MINISTÉRIO DA DEFESA EXÉRCITO BRASILEIRO DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA CURSO DE MESTRADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

ELIZIANE MEDEIROS SANTOS

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO À BASE DE POLI(TEREFTALATO DE ETILENO) (PET) COM PARTÍCULAS GEOPOLIMÉRICAS DE ACIARIA DE PANELA

> Rio de Janeiro 2019

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

ELIZIANE MEDEIROS SANTOS

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO À BASE DE POLI(TEREFTALATO DE ETILENO) (PET) COM PARTÍCULAS GEOPOLIMÉRICAS DE ACIARIA DE PANELA

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Alaelson Vieira Gomes – D.Sc. Coorientador: Prof. Flávio James Humberto Tommasini Vieira Ramos – D.Sc.

> Rio de Janeiro 2019

©2019 INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluílo em base de dados, armazenar em computador, microfilmar ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

Santos, Eliziane Medeiros Desenvolvimento e caracterização de compósito à base de poli(tereftalato de etileno) (PET) com partículas geopoliméricas de aciaria de panela / Eliziane Medeiros Santos. Rio de Janeiro, 2018.
177 f.:
Orientador: Alaelson Vieira Gomes.
Coorientador: Flávio James Humberto Tommasine Vieira Ramos.
Dissertação (Mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência dos Materiais, 2019.
 Compósito. 2. Geopolímero. 3. PET. 4. Escória de aciaria Geopolimerização. I. Gomes, Alaelson Vieira, orient. II. Ramos, Flávio James Humberto Tommasine Vieira, coorient. III. Título.

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

ELIZIANE MEDEIROS SANTOS

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO À BASE DE POLI(TEREFTALATO DE ETILENO) (PET) COM PARTÍCULAS GEOPOLIMÉRICAS DE ACIARIA DE PANELA

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientadores: Prof. Alaelson Vieira Gomes – D.Sc.

Prof. Flávio James Humberto Tommasini Vieira Ramos – D.Sc.

Aprovada em 30 de agosto de 2019 pela seguinte Banca Examinadora:

Prof. Alaelson Vieira Gomes - D. Sc. (IME)

Prof. Flávio James Humberto Tommasini Vieira Ramos - D. Sc. (IME)

Prof. André Ben-Hur da Silva Figueiredo – D. Sc. (IME)

Prof.ª Patrícia Soares da Costa Pereira - D. Sc. (UEZO)

"Consagre ao Senhor tudo o que você faz, e os seus planos serão bem-sucedidos."

Provérbios 16:3

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus por ter me dado essa oportunidade e ter guiado meus passos para a realização desse sonho. Ao meu esposo por caminhar ao meu lado me apoiando e motivando, sendo essencial nessa trajetória. Aos meus familiares por torcerem sempre por essa vitória.

Meus sinceros agradecimentos ao meu orientador Alaelson Vieira Gomes e ao meu coorientador Flávio James Humberto Tommasini Vieira Ramos, por toda orientação e incentivo.

Agradeço à CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pela concessão da bolsa durante o período de realização deste mestrado.

Agradeço à coordenação, professores e funcionários do Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais do IME, a todos que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

Agradecimentos também ao Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano (IMA), que através da Professora Maria de Fátima Vieira Marques possibilitou a realização de algumas análises para complementação da pesquisa, assim como, ao Instituto de Pesquisas da Marinha (IPQM) do Brasil, que pelo Dr. Maurício Ferrapontoff Lemos auxiliou em análises dos materiais produzidos nesse trabalho.

SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES	8
LISTA DE TABELAS	10
LISTA DE SIGLAS	11

1 INTRODUÇÃO	14
1.1 Posicionamento da dissertação	14
1.2 Justificativa	15
1.3 Objetivo	16

VISÃO DE LITERATURA17
Desenvolvimento sustentável17
Sustentabilidade19
² olímeros21
Geopolímero22
24 Compósitos
PET - poli(tereftalato de etileno)25
² rodução de aço no brasil26
Escória de aciaria de panela29
Produção de aço no brasil

3 MATERIAIS E MÉTODOS	31
3.1 Materiais e equipamentos utilizados	31
3.2 Preparação dos materiais	31
3.3 Fabricação dos corpos de prova	35
3.4 Caracterização dos materiais	38
3.4.1 Difração de raios x (DRX)	38
3.4.2 Espectroscopia de infravermelho por transformada de fourier (FTIR)	38
3.4.3 Análise termogravimétrica (TGA)	38
3.4.4 Calorimetria diferencial de varredura (DSC)	39

3.4.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	39
3.4.6 Ensaio de absorção de umidade	40
3.4.7 Ensaio de resistência ao impacto Izod	40
3.4.8 Ensaios balísticos	41

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	43
4.1 Difração de raios x (DRX)	43
4.2 Espectroscopia de infravermelho por transformada de fourier (FTIR)	45
4.3 Análise termogravimétrica (TGA)	50
4.4 Calorímetro diferencial de varredura (DSC)	55
4.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	59
4.6 Ensaio de absorção de umidade	65
4.7 Ensaio de resistência ao impacto - Izod	67
4.8 Ensaios balísticos	.68

.74
•

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIGURA 2.1: Linha do tempo – desenvolvimento sustentável19
FIGURA 2.2: Tripé da sustentabilidade20
FIGURA 2.3: Várias propriedades apresentadas pelos polímeros variam de forma
caracteristicamente21
FIGURA 2.4: Etapas de como ocorre o processo de geopolimerização23
FIGURA 2.5: Figura ilustrativa das possíveis fases de um compósito24
FIGURA 2.6: Fluxo simplificado da produção do aço (MARINHO, 2015)27
FIGURA 3.1: Escória de aciaria de panela antes da moagem (a), moinho planetário
(b), escória de aciaria de panela moída (c) e conjunto de peneiras (d)32
FIGURA 3.2: Escória de aciaria de panela moída (a), solução alcalina (b) e agitado
mecânico(c)
FIGURA 3.3: Filtro à vácuo (a), estufa (b), geopolímero (c) e almofariz (d)34
FIGURA 3.4: Material reciclado (a), PET laminado (b), moinho de facas (c), PET
moído (d) e (e)
FIGURA 3.5:Fluxograma
FIGURA 3.6: Corpos de prova: PET branco (a), PET verde (b), compósito 80/20 (c)
compósito 60/40 (d) e compósito 40/60 (e)
FIGURA 3.7: Corpos de prova 80/20 (a), 60/40 (b) e 40/60 (c) para o ensaid
balístico
FIGURA 3.8: Equipamento do ensaio de resistência ao impacto - Izod41
FIGURA 3.9: Posicionamento da amostra no ensaio balístico42
FIGURA 4.1: Difratograma da amostra de PET branco43
FIGURA 4.2: Difratograma da amostra de Compósito 80/2044
FIGURA 4.3: Difratograma da amostra de Compósito 60/4044
FIGURA 4.4: Difratograma da amostra de Compósito 40/6045
FIGURA 4.5: Espectro de FTIR do PET branco46
FIGURA 4.6: Espectro de FTIR do compósito 80/2047
FIGURA 4.7: Espectro de infravermelho por transformada Fourier (FTIR) de
compósito 60/4047
FIGURA 4.8: Espectro de infravermelho por transformada Fourier (FTIR) de
compósito 40/6048

FIGURA 4.9: Espectro de infravermelho por transformada Fourier (FTIR)	do
geopolímero de aciaria de panela	49
FIGURA 4.10: Espectro de infravermelho por transformada Fourier (FTIR)	da
escória de aciaria de panela	50
FIGURA 4.11: TG e DTG do PET	51
FIGURA 4.12: TG e DTG da Escória de aciaria de panela	52
FIGURA 4.13: TG e DTG do geopolímero	52
FIGURA 4.14: TG e DTG do compósito 80/20	53
FIGURA 4.15: TG e DTG do compósito 60/40	54
FIGURA 4.16: TG e DTG do compósito 40/60	54
FIGURA 4.17: Curva de DSC da escória de aciaria de panela (a) e geopolíme	əro
oriundo de escória de aciaria de panela (b)	56
FIGURA 4.18: Curva de DSC do primeiro aquecimento PET puro (a), compós	sito
80/20(b), 60/40(c) e 40/60(d)	57
FIGURA 4.19: Curva de DSC do segundo aquecimento do PET puro (a), compós	sito
80/20(b), 60/40(c) e 40/60(d)	58
FIGURA 4.20: Micrografia das amostras de PET branco (a) e PET verde (b) ce	om
aumento de 40x, respectivamente	59
FIGURA 4.21: Micrografia amostra de PET branco com aumento de 200x	60
FIGURA 4.22: Micrografia amostra de PET branco com aumento de 1.000x	60
FIGURA 4.23: Micrografia amostra de PET branco com aumento de 20.000x (a)) e
40.000x (b)	61
FIGURA 4.24: Imagens de microscopia eletrônica de varredura das escórias	de
aciaria de panela (a) e geopolímero (b) com aumento de 80x e escória forno pane	ela
(c) e geopolímero (d) com aumento de 5.000x, respectivamente	62
FIGURA 4.25: Micrografia amostra dos compósitos 80/20 (a), 60/40 (b) e 40/60 ((C),
com aumento de 50x	63
FIGURA 4.26: Micrografia do compósitos 60/40, com aumento de 20x	64
FIGURA 4.27: Gráfico de resistência ao Impacto	67
FIGURA 4.28: Corpos de prova fraturados pelo ensaio de resistência ao impacto	68
FIGURA 4.29: Variação da profundidade de penetração de cada amostra	69
FIGURA 4.30: Identações dos compósitos 80/20 (a), 60/40 (b) e 40/60 (c)	70

