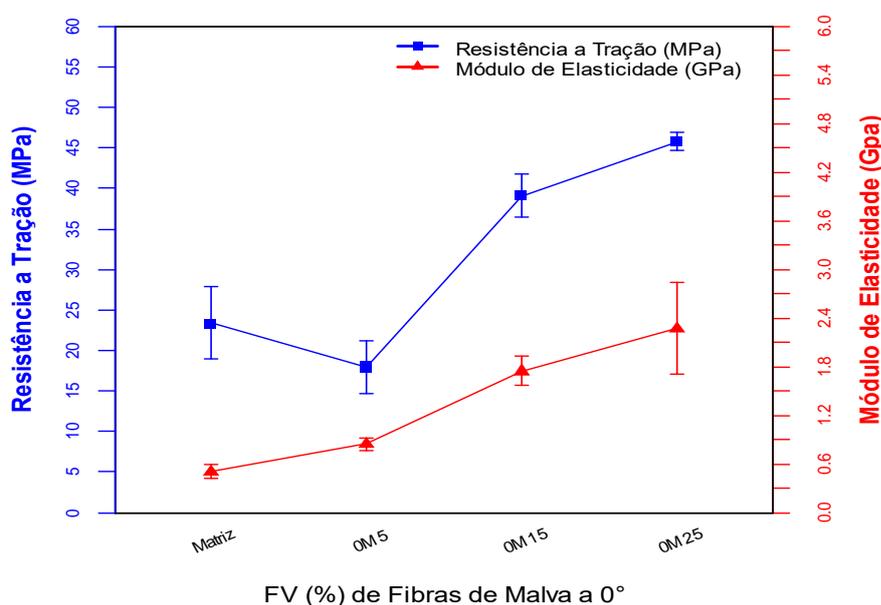


Figura 4.20 - Gráfico das frações volumétricas dos compósitos reforçados com fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° versus suas propriedades mecânicas.

Como observado a resistência a tração também aumenta com a elevação da fração volumétrica de fibra na matriz, o valor máximo obtido foi para 25% Vol. Da mesma forma o módulo de elasticidade aumenta com a inserção de fibras na matriz, confirmando que as fibras de malva na configurações contínuas, alinhadas e dispostas à 0° em relação a carga aplicada, exercem a função de reforço, uma vez que as mesmas são mais rígidas que a matriz, logo os compósitos nestas configurações têm a resistência a tração e rigidez incrementadas com aumento da fração de fibras (MENDONÇA, 2019).

Os demais gráficos comparativos entre a resistência a tração versus deformação e resistência a tração versus coeficiente de Poisson, para compósitos reforçados com fibras de malva a 0°, são apresentados na Figura F1 (Ver APÊNDICE F).

A análise de variância para os resultados das médias de resistência à tração entre a matriz plena e as variações de frações volumétricas de fibras de malva 0° (MP; 5%=0M5, 15%=0M15 e 25%=0M25) é destacada na Tabela 4.22.

Tabela 4.22 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de tração dos compósitos reforçados com fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0°. ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Varição Entre Grupos (Tratamento)	1844,06	3	614,69	52,38	1,61 x 10 ⁻⁷	3,41
Varição Dentro do Grupo (Resíduo)	152,55	13	11,73			
Total	1996,61	16				

Como o $F_{\text{calculado}}$ (52,38) foi superior ao F_{tabelado} (3,41) ao nível de significância $\alpha=5\%$, pode-se afirmar que há pelo menos uma diferença significativa para os tratamentos. Desta forma, rejeita-se H_0 . Conclui-se que pelo menos umas das médias de resistência a tração é diferente das demais com grau de confiança superior a 95% de probabilidade, assim pelo P-valor menor que α , constata-se que os tratamentos das frações de resíduo foram significativos na tração. Como H_0 foi rejeitada, pode-se verificar os tratamentos que diferem entre si, com isso foi utilizado o teste de Tukey que permite a comparação das médias uma a uma e assim identificar quais as diferenças entre os resultados.

A Tabela 4.23 apresenta os resultados comparativos do teste de Tukey entre os compósitos com fibras de malva a 0° para a resistência a tração, concluindo se há ou não diferença significativa. O valor de **d.m.s.** foi de 7,11.

Tabela 4.23 – Resultados do teste de Tukey para os tratamentos MP, 0M5, 0M15 e 0M25.

	(d.m.s. = 7,11)			
	MP	0M5	0M15	0M25
MP	0,00	5,42	15,76	22,47
0M5	5,42	0,00	21,18	27,89
0M15	15,76	21,18	0,00	6,71
0M25	22,47	27,89	6,71	0,00

O texto em negrito representa o tratamento que difere significamente.

Com base nesses resultados apresentados na Tabela 4.23, pode-se afirmar que houve diferença significativa apenas entre MP-0M15, MP-0M25, 0M5-0M15 e 0M5-0M25, sendo que nesses quatro casos, apenas os compósitos 0M15 e 0M25 apresentam maiores valores médio de resistência à tração comparado com a matriz, já o valor de resistência a tração da matriz supera o valor do compósito 0M5. Os tratamentos MP-0M5 e 0M15-0M25 observa-se que não houve diferença significativa.

A Figura 4.21 apresenta o comportamento típico dos materiais compósitos reforçados com fibras de malva dispostas na forma contínuas e alinhadas 0° na direção à carga aplicada no ensaio de tração. materiais compósitos.

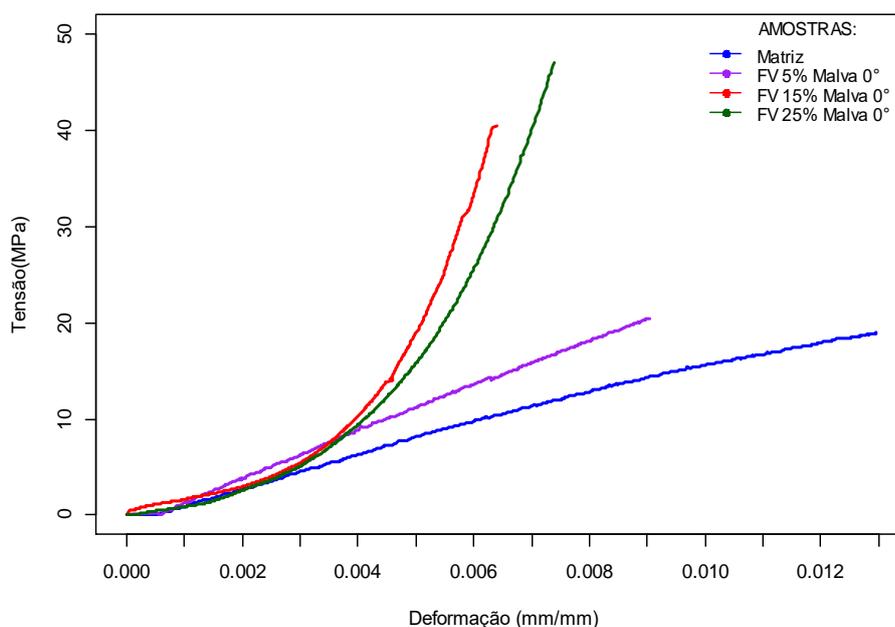


Figura 4.21 – Curvas tensão x deformação de corpos de provas típicos de materiais compósitos reforçados por das fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° submetidas a ensaio de tração.

Este gráfico destaca que em todas as frações volumétricas estudadas (5, 15 e 25% Vol) as resistências as trações superaram o valor da matriz, além também de apresentarem maiores rigidezes comparados com a matriz, comportamento que é explicado devido as fibras serem mais rígidas que a matriz e exercerem a função de reforço, nestes casos, particularmente por estarem nas disposições contínuas e alinhadas a 0° no compósito (MENDONÇA, 2019). Entre os três compósitos apresentados nessa série, o com fração volumétrica de 25% mostrou ser mais resistente e mais rígido do que os demais, observa-se este comportamento na inclinação das curvas. Este comportamento foi observado por VIGNESH et al. (2021) que ao inserir

fibras de malva indiana como reforço em matriz poliéster houve aumento da rigidez dos materiais compósitos estudados.

4.3.2.11. *Micrografias das superfícies fraturadas por MEV dos materiais compósitos reforçados com fibras de malva 0° após ensaio de tração*

As micrografias obtidas por MEV da região da fratura dos compósitos reforçados com fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° estão apresentadas na Figura 4.22 ((a), (b) e (c)), compósitos com 5%, 15% e 25% Vol. de fibras de malva, respectivamente.

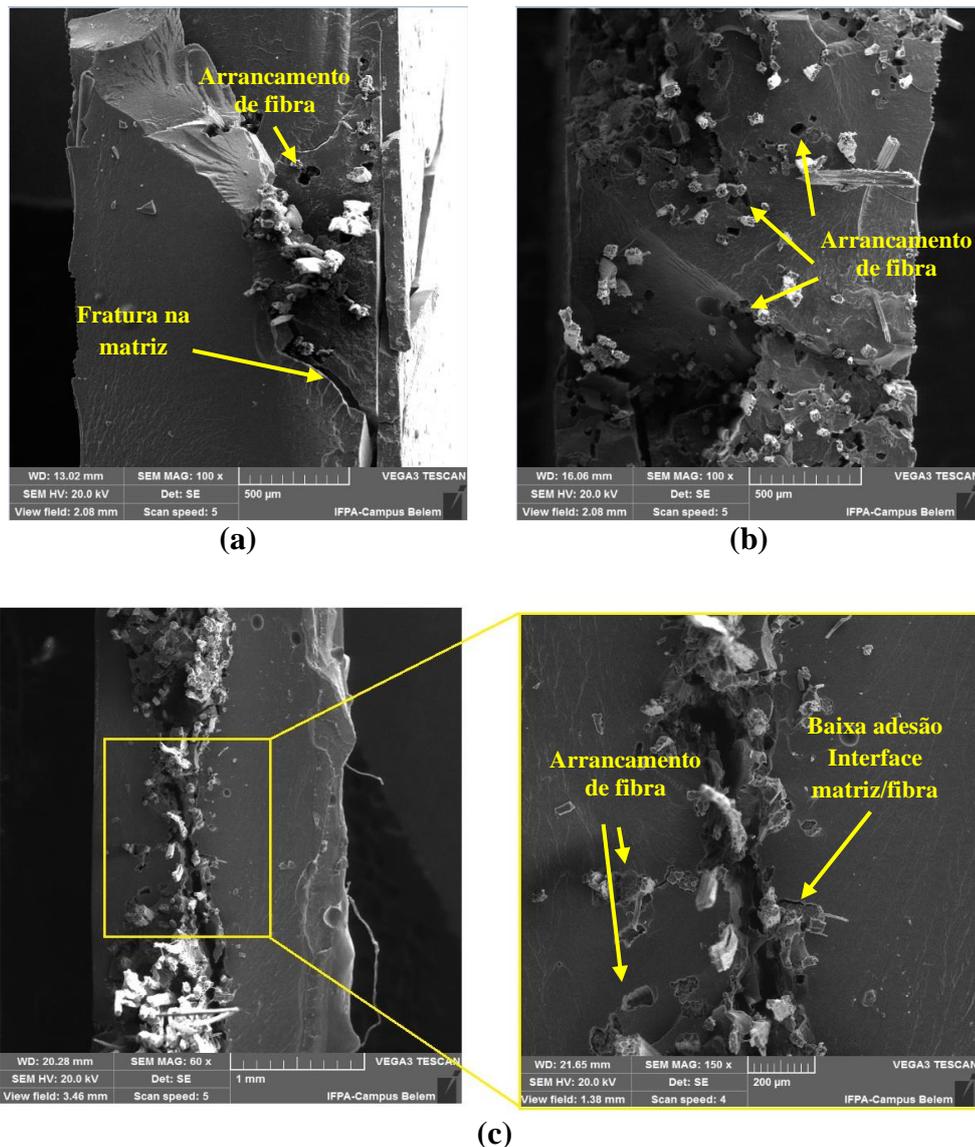


Figura 4.22 - Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos reforçados com fibras de malva na dispostas

contínuas e alinhadas a 0°, onde 0M5 (a), 0M15 (b) e 0M25 (c).

Nota-se em ((a), (b) e (c)) que a matriz poliéster também apresenta uma superfície irregular com áreas em que as fibras foram arrancadas, nota-se também ainda que há presença de certa homogeneidade na distribuição das fibras, as fibras de malva se comportaram como um reforço efetivo.

4.3.2.12. Ensaio de tração dos materiais compósitos reforçados com fibras de Malva na configuração continua e alinhada a 90°

Os materiais compósitos reforçados com fibras de malva na configuração contínua e alinhada a 90°, após ensaio de tração, também foram avaliados quanto suas propriedades mecânicas na tração e os resultados obtidos de tensão de tração (σ), deformação (ϵ), módulo de elasticidade (E) e coeficiente de Poisson (ν) estão apresentados na Tabela 4.24.

Tabela 4.24 - Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com reforço de fibras de malva na disposição continuas e alinhadas a 90° em matriz poliéster.

Fase Dispersa	V _f (%)	V _v (%)	σ_{21} (MPa)	ϵ_{21} (mm/mm)	E ₂₁ (GPa)	ν_{21}
Matriz Poliéster	NA	NA	23,35 ± 4,46	0,045 ± 0,007	0,501 ± 0,084	0,375 ± 0,027
Fibra de malva 90° unidirecional	5	12,60	5,00 ± 0,62	0,015 ± 0,010	1,573 ± 0,597	0,029 ± 0,001
	15	9,70	3,57 ± 0,77	0,023 ± 0,015	1,400 ± 0,503	0,033 ± 0,029
	25	3,91	1,79 ± 0,53	0,004 ± 0,002	0,907 ± 0,040	0,050 ± 0,003

NA: Não se aplica

Observa-se que a resistência à tração da matriz poliéster excedeu em 367%, 554% e 1204% comparado aos valores de resistências à tração dos compósitos reforçados com fibra de malva a 90°, nas frações volumétricas de 5, 15 e 25Vol.%, respectivamente. Este comportamento sugere que as inserções das fibras de malva, na disposição 90°, não se comportam como reforços no material compósito.

Para o caso da deformação na ruptura, em todos os casos, a matriz de poliéster apresentou também o maior resultado que foi de 193%; 98% e 973%, comparando com os compósitos de 5, 15 e 25Vol.%, respectivamente.

Os módulos de elasticidades dos compósitos com 5, 15 e 25Vol.% de fibras, excederam em 214%, 180 e 81%, a rigidez do poliéster puro.

Foi observado que o coeficiente de Poisson da matriz excedeu os valores dos compósitos de frações volumétricas 5, 15 e 25Vol.% em 1162%, 1036% e 650%, respectivamente.

Os materiais compósitos apresentados na Tabela 4.24, têm-se as fibras de malva na configuração contínuas, alinhadas e dispostas à 90° em relação a carga aplicada, nesta disposição as fibras deixam de exercer a função de reforço, prevalecendo as propriedades elásticas da matriz (MENDONÇA, 2019). Este comportamento foi observado por TORRES *et al.* (2017) que ensaiaram materiais compósitos reforçados com fibras de linho unidirecionais ($V_f=31\%$) em matriz epóxi e obtiveram os seguintes resultados para resistência a tração de para fibras de linho a 0° foi de $283,4 \pm 13$ MPa e fibras de linho a 90° foi de $26,1 \pm 0,8$ MPa, assim como a rigidez apresentadas pelos autores foram de $18,3 \pm 1,0$ GPa e de $4,10 \pm 0,2$ GPa para as fibras na disposição 0° e 90°, respectivamente.

A Figura 4.23 apresenta o gráfico comparativo entre as resistências a tração e módulo de elasticidade dos resultados obtidos no ensaio de tração para matriz e para os compósitos reforçados com fibras de malva a 90° nas frações volumétricas de 5%=90M5, 15%=90M15e 25%=90M25.

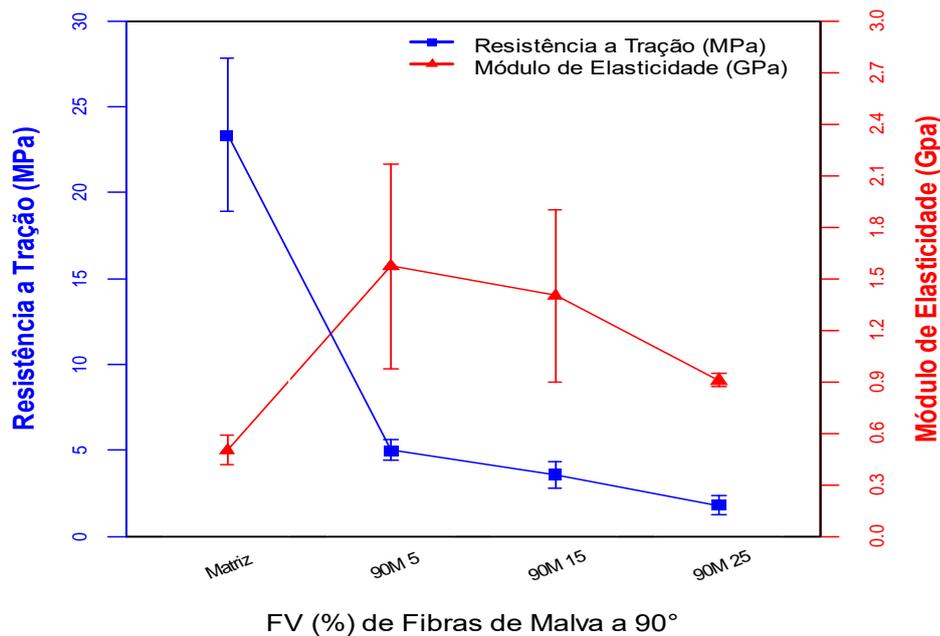


Figura 4.23 - Gráfico das frações volumétricas dos compósitos reforçados com fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 90° versus suas propriedades mecânicas.

Como observado a resistência a tração diminui com a elevação da fração volumétrica de fibras de malva na matriz, confirmando que estas fibras nas configurações contínuas, alinhadas e dispostas à 90° em relação a carga aplicada, deixam de exercer a função de

reforço, prevalecendo as propriedades elásticas da matriz (MENDONÇA, 2019). O módulo de elasticidade tem uma elevação da rigidez, nas frações volumétricas de 5% e 15%, o que sugere que a presença de fibras influenciou nesta propriedade.

Os demais gráficos comparativos entre a resistência a tração versus deformação e resistência a tração versus coeficiente de Poisson, para compósitos reforçados com fibras de malva a 90°, são apresentados na Figura F2 (Ver APÊNDICE F).

A análise de variância para os resultados das médias de resistência à tração entre a matriz plena e as variações de frações volumétricas de fibras de malva 90° (5%=90M5, 15%=90M15 e 25%=90M25) é destacada na Tabela 4.25.

Tabela 4.25 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de tração dos compósitos reforçados com fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 90°.

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Varição Entre Grupos (Tratamento)	1139,84	3	379,95	42,51	1,14 x10 ⁻⁶	3,50
Varição Dentro do Grupo (Resíduo)	107,25	12	8,94			
Total	1247,10	15				

Como o $F_{\text{calculado}}$ (42,51) foi superior ao F_{tabelado} (3,50) ao nível de significância $\alpha=5\%$, pode-se afirmar que há pelo menos uma diferença significativa para os tratamentos. Desta forma, rejeita-se H_0 . Conclui-se que pelo menos umas das médias de resistência a tração é diferente das demais com grau de confiança superior a 95% de probabilidade, assim pelo P-valor menor que α , constata-se que os tratamentos das frações de resíduo foram significativos na tração. Como H_0 foi rejeitada, pode-se verificar os tratamentos que diferem entre si, com isso foi utilizado o teste de Tukey que permite a comparação das médias uma a uma e assim identificar quais as diferenças entre os resultados.

A Tabela 4.26 apresenta os resultados comparativos do teste de Tukey entre os compósitos com fibras de malva a 90° para a resistência a tração, concluindo se há ou não diferença significativa. O valor de **d.m.s.** foi de 6,54.

Tabela 4.26 – Resultados do teste de Tukey para os tratamentos MP, 5M90, 15M90 e 25M90.

(d.m.s. = 6,54)

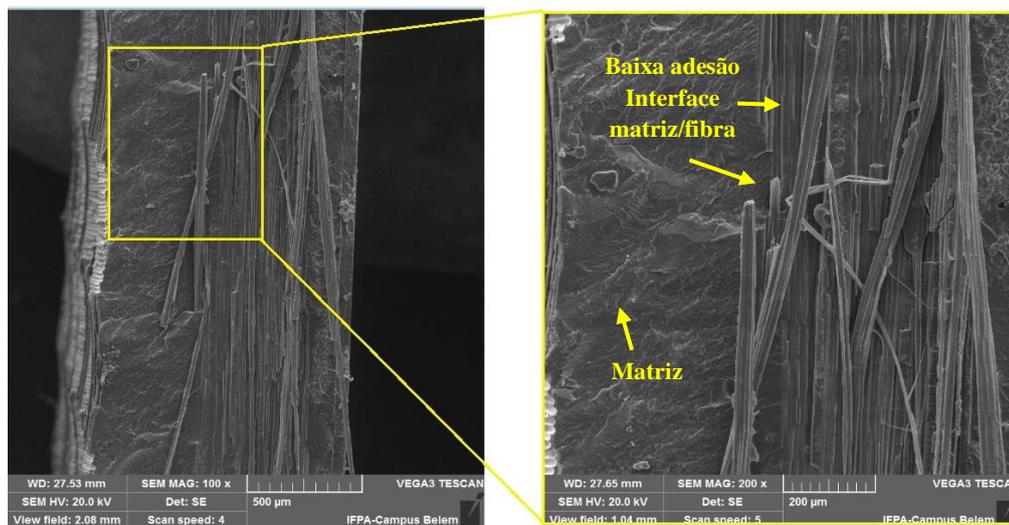
	MP	90M5	90M15	90M25
MP	0,00	18,35	19,78	15,56
90M5	18,35	0,00	1,43	2,80
90M15	19,78	1,43	0,00	4,22
90M25	15,56	2,80	4,22	0,00

O texto em negrito representa o tratamento que difere significativamente

Com base nesses resultados apresentados na Tabela 4.26, pode-se afirmar que houve diferença significativa apenas entre MP-90M5, MP-90M150 e MP-90M25, sendo que a resistência a tração da matriz foi superior a todos os demais valores de resistência a tração apresentados na Tabela 4.26, os tratamentos 90M5-90M15, 90M5-90M25 e 90M15-90M25 observa-se que não houve diferença significativa.

4.3.2.13. Micrografias das superfícies fraturadas por MEV dos materiais compósitos reforçados com fibras de malva 90° após ensaio de tração

As micrografias obtidas por MEV da região da fratura dos compósitos reforçados com fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 90° estão apresentadas na Figura 4.24 ((a), (b) e (c)), compósitos com 5%, 15% e 25% Vol. de fibras de malva, respectivamente.



(a)

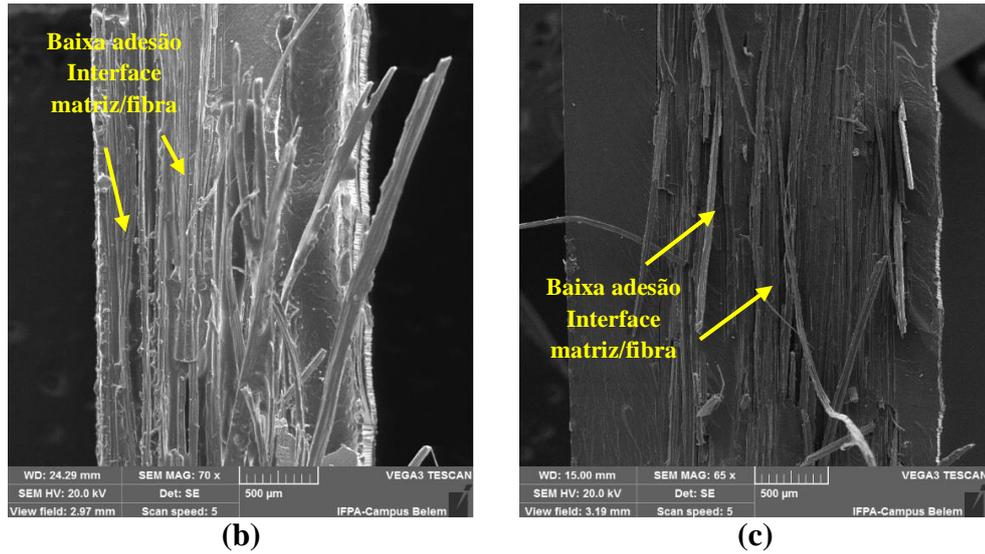


Figura 4.24 - Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos reforçados com fibras de malva na dispostas contínuas e alinhadas a 90°, onde 90M5 (a), 90M15 (b) e 90M25 (c).

Nota-se em ((a), (b) e (c)) que ocorreu a presença evidente do descolamento lateral das fibras da matriz, indicando assim que não há boa adesão na interface fibra/matriz e conseqüentemente acaba apresentando uma resistência a tração muito inferior quando comparados com a matriz plena, o que evidencia novamente que esta configuração de compósito as fibras não desempenham papel de reforço.

4.3.3 – Ensaio de cisalhamento

4.3.3.1. Ensaio de cisalhamento dos materiais compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha

Os materiais compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha, após ensaio de cisalhamento, foram avaliados quanto suas propriedades mecânicas no cisalhamento e os resultados obtidos de tensão de cisalhamento (τ), deformação angular (γ) e módulo de cisalhamento (G) estão apresentados na Tabela 4.27.

Tabela 4.27 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha em matriz poliéster.

Fase Dispersa	M_p (%)	V_p (%)	V_v (%)	τ_{12} (MPa)	γ_{12} (mm/mm)	G_{12} (GPa)
Matriz Poliéster	NA	NA	NA	$7,48 \pm 1,27$	$0,0076 \pm 0,0013$	$1,471 \pm 0,389$

Resíduo de Lama Vermelha em Matriz Poliéster	5	3,10	0,43	$7,31 \pm 0,48$	$0,0102 \pm 0,0018$	$1,149 \pm 0,016$
	10	6,31	0,78	$7,20 \pm 0,49$	$0,0067 \pm 0,0005$	$1,454 \pm 0,044$
	15	9,65	2,38	$3,60 \pm 1,00$	$0,0021 \pm 0,0004$	$1,487 \pm 0,463$
	20	13,06	3,64	$2,97 \pm 0,60$	$0,0009 \pm 0,0003$	$1,698 \pm 0,306$
	25	16,42	5,33	$2,53 \pm 0,11$	$0,0013 \pm 0,0003$	$1,770 \pm 0,328$
	30	20,02	5,59	$2,12 \pm 0,11$	$0,0019 \pm 0,0007$	$1,541 \pm 0,251$

Pode-se observar que a matriz excede os valores de resistência ao cisalhamento em 2,5%; 4%, 108%, 152%, 195% e 253% para as frações mássicas de lama vermelha de 5, 10, 15, 20, 25 e 30%, respectivamente.

A deformação angular para a fração mássica de 5% foi superior em 34% comparado com a deformação angular da matriz. No entanto, o resultado de deformação angular da matriz poliéster foi superior em 13%, 262%, 744%, 484% e 300% comparando com os resultados das deformações angulares das frações mássicas de lama vermelha de 10, 15, 20, 25 e 30%, respectivamente.

Para o módulo de cisalhamento a matriz supera apenas o compósito com resíduo de lama vermelha de fração mássica 5% em 28%. Para o caso das outras variações os compósitos de 10, 15, 20, 25 e 30% em massa, superam a matriz em 1%, 1%, 15%, 20% e 5% em relação ao módulo de cisalhamento.

A Figura 4.25 mostra o gráfico comparativo entre as resistências ao cisalhamento e módulo de cisalhamento dos resultados obtidos no ensaio de cisalhamento para matriz e para os compósitos com adição do resíduo de lama vermelha nas frações volumétricas de 3,10%; 6,31%; 9,65%; 13,06%; 16,42% e 20,02% e nas frações mássicas 5RLV=5%; 10RLV=10%; 15RLV=15%; 20RLV=20%; 25RLV=25% e 30RLV=30%.

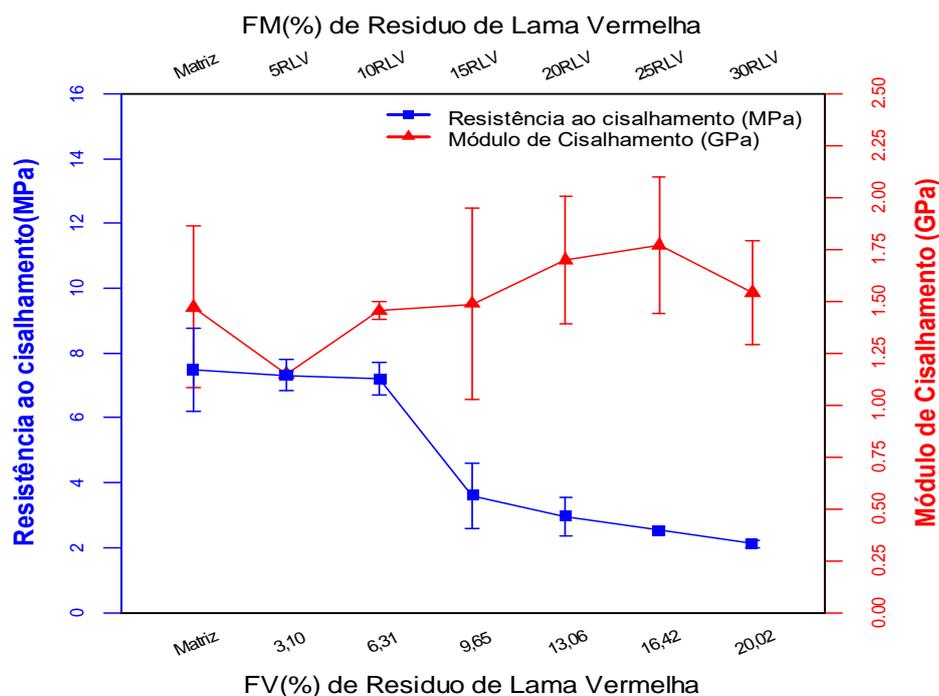


Figura 4.25 - Gráfico das frações volumétricas/frações mássicas dos compósitos com resíduo de lama vermelha versus suas propriedades mecânicas de cisalhamento.

Observa-se que a resistência ao cisalhamento diminui com a elevação da frações de RLV na matriz, o que sugere que a interação química, na interface partícula/matriz, seja fraca para transferir a tensão cisalhante aos particulados, os mesmos não exercem a função de reforço. Nota-se que há aumento da rigidez do material compósito, com o aumento das frações de RLV na matriz, o que sugere que o resíduo incrementa nesta propriedade.

O gráfico comparativo entre a resistência ao cisalhamento versus deformação angular, para os compósitos com resíduo de lama vermelha, é apresentado na Figura G1(a)(Ver APÊNDICE G).

A Tabela 4.28 apresenta os dados gerados pela ANOVA para o ensaio de cisalhamento dos compósitos com adição do resíduo de lama vermelha.

Tabela 4.28 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de cisalhamento dos compósitos com resíduos de lama vermelha.

ANOVA						
ANOVA	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Varição Entre Grupos (Tratamento)	86,17	6	14,36	35,15	$9,47 \times 10^{-6}$	3,37
Varição Dentro do Grupo (Resíduo)	3,68	9	0,41			

Total 89,85 15

Como o $F_{\text{calculado}}$ (35,15) foi superior ao F_{tabelado} (3,37) ao nível de significância $\alpha=5\%$, pode-se afirmar que há pelo menos uma diferença significativa para os tratamentos. Desta forma, rejeita-se H_0 , podendo concluir que os tratamentos possuem efeitos diferentes sobre a propriedade analisada (Resistência ao cisalhamento) com grau de confiança superior a 95% de probabilidade. Pelo P-valor menor que α , constata-se que os tratamentos das frações de resíduo foram significativos no cisalhamento. Como H_0 foi rejeitada, pode-se verificar que os tratamentos diferem entre si, com isso foi utilizado o teste de Tukey que permite a comparação das médias uma a uma e assim identificar quais as diferenças entre os resultados.

A Tabela 4.29 apresenta os resultados comparativos do teste de Tukey entre os compósitos com resíduo de lama vermelha para a resistência ao cisalhamento, concluindo se há ou não diferença significativa. O valor de **d.m.s.** para a resistência ao cisalhamento dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha em matriz poliéster foi de 1,94.

Tabela 4.29 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios da resistência ao cisalhamento para os tratamentos: MP, 5RLV, 10RLV, 15RLV, 20RLV, 25RLV e 30RLV.

(d.m.s. = 1,94)							
	MP	5RLV	10RLV	15RLV	20RLV	25RLV	30RLV
MP	0,000	0,167	0,278	3,880	4,508	4,947	5,359
5RLV	0,167	0,000	0,111	3,713	4,341	4,780	5,192
10RLV	0,278	0,111	0,000	3,603	4,230	4,669	5,082
15RLV	3,880	3,713	3,603	0,000	0,628	1,066	1,479
20RLV	4,508	4,341	4,230	0,628	0,000	0,439	0,851
25RLV	4,947	4,780	4,669	1,066	0,439	0,000	0,413
30RLV	5,359	5,192	5,082	1,479	0,851	0,413	0,000

O texto em negrito representa o tratamento que difere significamente

Observa-se que houve diferença significativa entre MP-15RLV, MP-20 RLV, MP-25 RLV, MP-30 RLV, 5RLV-15RLV, 5RLV-20RLV, 5RLV-25RLV, 5RLV-30 RLV, 10RLV-15RLV, 10RLV-20RLV, 10RLV-25RLV e 10RLV-30RLV. Os demais tratamentos

apresentaram resultados estatisticamente significativos, indicando que não há nenhuma diferença significativa entre os mesmos. Os compósitos 5RLV e 10RLV apresentam, estatisticamente, valores de resistência ao cisalhamento próximos do valor da matriz.

Na Figura 4.26 estão apresentados os compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha ensaiados em cisalhamento.

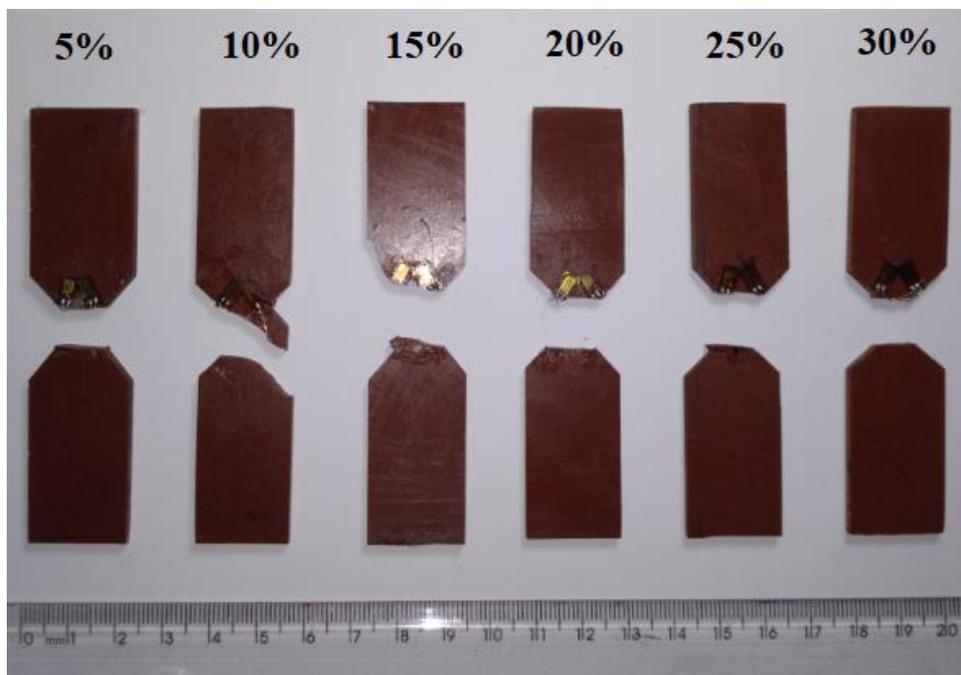


Figura 4.26 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha com 5, 10, 15, 20, 25 e 30% em massa.

Observa-se que os corpos de provas fraturados, após ensaio de cisalhamento, tiveram o comportamento das fraturas se enquadrando no modo de falha típico e aceitável para materiais isotrópicos (STOJCEVSKI, *et al.* 2018), prevalece o mecanismo de falha de baixa aderência na junção matriz-resíduo de lama vermelha. O padrão de falha típico e aceitável, mencionado, é descrito como: (a) *Fratura Vertical* como sendo o tipo de falha, (b) *Seção Transversal entre Entalhes* representando a área da falha e (c) *Fratura entre Entalhes* como sendo a descrição da localização da falha, conforme ASTM D5379 (Modos de Falhas).

4.3.3.2. Ensaio de cisalhamento dos materiais compósitos com inserção de resíduo de caulim

Os materiais compósitos com inserção de resíduo de caulim, após ensaio de cisalhamento, foram avaliados quanto suas propriedades mecânicas no cisalhamento e os

resultados obtidos de tensão de cisalhamento (τ), deformação angular (γ) e módulo de cisalhamento (G) estão apresentados na Tabela 4.30.

Tabela 4.30 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com inserção de resíduo de caulim em matriz poliéster.

Fase Dispersa	M_p (%)	V_p (%)	V_v (%)	τ_{12} (MPa)	γ_{12} (mm/mm)	G_{12} (GPa)
Matriz Poliéster Pura	NA	NA	NA	$7,48 \pm 1,27$	$0,0076 \pm 0,0013$	$1,471 \pm 0,389$
Resíduo de Caulim em Matriz Poliéster	5	3,23	0,43	$1,58 \pm 0,27$	$0,0055 \pm 0,0015$	$0,325 \pm 0,065$
	10	6,56	0,78	$1,69 \pm 0,27$	$0,0017 \pm 0,0007$	$0,793 \pm 0,150$
	15	9,86	2,38	$2,45 \pm 0,07$	$0,0020 \pm 0,0007$	$0,990 \pm 0,290$
	20	13,24	3,64	$2,06 \pm 0,27$	$0,0036 \pm 0,0029$	$0,774 \pm 0,285$
	25	16,58	5,33	$2,05 \pm 0,93$	$0,0024 \pm 0,0008$	$0,926 \pm 0,413$
	30	20,25	5,59	$2,07 \pm 0,61$	$0,0030 \pm 0,0005$	$0,930 \pm 0,301$

Onde:

M_p = Fração mássica de particulado (Resíduo);

V_p = Fração volumétrica de particulado (Resíduo);

V_v = Fração volumétrica de vazios.

Pode-se observar que a matriz excede os valores de resistência ao cisalhamento em 373%, 342%, 205%, 263%, 265% e 261%; para as frações mássicas de caulim de 5, 10, 15, 20, 25 e 30%, respectivamente.

O resultado de deformação angular da matriz poliéster foi superior em 38%, 347%, 280%, 111%, 216% e 154% comparando com os resultados das deformações angulares das frações mássicas de caulim de 5, 10, 15, 20, 25 e 30%, respectivamente.

O módulo de cisalhamento da matriz foi superior em 352%, 85%, 48%, 90%, 59% e 58% comparando com os resultados dos módulos de cisalhamentos das frações mássicas de caulim de 5, 10, 15, 20, 25 e 30%, respectivamente.

A Figura 4.27 mostra o gráfico comparativo entre as resistências ao cisalhamento e módulo de cisalhamento dos resultados obtidos no ensaio de cisalhamento para matriz e para os compósitos com adição do resíduo de caulim nas frações volumétricas de 3,23%; 6,56%; 9,86%; 13,34%; 16,58% e 20,25% e nas frações mássicas 5RC=5%; 10RC=10%; 15RC=15%; 20RC=20%; 25RC=25% e 30RC=30%.

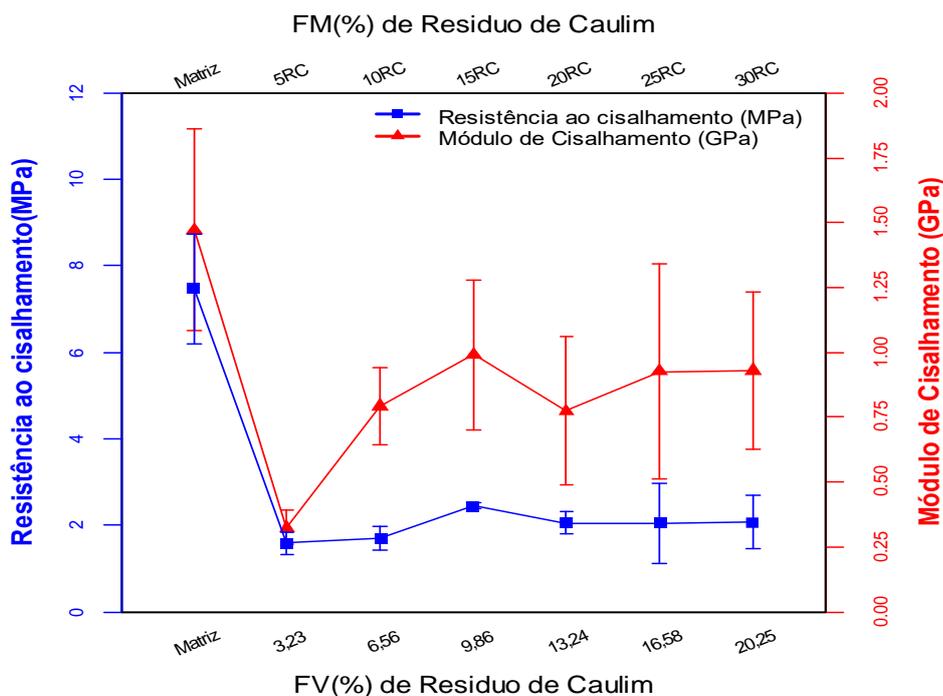


Figura 4.27 – Gráfico das frações volumétricas/frações mássicas dos compósitos com resíduo de caulim versus suas propriedades mecânicas de cisalhamento.

Observa-se que a resistência ao cisalhamento diminui com a elevação das frações de RC na matriz, o que sugere também que a interação química, na interface partícula/matriz, seja fraca para transferir a tensão cisalhante aos particulados, os mesmos não exercem a função de reforço. Nota-se que neste caso há diminuição da rigidez do material compósito, com o aumento das frações de RC na matriz, o que sugere que a presença da caulinita tenha papel fundamental na redução do módulo de cisalhamento.

O gráfico comparativo entre a resistência ao cisalhamento versus deformação angular, para os compósitos com resíduo de caulim, é apresentado na Figura G1(b) (Ver APÊNDICE G).

A Tabela 4.31 apresenta os dados gerados pela ANOVA para o ensaio de cisalhamento dos compósitos com adição do resíduo de caulim.

Tabela 4.31 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de cisalhamento dos compósitos com resíduos de caulim.

ANOVA	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
-------	----	----	----	---	---------	-----------

Varição Entre Grupos (Tratamento)	54,83	6	9,14	22,59	$1,39 \times 10^{-5}$	3,09
Varição Dentro do Grupo (Resíduo)	4,45	11	0,40			
Total	59,28	17				

Como o $F_{\text{calculado}}$ (22,59) foi superior ao F_{tabelado} (3,09) ao nível de significância $\alpha=5\%$, pode-se afirmar que há pelo menos uma diferença significativa para os tratamentos. Desta forma, rejeita-se H_0 , podendo concluir que os tratamentos possuem efeitos diferentes sobre a propriedade analisada (Resistência ao cisalhamento) com grau de confiança superior a 95% de probabilidade. Pelo P-valor menor que α , constata-se que os tratamentos das frações de resíduo foram significativos no cisalhamento. Como H_0 foi rejeitada, pode-se verificar que os tratamentos diferem entre si, com isso foi utilizado o teste de Tukey que permite a comparação das médias uma a uma e assim identificar quais as diferenças entre os resultados.

A Tabela 4.32 apresenta os resultados comparativos do teste de Tukey entre os compósitos com resíduo de caulim para a resistência ao cisalhamento, concluindo se há ou não diferença significativa. O valor de **d.m.s.** para a resistência ao cisalhamento dos compósitos com inserção de resíduo de caulim em matriz poliéster foi de 1,86.

Tabela 4.32 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios da resistência ao cisalhamento para os tratamentos: MP, 5RC, 10RC, 15RC, 20RC, 25RC e 30RC.

(d.m.s. = 1,86)							
	MP	5RC	10RC	15RC	20RC	25RC	30RC
MP	0,000	5,898	5,787	5,034	4,508	5,429	5,408
5RC	5,898	0,000	5,620	4,867	4,341	5,262	5,241
10RC	5,787	5,620	0,000	4,756	4,230	5,151	5,130
15RC	5,034	4,867	4,756	0,000	0,628	1,548	1,527
20RC	4,508	4,341	4,230	0,628	0,000	0,921	0,900
25RC	5,429	5,262	5,151	1,548	0,921	0,000	0,021
30RC	5,408	5,241	5,130	1,527	0,900	0,021	0,000

O texto em negrito representa o tratamento que difere significamente

Pode-se afirmar que houve diferença significativa entre MP-5RC, MP-10RC, MP-15RC, MP-20RC, MP-25RC, MP-30RC, 5RC-10RC, 5RC-15RC, 5RC-20RC, 5RC-25RC, 5RC-30RC, 10RCLV-15RC, 10RC-20RC, 10RC-25RC e 10RC-30RC. Os demais tratamentos apresentaram resultados estatisticamente significativos, indicando que não há nenhuma diferença significativa entre os mesmos.

Na Figura 4.28 estão apresentados os compósitos com inserção de resíduo de caulim ensaiados em cisalhamento.

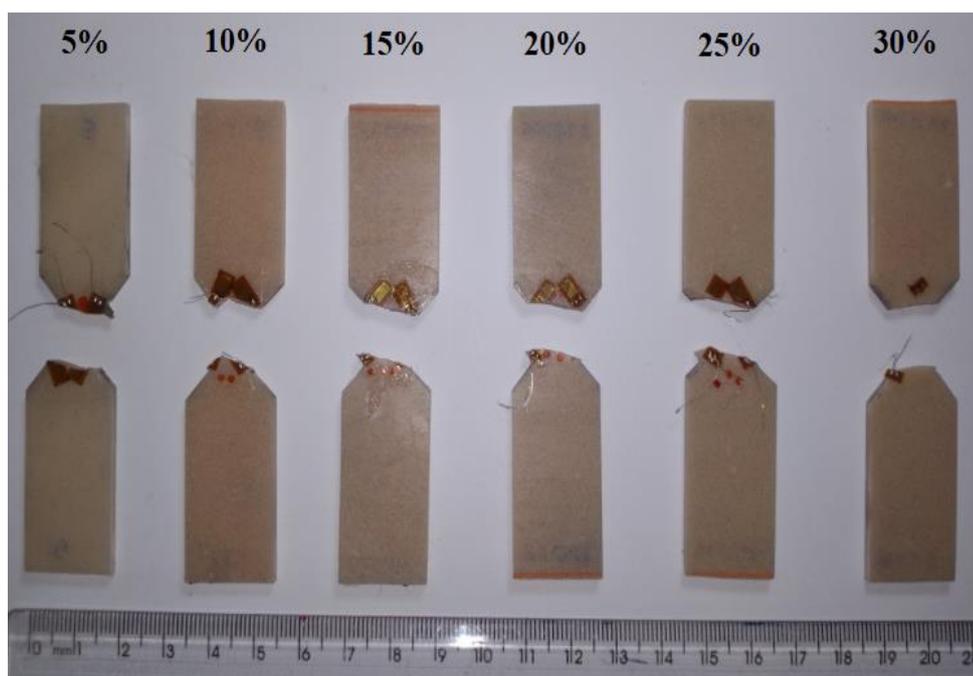


Figura 4.28 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos com inserção de resíduo de caulim com 5, 10, 15, 20, 25 e 30% em massa.

Pode-se observar que os corpos de provas fraturados, após ensaio de cisalhamento, também apresentaram o comportamento das fraturas se enquadrando no modo de falha típico e aceitável para materiais isotrópicos (STOJCEVSKI, *et al.* 2018), também prevalece o mecanismo de falha de baixa aderência na junção matriz-resíduo de caulim. O padrão de falha típico e aceitável, mencionado, é descrito como: (a) *Fratura Vertical* como sendo o tipo de falha, (b) *Seção Transversal entre Entalhes* representando a área da falha e (c) *Fratura entre Entalhes* como sendo a descrição da localização da falha, conforme ASTM D5379 (Modos de Falhas).

4.3.3.3. Ensaio de cisalhamento dos materiais compósitos reforçados com fibras de Juta na configuração contínua e alinhada a 0° e 90°

Os materiais compósitos reforçados com fibras de juta na configuração contínua e alinhada a 0° e a 90°, após ensaio de cisalhamento, foram avaliados quanto suas propriedades mecânicas no cisalhamento e os resultados obtidos de tensão de cisalhamento (τ), deformação angular (γ) e módulo de cisalhamento (G), estão apresentados nas Tabelas 4.33 e 4.34.

Tabela 4.33 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com reforço de fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° em matriz poliéster.

Fase Dispersa	V _f (%)	V _v (%)	τ_{12} (MPa)	γ_{12} (mm/mm)	G ₁₂ (GPa)
Matriz Poliéster	NA	NA	7,48 ± 1,27	0,0076 ± 0,0013	1,471 ± 0,389
Fibra de juta 0° unidirecional	15	10,34	22,53 ± 1,03	0,0040 ± 0,0004	0,960 ± 0,581
	25	10,76	22,93 ± 3,78	0,0120 ± 0,0046	0,695 ± 0,288

Foi observado que a resistência ao cisalhamento dos compósitos com 15 e 25Vol.% de fibras, excederam em 201% e 206% a resistência ao cisalhamento da matriz poliéster. O resultado de deformação angular da matriz poliéster foi superior em 90% comparando com o resultado da deformação angular do compósito com 15Vol.% de fibras, assim como a deformação angular da matriz foi inferior em 58% comparando com o resultado da deformação angular do compósito com 25Vol.% de fibras.