LISTA DE TABELAS

TABELA 2.1: Tipos de fornos utilizados pelas siderúrgicas brasileiras	28
TABELA 2.2: Composição das escórias de aciaria de panela puras	30
TABELA 3.1: Materiais e equipamentos	31
TABELA 4.1: Bandas de FTIR do PET	46
TABELA 4.2: Dados obtidos pela análise termogravimétrica de todas as amos	stras. 55
TABELA 4.3: Dados obtidos no ensaio de DSC	58
TABELA 4.4: Resultados do ensaio de absorção de umidade	66
TABELA 4.5: Resultados do ensaio balístico	69

LISTA DE SIGLAS

CBPF	- Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas.			
DRX	- Difração de raio-X ("X-ray diffraction")			
DSC	- Calorímetro diferencial de varredura ("Differential Scanning			
	Calorimetry")			
FM	Fator de mérito			
FTIR	- Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier ("Fourier-transform infrared spectroscopy – FTIR")			
IMA	- Instituto de Macromoléculas			
IME	- Instituto Militar de Engenharia			
КОН	- Hidróxido de potássio			
MEV	 Microscopia Eletrônica de Varredura ("Scanning Electron Microscopy") 			
ONU	- Organização das Nações Unidas			
PET	- Poli(tereftalato de etileno)			
TGA	- Análise termogravimétrica ("Thermogravimetric analysis")			
UFF	- Universidade Federal Fluminense			

RESUMO

A pesquisa desenvolveu a elaboração de compósitos à base de poli(tereftalato de etileno) (PET) com partículas geopoliméricas, a partir de escória de aciaria de panela, com objetivo de qualificá-los na busca por futuras aplicações em materiais de engenharia. O geopolímero produzido para incorporação na matriz polimérica foi sintetizado a partir de uma solução altamente alcalina, com hidróxido de potássio (KOH) e pH=14, durante o período de 24 horas, enquanto o polímero foi pulverizado em moinho de facas. Os compósitos foram produzidos nas concentrações de 80% de PET e 20% de geopolímero (80/20); 60% de PET e 40% de geopolímero (60/40); e 40% de PET e 60% de geopolímero (40/60), sob estado fundido, em prensa a quente, na faixa de temperatura entre 270 °C - 290°C. A caracterização dos materiais, polímero (PET), escória de aciaria de panela (rica em aluminossilicatos) e compósitos foram realizadas pelas análises de difração de raio-X (DRX), análise de Fourier Transformada infravermelho por (FTIR), análises térmicas de termogravimetria (TGA) e calorimetria diferencial de varredura (DSC), análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV), ensaio de absorção de umidade, ensaio de resistência ao impacto Izod e ensaios balísticos. O DRX apresentou os planos cristalográficos do PET e a presença de alguns minerais nos compósitos, enquanto no FTIR, os grupos funcionais presentes. As análises térmicas proporcionaram o estudo da degradação dos materiais e suas transições vítreas. Com o MEV foi possível observar a microestrutura de cada compósito e também dos materiais separadamente. Também foi verificado como os materiais absorvem umidade, suas resistências ao impacto e como eles se comportam na proteção balística. Os resultados das caracterizações e propriedades apresentadas pelas amostras demonstrou viabilidade de processamento e inovações favoráveis para futuras aplicações e pesquisas. Um bom destague para a pesquisa foi a viabilidade do reaproveitamento dos materiais provenientes de resíduos e descartes no meio ambiente e sua reutilização, o que torna esses compósitos grandes precursores para aquisição da sustentabilidade de produtos industrializados e para engenharia de materiais.

Palavras-chave: PET; Escória de aciaria; Geopolímero.

ABSTRACT

A research developed for the preparation of poly (ethylene terephthalate) (PET) based compounds with geopolymers from the pan steel slag, aiming to qualify in the search for future applications in engineering materials. The geopolymer produced for incorporation into the polymer matrix was synthesized from a highly alkaline solution with potassium hydrogen (KOH) and pH = 14 over a period of 24 hours while the polymer was sprayed in the face mill. The composites were selected from 80% PET and 20% geopolymer (80/20); 60% PET and 40% geopolymer (60/40); and 40% PET and 60% geopolymer (40/60) under background at hot pressure in the temperature range 270 ° C - 290 ° C. A characterization of materials, polymer (PET), (aluminosilicate rich) and compounds were subjected to X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared (FTIR), thermogravimetry thermothermal (TGA) and differential scanning calorimetry (DSC) analysis, Scanning Electron Microscopy (SEM), Sample Absorption Assay, Impact Strength Assay and Ballistic Assays. The XRD presents the crystallographic planes of PET and the presence of some minerals in the compounds, while in FTIR, the functional groups present. Thermal statistics provided the study of material degradation and its video transitions. With the SEM it was possible to observe a microstructure of each compound and also of the selected materials, such as the size of the alterations. It was also selected as the absorbed materials, their impact resistance and how they behave in ballistic protection. The results of the characterizations and properties used by the samples demonstrate processing feasibility and favorable innovations for future applications and research. A good highlight for a research was the feasibility of reusing waste and discarded materials in the environment and their reuse, or what makes these compounds great precursors for the sustainability acquisition of industrialized products and for materials engineering.

Keywords: PET; Steel slag; Geopolymer.

1 INTRODUÇÃO

1.1 POSICIONAMENTO DA DISSERTAÇÃO

O Brasil tem enfrentado diversos problemas ambientais, quanto a poluição de mares, rios, atmosfera e cidades. Um desses problemas são os resíduos sólidos gerados que se caracterizam basicamente pelo lixo não coletado e indevidamente descartado, que atinge águas pluviais gerando contaminação hídrica e atmosférica (MORAES E TUROLLA, 2004). O Brasil é o quarto maior produtor de lixo plástico no mundo, com 11,3 milhões de toneladas, segundo o Banco Mundial. Nesse contexto, apenas 1,28% do lixo gerado é reciclado (WWF, 2019). Entretanto, a produção desse tipo de material plástico vem crescendo devido ao seu baixo custo, versatilidade e confiabilidade. Assim, o desenvolvimento de produtos plásticos descartáveis tem sido incentivado, mesmo que quase metade de todo plástico produzido tenha se tornado lixo em períodos de menos de três anos. Esse fato é decorrente da má gestão dos resíduos, e é estimado que um terço de todo plástico descartado tenha sido incorporado como resíduo na natureza (DALBERG, 2019). Outros resíduos sólidos que somam a este problema são os resíduos siderúrgicos. No processo de produção do aço, a cada tonelada produzida, são estimados que cerca de 450kg de coprodutos, como outros resíduos são igualmente originados. Dentre os resíduos gerados são obtidas as escórias de aciaria, resíduos carboquímicos, lamas vermelhas das unidades de tratamento e da recirculação das águas das laminações, entre outros. As escórias são compostas por impurezas do minério de ferro, sucatas e aditivos como óxidos e silicatos. Sendo assim, ela é constituída por resíduos de maior volume, sendo cerca de 70% em sua totalidade. Sua classificação é considerada, conforme norma Brasileira NBR 10004, pela variação entre a classe IIB (não perigosos e inertes) e a classe IIA (não perigosos e não inertes), a partir da consideração do teor de alumínio presente nos materiais (SILVA et al., 2016).

Afim de diminuir os problemas ambientais gerados pelos resíduos sólidos que inclui, tanto o descarte inadequado do PET, quanto a produção de escória oriunda da produção do aço, essa pesquisa tem por finalidade elaborar compósitos com estes componentes, através da busca de uma solução para a destinação sustentável dos mesmos. Diante isso, busca-se a produção de compósitos com diferentes concentrações para comparação entre eles e as caracterizações pertinentes. As caracterizações e análises dos materiais foram realizadas por técnicas como difração de Raio X (DRX), Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV tipo FEG), ensaio de absorção de umidade, ensaio de resistência de impacto Izod, ensaios balísticos, Calorímetro Diferencial de Varredura (DSC) e Análise Termogravimétrica (TGA).

A partir dos resultados gerados é esperado que esse compósito contribua para a redução da geração de resíduos sólidos, e posteriormente seja empregado na criação de novos materiais adequados a cada funcionalidade e finalidade de acordo com suas caracterizações, o que pode permitir a geração de materiais sustentáveis inovadores com melhores relações entre propriedades, custo e benefício.

1.2 JUSTIFICATIVA

Diante dos grandes problemas ambientais que o Brasil tem enfrentado, a busca por soluções e alternativas sustentáveis vem crescendo cada vez mais. A falta de uma destinação funcional para esses resíduos industriais tem gerado elevados descartes em locais inadequados, prejudicando o meio ambiente e sociedade em geral, em termos nacionais e globais. A embalagens fabricadas de PET estão na grande maioria desses materiais descartados inadequadamente e duram muitos anos (cerca de 150 anos para degradação) no meio ambiente, os quais acabam chegando aos mares e rios, propiciando poluições hídricas, atmosféricas, nos solos e meios urbanos. Diante disso, esse trabalho propõe o desenvolvimento de compósitos poliméricos contendo escórias de aciaria de panela para observação e estudo desses materiais e suas possíveis utilizações por diversos setores industriais. A escória de aciaria de panela e o PET apresentam características interessantes para buscar futuras aplicações. O PET possui plasticidade, o que contribui para uma melhor trabalhabilidade e versatilidade de utilizações. As escórias de aciaria, a partir da geopolimerização, já foram utilizadas em estudos como ligantes em argamassa e diferentes tipos de concretos, o que determinou em alguns estudos resultados com boas propriedades mecânicas (NERGIS et al., 2018). Dessa forma, a combinação entre esse polímero (PET) com as partículas de geopolímero pode resultar em compósitos sustentáveis com aplicações inovadoras e eficientes.

1.3 OBJETIVO

O objetivo desta pesquisa é o desenvolvimento de compósitos com diferentes concentrações de poli(tereftalato de etileno) (PET) e geopolímero proveniente da escória de aciaria de panela e sua caracterização. Os compósitos produzidos por processamento no estado fundido foram caracterizados pelas técnicas de DRX, FTIR, MEV, ensaio de absorção de umidade, ensaio de resistência ao impacto Izod, ensaios balísticos, TGA e DSC. Assim, esses materiais (puros e compósitos) foram analisados e comparados pelos seus comportamentos e composições, com a finalidade de qualificá-los na busca por futuras aplicações sustentáveis como materiais de engenharia.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 DESENVOLVIMENTO SUSTENTÁVEL

A necessidade de repensar nos critérios de desenvolvimento mundial foi sinalizada por algumas ideias, como a escassez de recursos naturais, que cada país busca o seu desenvolvimento e que muitas vezes os impactos causados aos demais não são considerados. A preocupação ambiental, em grande parte, contribui para o início da ideia de desenvolvimento sustentável, o qual envolve dimensões econômicas e sociais. Assim, a partir de 1990 foi incluída também a responsabilidade social empresarial (MONLEVADE, 2016).

Em 1972, em Estocolmo, foi realizada a Primeira Conferência Mundial sobre o Homem e o Meio Ambiente, onde surgiu a decisão de criar o Programa das Nações Unidas para o Meio Ambiente. Em 1984, uma outra conferência deu origem à Comissão Mundial sobre Meio Ambiente e Desenvolvimento com o tema "Uma agenda global para a mudança". Os trabalhos desta comissão se encerraram em 1987 com o relatório "Nosso Futuro Comum" (também chamado de relatório Brundland") (BOFF, 2017).

A partir da segunda metade do século XX, o termo "desenvolvimento sustentável" surgiu como resposta para a humanidade perante uma crise social e ambiental que o mundo passava (BARBOSA, 2008). Existem muitas definições para desenvolvimento sustentável.

O relatório "Nosso Futuro Comum da Comissão Mundial sobre Meio Ambiente e Desenvolvimento" (CMMAD), definiu o desenvolvimento sustentável como: "aquele que atende às necessidades do presente sem comprometer a possibilidade das gerações futuras atenderem as suas próprias necessidades" (MONLEVADE, 2016). Portanto, o conceito de desenvolvimento sustentável foi firmado na Agenda 21, um documento que foi desenvolvido na Conferência "Rio 92" e incorporado pelas agências mundiais. Segundo alguns autores que escrevem sobre o tema, o conceito ainda está em construção (BARBOSA, 2008). Em consequência do relatório "Nosso Futuro Comum", foi dada continuidade à discussão produzindo vários documentos na Cúpula da Terra em 1992, na qual os principais foram a agenda 21 (Programa de Ação Global, com 40 capítulos) e a Carta do Rio de Janeiro.

Em 1997, constatou-se no encontro Rio+5, que o comprometimento de todos os países em qualificar seu desenvolvimento para garantir a sustentabilidade era insuficiente. Assim, ocorreu uma nova convocação da ONU realizada em Joanesburgo em 2002, outra cúpula da terra, reunindo representantes de 150 nações, grandes corporações, cientistas e defensores da causa ecológica. A conferência resultou em um crescimento de consciência de humanidade relacionando a questão ambiental.

Em 2007, iniciou-se uma crise econômico-financeira atingindo o sistema global que se aprofundou ainda mais em 2011. Com isso, a partir de 2012, no Rio de Janeiro, ocorreu a conferência promovida pela ONU chamada Rio+20, com os temas: sustentabilidade, economia verde e governança global do ambiente. Nessa conferência foi proposto realizar um balanço dos avanços e dos retrocessos do binômio "desenvolvimento e sustentabilidade". Dessa conferência surgiu também o documento definitivo "Que futuro queremos?" confiado a delegação brasileira considerado vazio e temeroso por não ter metas concretas para erradicar a pobreza, controlar o aquecimento global e defender os serviços ecossistêmicos da terra (BOFF, 2017). A Figura 2.1 mostra de forma esquemática e resumida, com os pontos principais, a linha do tempo do desenvolvimento sustentável.

18



FIGURA 2.1: Linha do tempo – desenvolvimento sustentável.

2.2 SUSTENTABILIDADE

Quando se define desenvolvimento sustentável, também se discute o conceito de sustentabilidade. A sustentabilidade consiste em encontrar meios de produção, distribuição e consumo de recursos existentes de forma mais eficaz economicamente, mais coesa e ecologicamente correta (BARBOSA, 2008).

Até o final dos anos 1970 não se passava de um jargão técnico usado por algumas comunidades científicas para se referir a possibilidade de um ecossistema não perder sua resiliência. Nos anos de 1980 começou a ser usado para qualificar o desenvolvimento, entretanto a sua legitimação foi na Conferência das Nações Unidas para o Meio Ambiente e o Desenvolvimento, em 1992 (VEIGA, 2017).

Falar de sustentabilidade é lidar diretamente com o meio ambiente, mesmo que as palavras "sustentabilidade" e "desenvolvimento sustentável" sejam usadas como sinônimos, os conceitos são distintos (BURSZTYN, 2013). O sentido ativo da palavra "sustentabilidade" enfatiza a ação de conservar, mantes, proteger, nutrir, alimentar, fazer prosperar e viver. Enquanto o desenvolvimento sustentável é o que melhora a qualidade de vida respeitando a capacidade de produção dos ecossistemas em que vivemos (BOFF, 2017; MIKHAILOVA, 2004).

O conceito de sustentabilidade tem uma história com mais de 400 anos. O termo "sustentabilidade" foi usado muitas vezes para atividades que reservassem recursos para gerações futuras. Através do sentido mais rigoroso, ele significa que todas as atividades realizadas devem ser avaliadas profundamente para determinar os efeitos sobre o meio ambiente (BOFF, 2017), (MIKHAILOVA, 2004). Assim, para ser sustentável, o desenvolvimento precisa ser economicamente viável, socialmente justo e ambientalmente correto. Esse é o famoso tripé da sustentabilidade, ou Triple Botton Line (linha das três pilastras), que se encontra ilustrado na Figura 2.2 (BOFF, 2017).



FIGURA 2.2: Tripé da sustentabilidade.