O módulo de cisalhamento da matriz foi superior em 53% e 111% comparando com os resultados dos módulos de cisalhamentos dos compósitos com 15 e 25Vol.% de fibras, respectivamente.

Tabela 4.34 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com reforço de fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 90° em matriz poliéster.

Fase Dispersa	V _f (%)	V _v (%)	τ_{21} (MPa)	γ_{21} (mm/mm)	G ₂₁ (GPa)
Matriz Poliéster	NA	NA	7,48 ± 1,27	0,0076 ± 0,0013	1,471 ± 0,389
Fibra de juta 90° unidirecional	15	10,34	8,70 ± 0,84	0,0037 ± 0,0008	1,557 ± 0,210
	25	10,76	6,79 ± 0,23	0,0334 ± 0,0053	0,423 ± 0,072

Observa-se que a resistência ao cisalhamento do compósito com 15Vol.% de fibras, excedeu em 16% a resistência ao cisalhamento da matriz poliéster, assim como a resistência ao cisalhamento da matriz poliéster foi superior em superior em 10% comparando com o resultado da resistência ao cisalhamento do compósito com 25Vol.% de fibras.

O resultado de deformação angular da matriz poliéster foi superior em 105% comparando com o resultado da deformação angular do compósito com 15Vol.% de fibras, assim como a deformação angular da matriz foi inferior em 339% comparando com o resultado da deformação angular do compósito com 25Vol.% de fibras.

O módulo de cisalhamento do compósito com 15Vol.% de fibras, excedeu em 6% o módulo de cisalhamento da matriz poliéster, assim como módulo de cisalhamento da matriz poliéster foi superior em 250% comparando com o resultado da módulo de cisalhamento do compósito com 25Vol.% de fibras.

A Figura 4.29 mostra o gráfico comparativo entre as resistências ao cisalhamento e módulo de cisalhamento dos resultados obtidos no ensaio de cisalhamento para matriz e para os compósitos reforçados com fibras de juta a 0° e 90° nas frações volumétricas de 15% e 25% Vol.

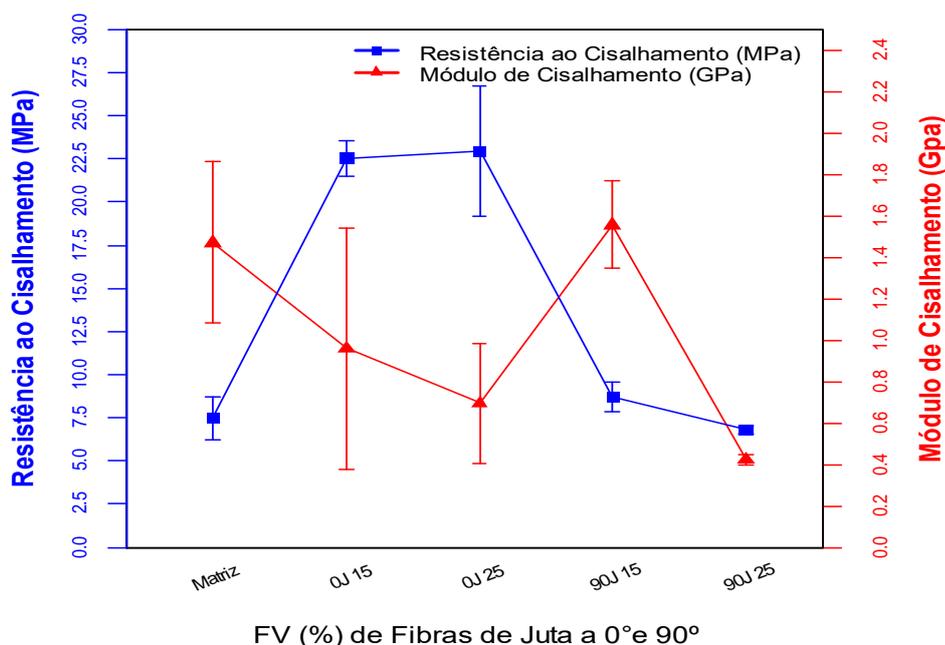


Figura 4.29 - Gráfico das frações volumétricas dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° e 90° versus suas propriedades mecânicas de cisalhamento.

A concentração de tensão nos entalhes é a principal responsável pelo início da fenda, e o crescimento da fenda no plano de tensão principal é impedido pelas fibras alinhadas, o que

pode justificar uma maior resistência ao cisalhamento para as amostras de fibras de juta a 0° em comparação com as amostras de fibras de juta a 90°, mesmos comportamentos foram apresentados por ALMEIDA JR. *et al.* (2015); CHEGDANI e MANSORI (2018). Observa-se que ocorre uma redução no módulo de cisalhamento com a elevação da fração volumétrica de fibras, tanto para 0° como para 90°, sugerindo que para 0J15 e 90J15 tende a prevalecer as propriedades elásticas das fibras, enquanto que para 0J25 e 90J25 as propriedades da matriz prevalecem.

O gráfico comparativo entre a resistência ao cisalhamento versus deformação angular, para os compósitos reforçados com fibra de juta a 0° e 90°, é apresentado na Figura G2(a) (Ver APÊNDICE G).

A análise de variância para os resultados das médias de resistência ao cisalhamento entre a matriz plena e as variações de frações volumétricas de fibras de juta 0° (MP; 15%=0J15 e 25%=0J25) e juta 90° (MP; 15%=90J15 e 25%=90J25) é destacada na Tabela 4.35.

Tabela 4.35 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de cisalhamento dos compósitos reforçados com fibras de juta na disposição contínuas e alinhadas a 0° e 90°.

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Varição Entre Grupos (Tratamento)	549,20	6	91,53	15,49	2,30 x10 ⁻²	8,94
Varição Dentro do Grupo (Resíduo)	17,72	3	5,91			
Total	566,92	9				

Como o $F_{\text{calculado}}$ (15,49) foi superior ao F_{tabelado} (8,94) ao nível de significância $\alpha=5\%$, pode-se afirmar que há pelo menos uma diferença significativa para os tratamentos. Desta forma, rejeita-se H_0 . Conclui-se que pelo menos umas das médias de resistência ao cisalhamento é diferente das demais com grau de confiança superior a 95% de probabilidade, assim pelo P-valor menor que α , constata-se que os tratamentos das frações de resíduo foram significativos no cisalhamento. Como H_0 foi rejeitada, pode-se verificar os tratamentos que diferem entre si, com isso foi utilizado o teste de Tukey que permite a comparação das médias uma a uma e assim identificar quais as diferenças entre os resultados.

A Tabela 4.36 apresenta os resultados comparativos do teste de Tukey entre os compósitos com fibras de juta a 0° e a 90° para a resistência a tração, concluindo se há ou não

diferença significativa. O valor de **d.m.s.** foi de 7,91.

Tabela 4.36 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios da resistência ao cisalhamento para os tratamentos: MP, 0J15, 0J25, 90J15 e 90J25.

(d.m.s. = 7,91)					
	MP	0J15	0J25	90J15	90J25
MP	0,00	15,05	15,45	1,22	0,69
0J15	15,05	0,00	0,40	13,83	15,74
0J25	15,45	0,40	0,00	14,23	16,14
90J15	1,22	13,83	14,23	0,00	1,92
90J25	0,69	15,74	16,14	1,92	0,00

O texto em negrito representa o tratamento que difere significamente

Com base nesses resultados apresentados na Tabela 4.39, pode-se afirmar que houve diferença significativa apenas entre MP-0J15, MP-0J25, 0J15-90J15, 0J15-90J25, 0J25-90J15, 0J25-90J25, sendo que nesses seis casos, os compósitos 90J15 e 90J25 apresentam valores médio de resistência ao cisalhamento semelhante comparado com a matriz, os tratamentos MP-90J15, MP-90J25 e 90J15-90J25 observa-se que não houve diferença significativa.

Na Figura 4.30((a) e (b)) estão apresentados os compósitos reforçados com fibras de juta alinhadas a 0° e ensaiados em cisalhamento, compósitos com fibra de juta de 15 (a) e 25% (b) em volume, respectivamente.



Figura 4.30 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos reforçados com fibras de juta dispostas contínuas e alinhadas a 0°, onde 0J15 (a) e 0J25 (b).

O padrão de falhas é aceitável, denotando a descolagem e a delaminação de fendas entre as fibras dispostas a 0°, na raiz do entalhe ocorre propagação da fratura horizontalmente

sem que haja seccionamento da amostra (STOJCEVSKI, *et al.* 2018). Ocorre a formação e acumulação de micro danos, criando uma zona de danos macroscopicamente visível (região da ranhura em V de cor branca), algumas trincas nesta zona de danos, estende-se para além da região da raiz V destacadas por círculos na Figura 4.30 (YILMAZ *et al.*, 2018). De fato, durante a carga, as fibras seguem o movimento de cisalhamento e deformam transversalmente com um descolamento entre as fibras e a matriz, as fibras continuam a deformar-se até estarem principalmente sob solicitação de tração, mesmo comportamento observado por CHEGDANI e MANSORI (2018). O padrão de falha aceitável, mencionado, é descrito como: (a) *Fratura Horizontal* como sendo o tipo de falha, (b) *Seção Transversal entre Entalhes* representando a área da falha e (c) *Fratura entre Entalhes* como sendo a descrição da localização da falha, conforme ASTM D5379 (Modos de Falhas).

Na Figura 4.31((a) e (b)) estão apresentados os corpos de provas fraturados, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos reforçados com fibras de juta alinhadas a 90°, compósitos com fibra de juta de 15 (a) e 25% (b) em volume, respectivamente.



Figura 4.31 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos reforçados com fibras de juta dispostas contínuas e alinhadas a 90°, onde 90J15 (a) e 90J25 (b).

Observa-se um padrão de falha aceitável e com baixa resistência ao cisalhamento, comparado com a matriz poliéster, o que sugere uma falta de aderência na junção fibras/matriz (STOJCEVSKI, *et al.* 2018). O padrão de falha aceitável, mencionado para este compósito, é descrito como: (a) *Fratura Vertical* como sendo o tipo de falha, (b) *Seção Transversal entre Entalhes* representando a área da falha e (c) *Fratura entre Entalhes* como sendo a descrição da localização da falha, conforme ASTM D5379 (Modos de Falhas).

4.3.3.4. Ensaio de cisalhamento dos materiais compósitos reforçados com fibras de Malva na configuração contínua e alinhada a 0° e 90°

Assim como os materiais compósitos reforçados com fibras de malva na configuração contínua e alinhada a 90° e a 0°, após ensaio de cisalhamento, também foram avaliados quanto suas propriedades mecânicas no cisalhamento e os resultados obtidos de tensão de cisalhamento (τ), deformação angular (γ) e módulo de cisalhamento (G), estão apresentadas na Tabela 4.37 e 4.38.

Tabela 4.37 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com reforço de fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° em matriz poliéster.

Fase Dispersa	V _f (%)	V _v (%)	τ_{12} (MPa)	γ_{12} (mm/mm)	G ₁₂ (GPa)
Matriz Poliéster Pura	NA	NA	7,48 ± 1,27	0,0076 ± 0,0013	1,471 ± 0,389
Fibra de malva 0° unidirecional	15	9,70	12,78 ± 2,52	0,0175 ± 0,0081	1,134 ± 0,345
	25	3,91	18,30 ± 1,74	0,0151 ± 0,0040	0,769 ± 0,182

Foi observado que a resistência ao cisalhamento dos compósitos com 15 e 25Vol.% de fibras, excederam em 71% e 144% a resistência ao cisalhamento da matriz poliéster.

O resultado de deformação angular foi observado que a deformação angular dos compósitos com 15 e 25Vol.% de fibras, excederam em 130% e 98% a deformação angular da matriz poliéster.

O módulo de cisalhamento da matriz foi superior em 30% e 91% comparando com os resultados dos módulos de cisalhamentos dos compósitos com 15 e 25Vol.% de fibras, respectivamente.

Tabela 4.38 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com reforço de fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 90° em matriz poliéster.

Fase Dispersa	V _f (%)	V _v (%)	τ_{21} (MPa)	γ_{21} (mm/mm)	G ₂₁ (GPa)
Matriz Poliéster Pura	NA	NA	7,48 ± 1,27	0,0076 ± 0,0013	1,471 ± 0,389
Fibra de malva 90° unidirecional	15	9,70	8,41 ± 2,00	0,0082 ± 0,0020	1,023 ± 0,042
	25	3,91	7,23 ± 2,87	0,0033 ± 0,0010	0,633 ± 0,173

Foi observado que a resistência ao cisalhamento do compósito com 15Vol.% de fibras, excedeu em 12% a resistência ao cisalhamento da matriz poliéster, assim como a resistência ao cisalhamento da matriz poliéster foi superior em superior em 3,5% comparando com o resultado da resistência ao cisalhamento do compósito com 25Vol.% de fibras.

O resultado de deformação angular foi observado que a deformação angular do compósito com 15Vol.% de fibras, excedeu em 8% a deformação angular da matriz poliéster, assim como a deformação angular da matriz poliéster foi superior em superior em 130% comparando com o resultado da deformação angular do compósito com 25Vol.% de fibras.

O módulo de cisalhamento da matriz foi superior em 44% e 132% comparando com os resultados dos módulos de cisalhamentos dos compósitos com 15 e 25Vol.% de fibras, respectivamente.

A Figura 4.32 mostra o gráfico comparativo entre as resistências ao cisalhamento e módulo de cisalhamento dos resultados obtidos no ensaio de cisalhamento para matriz e para os compósitos reforçados com fibras de malva a 0° e a 90° nas frações volumétricas de 15% e 25% Vol.

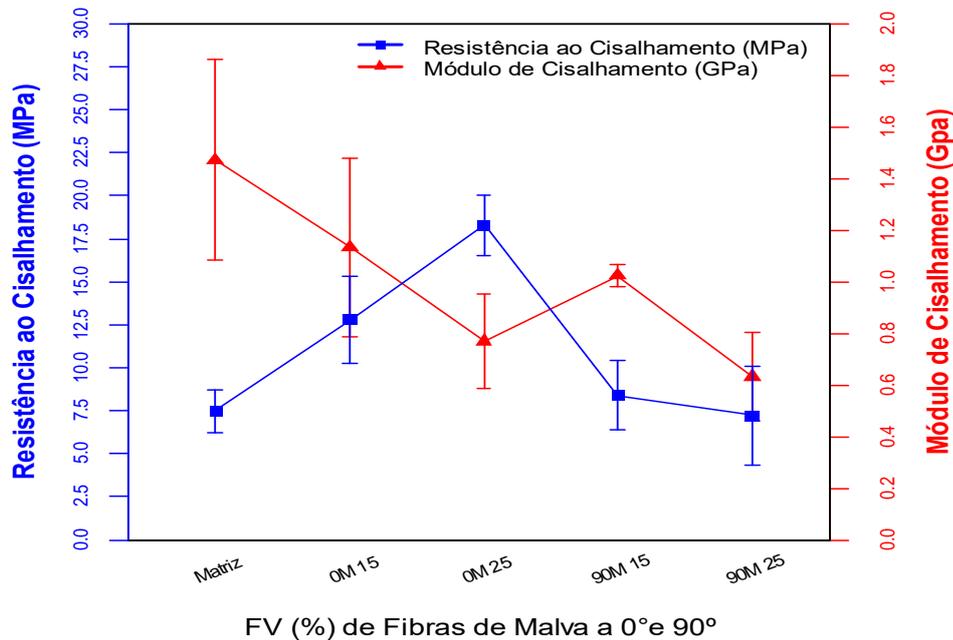


Figura 4.32 - Gráfico das frações volumétricas dos compósitos reforçados com fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° e 90° versus suas propriedades mecânicas de cisalhamento.

O aumento da resistência ao cisalhamento para as amostras com fibras de malva a 0° em comparação com as amostras de fibras de malva a 90°, seguem os mesmos comportamentos discutidos para os compósitos com fibras de juta e que também foram

apresentados por ALMEIDA JR. *et al.* (2015); CHEGDANI e MANSORI (2018). Observa-se também que ocorre uma redução no módulo de cisalhamento com a elevação da fração volumétrica de fibras, tanto para 0° com para 90°, sugerindo as propriedades da matriz prevalecem.

O gráfico comparativo entre a resistência ao cisalhamento versus deformação angular, para os compósitos reforçados com fibra de malva a 0° e 90°, é apresentado na Figura G2(b)(Ver APÊNDICE G).

A análise de variância para os resultados das médias de resistência à tração entre a matriz plena e as variações de frações volumétricas de fibras de malva 0° (MP; 15%=0M15 e 25%=0M25) e malva 90° (MP; 15%=90M15 e 25%=90M25) é destacada na Tabela 4.39.

Tabela 4.39 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de cisalhamento dos compósitos reforçados com fibras de malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° e 90°.

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Varição Entre Grupos (Tratamento)	179,28	6	29,88	3,84	0,15	8,94
Varição Dentro do Grupo (Resíduo)	23,34	3	7,78			
Total	202,62	9				

Como o $F_{\text{calculado}}$ (3,84) é menor que F_{tabelado} (8,94) ao nível de significância $\alpha=5\%$, indicando portanto, a aceitação da hipótese H_0 . Por este motivo, o teste de Tukey não foi considerado necessário.

Na Figura 4.33((a) e (b)) estão apresentados os compósitos reforçados com fibras de malva alinhadas a 0° ensaiados em cisalhamento. Compósitos com fibra de malva de 15 (a) e 25% (b) em volume, respectivamente.



Figura 4.33 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos

reforçados com fibras de malva dispostas contínuas e alinhadas a 0° , onde 0M15 (a) e 0M25 (b).

O padrão de falha também é aceitável, denotando a descolagem e a delaminação de fendas entre as fibras dispostas a 0° , na raiz do entalhe ocorre propagação da fratura horizontalmente sem que haja rompimento da amostra (STOJCEVSKI, *et al.* 2018). Nesta configuração estes compósitos também apresentam bom nível de aderência interfacial fibras/matriz. Ocorre a formação e acumulação de micro danos, criando uma zona de danos macroscopicamente visível (região da ranhura em V de cor branca), algumas trincas nesta zona de danos, estende-se para além da região da raiz V destacadas por círculos na Figura 4.34 (YILMAZ *et al.*, 2018). O padrão de falha aceitável, mencionado, é descrito como: (a) *Fratura Horizontal* como sendo o tipo de falha, (b) *Seção Transversal entre Entalhes* representando a área da falha e (c) *Fratura entre Entalhes* como sendo a descrição da localização da falha, conforme ASTM D5379 (Modos de Falhas).

Na Figura 4.34((a) e (b)) estão apresentados os compósitos reforçados com fibras de malva alinhadas a 90° ensaiados em cisalhamento. Compósitos com fibra de malva de 15 (a) e 25% (b) em volume, respectivamente.

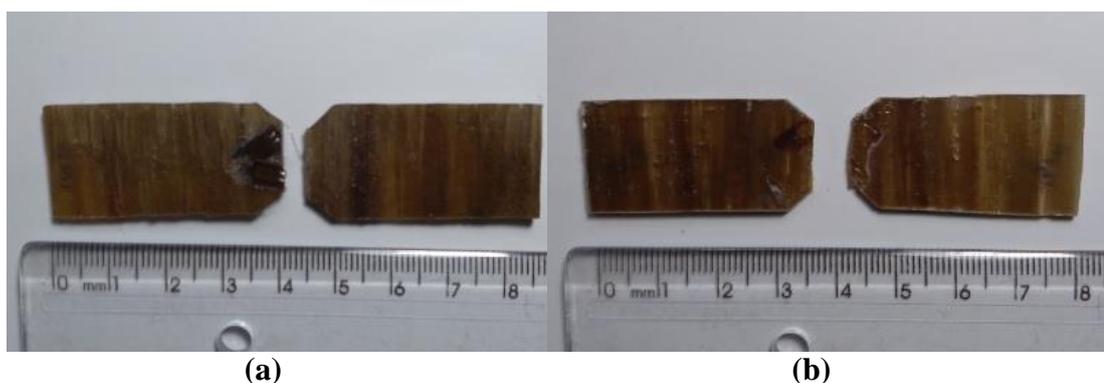


Figura 4.34 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos reforçados com fibras de malva dispostas contínuas e alinhadas a 90° , onde 90M15 (a) e 90M25 (b).

Observa-se também um padrão de falha aceitável e com baixa resistência ao cisalhamento, comparado com a matriz poliéster, o que sugere também uma falta de aderência na interface fibras/matriz (STOJCEVSKI, *et al.* 2018). O padrão de falha aceitável, mencionado para este compósito, é descrito como: (a) *Fratura Vertical* como sendo o tipo de falha, (b) *Seção Transversal entre Entalhes* representando a área da falha e (c) *Fratura entre Entalhes* como sendo a descrição da localização da falha, conforme ASTM D5379 (Modos de Falhas).

4.3.4 – Critério de escolha do sistema de compósito trifásico

De acordo com Planejamento Fatorial dos compósitos trifásicos (matriz + fibra lignocelulósica + resíduo industrial) destacado no ítem 3.2.7, tem-se como definição das proporções das frações volumétricas de fibras os melhores resultados dos ensaios de tração para compósitos reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 0°, assim como para os melhores resultados do ensaio de tração para os compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, a partir desta orientação, adotou-se para os compósitos reforçados com fibras de juta e malva a fração volumétrica de 15% de fibras e para os compósitos com resíduo de lama vermelha o que apresentou melhor resultado estatisticamente no ensaio de tração que foi o de fração mássica de 10% e para o compósitos com inserção resíduo de caulim o que apresentou melhor resultado estatisticamente no ensaio de tração que foi o de fração mássica de 5%. Pode-se verificar que os resultados das massas específicas e das proporções de frações mássicas e volumétricas de resíduos e fibras para os compósitos trifásicos na Tabela 4.40.

Tabela 4.40 - Massa específica dos compósitos trifásicos (g/cm^3) reforçados com fibras de juta e malva, com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, além das frações volumétricas e frações mássicas dos constituintes.

Compósito	ρ_c (g/cm^3)	V_f (%)	M_f (%)	M_p (%)	V_p (%)	V_v (%)
JRLV	$1,215 \pm 0,002$	15	18,27	10	5,95	9,51
JRC	$1,199 \pm 0,018$	15	18,50	5	3,06	8,71
MRLV	$1,210 \pm 0,018$	15	14,25	10	5,93	5,92
MRC	$1,205 \pm 0,014$	15	14,31	5	3,07	4,29

Onde:

V_f = Fração volumétrica de fibras;

M_f = Fração mássica de fibras;

M_p = Fração mássica de particulado (Resíduo);

V_p = Fração volumétrica de particulado (Resíduo);

V_v = Fração volumétrica de vazios.

4.3.5 – Ensaio mecânicos dos *sistemas de compósitos trifásicos*

4.3.5.1. *Ensaio de tração dos materiais compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, reforçados com fibras de juta e malva na configuração contínua e alinhada a 0°*

Os materiais compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na configuração contínua e alinhada a 0° e inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, após ensaio de tração, também foram avaliados quanto suas propriedades mecânicas na tração e os resultados obtidos de tensão de tração (σ), deformação (ϵ), módulo de elasticidade (E) e coeficiente de Poisson (ν) estão apresentados na Tabela 4.41.

Tabela 4.41 - Resultados do ensaio de resistência à tração dos compósitos com reforço de fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 0°, com inserção de resíduo de lama vermelha e resíduo de caulim de em matriz poliéster.

Fase Dispersa	V_f (%)	V_p (%)	V_v (%)	σ_{12} (MPa)	ϵ_{12} (mm/mm)	E₁₂ (GPa)	ν_{12}
MP	NA	NA	NA	23,35 ± 4,46	0,045 ± 0,007	0,501 ± 0,084	0,375 ± 0,027
0JRLV	15	5,95	9,51	53,60 ± 10,50	0,008 ± 0,002	6,617 ± 0,993	0,386 ± 0,134
0JRC	15	3,06	8,71	46,79 ± 3,78	0,007 ± 0,001	6,239 ± 0,426	0,395 ± 0,112
0MRLV	15	5,93	5,92	36,10 ± 6,64	0,006 ± 0,002	4,763 ± 0,559	0,451 ± 0,127
0MRC	15	3,07	4,29	28,29 ± 3,47	0,007 ± 0,003	4,523 ± 0,519	0,390 ± 0,035

Podem ser observados que compósitos trifásicos 0JRLV , 0JRC, 0MRLV e 0MRC apresentaram maior resistência à tração, excedendo em 129%, 100%, 54% e 21% a resistência à tração da matriz poliéster.

Para o caso da deformação na ruptura, em todos os casos, a matriz de poliéster apresentou o maior resultado que foi de 463%, 493%, 604% e 509%, comparando com os compósitos trifásicos 0JRLV , 0JRC, 0MRLV e 0MRC, respectivamente.

O módulo de elasticidade dos compósitos trifásicos 0JRLV , 0JRC, 0MRLV e 0MRC apresentaram maiores valores de módulo, ultrapassando em 1220%, 1145%, 850% e 802% a rigidez da matriz poliéster.