2.3 POLÍMEROS

Polímeros são macromoléculas de alto peso molecular, compostos por monômeros, que geram inúmeras unidades de repetição denominadas meros (partes) e caracterizados por ligações covalentes. Na produção de um tipo de polímero é necessário um determinado monômero, para síntese da sua unidade de repetição respectiva. Os polímeros podem ser divididos em três classes: Plásticos, Borrachas e Fibras. Essa divisão é feita de acordo com o tipo do monômero (estrutura química), quantidade de meros por cadeia, sua configuração, conformação, tipo de ligações е covalentes presentes nas cadeias macromoleculares. O comprimento da molécula determina sua massa molar, além de influenciar nas propriedades físicas, químicas e mecânicas, devido a funcionalidade dos polímeros serem afetadas pelas faixas de valores de massa molar e tipo de conformação criada. Desta forma, alterações no tamanho da molécula alteram suas propriedades físico-químicas. Quando o tamanho de uma molécula é alterado, ela sofre grandes variações em suas propriedades físicas, sendo afetadas pelo aumento do tamanho da macromolécula. A Figura 2.3 mostra as variações das propriedades de um polímero de acordo com sua massa molar (CANEVAROLO, 2006).



FIGURA 2.3: Várias propriedades apresentadas pelos polímeros variam de forma caracteristicamente (CANEVAROLO, 2006).

Os polímeros são divididos em duas grandes categorias: termoplásticos e termorrígidos. Nos termoplásticos, as moléculas são mantidas por ligações secundárias fracas ou forças intermoleculares, como as de Van der Waals e ligações de hidrogênio, geralmente hidrocarbonetos. Caso sejam aplicados calor e pressão, estas ligações secundárias são temporariamente quebradas e as moléculas se movimentam formando novas configurações. Dessa forma, um termoplástico pode ser fundido pela exposição a temperaturas elevadas diversas vezes. Entretanto, os polímeros termorrígidos são macromoléculas quimicamente unidas por ligações cruzadas, as quais formam uma rede rígida e com estrutura tridimensional. Uma vez que estas reticulações são formadas durante o processo de polimerização, os polímeros termorrígidos não podem ser fundidos e solidificados quando exposto a degradados altas temperaturas, sendo е perdendo suas características (CANEVAROLO, 2006).

2.4 GEOPOLÍMERO

Geopolímeros são materiais provenientes de materiais inorgânicos obtidos pela mistura de materiais sólidos com alto teor de aluminosilicatos durante a síntese em uma solução altamente alcalina. Existem muitos materiais que podem ser usados para obtenção dos geopolímeros, sendo importante possuir alto teor de aluminosilicatos e reativos entre si.

A caolinita foi o primeiro material amplamente utilizado na síntese de geopolímeros. Depois disso, os cientistas começaram a desenvolver novas matériasprimas, tais como argilas calcinadas ou resíduos industriais, como por exemplo, escórias, cinzas, resíduos de vidro, rejeitos de minas de alumínio e os silicoaluminatos naturais, como as zeólitas. Os geopolímeros podem ser formados por cerâmicas naturais como argilas e caulinita, ou a partir de materiais residuais como lama vermelha, cinzas volantes, escórias, entre outros. A parte líquida, a qual ocorre sua síntese é geralmente constituída com por uma solução altamente alcalina, contendo hidróxido de sódio (NaOH), hidróxido de potássio (KOH), sulfato de sódio (Na₂SO₄) ou sulfato de potássio (K₂SO₄) solubilizados previamente em água deionizada (NERGIS et al., 2018).

A síntese dos geopolímeros é realizada através de misturas de precursores de aluminosilicatos em solução altamente alcalina sob temperatura ambiente ou maior para sua cura. Os resíduos, como cinzas volantes, escória de forno e resíduos de minerais possuem quantidades suficientes de aluminatos e silicatos reativos, os quais podem ser utilizados como materiais percussores para as reações de geopolimerização (SILVA, 2014).

A geopolimerização é uma ativação alcalina e de forma geral, é uma dissolução dos óxidos minerais, aluminatos e silicatos em meio altamente alcalino. É iniciada pela interação entre íons OH⁻ e alcalinos monovalentes, culminando na policondensação em estruturas 3D contendo os elementos silício e alumínio. O processo de ativação alcalina pode ocorrer a baixas temperaturas e até mesmo à temperatura ambiente (ELEUTÉRIO, 2017). A Figura 2.4 mostra as etapas do processo de geopolimerização.



FIGURA 2.4: Etapas de como ocorre o processo de geopolimerização (NERGIS et al., 2018)

A geopolimerização é um processo exotérmico realizado através de oligômeros. Em geral, a geopolimerização pode ser dividida em três etapas. A primeira é a dissolução do material percussor sólido de aluminosilicatos dissolvido pela presença do ativador alcalino. Depois de eliminar uma pequena quantidade de água, a reorientação é iniciada pelas espécies ativas que ocupam seu lugar na estrutura. Durante a solidificação (a temperatura ambiente) a água é quase que totalmente eliminada e o material mostra sua forma final (NERGIS et al., 2018).

2.5 COMPÓSITOS

Os compósitos são materiais compostos por um ou mais materiais. Eles têm como objetivo, a combinação de propriedades que o material puro possui e melhorar as características dos materiais compostos. A grande maioria dos compósitos foi criada pela busca da melhoria das características mecânicas ou sua combinação. Muitos compósitos possuem apenas duas fases, sendo uma chamada de matriz (contínua e envolve a outra fase) e a outra, uma fase dispersa. Em alguns casos, com a interação química entre as fases, surge uma terceira fase chamada interface como mostra a Figura 2.5.



FIGURA 2.5: Figura ilustrativa das possíveis fases de um compósito

Os compósitos possuem quatro divisões principais: compósitos reforçados com partículas, compósitos reforçados com fibras, compósitos estruturais e nanocompósitos. A fase matriz pode ser um metal, polímero ou um cerâmico, que confere estrutura ao material compósito preenchendo os espaços vazios que ficam no reforço e mantendo-o na sua posição. Ela atua como meio onde as cargas são transmitidas e distribuídas. Enquanto na fase dispersa o tipo de fibra, forma, fração, volume e a orientação influenciam diretamente as propriedades finais dos compósitos. O reforço é responsável pelo bom desempenho das propriedades mecânicas do compósito, o que determina seu comportamento perante as cargas aplicadas no material (CALLISTER, 2016; CARVALHO, 2015).

2.6 PET - POLI(TEREFTALATO DE ETILENO)

O poli(tereftalato de etileno), mais conhecido como PET, é um material termoplástico que possui grande índice de reciclagem no país. Foi descoberto em 1946 por Whinfield e Dickson. Sua temperatura de fusão se aproxima dos 265 °C e o material possui muitas aplicações, como por exemplo fibras têxteis, embalagens, filmes biorientados e polímeros de engenharia. Esse tipo de polímero termoplástico possui excelente relação entre as propriedades mecânicas, térmicas e custo de produção (ROMÃO, SPINACÉ E PAOLI, 2009).

A logística reversa é o termo utilizado para designar o procedimento e os meios de recolher ou fazer o encaminhamento final adequado do produto comercializado. Em muitos casos, a logística reversa é uma alternativa para alcançar o desenvolvimento sustentável nos processos produtivos gerando redução de custos, reaproveitamento de materiais e diferencial competitivo. O PET é um poliéster de alta resistência ao impacto, quimicamente inerte, que funciona como excelente barreira de gases e odores. Porém, sua alta resistência faz com que possam durar séculos para se decompor (LIMA, 2018).

No ano de 2016, um levantamento feito pela Associação Brasileira de Empresas de Limpeza Pública e Resíduos Especiais (Abrelpe) mostrou que a população brasileira gera cerca de 78,3 milhões de toneladas de resíduos por ano. Dentre esses resíduos encontram-se as garrafas PET que mesmo em estado de pósconsumo, algumas propriedades são mantidas favorecendo sua reutilização. O material de PET reciclado já vem sendo utilizado no desenvolvimento de novos produtos nas indústrias têxtil, indústria de resinas insaturadas e alquídicas, indústrias de embalagens, indústrias de fitas de arquear, laminados e chapas e indústria de tubos. O PET é considerado um dos polímeros mais importantes de engenharia pelas vastas aplicações, excelente resistência a tração, impacto, química e baixa permeabilidade a gases (SILVA, LINS E COTTING, 2019).

Xiongfei e Yue (2019) avaliaram a capacidade das fibras de PET incorporadas a estrutura de concreto para suportarem a corrosão, elevarem a resistência de estruturas concretícias e comparar as estruturas de concreto reforçadas com fibras de carbono. Os resultados obtidos mostraram que as estruturas de compósitos de

25

concreto com PET obtiveram melhores resultados quanto ao reforço da estrutura, ductilidade e corrosão das estruturas de concreto comparadas ao concreto reforçado com fibras de carbono. Similar a esse estudo, Yu e colaboradores (2018) avaliaram a substituição de 50% da concentração de fibras de PVA (álcool polivinílico) em compósitos cimentícios para a construção por fibras de PET reciclado. Os resultados demonstraram a elevação de desempenho mecânico das estruturas com um menor custo e diminuição de impacto ambiental. Em outro estudo, Çinar e Kar (2018) produziram compósitos de PET reciclado com partículas de mármore com a finalidade de diminuir a poluição de resíduos de plástico, redução de custo e obterem melhores produtos sob processamento de extrusão em estado fundido sob temperatura de 280 °C. As frações de mármore utilizadas para mistura com o polímero reciclado foram de 10%, 15% e 25% e a dimensão do particulado processado foi na faixa de 50 a 100 meshes. Os autores, avaliaram as propriedades mecânica de tração, dureza, além da estabilidade térmica e características morfológicas dos compósitos adquiridos. Os resultados observados dos compósitos demonstraram a diminuição da flamabilidade da matriz polimérica e um aumento da dureza Vickers. Os autores concluíram que os tamanhos das partículas influenciaram os resultados de dureza Vicker e a diminuição da condução térmica, ou seja, elevação da estabilidade térmica dos compósitos processados. Através desses estudos, pôde ser sugerida a viabilidade no desenvolvimento de novos produtos pela reciclagem do PET, diminuindo os problemas ambientais e sociais, além da inovação de propriedades dos materiais a baixo custo.

2.7 PRODUÇÃO DE AÇO NO BRASIL

De acordo com o Instituto Aço Brasil, o país possui 14 empresas privadas que controlam 11 grupos empresariais e operam 30 usinas distribuídas por 10 estados. Em 2015, a produção de aço chegou a 33,3 milhões de toneladas de aço bruto. No ranking da produção mundial, o Brasil ocupa a oitava posição.

O aço é uma liga de ferro e carbono. Tanto o ferro quanto o carbono são encontrados com abundância na natureza. Na siderurgia é usado carvão mineral e carvão vegetal em alguns casos. O minério é transformado em pelotas e o carvão é submetido a processo químico, para melhorar o rendimento e a economia do processo. Obtém-se então o coque, o que pode gerar subprodutos carboquímicos. No processo de redução o ferro se liquefaz originando o ferro gusa ou ferro de primeira fusão. Algumas impurezas presentes, como calcário, sílica, entre outras, formam a escória. Após a redução tem-se o refino, onde o ferro gusa ainda líquido é levado para aciaria e através da queima de impurezas e adições é transformado em aço. O refino é feito em fornos elétricos ou a oxigênio. A última etapa da produção é a laminação. O aço em processo de solidificação é deformado e transformado em produtos siderúrgicos (INSTITUTO AÇO BRASIL, 2015).

As usinas de aço são classificadas como integradas, semi-integradas e não integradas. As usinas integradas produzem aço a partir do minério de ferro, carvão e materiais fundentes. As usinas semi-integradas usam sucata de aço e ferro gusa como matéria prima. Já as usinas não integradas possuem apenas uma etapa de produção (MARINHO, 2015). A Figura 2.6 apresenta o fluxo simplificado da produção do aço.



FIGURA 2.6: Fluxo simplificado da produção do aço (MARINHO, 2015).

O aço é produzido por diferentes processos, utilizando conversores a oxigênio e fornos elétricos. A Tabela 2.1 apresenta os tipos de fornos utilizados pelas siderúrgicas brasileiras (ROHDE, 2002).

		Tip	o de fo	orno
EMPRESA	Estado	EOF	LD/BOF	Elétrico
Acesita S.A.	MG		Х	Х
Aço Minas Gerais S.A. – AÇOMINAS	*		Х	
Aços Villares S.A.	SP			х
Cia. Siderúrgica Belgo Mineira	**		х	х
Cia. Siderúrgica Nacional – CSN	RJ		х	
Cia. Siderúrgica Paulista – COSIPA	SP		х	
Cia. Siderúrgica Tubarão – CST	ES		х	
Gerdau S.A.	***	Х	х	х
Siderúrgica Barra Mansa S.A.	RJ			х
Usinas Siderúrgicas de Minas Gerais S.A. – USIMINAS			х	
Vallourec & Mannesman Tubes – V & M do Brasil S.A.			Х	
Villares Metais S.A.	SP			х
 *Aço Minas Gerais S.A. – AÇOMINAS possui usinas em Minas Gerais (MG) e São Paulo (SP). ** Cia. Siderúrgica Belgo Mineira possui usinas em MG, SP e Espírito Santo (ES). *** Gerdau S.A. possui usinas em MG, Pernambuco (PE), Rio Grande do Sul (RS), Paraná (PR), Ceará (CE) e Bahia (BA). 				

TABELA 2.1: Tipos de fornos utilizados pelas siderúrgicas brasileiras (ROHDE, 2002).

De acordo com a Tabela 2.1, a USIMINAS utiliza um tipo de forno LD/BOF. Nos fornos LD, oriundos dos sobrenomes de seus criadores Linz e Donawittz, é introduzido O₂ através de uma lança pela abertura superior do forno. O gás então incide sobre o metal líquido presente no fundo do forno promovendo a oxidação, que minimiza os níveis de impurezas, convertendo o ferro rico em carbono em aço. Nos fornos "BOF" (Estados Unidos), a injeção de O₂ é feita por cima, enquanto existem outros fornos que é feita por baixo (INFOMET).

2.8 ESCÓRIA DE ACIARIA DE PANELA

As escórias podem ser utilizadas na fabricação de diferentes tipos de materiais. Com a geopolimerização pode-se criar ligantes, argamassa e diferentes tipos de concretos com boas propriedades mecânicas (NERGIS et al., 2018).

Os processos siderúrgicos de fabricação de aço geram inúmeros resíduos como a escória cuja composição básica é óxidos metálicos e não metálicos. A escória pode ser de alto forno (fusão redutora de minérios) ou de aciaria (produção do aço), o que vai depender do processo de geração. As pesquisas sobre reciclagem externa das escórias englobam agregado graúdo e miúdo com a função de reforço na incorporação em cimento e concreto. Existe pesquisa também para material cerâmico com escória do forno panela, pois existe uma tendência mundial nas últimas décadas de reciclagem de resíduos em associação (mais de um resíduo na formação de um material), o que ocorre normalmente em materiais cerâmicos devido a sua alta capacidade de incorporação de outros materiais (CARDOSO, 2009).

O processo que ocorre no forno panela consiste no acerto da composição química e temperatura do aço líquido que será enviado ao lingotamento contínuo para ser solidificado. O aço líquido é conduzido para uma estação de refino secundário como o forno panela. Desta forma, ocorre a formação de uma nova escória devido a adição de desoxidantes e de cal, a escória de refino redutor que contribui para a eliminação do oxigênio e do enxofre do aço líquido. Essa escória é vazada em uma panela ou descarregada em local que possa solidificar em forma cristalina. A escória de aciaria de panela é um resíduo de classe IIA (não perigoso e não inerte), segundo a norma brasileira NBR 10004. Encontra-se estudo com utilização de escória de aciaria de panela como material suplementar de cimentação, como agregado fino em argamassas de gesso, estabilização de solos e terraplanagem, entre outros (LOBATO, 2014). A composição da escória de aciaria foi fornecida pela USIMINAS e está mostrada na Tabela 2.2, onde também é possível observar a quantidade total de ferro total na composição (FeT).

29

FeT	Fe ⁰	FeO	CaO	SiO ₂	MgO
53,58	32,03	26,42	17,30	7,11	5,35
MnO	Al ₂ O ₃	S	ZnO	K ₂ O	Na ₂ O
2,09	3,97	0,68	< 0,005	0,26	0,08

TABELA 2.2: Composição das escórias de aciaria de panela puras (USIMINAS)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS E EQUIPAMENTOS UTILIZADOS

Os materiais e equipamentos utilizados durante a pesquisa, juntamente com o local de disponibilidade de utilização e fornecimento estão descritos na Tabela 3.1.