Foi observado que o coeficiente de Poisson dos compósitos trifásicos 0JRLV , 0JRC, 0MRLV e 0MRC apresentaram maiores valores de módulo, excedendo o valor do coeficiente de Poisson da matriz em 3%, 5%, 20% e 4%, respectivamente.

A utilização de resíduos industriais como enchimento em compósitos de poliméricos reforçado com fibras naturais é justificável, pois pode incrementar as propriedades mecânicas dos compósitos, o que foi observado por PRABU *et al.* (2014) que obtiveram o resultado satisfatório ao ensaiar, em tração, materiais compósitos reforçados com fibras de bananeiras na fração de 30% em massa em matriz poliéster com 8% em massa de lama vermelha. Assim como VIGNESHWARAN *et al.* (2019) que apresentaram o melhor desempenho ao ensaiar, em tração, materiais compósitos reforçados com fibras de sisal na fração de 40% em massa em matriz poliéster com 20% em massa de lama vermelha. Novamente VIGNESHWARAN *et al.* (2020) que destacaram o melhor desempenho ao ensaiar, em tração, materiais compósitos reforçados com fibras da bainha do coqueiro, após tratamento alcalino e com silano, em matriz poliéster com 20% em massa de lama vermelha.

A Figura 4.35 apresenta o gráfico comparativo entre as resistências a tração e módulo de elasticidade dos resultados obtidos no ensaio de tração para matriz e para os compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva a 0° com inserção de resíduos de lama vermelha e caulim.

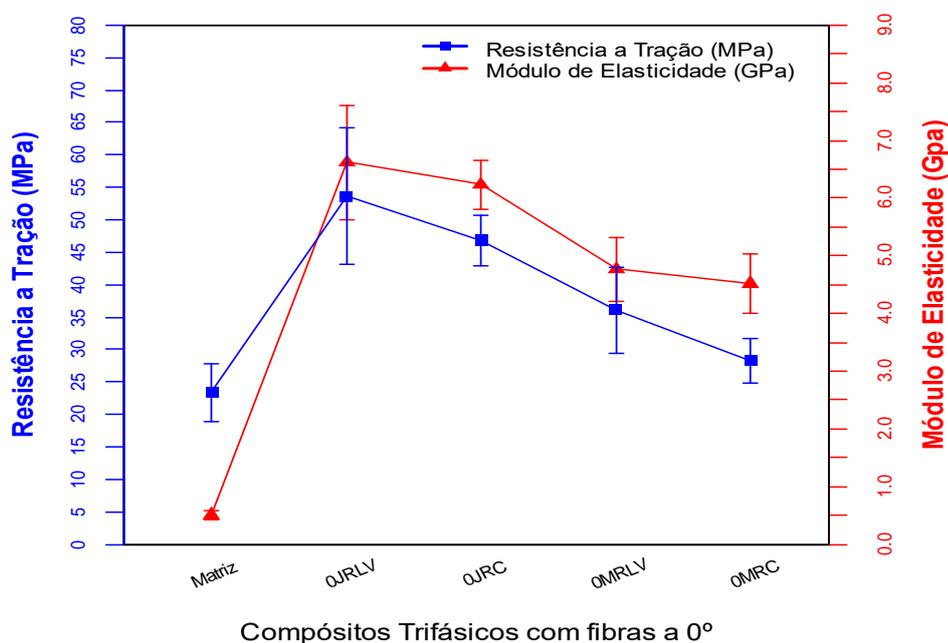


Figura 4.35 - Gráfico das composições dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 0°, com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, versus suas propriedades mecânicas de tração.

Como observado a resistência a tração dos compósitos trifásicos apresentaram maiores valores em comparação com a matriz, as fibras exercem a função de reforço e os resíduos, nesta condição, atuam como enchimento nos materiais compósitos, justificando seu uso, o

valor máximo obtido de resistência a tração foi para o compósitos trifásico 0JRLV que foi de $53,60 \pm 10,50$ MPa. Da mesma forma o módulo de elasticidade dos materiais compósitos trifásicos são maiores do que a matriz, confirmando que a rigidez é incrementadas com a presença de fibras e de resíduos na matriz, o valor máximo obtido de módulo de elasticidade foi para o compósitos trifásico 0JRLV que foi de $6,617 \pm 0,993$ GPa.

Os demais gráficos comparativos entre a resistência a tração versus deformação e resistência a tração versus coeficiente de Poisson, para compósitos trifásicos a 0° , são apresentados no APÊNDICE H.

A análise de variância para os resultados das médias de resistência à tração entre a matriz plena e os compósitos trifásicos 0JRLV, 0JRC, 0MRLV e 0MRC é destacada na Tabela 4.42.

Tabela 4.42 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de tração dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° , com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim.

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Varição Entre Grupos (Tratamento)	4163,78	4	1040,946	21,58	$1,80 \times 10^{-8}$	2,69
Varição Dentro do Grupo (Resíduo)	1446,81	30	48,227			
Total	5610,59	34				

Como o $F_{\text{calculado}} (21,58) > F_{\text{tabelado}} (2,69)$ ao nível de significância $\alpha=5\%$, mostrando portanto pelo menos uma diferença significativa para os tratamentos, rejeitando assim a hipótese H_0 . Conclui-se que pelo menos umas das médias de resistência a tração é diferente das demais com grau de confiança superior a 95% de probabilidade, assim pelo P-valor menor que α , constata-se que os tratamentos das frações de resíduo foram significativos na tração. Como H_0 foi rejeitada, pode-se verificar os tratamentos que diferem entre si, com isso foi utilizado o teste de Tukey que permite a comparação das médias uma a uma e assim identificar quais as diferenças entre os resultados.

A Tabela 4.43 apresenta os resultados comparativos do teste de Tukey entre os compósitos trifásicos, concluindo se há ou não diferença significativa. O valor da d.m.s. obtida foi de 10,06.

Tabela 4.43 - Resultados obtidos para as diferenças entre os valores médios da resistência à tração para os tratamentos: MP, JRLV, JRC, MRLV e MRC.

(d.m.s. = 10,06)

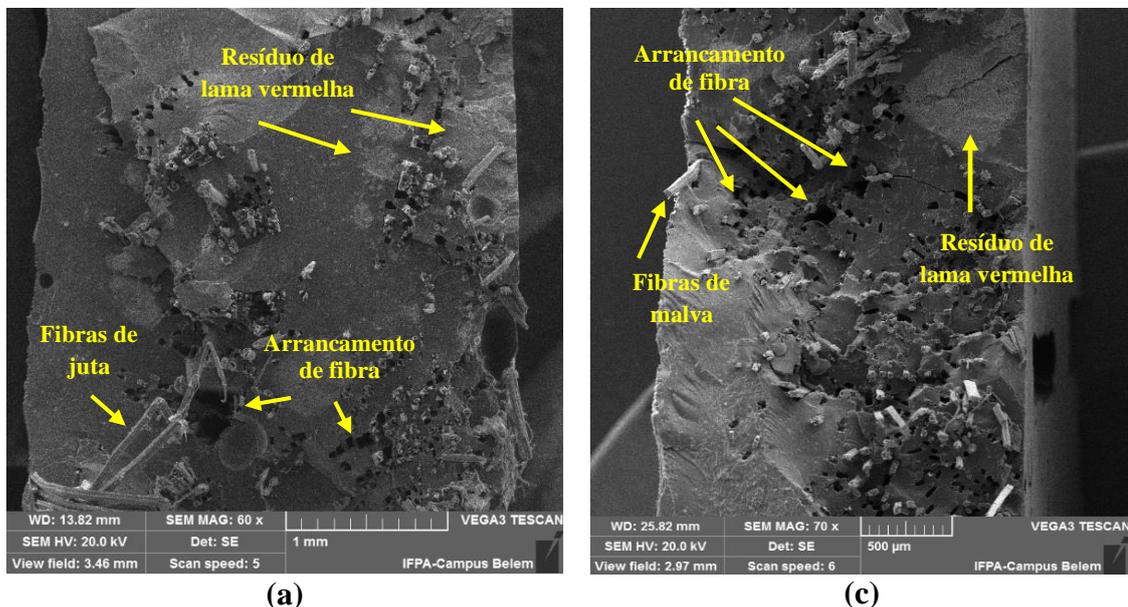
	MP	0JRLV	0JRC	0MRLV	0MRC
MP	0,00	30,25	23,44	12,75	4,94
0JRLV	30,25	0,00	6,81	17,5	25,31
0JRC	23,44	6,81	0,00	10,69	18,5
0MRLV	12,75	17,5	10,69	0,00	7,81
0MRC	4,94	25,31	18,5	7,81	0,00

O texto em negrito representa o tratamento que difere significamente

Com base nesses resultados apresentados, pode-se afirmar que houve diferença significativa apenas entre MP-0JRLV, MP-0JRC, MP-0MRLV, 0JRLV-0MRLV, 0JRLV-0MRC, 0JRC-0MRLV e 0JRC-0MRC, sendo em todos os casos os compósitos apresentam maiores valores médio de resistência à tração comparado com a matriz. Entre os tratamentos MP-0MRC, 0JRLV-0JRC e 0MRLV-0MRC observa-se que não houve diferença significativa.

4.3.5.2. Micrografias das superfícies fraturadas por MEV dos materiais compósitos trifásicos com inserção de resíduo, reforçados com fibras de juta e malva a 0° após ensaio de tração

As micrografias obtidas por MEV da região da fratura dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na disposição a 0° e com inserção de resíduo de caulim e lama vermelha estão apresentadas na Figura 4.36 ((a), (b), (c) e (d)), assim especificada em 0JRLV, 0JRC, 0MRLV e 0MRC e respectivamente.



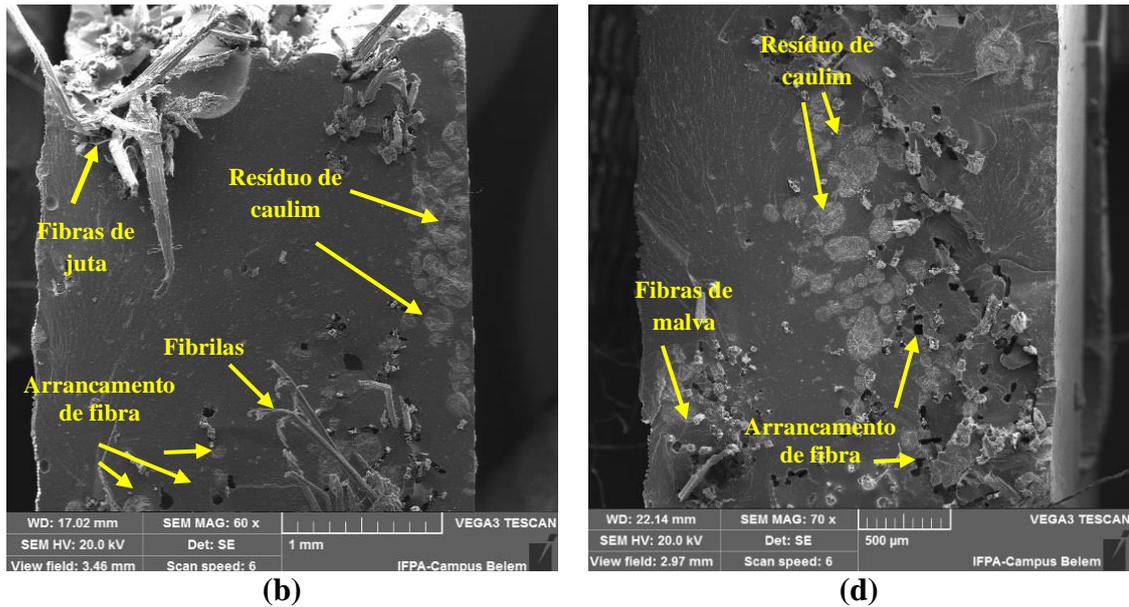


Figura 4.36 - Micrografias obtidas por MEV, após ensaio de tração, das amostras dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva dispostas contínuas e alinhadas a 0° , amostras com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, onde 0JRLV (a), 0JRC (b), 0MRLV (c) e 0MRC (d).

Têm-se as superfícies fraturadas com mecanismo de falhas semelhantes, como por exemplo, fibras arrancadas da matriz e presença de resíduos sedimentados, a destacar em (a), destaca-se o compósito trifásico de fibras de juta e resíduo de lama vermelha que foi superior a matriz e compósitos com inserção de lama vermelha em 21% e 140%, respectivamente, em (b), tem-se o compósito trifásico de fibras de juta e resíduo de caulim que foi superior a matriz e compósitos com inserção de caulim em 100% e 128%, respectivamente, em (d), tem-se o compósito trifásico de fibras de malva e resíduo de caulim que foi superior a matriz e compósitos com inserção de caulim em 129% e 38%, respectivamente, em (c), tem-se o compósito trifásico de fibras de malva e resíduo de lama vermelha que foi superior a matriz e compósitos com inserção de lama vermelha em 54% e 62%, respectivamente, em todos os compósitos as fibras de juta e malva se comportaram como um reforço efetivo.

4.3.5.3. Ensaio de cisalhamento dos materiais compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, reforçados com fibras de juta e malva na configuração contínua e alinhada a 0°

Os materiais compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na configuração contínua e alinhada a 0° e inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, após ensaio de cisalhamento, foram avaliados quanto suas propriedades mecânicas no cisalhamento

e os resultados obtidos de tensão de cisalhamento (τ), deformação angular (γ) e módulo de cisalhamento (G) estão apresentados na Tabela 4.44.

Tabela 4.44 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com reforço de fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° , com inserção de resíduo de caulim e lama vermelha em matriz poliéster.

Fase Dispersa	V_f (%)	V_p (%)	V_v (%)	τ_{12} (MPa)	γ_{12} (mm/mm)	G₁₂ (GPa)
MP	NA	NA	NA	7,48 ± 1,27	0,0076 ± 0,0013	1,471 ± 0,389
0JRLV	15	5,95	9,51	11,18 ± 2,86	0,0214 ± 0,0018	0,804 ± 0,201
0JRC	15	3,06	8,71	11,04 ± 1,17	0,0211 ± 0,0038	0,697 ± 0,025
0MRLV	15	5,93	5,92	12,21 ± 0,39	0,0240 ± 0,0041	0,727 ± 0,335
0MRC	15	3,07	4,29	11,37 ± 2,17	0,0225 ± 0,0059	0,837 ± 0,189

Podem ser observados que os compósitos trifásicos 0JRLV , 0JRC, 0MRLV e 0MRC apresentaram maior resistência ao cisalhamento, excedendo em 50%, 47%, 63% e 52% a resistência ao cisalhamento da matriz poliéster.

A deformação angular dos compósitos trifásicos 0JRLV , 0JRC, 0MRLV e 0MRC também apresentaram maiores valores de deformações, ultrapassando em 181%, 177%, 215% e 196% a deformação angular da matriz poliéster.

Para o caso do módulo de cisalhamento, em todos os casos, a matriz de poliéster apresentou o maior resultado que foi de 83%, 111%, 102% e 76%, comparando com os compósitos trifásicos 0JRLV , 0JRC, 0MRLV e 0MRC, respectivamente.

A Figura 4.37 apresenta o gráfico comparativo entre as resistências ao cisalhamento e módulo de cisalhamento dos resultados obtidos no ensaio de cisalhamento para matriz e para os compósitos trifásicos 0JRLV, 0JRC, 0MRLV e 0MRC, respectivamente.

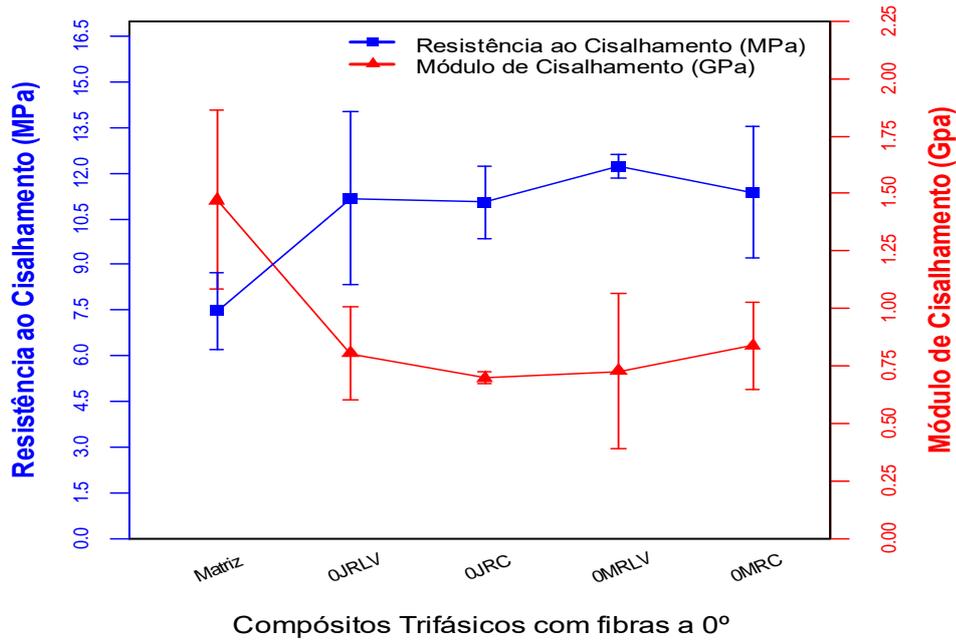


Figura 4.37 - Gráfico das composições dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° , com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, versus suas propriedades mecânicas de cisalhamento.

Como observado a resistência ao cisalhamento dos compósitos trifásicos são maiores do que a matriz, as fibras exercem a função de reforço e os resíduos, nesta condição, atuam também como enchimento nos materiais compósitos, justificando seu uso, observa-se também que não existem diferenças significativas entre os compósitos trifásicos. Da mesma forma o módulo de cisalhamento dos materiais compósitos trifásicos são menores do que a matriz, e não apresentam diferenças significativas, comparados entre si, confirmando que a rigidez é reduzida com a presença de fibras e de resíduos na matriz.

O gráfico comparativo entre a resistência ao cisalhamento versus deformação angular, para os compósitos trifásicos a 0° , é apresentado no APÊNDICE I(a).

A análise de variância para os resultados das médias de resistência ao cisalhamento entre a matriz plena e os compósitos trifásicos 0JRLV, 0JRC, 0MRLV e 0MRC, reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° , é destacada na Tabela 4.45.

Tabela 4.45 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de cisalhamento dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 0° , com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim.

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
-------------------	----	----	----	---	---------	-----------

Varição Entre Grupos (Tratamento)	29,47	6	4,91	1,13	0,433	3,86
Varição Dentro do Grupo (Resíduo)	30,49	7	4,36			
Total	59,95	13				

Como o $F_{\text{calculado}}$ (1,13) é menor que F_{tabelado} (3,86) ao nível de significância $\alpha=5\%$, indicando portanto, a aceitação da hipótese H_0 . Por este motivo, o teste de Tukey não foi considerado necessário.

Na Figura 4.38((a), (b), (c) e (d)) estão apresentados os compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva dispostas a 0° , compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim e ensaiados em cisalhamento.

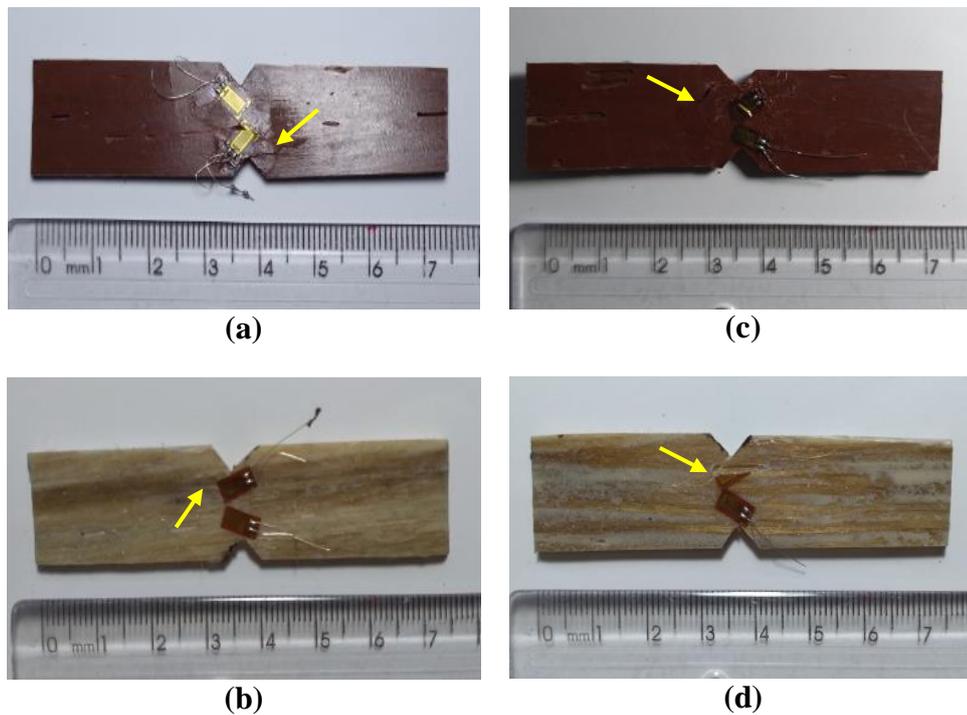


Figura 4.38 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva dispostas contínuas e alinhadas a 0° , amostras com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, onde 0JRLV (a), 0JRC (b), 0MRLV (c) e 0MRC (d).

Nesta configuração estes compósitos também apresentam bom nível de aderência interfacial fibras/matriz e padrão de falha apresentado também é aceitável, caracterizado por a descolagem e a delaminação de fendas entre as fibras dispostas a 0° , na raiz do entalhe ocorre propagação da fratura horizontalmente, destacadas pelas setas em amarelo, sem que haja rompimento da amostra (STOJCEVSKI, *et al.* 2018).

4.3.5.4. *Ensaio de cisalhamento dos materiais compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, reforçados com fibras de juta e malva na configuração contínua e alinhada a 90°*

Os materiais compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na configuração contínua e alinhada a 90° e inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, após ensaio de cisalhamento, foram avaliados quanto suas propriedades mecânicas no cisalhamento e os resultados obtidos de tensão de cisalhamento (τ), deformação angular (γ) e módulo de cisalhamento (G) estão apresentados na Tabela 4.46.

Tabela 4.46 - Resultados do ensaio de resistência ao cisalhamento dos compósitos com reforço de fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 90°, com inserção de de resíduo de lama vermelha e caulim em matriz poliéster.

Fase Dispersa	V_f (%)	V_p (%)	V_v (%)	τ_{21} (MPa)	γ_{21} (mm/mm)	G₂₁ (GPa)
MP	NA	NA	NA	7,48 ± 1,27	0,0076 ± 0,0013	1,471 ± 0,389
90JRLV	15	5,95	9,51	5,05 ± 0,80	0,0083 ± 0,0045	0,751 ± 0,192
90JRC	15	3,06	8,71	6,86 ± 0,14	0,0131 ± 0,0061	0,740 ± 0,126
90MRLV	15	5,93	5,92	6,65 ± 0,35	0,0105 ± 0,0028	0,708 ± 0,058
90MRC	15	3,07	4,29	5,09 ± 0,11	0,0165 ± 0,0066	0,673 ± 0,009

Observa-se que compósitos trifásicos 90JRLV , 90JRC, 90MRLV e 90MRC apresentaram maior resistência ao cisalhamento, excedendo em 48%, 9%, 12% e 47% a resistência ao cisalhamento da matriz poliéster.

A deformação angular dos compósitos trifásicos 90JRLV , 90JRC, 90MRLV e 90MRC apresentaram maiores valores de deformações, ultrapassando em 9%, 72%, 38% e 117% a deformação angular da matriz poliéster.

Para o caso do módulo de cisalhamento, em todos os casos, a matriz de poliéster apresentou o maior resultado que foi de 96%, 99%, 108% e 118%, comparando com os compósitos trifásicos 90JRLV , 90JRC, 90MRLV e 90MRC, respectivamente.

A Figura 4.39 apresenta o gráfico comparativo entre as resistências ao cisalhamento e módulo de cisalhamento dos resultados obtidos no ensaio de cisalhamento para matriz e para os compósitos trifásicos 90JRLV, 90JRC, 90MRLV e 90MRC, respectivamente.

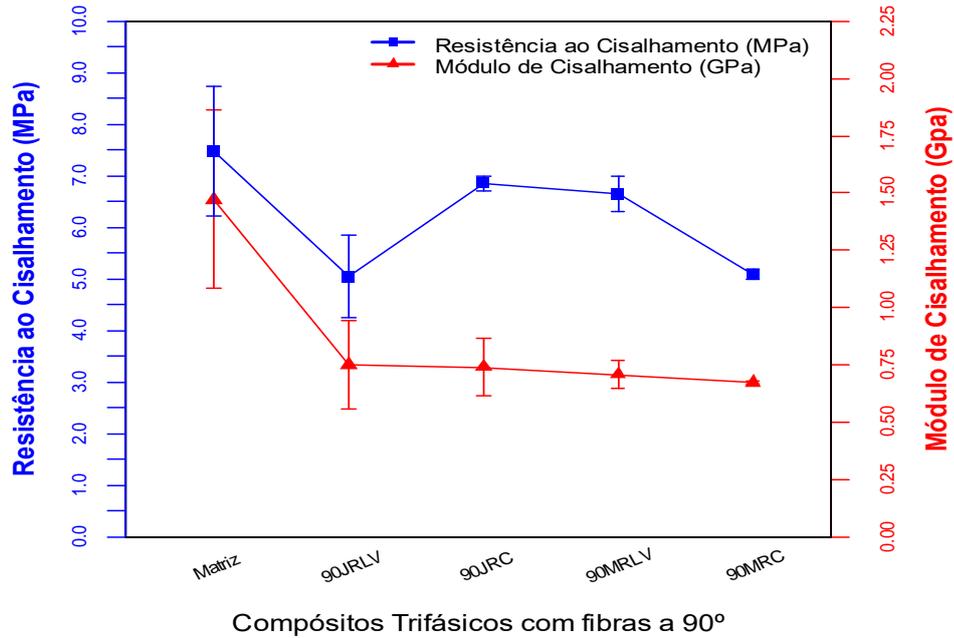


Figura 4.39 - Gráfico das composições dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 90°, com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim, versus suas propriedades mecânicas de cisalhamento.

Como observado a resistência ao cisalhamento dos compósitos trifásicos não apresentam diferenças significativas em comparação com a matriz, as fibras, nesta condição, não exercem a função de reforço e os resíduos, nesta condição, atuam apenas como enchimento nos materiais compósitos. Da mesma forma o módulo de cisalhamento dos materiais compósitos trifásicos são menores do que a matriz, e não apresentam diferenças significativas, comparados entre si, confirmando que a rigidez é reduzida com a presença de fibras e de resíduos na matriz.

O gráfico comparativo entre a resistência ao cisalhamento versus deformação angular, para os compósitos trifásicos a 90°, é apresentado no APÊNDICE I(b).

A análise de variância para os resultados das médias de resistência ao cisalhamento entre a matriz plena e os compósitos trifásicos 90JRLV, 90JRC, 90MRLV e 90MRC, reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 90°, é destacada na Tabela 4.47.

Tabela 4.47 – Dados gerados pela “ANOVA: único fator para ensaio de cisalhamento dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva na disposição contínuas e alinhadas a 90°, com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim.

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
-------------------	----	----	----	---	---------	-----------

Varição Entre Grupos (Tratamento)	9,64	6	1,61	2,01	0,303	8,940
Varição Dentro do Grupo (Resíduo)	2,40	3	0,80			
Total	12,05	9				

Como o $F_{\text{calculado}}$ (2,01) é menor que F_{tabelado} (8,94) ao nível de significância $\alpha=5\%$, indicando portanto, a aceitação da hipótese H_0 . Por este motivo, o teste de Tukey não foi considerado necessário.

Na Figura 4.40((a), (b), (c) e (d)) estão apresentados os compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva dispostas a 90° , compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha e caulim e ensaiados em cisalhamento

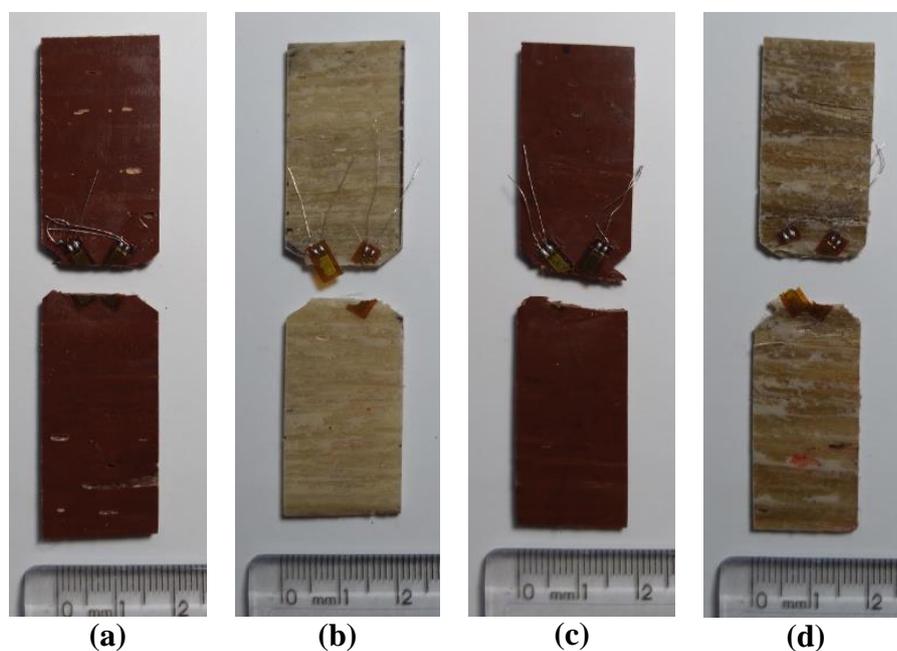


Figura 4.40 – Imagens das amostras, após ensaio de cisalhamento, dos compósitos trifásicos reforçados com fibras de juta e malva dispostas contínuas e alinhadas a 90° amostras com inserção de resíduo de caulim e lama vermelha, onde 90JRLV (a), 90JRC (b), 90MRLV (c) e 90MRC (d).

Observa-se também um padrão de falha aceitável e com baixa resistência ao cisalhamento comparado com a matriz poliéster, o que sugere também uma falta de aderência na interface fibras/resíduo/matriz (STOJCEVSKI, *et al.* 2018).

As exigências de redução do consumo de energia e dos impactos ambientais são os principais fatores impulsionadores do desenvolvimento de compósitos reforçados com fibras

naturais em muitos setores. Em comparação com a fibra sintética, a fibra natural oferece várias vantagens em termos de biodegradabilidade, peso leve, baixo preço e propriedades mecânicas satisfatórias (LI *et al.*, 2020). As fibras naturais têm atraído grande atenção dos setores industriais e de pesquisadores para a exploração de compósitos poliméricos devido à sua natureza "mais verde" e devido à sua contribuição para prática sustentável (AZMAN *et al.*, 2021).

Com relação aos resíduos industriais, a maioria das empresas de alumina, por exemplo, utiliza principalmente de bacias de rejeitos para armazenar o RLV, o que representa numerosos perigos ambiental e social, tais como a poluição do ar e das águas subterrâneas, bem como a superfície do solo (KHAIRUL *et al.*, 2019; e CHEN *et al.*, 2019). É urgente a necessidade de desenvolver métodos eficientes para a utilização do RLV e RC em todo o mundo. Simultaneamente a esta necessidade, a utilização do RLV e RC, como enchimento, em materiais compósitos poliméricos reforçados com fibras lignocelulósicas, parece ser um método promissor de reaproveitamento destes resíduos industriais. A utilização simples e eficiente destes resíduos, a disponibilidade, o baixo custo e o fator econômico, sugere a implementação em escala nos compósitos (DING *et al.*, 2022).

Para isso durante o processo de desenvolvimento de novos produtos, os engenheiros de produto precisam implementar o conceito e concepção de sustentabilidade. Para os designers praticarem a sustentabilidade, devem incluir e avaliar os quatro pilares da Sustentabilidade: o Ambiental, o Social, o Econômico e integralizado na forma Institucional, desde a obtenção dos recursos até produção de produtos finais (ALI *et al.*, 2021).

Diante destes fatos, os materiais compósitos bifásico e trifásicos, produzidos e caracterizados neste trabalho, possuem potencial de aplicações em alguns setores da indústria, como por exemplo, no setor automotivo e na confecção de componentes não estruturais, como no caso na fabricação de painéis diversos presentes no interior do automóvel.

Outros setores com potenciais de aplicações são o industrial e a construção civil, uma vez que as propriedades mecânicas obtidas nesta pesquisa, como a tensão de tração (σ), deformação (ϵ), módulo de elasticidade (E), coeficiente de Poisson (ν), tensão de cisalhamento (τ), deformação angular (γ) e módulo de cisalhamento (G), estabelecem informações necessárias para o desenvolvimento de compósitos laminados, através da Teoria Clássica dos Laminados (TCL), e desta forma propor possíveis aplicações estruturais.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos neste trabalho de pesquisa, podem-se tirar as seguintes conclusões:

- As caracterizações física, microestrutural e morfológica dos resíduos de lama vermelha e caulim se mostraram condizentes com a literatura;

- As caracterizações física e mecânica das fibras vegetais (juta e malva) se mostraram condizentes ou superiores a literatura, principalmente com relação a resistência a tração das fibras, deformação e módulo de elasticidade;

- O diâmetro médio da fibra de juta foi de 78,00 μm e malva foi de 79,74 μm . Os valores de resistência mecânica mostraram que as fibras estudadas apresentam potencial de reforço para materiais compósitos poliméricos;

- A massa específica dos compósitos com resíduo apresentou um aumento no valor médio com inserção de resíduos de lama vermelha e caulim;

- A massa específica dos compósitos reforçados com fibras de juta e malva apresentou uma redução no valor médio quando comparado com a matriz, entretanto com aumento do percentual volumétrico de fibras ocorre um ligeiro aumento nos valores desta propriedade;

- Os compósitos com resíduo de lama vermelha apenas os compósitos 5RLV apresentou o maior valor médio de resistência à tração comparado com a matriz com diferença de 1%, assim como os compósitos 10RLV e 15RLV apresentaram, estatisticamente, valores de resistência a tração próximos do valor da matriz com diferença de 4%, 18%, além de elevação da rigidez;

- Os compósitos com resíduo de caulim, apenas o compósito 5RC apresentou o maior valor médio de resistência à tração comparado com os demais compósitos, e que mais se aproxima com o valor de resistência a tração da matriz poliéster com diferença de 14%, além de elevação da rigidez;

- Os compósitos reforçados com fibras de juta 0J5, 0J15 e 0J25 apresentaram maiores valores médio de resistência à tração comparado com a matriz excedendo em 2%, 150% e 166%, respectivamente, além de elevação da rigidez;

- Os compósitos reforçados com fibra de malva a 0M15 e 0M25 também exibiram a maior resistência à tração, excedendo em 67% e 96% a resistência à tração do poliéster puro, além de elevação da rigidez;

- Com relação aos padrões de falhas apresentados pelos ensaios de cisalhamento, os mesmos foram aceitáveis de acordo com a literatura;

- Com relação à resistência ao cisalhamento os compósitos com resíduos, apenas 5RLV, 10RLV, estatisticamente, tiveram valores de resistência ao cisalhamento próximos do valor da matriz;

- O compósito reforçado com fibras juta 90J15 apresentou o resultado de resistência ao cisalhamento superior em relação a matriz em 16%. No caso de 0J15 e 0J25 exibem as maiores resistências ao cisalhamento ao comparar com a matriz, excedendo em 201% e 206% a resistência ao cisalhamento do poliéster puro;

- O compósito reforçado com fibras malva 90M15 apresentou o resultado de resistência ao cisalhamento superior em relação a matriz em 12%. No caso de 0JM15 e 0M25 exibem as maiores resistências ao cisalhamento ao comparar com a matriz, excedendo em 71% e 144% a resistência ao cisalhamento do poliéster puro;

- Nas propriedades de tração os compósitos trifásicos 0JRLV, 0JRC, 0MRLV e 0MRC apresentaram maior resistência à tração, excedendo em 129%, 100%, 54% e 21% a resistência à tração da matriz poliéster, da mesma forma, o módulo de elasticidade também exibem os maiores valores, ultrapassando 1220%, 1145%, 850%, e 802% a rigidez do poliéster puro.

- Nas propriedades de cisalhamento pode ser observado que a resistência ao cisalhamento da matriz poliéster foi superior aos compósitos trifásicos 90JRLV, 90JRC, 90MRLV e 90MRC em 48%, 9%, 12% e 47%, respectivamente.

- Os compositos trifásicos 0JRLV, 0JRC, 0MRLV e 0MRC apresentaram maior resistência ao cisalhamento, excedendo em 49%, 47%, 63% e 52% a resistência ao cisalhamento da matriz poliéster, respectivamente.

- Os compósitos bifásicos e trifásicos apresentados nesta pesquisa podem ser aplicados no setor automotivo, na confecção de componentes não estruturais, como no caso na fabricação de painéis diversos presentes no interior do automóvel.

CAPÍTULO 6

PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

- Determinar experimentalmente as propriedades mecânicas inerentes ao resíduo de lama vermelha e caulim [coeficiente de Poisson (ν), módulo de elasticidade (E) e módulo de cisalhamento (G)], afim de aplicar em modelos micromecânicos de materiais compósitos com uso de particulados;
- Produzir compósitos reforçados com fibras de juta e malva variando o alinhamento das fibras Lignocelulósicas na lâmina e obter propriedades mecânicas;
- Produzir compósitos trifásicos JRLV, JCA, MRLV e MCA variando ângulo de alinhamento das fibras Lignocelulósicas e obter propriedades mecânicas;
- Produzir compósitos laminados reforçados com fibras de juta e malva, variando o número de camadas e variando alinhamento das fibras Lignocelulósicas nas camadas e obter propriedades mecânicas;
- Produzir compósitos laminados trifásicos reforçados com fibras de juta e malva, e resíduos de lama vermelha e caulim, variando o número de camadas e variando alinhamento das fibras Lignocelulósicas nas camadas e obter propriedades mecânicas;
- Aplicar modelos micromecânicos de materiais compósitos apresentados pela literatura utilizando as propriedades apresentadas nesta pesquisa e confrontar com resultados experimentais;
- Aplicar estudo da macromecânica de lâmina ortotrópica e anisotrópica, no estado plano de tensão, a partir dos resultados de propriedades mecânicas apresentadas nesta pesquisa;
- Aplicar estudo da Teoria Clássica dos Laminados (TCL) , no estado plano de tensão para os materiais compósitos estudados nesta pesquisa.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGYEI-TUFFOUR, B.; BENSAH, Y.D.; DAMOAH, L.N.W.; DODOO-ARHIN, D.; YAYA, A.; NYANKSON, E.; ANNAN, E.; SARKODEE, E.; EFAVI, J.K. **Synthesis and Microstructural Characterization of Kaolin–Polyethylene Composites**. MPolymer Composite, p. 1507-1515, 2014.

AHMAD, F.; BAJPAI, P.K. **Evaluation of stiffness in a cellulose fiber reinforced epoxy laminates for structural applications: Experimental and finite element analysis**. Industrial Crops e Products, n.14, p.278-286, 2018.

AHMARUZZAMAN, M. **Industrial wastes as low-cost potential adsorbents for the treatment of wastewater laden with heavy metals**. Adv. Colloid Interface Sci., 166: 36-59, 2011.

AHMED, M.M.; DHAKAL, H.N.; ZHANG, Z.Y.; BAROUNI, A.; ZAHARI, R. **Enhancement of impact toughness and damage behaviour of natural fibre reinforced composites and their hybrids through novel improvement techniques: A critical review**. Composite Structures, n.259, 113496, 2021.

AKONDA, M.H.; SHAH, D.U.; GONG, R.H. **Natural fibre thermoplastic tapes to enhance reinforcing effects in composite structures**. Composites Part A, n.131, 105822, 2020.

ALI, S.; RAZMAN, M.; AWANG, A.; ASYRAF, M.; ISHAK, M.; ILYAS, R.; LAWRENCE, R. **Critical Determinants of Household Electricity Consumption in a Rapidly Growing City**. Sustainability, n.3, 4441, 2021.

ALMEIDA, S. L. M., LUZ, A. B. (Eds.). **Manual de agregados para a construção civil**. 2.ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 432p. 2012.

ALMEIDA JR., J.H.S.; ANGRIZANI, C.C.; BOTELHO, E.C.; AMICO, S.C. **Effect of fiber orientation on the shear behavior of glass fiber/epoxy composites**. Composites Part A, n.131, 105822, 2020.

ASHWORTH, S.; RONGONG, J.; WILSON, P.; MEREDITH, J. **Mechanical and damping properties of resin transfer moulded jute-carbon hybrid composites**. - 2016.

ASTM D 3039 - 2017 **"Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials"**, Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials.

ASTM D 638 - 2014 **"Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics"**, Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials.

ASTM D 3822 - 2001, **"Standard Test Method for Tensile Properties of Single Textile Fibers"**, Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials.

ASTM D 5379 - 2012 **"Standard Test Method for Shear Properties of Composite Materials by the V-Notched Beam Method"**, Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials.

ATMAKURI, A.; PALEVICIUS, A.; KOLLI, L.; VILKAUSKAS, A.; JANUSAS, G. **Development and Analysis of Mechanical Properties of Caryota and Sisal Natural Fibers Reinforced Epoxy Hybrid Composites.** *Polymers*, Vol. 13, n.864, p. 1308 – 1318, 2021.

AZMAN, M. A.; ASYRAF, M. R. M.; KHALINA, A.; PETRU, M.; RUZAIDI, C. M.; SAPUAN, S. M.; WAN NIK, W. B.; ISHAK, M. R.; ILYAS, R. A.; SURIANI, M. J. **Natural Fiber Reinforced Composite Material for Product Design: A Short Review.** *Polymers*, Vol. 13, 1917, 2021.

BALLA, V.K.; KATE, K.H.; SATYAVOLU, J.; SINGH, P.; TADIMETI, J.G.D. **Additive manufacturing of natural fiber reinforced polymer composites: Processing and prospects.** *Composites Part B*, n.174, 106956, 2019.

BATU, T.; LEMU, H.G. **Investigation of mechanical properties of false banana/glass fiber reinforced hybrid composite materials.** *Results in Materials*, n. 8, 2021.

BORAZAN, A. A; ADIGUZEL, G. **Influence of the addition chestnut shell to kaolin/polyester composites.** *Journal of Engineering Research and Applied Science*, v. 7, nº 2, p. 937 – 943. ISSN 2147-3471, 2018.

CALLISTER, W. D. Jr. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução.** 8ª Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

CANDIDO, V.S. **Caracterização e propriedades de compósitos poliméricos reforçados com fibras de bagaço de cana-de-açúcar.** 189p. Tese (Doutorado em Ciências dos Materiais), Instituto Militar de Engenharia - IME, Rio de Janeiro-RJ, 2014.

CAVALCANTI, D.K.K.; BANEJA, M.D.; NETO, J.S.S.; LIMA, R.A.A.; DA SILVA, L.F.M.; CARBAS, R.J.C. **Mechanical characterization of intralaminar natural fibre-reinforced hybrid composites.** *Composites Part B*, n.175, 107149, 2019.

CHATURVEDI, R.; PAPPU, A.; TYAGI, P.; PATIDAR, R.; KHAN, A.; MISHRA, A.; GUPTA, M.K.; THAKUR, V.K. **Next-generation high-performance sustainable hybrid composite materials from silica-rich granite waste particulates and jute textile fibres in epoxy resin.** *Industrial Crops e Products*, n.177, 114527, 2022.

CHAUDHARY, V.; AHMAD, F. **A review on plant fiber reinforced thermoset polymers for structural and frictional composites.** *Polymer Testing*, n.91, 106792, 2020.

CHEGDANI, F.; MANSORI, M.E. **Mechanics of material removal when cutting natural fiber reinforced thermoplastic composites.** *Polymer Testing*, n. 67, p. 275-283, 2018.

CHEN, X.; GUO, Y.; DING, S.; ZHANG, H.; XIA, F.; WANG, J.; M. ZHOU. **Utilization of red mud in geopolymer-based pervious concrete with function of adsorption of heavy metal ions.** *J. Clean. Prod.*, n.207, p.789–800, 2019.

COSTA, D. S. **Estudo da influência de resíduos gerados pela indústria de mineração nas propriedades de compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras naturais.** 229p.

Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais - PRODERNA), Universidade Federal do Pará, Belém-PA, 2016.

COSTA , U.O.; NASCIMENTO, L.F.C.; GARCIA, J.M.; BEZERRA, W.B.A.; MONTEIRO, S.N. **Evaluation of Izod impact and bend properties of epoxy composites reinforced with mallow fibers**. Journal of Materials Research and Technology, Vol. 9, n. 01, p. 373 – 382, 2020.

CUNHA, E.J.S. **Influência do uso de resíduo do processo bayer nas propriedades térmicas e mecânicas de compósitos de base polimérica reforçados com fibra de curauá**. 152p. Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais - PRODERNA), Universidade Federal do Pará, Belém-PA, 2015.

CUNHA, J.S.C.; NASCIMENTO, L.F.C.; DA LUZ, F.S.; MONTEIRO, S.N.; LEMOS, M.F.; DA SILVA, C.G.; SIMONASSI, N.T. **Physical and Mechanical Characterization of Titica Vine (Heteropsis flexuosa) Incorporated Epoxy Matrix Composites**. Polymers, Vol. 13, 4079, 2021a.

CUNHA, J.S.C.; OLIVEIRA NETO, H.E.; GIACON, V.M.; MANZATO, L.; SILVA, C.G. **Study of mechanical and thermal properties of Amazon fibers on the polymeric biocomposites: Mallow and Tucum**. Fibers Polym., Vol.22, p.3203–3211, 2021b.

DHAKAL, H. N.; ZHANG, Z. Y.; RICHARDSON, M. O. W. **Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites**. Composites Science and Technology, v. 67, p. 1674-1683, 2007.

DING , C.; ZHANG, Y.; ZHANG, N.; DI , X.; LI , Y.; ZHANG, Y. **A new insight into utilization of red mud in poly(vinyl chloride) composites via surface modification and toughening modulation to attain performance optimization**. Construction and Building Materials, n.333, 127340, 2022.

DIXIT, A.; DU, H.; PANG S.D. **Marine clay in ultra-high performance concrete for filler substitution**. Construction and Building Materials, n. 263, 120250, 2020.

DOBAH, Y.; BOURCHAK, M.; BEZAZI, A.; BELAADI, A.; SCARPA, F. **Multi-axial mechanical characterization of jute fiber/polyester composite materials**. Composites Part B, n. 90, p.450 - 456, 2016.

EFENDY, M.G.A.; PICKERING, K.L. **Comparison of strength and Young modulus of aligned discontinuous fibre PLA composites obtained experimentally and from theoretical prediction**. Composite Structures. n.208, p.566-573, 2019.

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). 150p. Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais - PRODERNA), Universidade Federal do Pará, Belém-PA, 2017.

FACCA, A.G.; KORTSCHOT, M.T.; YAN, N. **Predicting the elastic modulus of natural fibre reinforced thermoplastics**. Compos A Appl Sci Manuf., n.37, p.1660-1671, 2006.

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

FIDELIS, M.E.A.; PEREIRA, T.V.C.; GOMES, O.F.M.; SILVA, F.A.; FILHO, R.D.T. **The effect of fiber morphology on the tensile strength of natural fibers**. Journal of Materials Research and Technology, Vol. 2, n.02, p.149–157, 2013.

FIDELIS, M.E.A.; FILHO, R.D.T.; SILVA, F.A.; MOBASHER, B.; MÜLLER, S.; MECHTCHERINE, V. **Interface characteristics of jute fiber systems in a cementitious matrix**. Cement and Concrete Research, Vol. 116, p.252–265, 2019.

FILHO, G.C.O.; MOTA, R.C.S.; CONCEIÇÃO, A.C.R.; LEÃO, F; FILHO, O.O.A. **Effects of hybridization on the mechanical properties of composites reinforced by piassava fibers tissue**. Composites Part B, n.162, p. 73-79, 2019.

FRAGASSA, C.; PAVLOVIC, A.; SANTULLI, C. **Mechanical and impact characterisation of flax and basalt fibre vinylester composites and their hybrids**. Composites Part B. Vol. 137, p.247 – 259, 2018.

FU, S.Y.; FENG, X.Q.; LAUKE, B.; MAI, Y.W. **Effects of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate-polymer composites**. Composite: Part B., n.39, p.933-961, 2008.

GOOGLE EARTH, Imagem da Refinaria de alumina e de caulim em Barcarena, Pará, 2021, acesso em novembro de 2021.

HALPIN, J.C. **Effects of environmental factors on composite materials**. DTIC Document 1969.

HIND, A. R.; BHARGAVA, S. K.; GROCCOTT, S. C. **The surface chemistry of Bayer process solids: a review**. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, vol. 146, nº 1-3, p. 359-374, 1999.

KHAIRUL, M.A.; ZANGANEH, J.; MOGHTADERI, B. **The composition, recycling and utilisation of Bayer red mud**. Resour. Conserv. Recycl., n.141, p.483–498, 2019.

KOMURAIHAH, A.; KUMAR, N.; PRASAD, B.D. **Chemical Composition of Natural Fibers and its Influence on THEIR Mechanical Properties**. Mechanics of Composite Materials, Vol. 50, No. 3, 2014.

KUCUKDOGAN, N.; AYDIN, L.; SUTCU, M. **Theoretical and empirical thermal conductivity models of red mud filled polymer composites**. Thermochemica, Vol. 665, p. 76-84, 2018.

LAU, K.; HUNG, P.; ZHU, M.; HUI, D. **Properties of natural fibre composites for structural engineering applications**. Composites Part B, n.136, p.222 - 233, 2018.