MATERIAIS E EQUIPAMENTOS						
MATERIAL/EQUIPAMENTO		MARCA	MODELO	FORNECIMENTO/DISPONIBILIDADE		
Materiais	Escória de aciaria de panela	-	-	USIMINAS		
	КОН	Fabricação: Emsure Merck		Laboratório de Cerâmica do IME		
	PET branco e verde reciclado	-	-	Codesfi-Rio		
	Agitador (peneiramento)	+GF+	-	Laboratório de Cerâmica do IME		
	Agitador mecânico	Fisatom	-	Laboratório de Cerâmica do IME		
	Balança	GEHAKA	-	Laboratório de Cerâmica do IME		
	Difratômetro	PANalytical	X'Pert	Laboratório de Raio X do IME		
	DSC	TA Intrument (USA)	Q1000	Laboratório do IMA		
	Equipamento de FTIR	NICOLET	iS50 FT-IR	CBPF e UFF		
amentos	Equipamento ensaio de impacto	WOLPERT	-	Laboratório de Ensaios Mecânicos		
	Equipamento para ensaio balístico	Gunpowermodelo	SSS	Laboratório de Física do IME		
	Estufa	ELKA	-	Laboratório de Cerâmica do IME		
uip	Filtro à vácuo	KNF	-	Laboratório de Cerâmica do IME		
Eq	Moinho de Bolas	Retsch	PM100	Laboratório de Cerâmica do IME		
	Moinho de Facas	SOLAB	SL 033	IMA		
	PET verde reciclado	-	-	Codesfi-Rio		
	Prensa hidráulica	EVA	-	Laboratório de Cerâmica do IME		
	Prensa hidráulica com aquecimento	BOLAB	SL - 11	Laboratório de Cerâmica do IME		
	SEM	FEG FEI	Quanta 250	Laboratório de Microscopia Eletrônica		
	TGA	SHIMADZU	TA-60	Instituto de Pesquisa da Marinha		

TABELA 3.1: Materiais e equipamentos.

3.2 PREPARAÇÃO DOS MATERIAIS

A escória de aciaria de panela foi condicionada em um moinho planetário, com o objetivo de fazer a moagem do material, durante o período de uma hora e trinta minutos, sob a velocidade de 300rpm. Após a moagem, o material foi peneirado

atingindo o tamanho das partículas de 63µm. A Figura 3.1 mostra a escória de aciaria de panela antes e depois da moagem, (a) e (d) respectivamente, o moinho planetário (b) e o conjunto de peneiras (c) utilizado para o peneiramento.



FIGURA 3.1: Escória de aciaria de panela antes da moagem (a), moinho planetário (b), escória de aciaria de panela moída (c) e conjunto de peneiras (d).

A geopolimerização foi feita através da preparação da solução alcalina realizada com a mistura de KOH e água deionizada, a fim de alcançar uma solução alcalina com pH 14. A escória de aciaria de panela moída foi adicionada na solução alcalina e misturada através de um agitador mecânico por 24 horas. A Figura 3.2 representa o processo contendo a escória de aciaria de panela (a), a solução alcalina (b) e o agitador mecânico (c).



FIGURA 3.2: Escória de aciaria de panela moída (a), solução alcalina (b) e agitador mecânico(c).

Após a agitação, a mistura foi passada em filtro à vácuo e colocada na estufa para secagem. Com o material seco, foi feita a maceração com um almofariz para desaglomerar as partículas e então obter o geopolímero pronto para a realização das misturas. Todo este processo consta na Figura 3.3, representando o filtro à vácuo (a), a estufa (b), o almofariz (c) e o geopolímero pronto (d).



FIGURA 3.3: Filtro à vácuo (a), estufa (b), geopolímero (c) e almofariz (d).

O material reciclado PET foi fornecido pela empresa em forma de lâminas nas cores branca e verde. Para a diminuição da granulometria, o material passou por um moinho de facas resultando no material pronto para a realização das misturas. A Figura 3.4 apresenta a sequência do processo representando o material reciclado (a), o PET laminado (b), moinho de facas (c), e o material moído nas cores branca e verde (d) e (e), respectivamente.

MOINHO DE FACAS



FIGURA 3.4: Material reciclado (a), PET laminado (b), moinho de facas (c), PET moído (d) e (e).

As misturas do polímero (PET) moído com geopolímero foram realizadas nas proporções de:

- 100% de PET (amostras de PET verde e PET branco);
- 80% de PET e 20% de geopolímero (80/20);
- 60% de PET e 40% de geopolímero (60/40);
- 40% de PET e 60% de geopolímero (40/60).

As misturas foram feitas durante quinze minutos no moinho planetário disponível no laboratório de Materiais Cerâmicos do IME. Foi utilizado apenas o PET branco pois durante o processamento, o PET verde não apresentou um bom desempenho, originando corpos de prova com baixa qualidade e levando a exclusão do material na pesquisa. Porém, algumas caracterizações do PET verde foram realizadas a fim de ratificar a qualidade inferior do PET verde em relação ao de cor branca.

3.3 FABRICAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova foram fabricados através de diferentes moldes de acordo com a necessidade de cada ensaio.
Os corpos de prova para o ensaio de absorção de umidade e para análise de DRX foram fabricados em forma de discos de 50 mm de diâmetro e 5 mm de espessura. Foram colocados em uma prensa hidráulica com aquecimento a 270°C com um tempo estimado para processamento de 10 minutos, com degasagem a cada 30 segundos. A amostra dos materiais compósitos tiveram a massa final de aproximadamente 13 gramas. Os compósitos fundidos foram resfriados através da prensa fria durante 10 minutos para a desmoldagem dos mesmos. A Figura 3.5 representa todo o processo de forma simplificada.



FIGURA 3.5:Fluxograma

A Figura 3.6 mostra os corpos de prova em forma de discos de PET branco, PET verde e os compósitos 80/20, 60/40 e 40/60, feitos com PET branco.



FIGURA 3.6: Corpos de prova: PET branco (a), PET verde (b), compósito 80/20 (c), compósito 60/40 (d) e compósito 40/60 (e).

Para o ensaio de resistência ao impacto foram fabricados 5 corpos de prova de cada composição com dimensão de 50x5x6mm com entalhe de 2,54mm. Os parâmetros como tempo de fundição e degasagens foram os mesmos descritos anteriormente utilizados nos discos de 50 mm de diâmetro. Para o ensaio balístico, foram fabricados discos com 57 mm de diâmetro, sendo 20 mm de espessura no compósito 80/20 e 15 mm de espessura nos compósitos 60/40 e 40/60. Como o diâmetro e a espessura dos corpos de prova para este ensaio foram aumentadas se comparada aos demais, o tempo de fundição variou e foi necessário o aumento da temperatura. Para o compósito 80/20 foram necessários 45 minutos sem degasagem a 280°C para que o material fosse fundido completamente. O compósito 60/40 fundiu em 2 horas e o 40/60 em 5 horas sem degasagens a uma temperatura de 290°C. A Figura 3.7 mostra os corpos de prova utilizados no ensaio balístico.



FIGURA 3.7: Corpos de prova 80/20 (a), 60/40 (b) e 40/60 (c) para o ensaio balístico.

3.4 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

3.4.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

Buscando fazer a investigação das fases presentes, a análise foi realizada no Laboratório de Difração de raios X do IME em um difratômetro da marca PANalytical, modelo X'Pert MRD, operado com fonte de cobre CuK α (λ =1,54060 Å), corrente de 40 mA, tensão de 45 kV, intervalo de 20 de 10° a 90°, varredura com passo de 0,050° e tempo de coleta de 180 segundos.

3.4.2 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

A identificação dos grupos funcionais foi realizada pela análise de espectroscopia por transformada de Fourier (FTIR) feita com amostras em forma de pó e pequenas partículas de amostras. A realização do ensaio foi feita no CBPF e na UFF e o equipamento utilizado no CBPF é da marca IRPrestige-21, sendo utilizado na faixa de IR média de 4000 a 400 cm⁻¹, com 128 scans e uma resolução de 4 cm⁻¹. O equipamento da UFF é da marca NICOLET, modelo iS50 FT-IR, e foi utilizado na mesma faixa, com 64 scans, e uma resolução de 4 cm⁻¹.

3.4.3 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

O sistema de análise térmica utilizado no ensaio foi o SHIMADZU TA-60, analisador simultâneo termogravimétrico – térmico diferencial DTG-60H. O ensaio foi realizado no Instituto de Pesquisas da Marinha. Com o ensaio foi possível analisar a resistência térmica dos materiais e suas transformações estruturais. A análise foi realizada no intervalo de 25°C até 700°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min e em atmosfera inerte (N₂). Com os resultados foi possível se obter as curvas de TG/DTG com valores das temperaturas de início (T*inicial*), temperaturas máximas (T*máx*) e temperatura final de degradação (T*final*) e resíduos de todas as amostras.

3.4.4 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

Na análise de DSC foi utilizado o calorímetro de varredura diferencial TA Instrument, modelo Q1000, a uma faixa de temperatura avaliada para o PET e os compósitos de 25°C até 300°C. Tanto as corridas de aquecimento e resfriamento foram a uma taxa de 10°C/min em atmosfera inerte através de nitrogênio gasoso (N₂).