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

LI, M.; PU, Y.; THOMAS, V.M.; YOO, C.G.; OZCAN, S.; DENG, Y.; NELSON, K.; RAGAUSKAS, A.J. **Recent advancements of plant-based natural fiber reinforced composites and their applications**. Composites Part B, n.200, 108254, 2020.

LIMA, M.S.S.; THIVES, L.P. **Evaluation of red mud as filler in Brazilian dense graded asphalt mixtures**. Construction and Building Materials, n. 260, 119894, 2020.

LIU, R.X.; POON, C.S. **Utilization of red mud derived from bauxite in self-compacting concrete**. Journal of Cleaner Production, Vol. 112, p. 384-391, 2016.

LUZ, F.S.; CANDIDO, V.S.; SILVA, A.C.R.; MONTEIRO, S.N. **Thermal Behavior of Polyester Composites Reinforced with Green Sugarcane Bagasse Fiber**. JOM, n.70(10), p. 1965-1971, 2018.

MA, H.; SUN, Z.; WEI, J.; ZHANG, X.; ZHANG, L. **Utilization of Modified Red Mud Waste from the Bayer Process as Subgrade and Its Performance Assessment in a Large-Sale Application**. Coatings, Vol. 12, n. 471, 2022.

MADSEN, B. **Properties of plant fibre yarn polymer composites – An experimental study**. 218 p. Tese (Danish Ph. D.) – Technical University of Denmark, Denmark, 2004.

MADSEN, B.; THYGESEN, A.; LILHOLT, H. **Plant fibre composites – porosity and stiffness**. Composites Science and Technology, n.69, p.1057-1069, 2009.

MAHESH, V.; JOLADARASHI, S.; KULKARNI, S.M. **An experimental investigation on low-velocity impact response of novel jute/rubber flexible bio-composite**. Compos. Struct., n.225, 111190, 2019.

MAIA, A. A. B. **Desenvolvimento do processo de síntese da zeólita A e da sodalita a partir de rejeitos de caulim da Amazônia com aplicações de adsorção**. 127p. Tese de doutorado em Geoquímica e Petrologia - Programa de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica, Universidade Federal do Pará, Belém-PA, 2011.

MAIA, A.A.B.; DIAS, R.F.; ANGÉLICA, R.S.; NEVES, R.F. **Influence of an aging step on the synthesis of zeolite NaA from Brazilian Amazon kaolin waste**. J Mater Res Technol, n.8(3), p.2924 - 2929, 2019.

MARGEM, J.I. **Estudos das características estruturais e propriedades de compósitos poliméricos reforçados com fibras de malva**. 139p. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais), Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes-RJ, 2013.

MARGEM, J.I.; MONTEIRO, S.N.; GOMES, V.A.; MARGEM, M.R.; MARGEM F.M. **Pullout tests behavior of epoxy matrix reinforced with malva fibers**. In: Characterization of minerals, metals, and materials. Cham: Springer;. p. 457–63, 2015.

MARINUCCI, G. **Materiais compósitos poliméricos: fundamentos e tecnologia**. São Paulo: Artliber, 2011.

MASLINDA, A.B.; ABDUL MAJID, M.S.; RIDZUAN, M.J.M.; AFENDI, M.; GIBSON, A.G. **Effect of water absorption on the mechanical properties of hybrid interwoven cellulosic-cellulosic fibre reinforced epoxy composites**. *Composite Structures*, Vol.167, p.227–237, 2017.

MENDONÇA, P. T. R. **Materiais Compósitos e Estruturas Sanduiche – Projeto e Análise**. 2ª Ed. Santa Catarina: Orsa maggiore, 2019.

MENEZES, R. A.; PAZ, S. P. A.; ANGÉLICA, R. S.; NEVES, R. F.; NEUMANN, R.; FAULSTICH, F. R. L.; Pergher, S. B. C. **Synthesis of ultramarine pigments from Na-A zeolite derived from kaolin waste from the Amazon**. *Clay Minerals*, 52(01), p. 83–95, 2017.

MOHMED, Jabbar H. **Evaluation the Mechanical Properties of Kaolin Particulate Reinforced Epoxy Composites**. *Al-Khwarizmi Engineering Journal*, v.14, n°1, p.29-38, 2018.

MOHAMMED, L.; ANSARI, M. N. M.; PUA, G.; JAWAID, M.; ISLAM, M.S. **A Review on Natural Fiber Reinforced Polymer Composite and Its Applications**. *International Journal of Polymer Science*, p.1-15, 2015.

MORAES, Y.M.; RIBEIRO, C.G.D.; FERREIRA, C.L.; LIMA, E.S.; MARGEM, J.I.; NASCIMENTO, L.F.C. **Mechanical behavior of mallow fabric reinforced polyester matrix composites**. *J Mater Res Technol*, n.7(4), p.515 - 519, 2018.

MOREIRA, W. **Materiais 1-2**. Em: **Compósitos I: Materiais, Processos, Aplicações, Desempenhos e tendências**. ABMACO, 2008.

NASCIMENTO, L.F.C. **Caracterização do compósito epóxi-fibra de malva para emprego em blindagem balística multicamada**. 179p. Tese (Doutorado em Ciências dos Materiais), Instituto Militar de Engenharia - IME, Rio de Janeiro-RJ, 2017a.

NASCIMENTO, L.F.C.; LOURO, L.H.L.; MONTEIRO, S.N.; LIMA JR., E.P.; LUZ, F.S. **Mallow Fiber-Reinforced Epoxy Composites in Multilayered Armor for Personal Ballistic Protection**. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, Vol. 69, n.10, p. 2052 – 2057, 2017b.

NAVEEN, J.; JAWAID, M.; ZAINUDIN, E.S.; SULTAN, M.T.H.; YAHAYA, R. **Mechanical and moisture diffusion behaviour of hybrid Kevlar/Cocos nucifera sheath reinforced epoxy composites**. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, Vol. 8, n.1, p. 1308 – 1318, 2019.

NBR NM 52 - 2009 "**Agregado miúdo - Determinação da massa específica e massa específica aparente**", Associação Brasileira de Norma Técnica - ABNT.

NBR 12766 – 1992 "**Rochas para revestimento – Determinação da massa específica aparente, porosidade aparente e absorção d'água aparente**". Associação Brasileira de Norma Técnica – ABNT

NURAZZI, N. M.; KHALINA, A.; CHANDRASEKAR, M.; AISYAH, H.A.; RAFIQAH, S. A.; ILYAS, R.A.; HANAFEE, Z.M. **Effect of fiber orientation and fiber loading on the mechanical and thermal properties of sugar palm yarn fiber reinforced unsaturated polyester resin composites.** Polimery, Vol. 2, n. 65, 2020.

OMRANI, E.; MENEZES, P. L. ; ROHATGI, P. K. **State of the art on tribological behavior of polymer matrix composites reinforced with natural fibers in the green materials world.** Engineering Science and Technology, an International Journal, n.19, p. 717–736, 2016.

PICKERING, K.L.; ARUAN EFENDY, M.G.; LE, T.M. **Review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance.** Composites: Part A, n.83, p.98–112, 2016.

PINHEIRO, D.R.; NEVES, R.F.; PAZ, S.P.A. **A sequential Box-Behnken Design (BBD) and Response Surface Methodology (RSM) to optimize SAPO-34 synthesis from kaolin waste.** Microporous and Mesoporous Materials, Vol. 323, 111250, 2021.

PINHEIRO, M.A.; GOMES, L.G.; DA SILVA, A.C.R.; CANDIDO, V.S.; REIS, R.H.M.; MONTEIRO, S.N. **Guaruman: a natural amazonian fibers with potential for polymer composite reinforcement.** Materials Research. Vol. 22, p.1-8, 2019.

PIRES, E.N. **Efeito do tratamento de superfície em fibras de juta no comportamento mecânico de compósitos de matriz epóxi.** 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2009.

PRABU, V.A., JOHNSON, R.D.J., AMUTHAKKANNAN, P., MANIKANDAN. **Usage of industrial wastes as particulate composite for environment management: hardness, Tensile and Impact studies.** J. Environ. Chem. Eng., n.5, p.1289-1301, 2017.

PRABU, A.; UTHAYAKUMAR, M.; MANIKANDAN, V.; RAJINI, N.; JEYARAJ, P. **Influence of red mud on the mechanical, damping and chemical resistance properties of banana/polyester hybrid composites.** Materials and Design, n.64, p.270–279, 2014.

QIU, L.; PHULE, A.D.; HAN, Y.; WEN, S.; ZHANG, Z.X. **Thermal aging, physico-mechanical, dynamic mechanical properties of chlorinated polyethylene/red mud composites.** Polymer Composites, n. 41, p.4740-4749, 2020.

RAJU, B.; HIREMATH, S.R.; MAHAPATRA, D.R. **A review micromechanics based models for effective elastic properties of reinforced polymer matrix composites.** Composite Structures, n. 204, p. 607-619, 2018.

R CORE TEAM (2020). **R: A language and environment for statistical computing.** R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. URL <https://www.R-project.org/>.

REIS, R.H.M.; FILHO, F.C.G.; NUNES, L.F.; CANDIDO, V.S.; SILVA, A.C.R.; MONTEIRO, S.R. **Impact Resistance of Epoxy Composites Reinforced with Amazon Guaruman Fiber: A Brief Report.** Polymers, n.13(14), 2264, 2021.

RIBEIRO, M. M. **Comportamento em tração / flexão e aspecto fractográfico de matriz poliéster com pó de aerossil e de madeira com a inclusão de fibras curtas de sisal e juta.** 198p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia de Mecânica, Universidade Federal de Pará. Belém-PA, 2015.

RIBEIRO, M.M.; PINHEIRO, M.A.; RODRIGUES, J.D.S.; RAMOS, R.P.B.; CORRÊA, A.D.C.; MONTEIRO, S.N.; DA SILVA, A.C.R.; CANDIDO, V.S. **Comparison of Young's Modulus of Continuous and Aligned Lignocellulosic Jute and Mallow Fibers Reinforced Polyester Composites Determined both Experimentally and from Theoretical Prediction Models.** *Polymers*, n.14, 401, 2022.

RODRIGUES, J. S. **Estudo da técnica de infusão de resina aplicada à fabricação de compósitos de matriz poliéster reforçados por fibras naturais da Amazônia.** 177 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Recurso Naturais) - Universidade Federal do Pará, Belém, 2014.

ROHIT, K.; DIXIT, S. **A review—future aspect of natural fiber reinforced composite.** *Polym. Renew. Resour.*, n.7, p. 43–60, 2016.

RSTUDIO TEAM. **RStudio: Integrated Development Environment for R.** Boston, MA: **RStudio, Inc.**, 2020. Disponível em: <http://www.rstudio.com/>.

SABA, N.; JAWAID, M.; ALOTHMAN, O.Y.; PARIDAH, M.T. **A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites.** *Construction and Building Materials*, n.106, p.149–159, 2016.

SANJAY, M.R.; MADHU, P.; JAWAID, M.; SENTHAMARAIKANNAN, P.; SENTHIL, S.; PRADEEP, S. **Characterization and properties of natural fiber polymer composites: A comprehensive review.** *Journal of Cleaner Production*, n.172, p. 566 – 581, 2018.

SANJAY, M.R.; YOGESHA, B. **Studies on hybridization effect of jute/kenaf/E-glass woven fabric epoxy composites for potential applications: Effect of laminate stacking sequences.** *Journal of industrial textiles*, Vol. 47, n.7, p.1830–1848, 2018b.

SANTOS, A.J.G. **Caracterização de material compósito incorporado com fibras de bambu (*Bambusa vulgaris*) e resíduos sólidos industriais para utilização como componente estrutural para a construção Civil.** 178p. Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais - PRODERNA), Universidade Federal do Pará, Belém-PA, 2020.

SANTOS, P.R.; STOCHERO, N.P.; MARANGON, E.; TIER, M.D. **Mechanical and thermal behavior of kaolin/rice-husk ash matrix composites reinforced with corrugated steel fibers.** *Ceramics International*, Vol. 44, p. 14291-14296, 2018.

SARDE, B.; PATIL, Y.; DHOLAKIYA, B.; PAWAR, V. **Effect of calcined kaolin clay on mechanical and durability properties of pet waste-based polymer mortar composites.** *Construction and Building Materials*, n. 318, 126027, 2022.

SEPE, R.; BOLLINO, F.; BOCCARUSSO, L.; CAPUTO, F. **Influence of chemical treatments on mechanical properties of hemp fiber reinforced composites.** *Composites Part B*, n.133, p. 210-217, 2018.

SARI, N.H.; SUTEJA, S.; FUDHOLI, A.; ZAMZURIADI, A.; SULISTYOWATI, E.D.; PANDIATMI, P.; SINAREP, S.; ZAINURI, A. **Morphology and mechanical properties of coconut shell powder-filled untreated cornhusk fibre-unsaturated polyester composites.** *Polymer*, n. 222, 2021.

SILVA, G.; KIM, S.; BERTOLOTTI, B.; NAKAMATSU, J.; AGUILAR, R. **Optimization of a reinforced geopolymer composite using natural fibers and construction wastes.** *Journal of Cleaner Production*, n. 258, 119697, 2020.

SILVA FILHO, S. H. **Utilização de rejeitos de Caulins na Síntese de Zeólita A.** 2014. 64 p. Dissertação (Mestrado em Química), Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal, 2014.

SINGH, G.; KUMAR, H.; SINGH S. **Performance evaluation-PET resin composite composed of red mud, fly ash and silica fume.** *Journal of Clean Production*, n.214, p.527-538, 2019.

SOUZA, A.T.; JUNIO, R.F.P.; NEUBA, L.M.; CANDIDO, V.S.; SILVA, A.C.R.; AZEVEDO, A.R.G.; MONTEIRO, S.R.; NASCIMENTO, L.F.C. **Caranan Fiber from *Mauritiella armata* Palm Tree as Novel Reinforcement for Epoxy Composites.** *Polymers*, n.12(9), 2037, 2020.

SOUZA, G. Q.; SILVA, A. F. B.; FUJIYAMA, R. T. **Comparação da resistência mecânica de fibras naturais para emprego em materiais de engenharia.** In: XII Congresso Nacional de Estudantes de Engenharia Mecânica - Ilha Solteira - SP . 22 a 26 de agosto de 2005.

STOJCEVSKI, F.; HILDITCH, T.; HENDERSON, L. C. **A modern account of Iosipescu testing.** *Composites: Part A*, n.107, p.545–554, 2018.

SUDHIR, M.R.; BEULAH, M.; SASHA RAI, P.; GAYATHRI, G. **A microstructure exploration and compressive strength determination of red mud bricks prepared using industrial wastes.** *Materials Today: Proceedings*, Vol. 46, p. 163-169, 2021.

SUJON, M.A.S.; HABIB, M. A.; ABEDIN, V. **Experimental investigation of the mechanical and water absorption properties on fiber stacking sequence and orientation of jute/carbon epoxy hybrid composites.** *Journal of Materials Research and Technology*, Vol. 9, n.05, p.1097049–10981, 2020.

SUN , Q.; LIU , J.; CHENG , H.; MOU , Y.; LIU , J.; PENG, Y.; CHEN, M. **Fabrication of 3D structures via direct ink writing of kaolin/graphene oxide composite suspensions at ambient temperature.** *Ceramics International*, Vol. 45, n.18972-18979, 2019.

SURESH, A.; JAYAKUMAR, L.; DEVARAJU, A. **Investigation of mechanical and wear characteristic of Banana/Jute fiber composite.** *Materials Today: Proceedings*, n.39, p.324–330, 2021.

TANGUY, M.; BOURMAUD, A.; BEAUGRAND, J.; GAUDRY, T.; BALEY, C. **Polypropylene reinforcement with flax or jute fibre; Influence of microstructure and constituents properties on the performance of composite.** *Composites Part B*, n.139, p.64-74, 2018.

TEZARA, C.; HADI, A.E.; SIREGAR, J.P.; MUHAMAD, Z.; OHAMMAD HAZIM MOHAMAD HAMDAN, M.H.M; OUMER, A.N.; JAAFAR, J.; IRAWAN, A.P.; RIHAYAT, T.; FITRIYANA D.F. **The Effect of Hybridisation on Mechanical Properties and Water Absorption Behaviour of Woven Jute/Ramie Reinforced Epoxy Composites.** *Polymers*, Vol. 13, n.2964, 2021.

THIAGAMANI, S.M.K.; KRISHNASAMY, S.; MUTHUKUMAR, C.; TENGSUTHIWAT, J.; NAGARAJAN, R.; SIENGCHIN, S.; ISMAIL, S.O. **Investigation into mechanical, absorption and swelling behaviour of hemp/sisal fibre reinforced bioepoxy hybrid composites: Effects of stacking sequences.** *International Journal of Biological Macromolecules*. Vol.140, p.637 - 646, 2019.

TORRES, J.P.; VANDI, L.J.; VEIDT, M.; HEITZMANN. **The mechanical properties of natural fibre composite laminates: A statistical study.** *Composites Part B*, n.98, p.99-104, 2017.

VAISANEN, T.; DAS, O.; TOMPPO, L. **A review on new bio-based constituents for natural fiber-polymer composites.** *Journal of Clean Production*, n.149, p.582-596, 2017.

VIGNESH, V.; BALAJI, A.N.; NAGAPRASAD, N.; SANJAY, M.R.; KHAN, A.; ASIRI, A.M.; ASHRAF, G.M.; SIENGCHIN, S. **Indian mallow fiber reinforced polyester composites: mechanical and thermal properties.** *Journal of Materials Research and Technology*, n.11, p.274-284, 2021.

VIGNESHWARAN, S.; UTHAYAKUMAR, M.; ARUMUGAPRABU, V. **Development and sustainability of industrial waste-based red mud hybrid composites.** *Journal of Cleaner Production*, n.230, p.862 - 868, 2019.

VIGNESHWARAN, S.; UTHAYAKUMAR, M.; ARUMUGAPRABU, V. **Potential use of industrial waste-red mud in developing hybrid composites: A waste management approach.** *Journal of Cleaner Production*, n.276, 124278, 2020.

WANG, C.; LI, Z.; ZHOU, Z.; GAO, Y.; ZHANG, J. **Compatibility of different fibres with red mud-based geopolymer grouts.** *Construction and Building Materials*, n. 315, 125742, 2022a.

WANG, Y.; ZHANG, Z.; LIU, M.; HE, Y.; LI, P.; YUAN, J.; YANG, M. **Effects of rod-like attapulgite and lamellar kaolin reinforcement on the tribological behavior of PBO textile-resin composite liner.** *Tribology International*, p.29, 2022b.

WANG, W.; CHEN, W.; LIU, H.; HAN, C. **Recycling of waste red mud for production of ceramic floor tile with high strength and lightweight.** *Journal of Alloys Compounds*, Vol. 748, p. 876-881, 2018.

YAN, L.; KASAL, B.; HUANG, L. **A review of recent research on the use of cellulosic fibres, their fibre fabric reinforced cementitious, geo-polymer and polymer composites in civil engineering.** *Composite Part B*, n.92, p.94-132, 2016.

YILMAZ, C.; AKALIN, C.; GUNAL, I.; CELIK, H.; BUYUK, M.; SULEMAN, A.;

YILDIZ, M. **A hybrid damage assessment for E-and S-glass reinforced laminated composite structures under in-plane shear loading.** *Composite Structures*, n.186, p.347-354, 2018.

YOON, K.; JUNG, J.M.; CHO, D.W.; TSANG, D.C.W.; KWON, E.E.; SONG, H. **Engineered biochar composite fabricated from red mud and lipid waste and synthesis of biodiesel using the composite.** *Journal of Hazardous Materials*, n. 366, p.293-300, 2019.

YORSENG, K.; RANGAPPA, S.M.; PULIKKALPARAMBIL, H.; SIENGCHIN, S.; PARAMESWARANPILLAI, J. **Accelerated weathering studies of kenaf/sisal fiber fabric reinforced fully biobased hybrid bioepoxy composites for semi-structural applications: Morphology, thermo-mechanical, water absorption behavior and surface hydrophobicity.** *Construction and Building Materials*, n.235, p.117464, 2020.

ZHANG, J.; LI, P.; LIANG, M.; JIANG, H.; YAO, Z.; ZHANG, X.; YU, S. **Utilization of red mud as an alternative mineral filler in asphalt mastics to replace natural limestone powder.** *Construction and Building Materials*, n. 237, 117821, 2020a.

ZHANG, J.; YAO, Z.; WANG, K.; WANG, F.; JIANG, H.; LIANG, M.; WEI, J.; AIREY, G. **Sustainable utilization of bauxite residue (Red Mud) as a road material in pavements: A critical review.** *Construction and Building Materials*, n. 270, 121419, 2021a.

ZHANG, L.; ZHENG, Y.; WEI, P.; DIAO, Q.; YIN, Z. **Nanoscale mechanical behavior of kaolinite under uniaxial strain conditions.** *Applied Clay Science*, n. 201, 105961, 2021b.

ZHANG, Y.; ZHANG, A.; ZHEN, Z.; LV, F.; CHU, P.K.; JI, J. **Red mud/polypropylene composite with mechanical and thermal properties.** *Journal of composites materials*, n. 45, p.2811-2816, 2011.

ZHANG, Z.; CAI, S.; LI, Y.; WANG, Z.; LONG, Y.; YU, T.; SHEN, T. **High performances of plant fiber reinforced composites—A new insight from hierarchical microstructures.** *Composites Science and Technology*, n.194, 108151, 2020b.

APÊNDICE

APÊNDICE A

GRÁFICOS COMPARATIVOS DOS RESULTADOS OBTIDOS NO ENSAIO DE TRAÇÃO DOS MATERIAIS COMPÓSITOS COM INSERÇÃO DE RESÍDUO DE LAMA VERMELHA

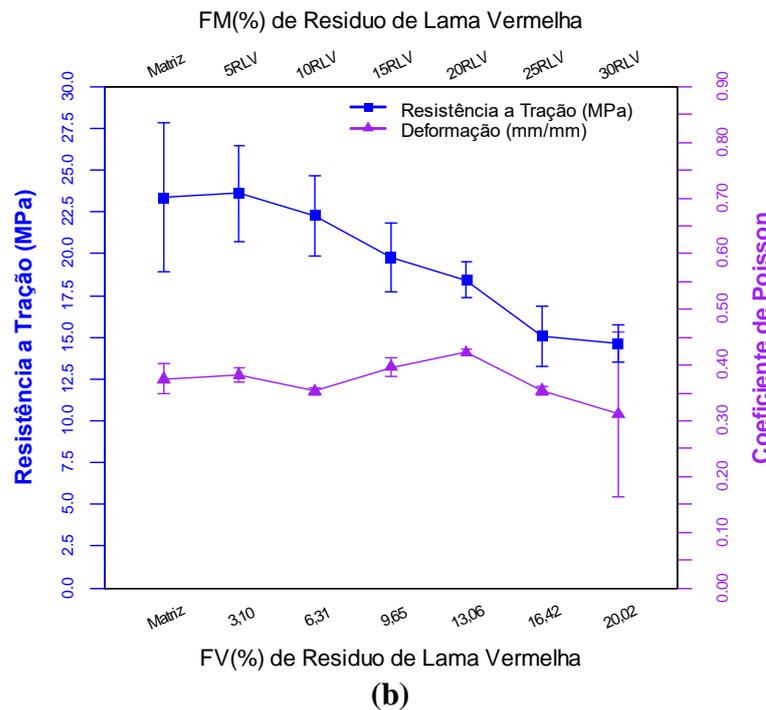
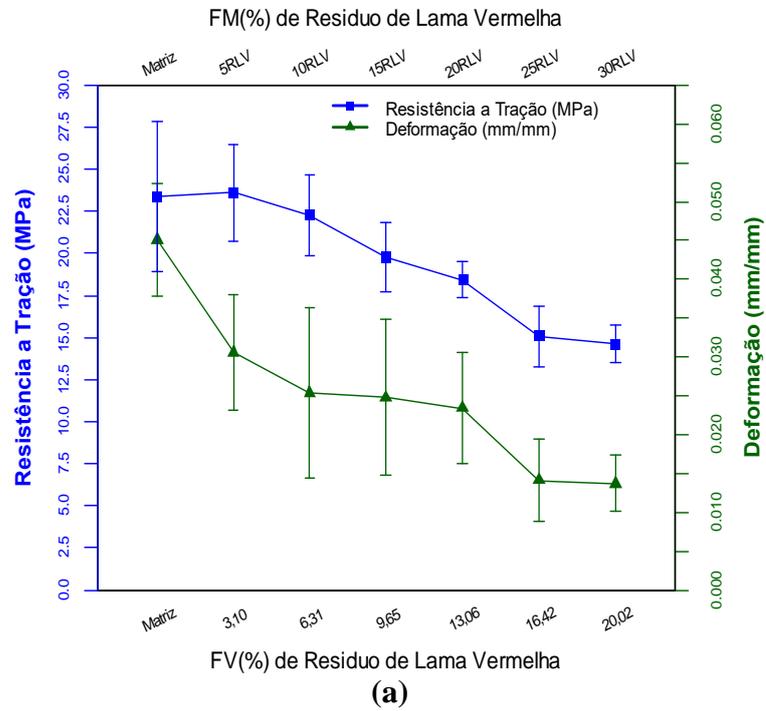
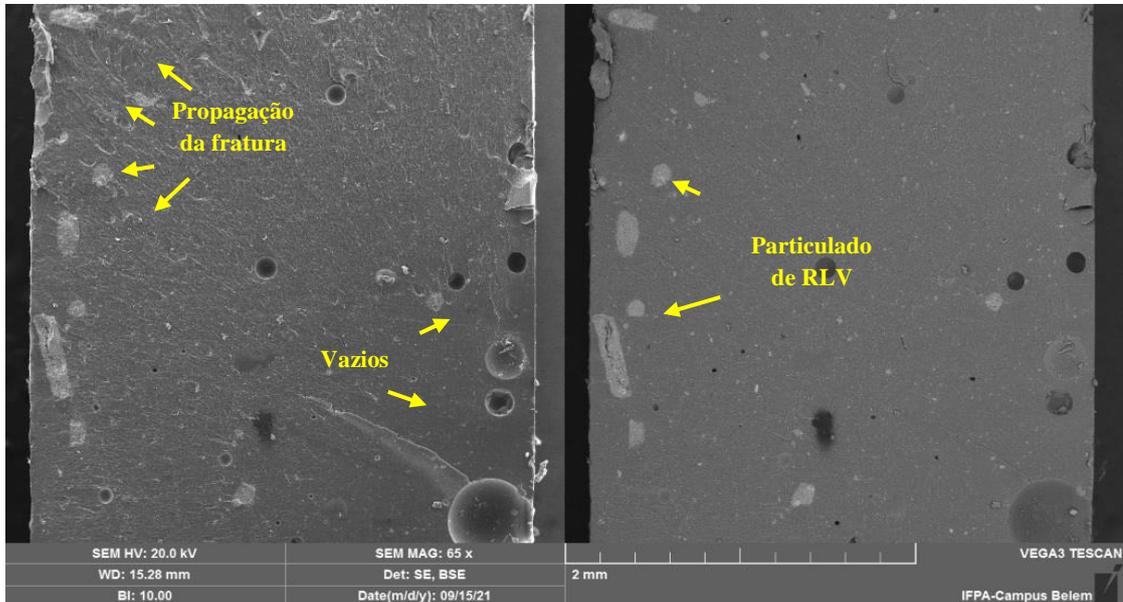


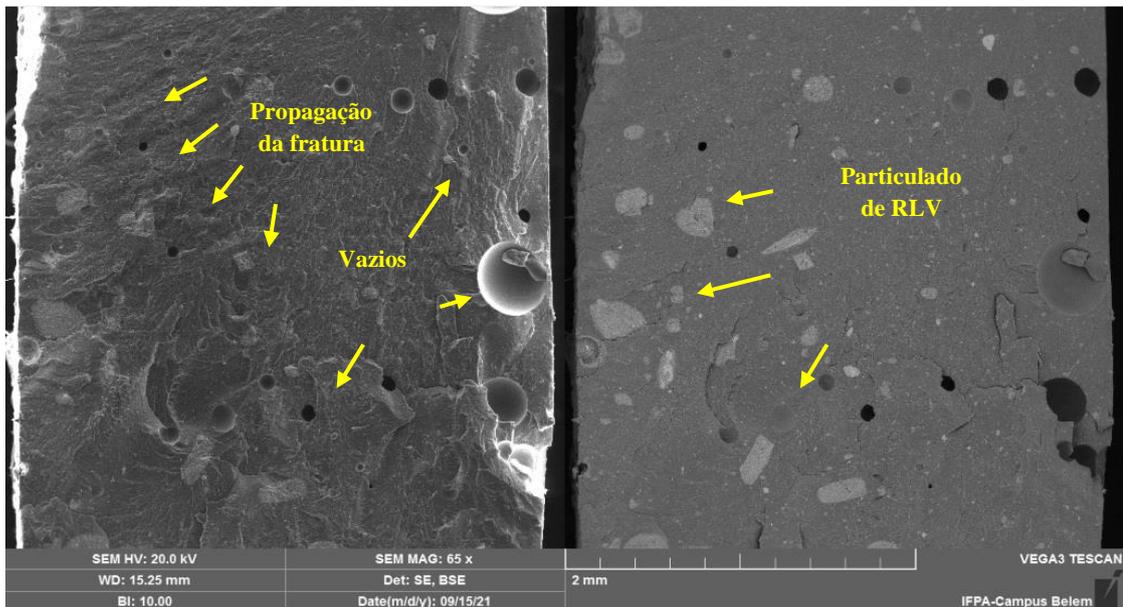
Figura A – Gráficos comparativo entre as propriedades mecânicas na tração para os compósitos com RLV. (a) Resistências a tração versus deformação e (b) resistências a tração versus coeficiente de Poisson.

APÊNDICE B

MICROGRAFIAS DAS SUPERFÍCIES FRATURADAS POR MEV DOS MATERIAIS COMPOSTOS COM INSERÇÃO DE RESÍDUO DE LAMA VERMELHA APÓS ENSAIO DE TRAÇÃO

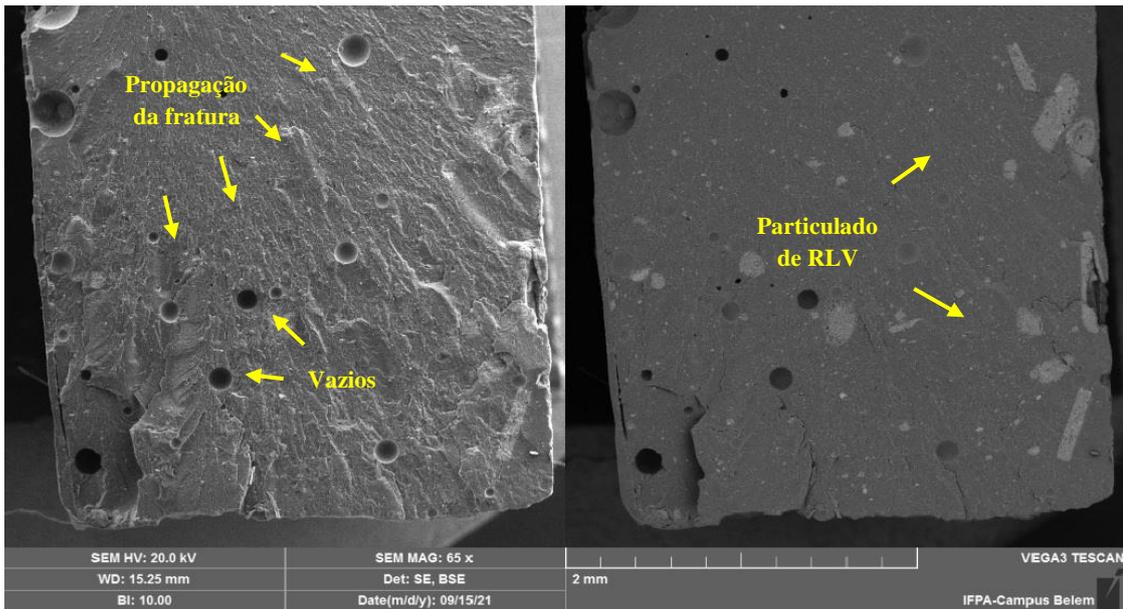


(a)

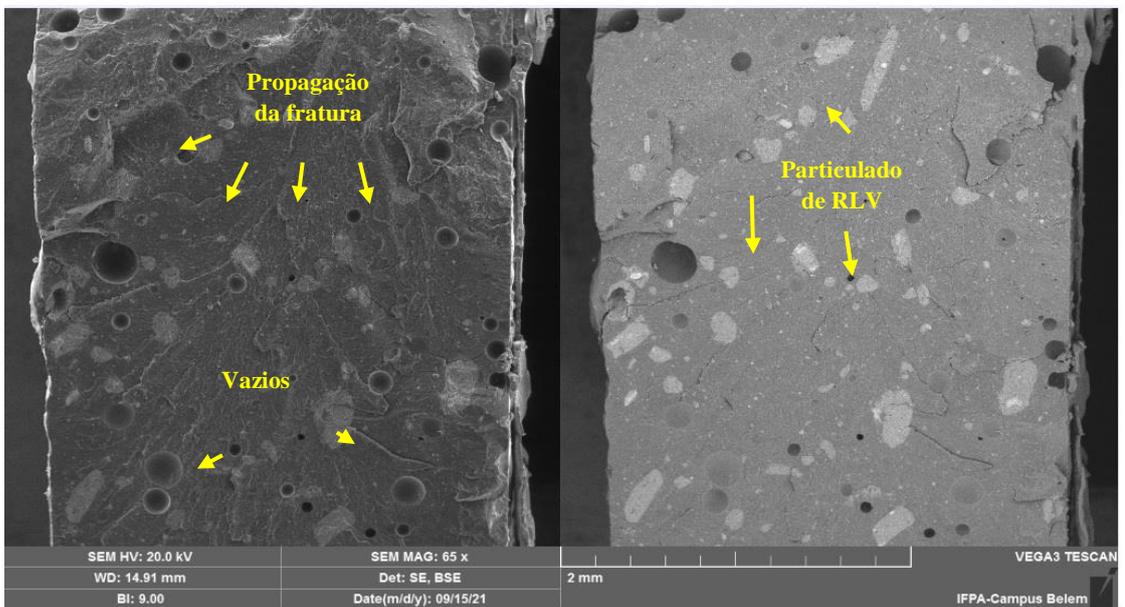


(b)

Figura B1 – Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha com 10% (a) e 15% (b) em massa. 65x.



(a)



(b)

Figura B2 – Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos com inserção de resíduo de lama vermelha com 20% (a) e 25% (b) em massa. 65x.

APÊNDICE C

GRÁFICOS COMPARATIVOS DOS RESULTADOS OBTIDOS NO ENSAIO DE TRAÇÃO DOS MATERIAIS COMPOSTOS COM INSERÇÃO DE RESÍDUO DE CAULIM

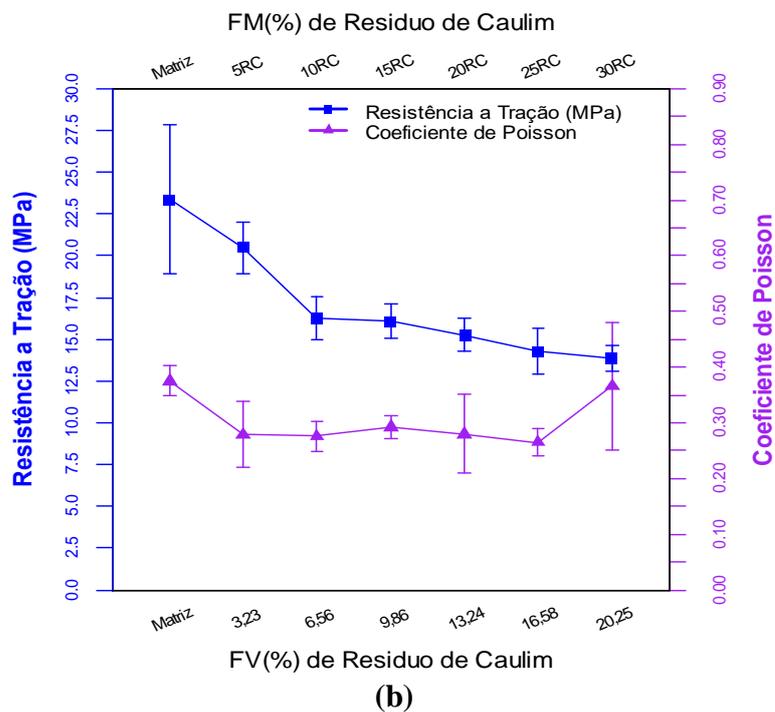
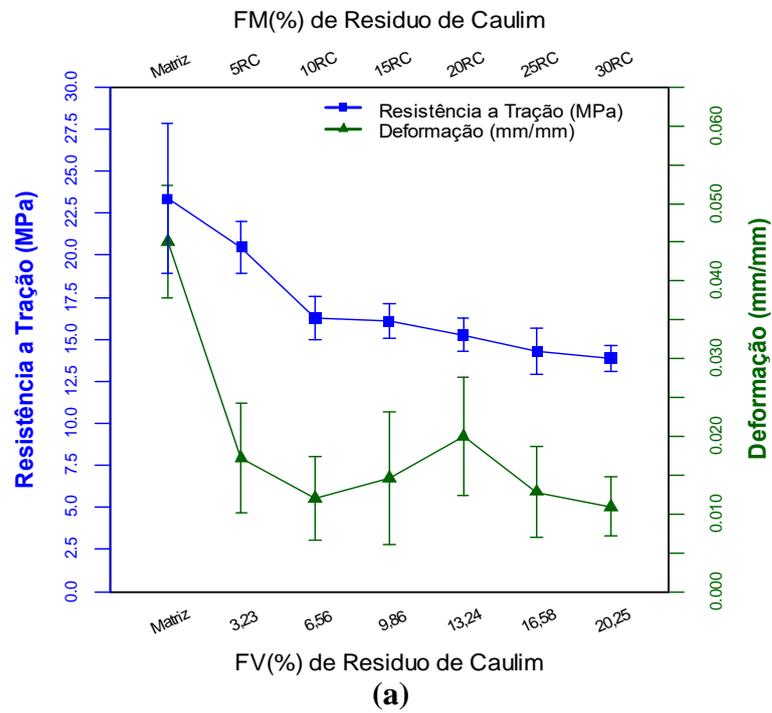


Figura C – Gráficos comparativo entre as propriedades mecânicas na tração para os compostos com RC. (a) Resistências a tração versus deformação e (b) resistências a tração versus coeficiente de Poisson.

APÊNDICE D

MICROGRAFIAS DAS SUPERFÍCIES FRATURADAS POR MEV DOS MATERIAIS COMPOSTOS COM INSERÇÃO DE RESÍDUO DE CAULIM APÓS ENSAIO DE TRAÇÃO

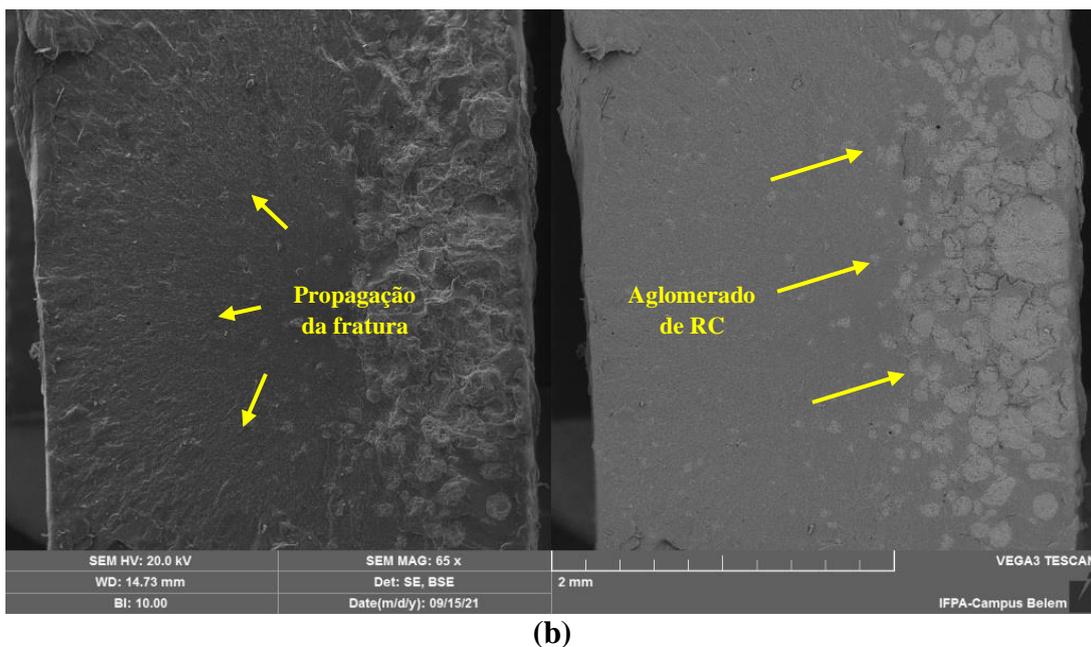
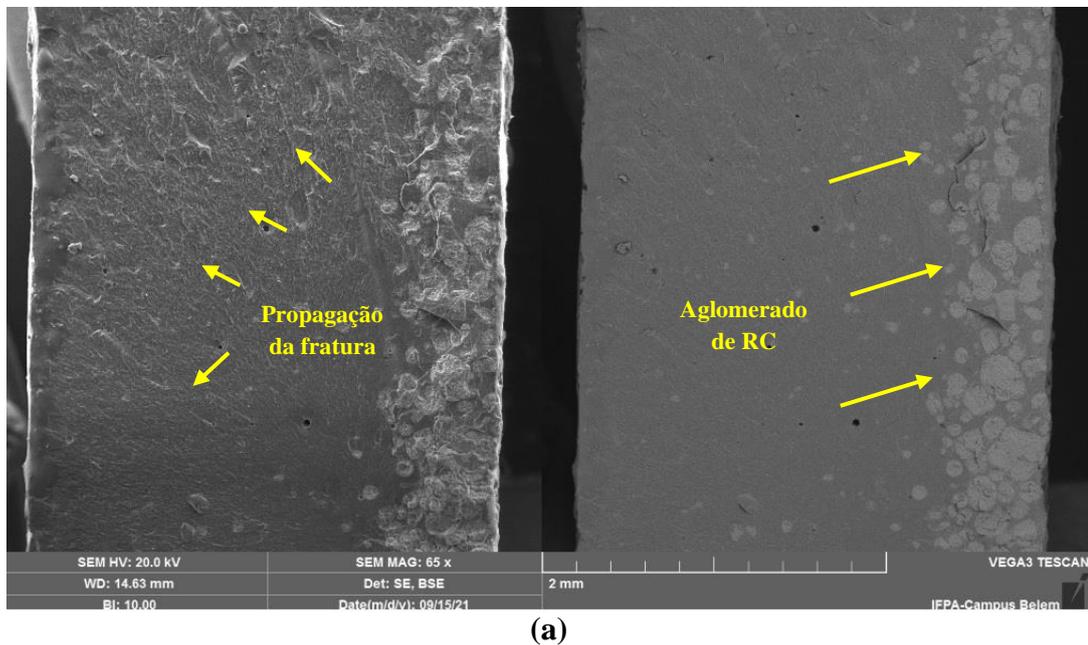
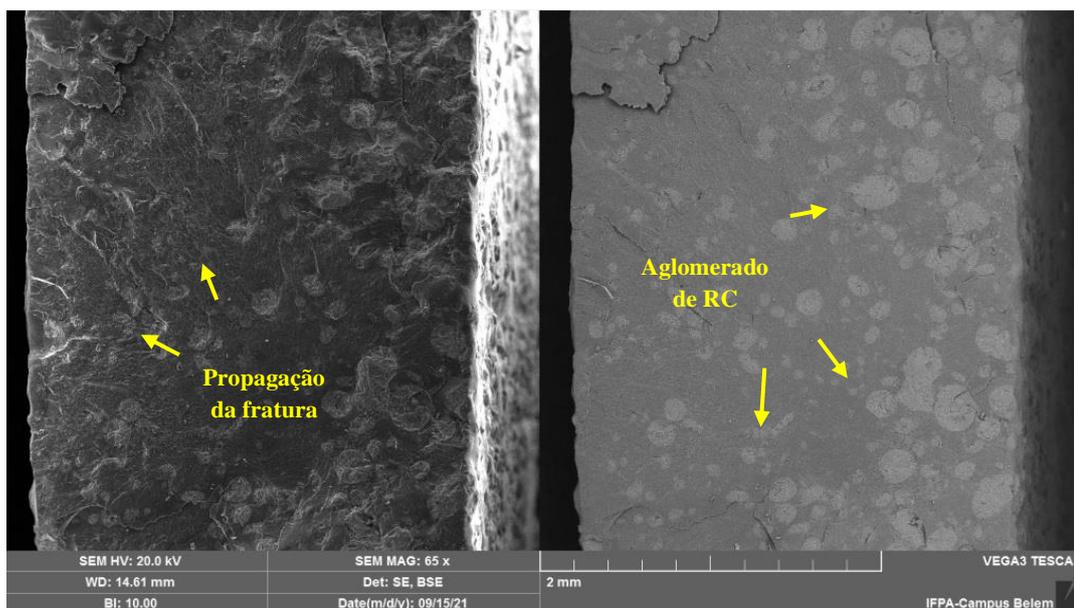
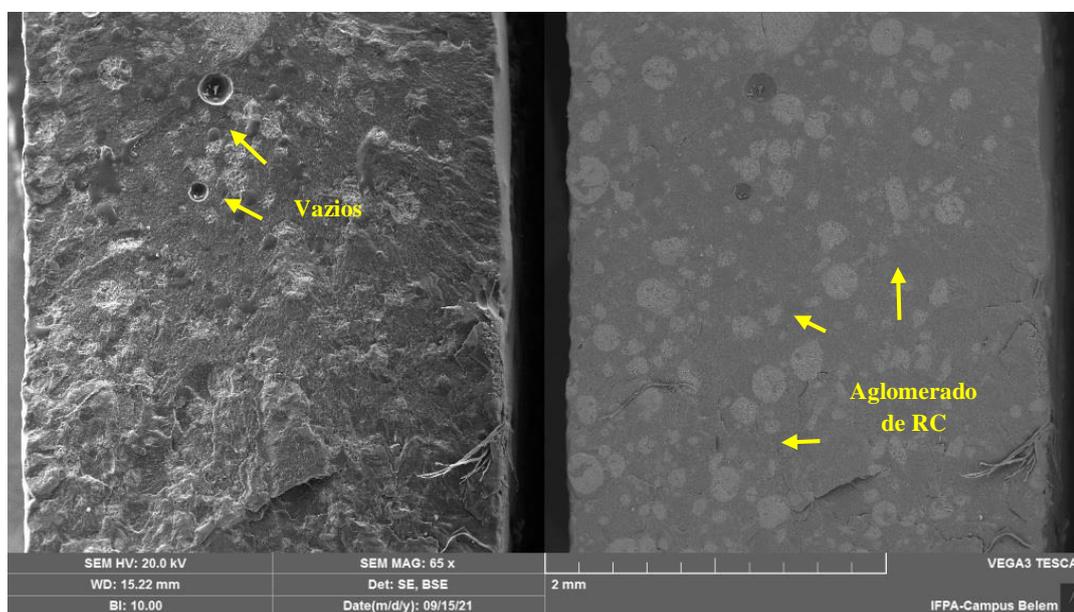


Figura D1 – Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compostos com inserção de resíduo de caulim com 10% (a) e 15% (b) em massa. 65x.



(a)



(b)

Figura D2 – Micrografias obtidas por MEV das amostras, após ensaio de tração, dos compósitos com inserção de resíduo de caulim com 20% (a) e 25% (b) em massa. 65x.

APÊNDICE E

GRÁFICOS COMPARATIVOS DOS RESULTADOS OBTIDOS NO ENSAIO DE TRAÇÃO DOS MATERIAIS COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRAS DE JUTA

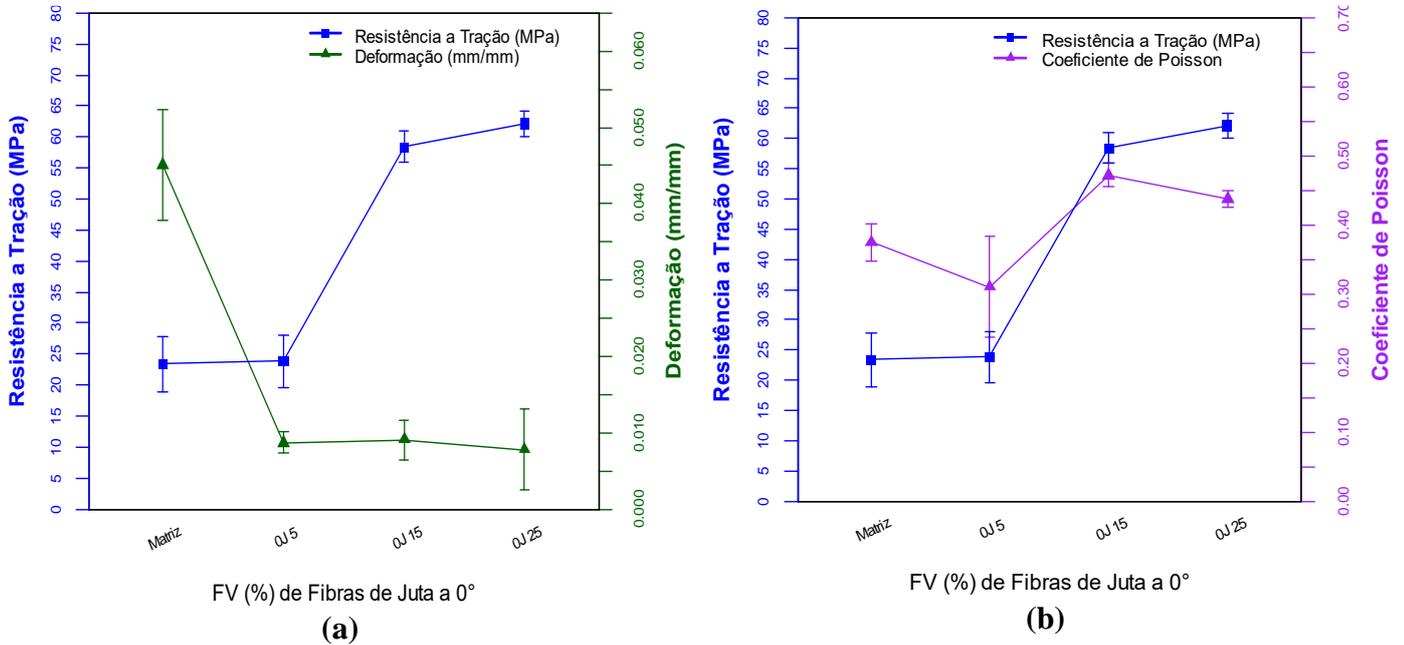


Figura E1 – Gráficos comparativo entre as propriedades mecânicas na tração para os compósitos reforçados com fibras de juta a 0°. (a) Resistências a tração versus deformação e (b) resistências a tração versus coeficiente de Poisson.