Neste ensaio as principais determinações são: temperaturas de transição vítrea (Tg), temperatura inicial de fusão (T*i*), temperatura máxima de fusão (T*m*), temperatura final de fusão (T*f*) Temperatura de cristalização durante o segundo aquecimento (T*ch*), respectivas entalpias de fusão (Δ Hm) e grau de cristalinidade (*Xc*). A cristalinidade de um material é o alinhamento de suas cadeias no arranjo tridimensional. Seu cálculo pode ser realizado através da equação 3.1, considerando o grau de cristalinidade do PET puro (Δ H100%) equivalente a 140 J/g (NEGORO, 2016).

$$X_{c} = \frac{\Delta Hm}{\Delta H_{100\%}} \cdot \frac{100}{(1-x)}$$
(3.1)

Onde:

ΔHm: Entalpia final de fusão;

ΔH100%: Entalpia do polímero totalmente cristalino;

x: Proporção da carga na matriz.

3.4.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A microestrutura, dimensões de partículas e dispersão do particulado na matriz polimérica dos corpos de prova. As análises foram feitas através do microscópio eletrônico de varredura (MEV) – FEG-SEM, fabricado pela FEI, modelo Quanta 250,

do IME, com tensão de 5 kV. As amostras foram fraturadas criogenicamente e suas superfícies foram recobertas com ouro, o qual foi depositado no aparelho de recobrimento, fabricado pela Leica, modelo Ace600, durante 180 segundos, com uma camada estimada de 16nm.

3.4.6 ENSAIO DE ABSORÇÃO DE UMIDADE

O ensaio de absorção foi realizado baseado na norma ASTM D570. Foram medidos e pesados 5 corpos de provas em estado seco, colocados em água deionizada e pesados em estado úmido após 2h, 24h, 1 semana e 2 semana (imersão utilizada a longo prazo). Com isso é possível analisar a absorção de umidade de acordo com o tempo de imersão para as diversas amostras.

3.4.7 ENSAIO DE RESISTÊNCIA AO IMPACTO IZOD

Foi realizado ensaio de impacto Izod seguindo a norma ASTM ASTM D256 – 10 (2018). Este tipo de ensaio é realizado através de um pêndulo acelerado pela gravidade que, ao chocar-se com o corpo de prova entalhado, determina a capacidade deste em absorver a energia potencial do pêndulo. Foi utilizado um equipamento da marca Pantec, modelo CH/IZ-25 utilizando um pêndulo de 2,75J, como mostra a Figura 3.8.

40



FIGURA 3.8: Equipamento do ensaio de resistência ao impacto - Izod

3.4.8 ENSAIOS BALÍSTICOS

Os ensaios balísticos tiveram como objetivo a investigação do desempenho balístico dos compósitos com diferentes concentrações. O ensaio foi realizado a uma temperatura de 24°C e pressão no reservatório do provete de 4900 PSI, no laboratório de Física do IME. No ensaio foi utilizado um provete de ar comprimido Gunpower modelo SSS com um supressor de ruído Padrão Armas. Os projéteis utilizados foram de calibre 22 de chumbo com uma massa estimada de 3,3 g. Para a determinação da velocidade de boca para cada tiro, foi utilizado um cronógrafo balístico Air Chrony modelo MK3, com precisão de 0,15m/s. Um cronógrafo foi utilizado próximo à amostra para a determinação da velocidade de impacto.

A avaliação do nível de proteção balística dos compósitos foi feita com base na medida da profundidade da deformação (identação) provocada pelo tiro. As amostras utilizadas foram:

- 80/20 com diâmetro de 5,7cm, 2cm de espessura e 61,88g;
- 60/40 com diâmetro de 5,7cm, 1,5cm de espessura e 56,59g;

• 40/60 com diâmetro de 5,7cm, 1,5 cm de espessura e 48,22g;

O provete foi posicionado a 5 m de distância do alvo, onde a amostra se encontrava apoiada em um bloco de madeira e encostada em placas de MDF, como mostra a Figura 3.9.



FIGURA 3.9: Posicionamento da amostra no ensaio balístico.

Para aumentar a estabilidade do projétil e reduzir o turbilhão causado pelo provete de ar, foi utilizado um supressor de ruído na saída do provete.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

Os difratogramas de raios X são apresentados nas Figuras 4.1-4.4 e são relacionadas às amostras de PET branco, compósitos 80/20, 60/40 e 40/60, respectivamente.

A Figura 4.1 apresenta o espectro do PET branco. O espetro apresentou curvas características de um polímero semicristalinos. As bases alargadas dos picos são relacionadas às regiões amorfas dos materiais. Os picos da difração de raio-X do PET, de acordo com a literatura, estão comumente presentes nas regiões de 20 em 17°, 26° e 43°, os quais são identificados com os planos cristalográficos (010), (100), respectivamente. Durante o ensaio, o PET apresentou picos em 20 apresentados nas regiões de 16°, 21° e 23°, os quais são relacionados aos planos cristalográficos $(0 \ \overline{1} \ 0)$; $(1 \ \overline{1} \ 1)$; e $(\overline{1} \ 10)$; respectivamente (PEREIRA, 2017).



FIGURA 4.1: Difratograma da amostra de PET branco

Os picos das amostras de compósitos 80/20, 60/40 e 40/60 estão apresentados nas Figuras 4.2, 4.3 e 4.4. É possível a identificação de picos relacionados a silicatos de cálcio, sob formas alotrópicas (Merwinita, Larnita) e a presença dos minerais Mayenita, Hematita e Quartzo, se diferenciando apenas o compósito 60/40 com a ausência de Hematita (MARINHO 2015; SILVA, 2014; PIMENTEL et al., 2019).



FIGURA 4.2: Difratograma da amostra de Compósito 80/20.



FIGURA 4.3: Difratograma da amostra de Compósito 60/40.



FIGURA 4.4: Difratograma da amostra de Compósito 40/60.

4.2 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

A espectroscopia de absorção no infravermelho foi utilizada para a caracterização do PET branco e os compósitos de diferentes concentrações.

Na Tabela 4.1 são apresentadas as bandas de absorção na região do infravermelho relacionadas aos grupos funcionais do PET (PEREIRA, 2017).

O espectro do PET branco, compósito 80/20, 60/40 e 40/60 são apresentados pelas Figura 4.5-4.8, respectivamente. Os espectros apresentaram as seguintes bandas: 3429 cm-¹ (grupo OH - hidroxila); 2958, 2967 cm⁻¹ (C-H, estiramento simétrico); 1707, 1708, 1709, 1710 cm⁻¹ (estiramento C=O); 1411, 1413 cm⁻¹ (vibrações esqueleto aromático com estiramento C=C); 1335 cm⁻¹ (estiramento do grupo C-O deformação do grupo O-H); 1233, 1234, 1235 e 1093 cm⁻¹ (grupo tereftalato OOCC6H4-COO); 1006, 1014 cm⁻¹ (estiramento C-O); 872, 874 cm⁻¹ (anel aromático 1,2,4,5; tetra substituídos); 709, 718, 719 cm⁻¹ (interação de grupos éster polar e anéis de benzeno) (PEREIRA, 2017; SILVERSTEIN, 2005; PRASAD, 2011; CAZAN, 2017).

Grupos e Vibrações	Sinal (cm ⁻¹)
Grupo OH (hidroxila)	3200 - 3650
Estiramento dos grupamentos de hidroperóxidos e OH	3200 - 3600
Estiramento simétrico de CH	2800 - 3000
Anidridos	1790 – 1820
Estiramento C=O de grupo éster	1730
Estiramento C=O de grupo ácidos carboxílicos	1728 – 1712
Grupo carboxílico insaturado	< 1700
Conjugados arila-carbonila	1680 – 1700
Benzofenonas ou quinonas	1680 – 1690
Vibrações interplacares do anel aromático	1600
Vibraçãos osquelata aramática com estiramente C-C	1580 – 1504 ;
	1410 – 10
	1 453 – 1386;
Estiramento do grupo C-O deformação do grupo O-H	1320 – 1211;
	950 - 900
Grupo tereftalato (OOCC ₆ H ₄ -COO)	1243 - 1093
Estiramento do grupo C-O	1090 – 1150
Deformação angular tipo flexão de CH ₂	1339
Vibrações de dois H aromáticos adjacentes em compostos p-	1800 – 2000 ;
substituídos	795 – 845
Anéis aromáticos 1,2,4,5; Tetra substituídos	860 – 900
Interação de grupos éster polar e anéis de benzeno	712

TABELA 4.1: Bandas de FTIR do PET (PERERA, 2017).



FIGURA 4.5: Espectro de FTIR do PET branco



FIGURA 4.6: Espectro de FTIR do compósito 80/20.



FIGURA 4.7: Espectro de infravermelho por transformada Fourier (FTIR) do compósito 60/40.