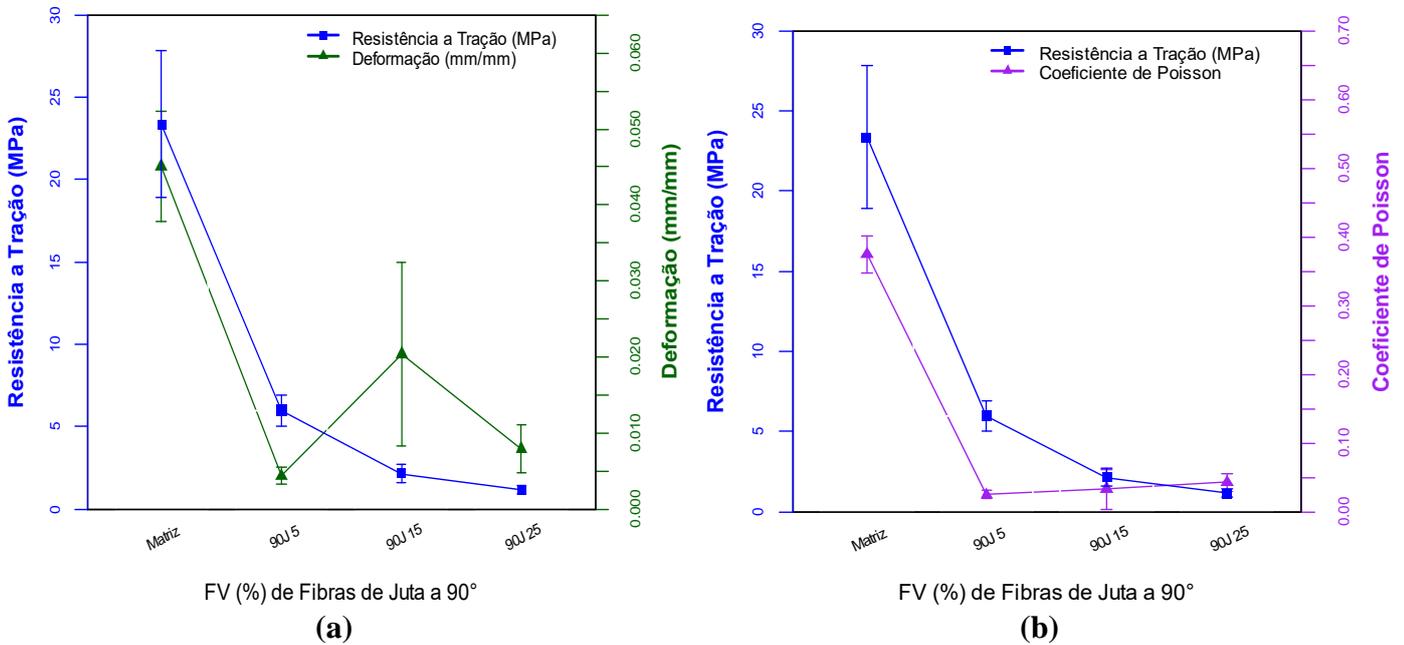


Figura E2 – Gráficos comparativo entre as propriedades mecânicas na tração para os compósitos reforçados com fibras de juta a 90°. (a) Resistências a tração versus deformação e (b) resistências a tração versus coeficiente de Poisson.

APÊNDICE F

GRÁFICOS COMPARATIVOS DOS RESULTADOS OBTIDOS NO ENSAIO DE TRAÇÃO DOS MATERIAIS COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRAS DE MALVA

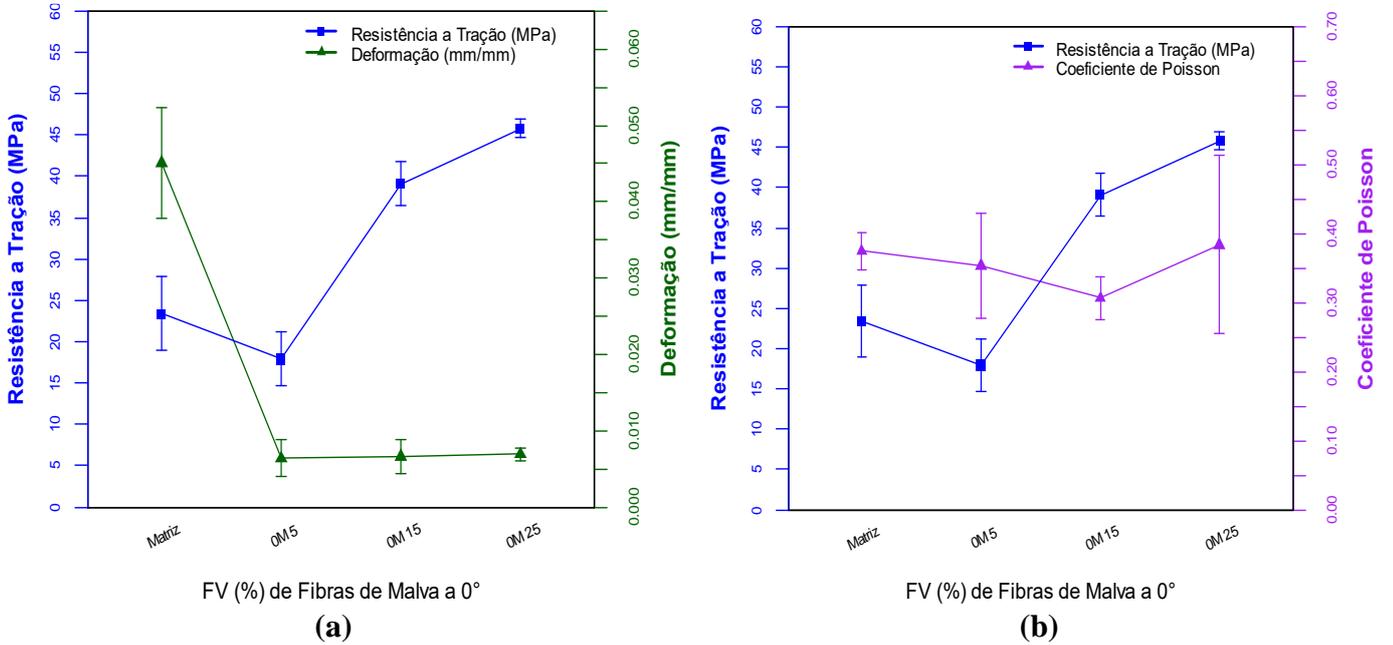


Figura F1 – Gráficos comparativo entre as propriedades mecânicas na tração para os compósitos reforçados com fibras de malva a 0°. (a) Resistências a tração versus deformação e (b) resistências a tração versus coeficiente de Poisson.

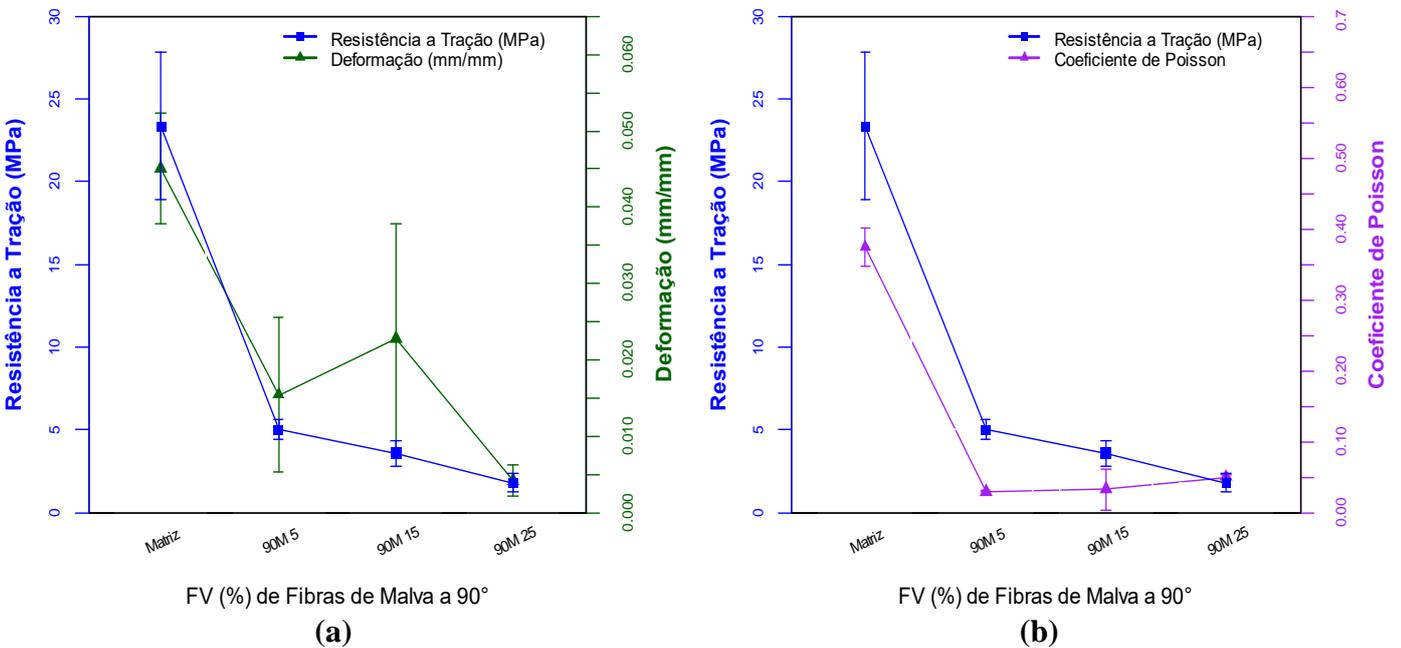


Figura F2 – Gráficos comparativo entre as propriedades mecânicas na tração para os compósitos reforçados com fibras de malva a 90°. (a) Resistências a tração versus deformação e (b) resistências a tração versus coeficiente de Poisson.

APÊNDICE G

GRÁFICOS COMPARATIVOS DOS RESULTADOS OBTIDOS NO ENSAIO DE CISALHAMENTO DOS MATERIAIS COMPÓSITOS BIFÁSICOS

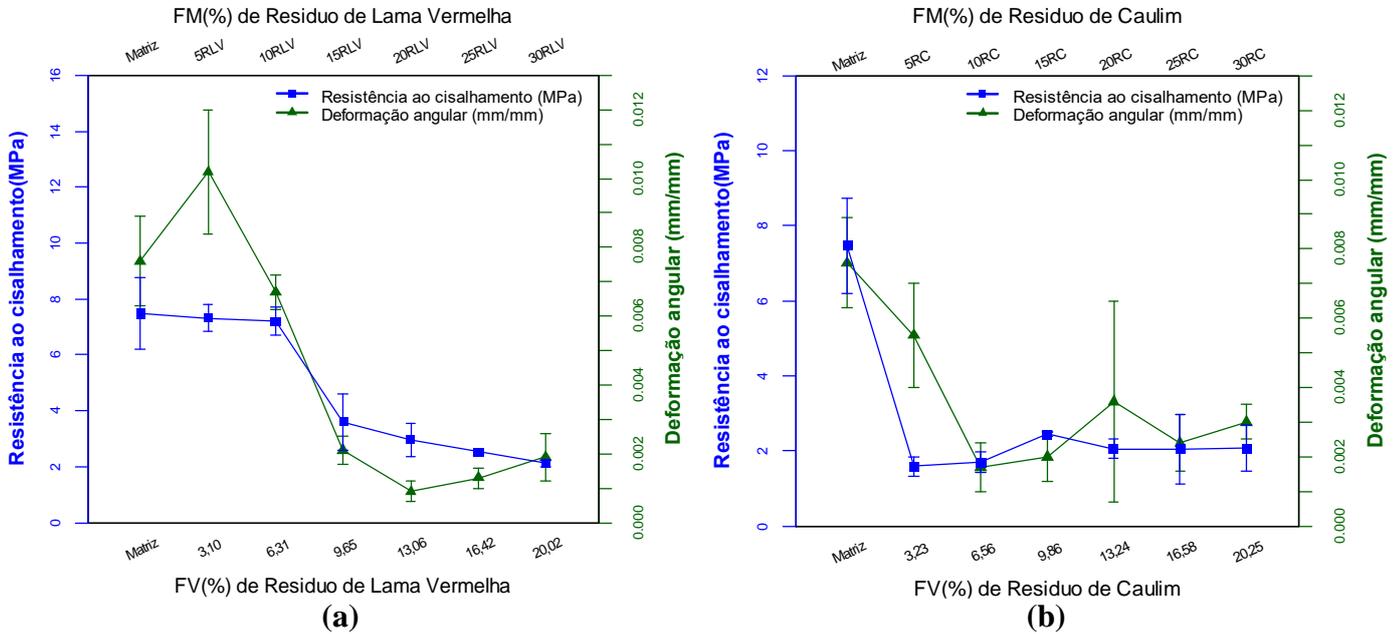


Figura G1 – Gráficos comparativo entre resistência ao cisalhamento versus deformação angular para os compósitos com inserção de resíduos. (a) RLV e (b) RC.

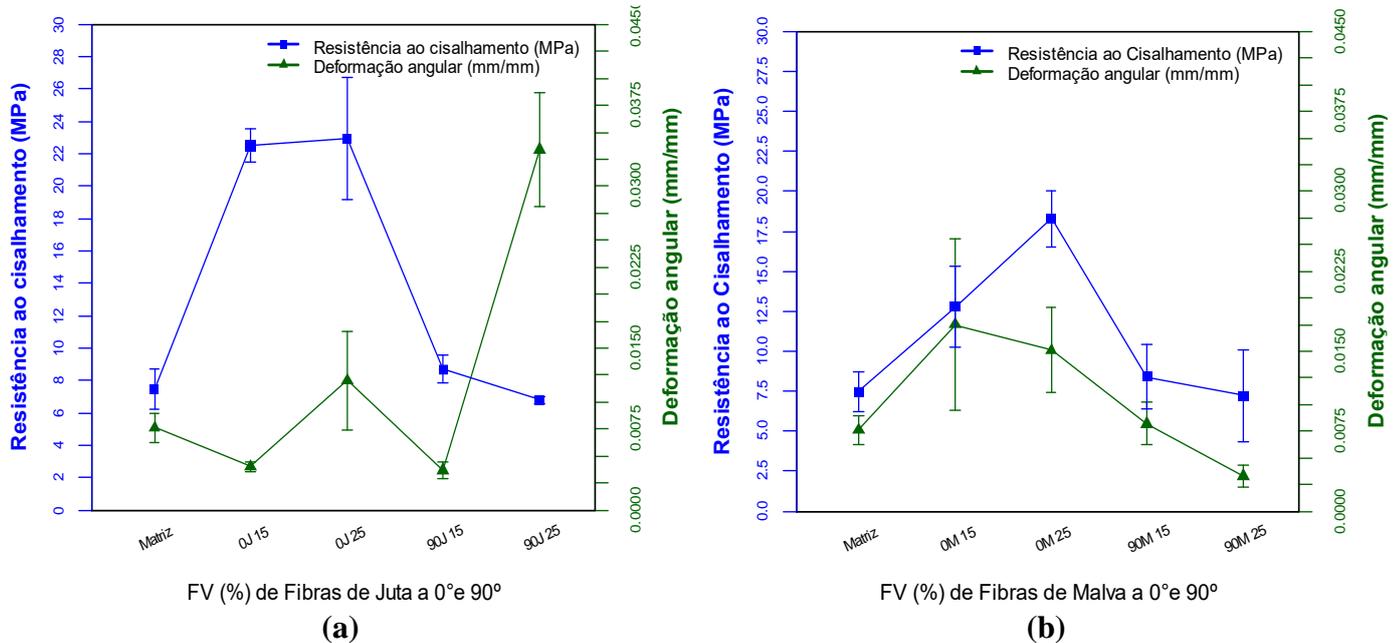


Figura G2 – Gráficos comparativo entre resistência ao cisalhamento versus deformação angular para os compósitos reforçados com fibras de juta e malva. (a) Fibras de Juta e (b) fibras de malva.

APÊNDICE H

GRÁFICOS COMPARATIVOS DOS RESULTADOS OBTIDOS NO ENSAIO DE TRAÇÃO DOS MATERIAIS COMPOSTOS TRIFÁSICOS

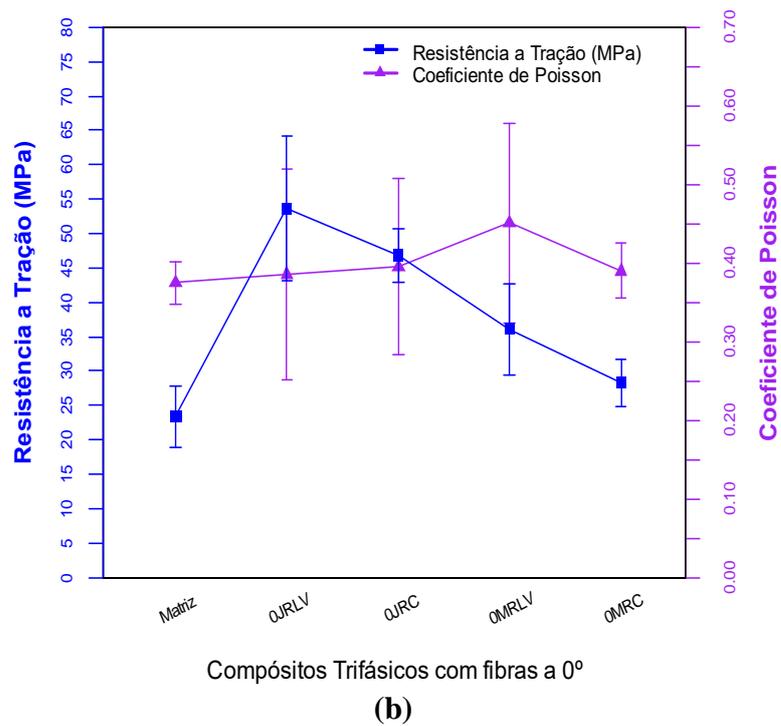
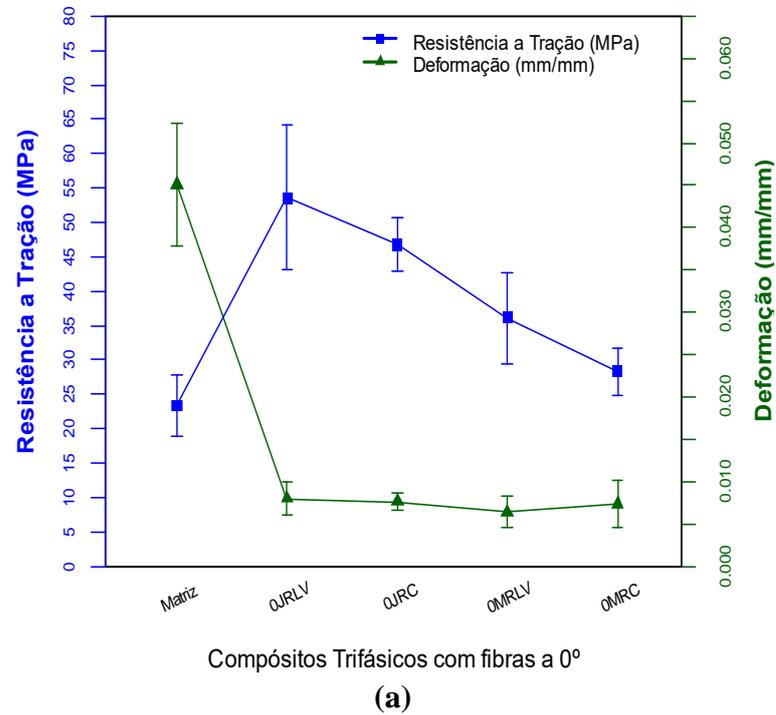
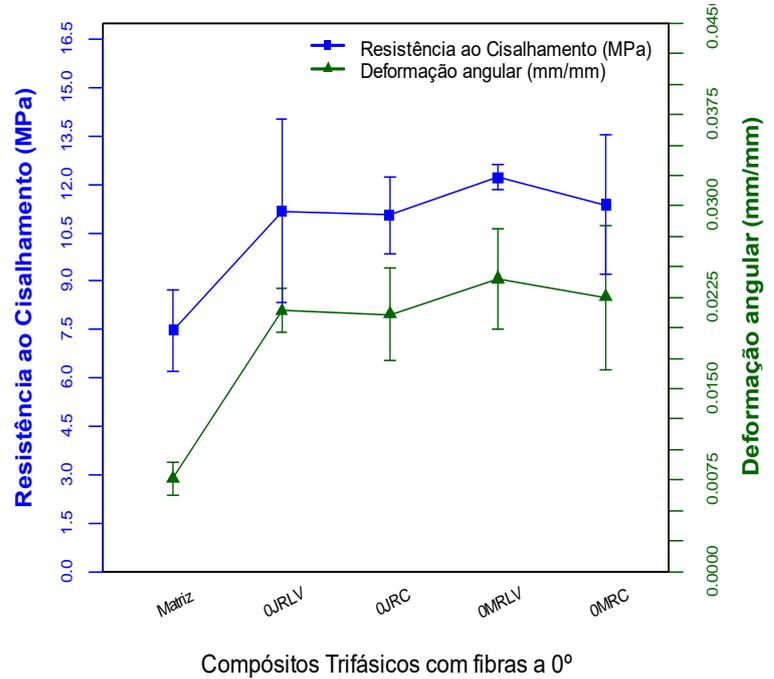


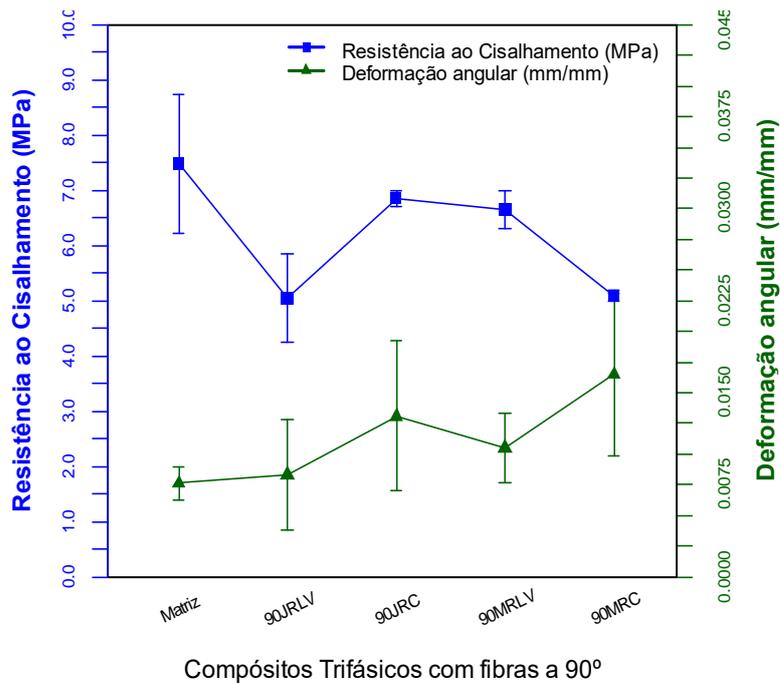
Figura H – Gráficos comparativo entre as propriedades mecânicas na tração para os compostos trifásicos. (a) Resistências a tração versus deformação e (b) resistências a tração versus coeficiente de Poisson.

APÊNDICE I

GRÁFICOS COMPARATIVOS DOS RESULTADOS OBTIDOS NO ENSAIO DE CISALHAMENTO DOS MATERIAIS COMPOSTOS TRIFÁSICOS



(a)



(b)

Figura I – Gráficos comparativo entre resistência ao cisalhamento versus deformação angular para os compostos trifásicos (a) Fibras de juta e malva a 0° e (b) fibras de juta e malva a 90°.