FIGURA 4.8: Espectro de infravermelho por transformada Fourier (FTIR) do compósito 40/60

O espectro para o geopolímero utilizado na fabricação dos compósitos da pesquisa é apresentado na Figura 4.9. As bandas estão presentes nas regiões de 3524 cm⁻¹ (vibrações de estiramento do grupo hidroxila), 1643 cm⁻¹ (pico de absorção de vibração de flexão H-O-H), 1448 cm⁻¹ (vibração de CO3²⁻), 945 cm⁻¹ (estiramento da banda de Si-O), 874 cm⁻¹ (carbonatação), 526 cm⁻¹ (deformação ou vibração de curvatura da banda de Si-O, respectivamente (JICHUN, 2019; BAI et al., 2018; WANG et al., 2018; MATTHAIOU et al., 2019).



FIGURA 4.9: Espectro de infravermelho por transformada Fourier (FTIR) do geopolímero de aciaria de panela.

O espectro da escória de aciaria de panela é apresentado na Figura 4.10, e as bandas identificadas estão presentes nas regiões de 3639 cm⁻¹ (grupo OH - hidroxila), 1433 cm⁻¹ (vibração de CO3²⁻), 869 cm⁻¹ (carbonatação), 509 cm⁻¹ (deformação ou vibração de curvatura da banda de Si-O) (JICHUN, 2019; BAI et al., 2018; WANG et al., 2018; MATTHAIOU et al., 2019).



FIGURA 4.10: Espectro de infravermelho por transformada Fourier (FTIR) da escória de aciaria de panela.

4.3 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

A Figura 4.11 mostra a curva de TG e DTG do PET. É possível observar na curva de TGA que a massa do PET é reduzida à medida que a temperatura é elevada, o que já é esperado em matrizes poliméricas para esse patamar a 700 °C. A curva de DTG confirma que a temperatura máxima de degradação do PET ocorre em 473,76 °C. Como o PET é proveniente de reciclagem, o resíduo pode indicar algum material incorporado durante o processamento do polímero.



FIGURA 4.11: TG e DTG do PET

As Figura 4.12 e 4.13 apresentam as curvas de TG e DTG da escória de aciaria de panela e do geopolímero, respectivamente. Em 100 °C, aproximadamente, ocorre liberação de água presente no material ocasionando a perda de massa. Nessa temperatura a escória de aciaria de panela (Figura 4.12) começa a ter uma perda de umidade, totalizando uma perda de massa de 5,15 mg. Já no geopolímero (Figura 4.13) ocorre perda de água equivalente a 12,12 mg. Diferente da curva de DTG da escória de panela pura, a curva correspondente ao geopolímero, na temperatura de 429, 17 °C pode indicar a decomposição do hidróxido de cálcio (CaOH) e no pico com temperatura em 577,01 °C correspondendo desidroxilação da sílica (RAMOS, 2014).







FIGURA 4.13: TG e DTG do geopolímero.

As curvas termogravimétricas dos compósitos 80/20, 60/40 e 40/60 estão representadas nas Figuras 4.14, 4.15 e 4.16, respectivamente. Nos compósitos ocorre uma perda de massa muito maior se comparado à escória de aciaria de panela e ao geopolímero, devido as proporções de PET presentes, tendo os compósitos 80/20, 60/40 e 40/60 perdas equivalentes a 80,44%, 74,63% e 42,92%, respectivamente. Diferente do esperado, as curvas de degradação dos compósitos tiveram um leve deslocamento para temperaturas finais menores em comparação ao PET puro. Os resíduos apresentados em cada análise dos compósitos são correspondentes aos teores de geopolímero incorporados na matriz orgânica (PET), cujos valores são equivalentes a 19,56% (80/20), 25,37% (60/40) e 57,08% (40/60).



FIGURA 4.14: TG e DTG do compósito 80/20.









Os dados analisados a partir da Tabela 4.2 apresentam a perda de massa correspondente ao polímero puro (PET) e aos compósitos com incorporação da carga geopolimérica. O resultado correspondente a maior perda de massa para o polímero puro já era previsto, com a incorporação da carga geopolimérica, o deslocamento da temperatura de degradação para maiores patamares foram observados nas respectivas curvas 80/20, 60/40 e 40/60. Os resultados da temperatura inicial de degradação (Tinicial) da análise termogravimétrica (TGA) para o polímero reciclado puro foi observado em 380,71 °C. Como esperado, a partir da incorporação de teor de carga geopolimérica ocorreram o deslocamento das curvas dos compósitos para temperaturas maiores equivalentes a 383,47 °C (80/20), 381,3 °C (60/40) e 387,05 °C (40/60).

A ausência de perda de massa na escória de aciaria de panela e do geopolímero já era esperada, devido a esses materiais não possuírem degradação na faixa desse ciclo de temperatura, 25-700 C.

DADOS OBTIDOS NO ENSAIO DE TGA						
Elemento	T inicial	T máxima	T final	Resíduo		
				(70)		
PET	380,71	436,28	473,76	10,56		
Escória	25,00	-	700,00	94,85		
Geopolímero	25,00	-	700,00	87,88		
80/20	383,47	440,48	468,77	19,56		
60/40	381,30	439,56	468,96	25,37		
40/60	387,05	440,77	465,87	57,08		

TABELA 4.2: Dados obtidos pela análise termogravimétrica de todas as amostras.

4.4 CALORÍMETRO DIFERENCIAL DE VARREDURA (DSC)

A Figura 4.17 apresenta os resultados obtidos pela análise térmica de calorimetria diferencial de varredura (DSC) entre a escória de aciaria de panela (a) e do geopolímero sintetizado (b). A análise apresentou um pico referente ao geopolímero na região de 256,5 °C que pode indicar a desidroxilação do OH presente no material geopolimérico durante sua síntese, sendo uma diferença entre

as respectivas curvas, como observado na curva de temperatura de degradação (TGA) do compósito com maior teor de geopolímero. (RAMOS, A., BERNADIN, A., GODINHO, D.; 2018).



FIGURA 4.17: Curva de DSC da escória de aciaria de panela (a) e geopolímero oriundo de escória de aciaria de panela (b).

Os resultados obtidos através da curva de DSC estão apresentados na Figura 4.18 e representa o primeiro aquecimento do polímero puro e os compósitos com diferentes teores de geopolímeros incorporados a matriz polimérica (PET, 80/20, 60/40 e 40/60). Foram observadas temperaturas de fusão dos compósitos similares ao polímero puro, porém, o compósito 80/20 apresentou uma diminuição da intensidade do fluxo de calor em relação ao restante dos materiais. No compósito 40/60 (maior teor de carga) foi observado o surgimento de dois picos de baixa intensidade, equivalentes aos valores de 164,63 °C e 197,37 °C, que podem corresponder à perda de água do geopolímero e sua desidroxilação.



FIGURA 4.18: Curva de DSC do primeiro aquecimento PET puro (a), compósito 80/20(b), 60/40(c) e 40/60(d).

As curvas de DSC que representam o segundo aquecimento do polímero e dos compósitos geopoliméricos estão apresentadas na Figuras 4.19 e apresentaram comportamentos diferentes do esperado. Através das curvas foi possível obter a temperatura de transição vítrea (Tg) dos materiais PET, compósito 80/20, 60/40 e 40/60. A transição vítrea do PET de acordo com Beyler e Hirschler (2015) corresponde aos 70 °C. Diferente disso, os resultados do ensaio mostraram transições vítreas em 74,5 °C, 73,1 °C, 72,8 °C, 76,2 °C, para o PET, compósito 80/20, 60/40 e 40/60 respectivamente. As mesmas curvas apresentaram temperaturas de cristalização durante o aquecimento (T*ch*), onde compósito 80/20 indicou o aparecimento de um duplete com duas temperaturas de cristalização diferentes, 137,2 °C e 159,9 °C. A temperatura de fusão (T*m*) das matrizes poliméricas tanto do polímero puro quanto dos compósitos foram observadas na faixa.

De acordo com o grau de cristalinidade do polímero e dos compósitos foi observado um aumento da cristalinidade da matriz polimérica com a incorporação da carga geopolimérica produzida, o que não foi constatado no compósito 80/20.



FIGURA 4.19: Curva de DSC do segundo aquecimento do PET puro (a), compósito 80/20(b), 60/40(c) e 40/60(d).

A Tabela 4.3 apresenta todos os dados obtidos no DSC, indicando a transição vítrea (Tg), temperatura inicial de fusão (T*i*), temperatura máxima de fusão (Tm), temperatura final de fusão (Tf), Temperatura de cristalização durante o aquecimento (T*ch*), entalpia final de fusão (Δ Hm) e grau de cristalinidade (X*c*). É possível observar que a temperatura de cristalização durante o aquecimento (T*ch*) permaneceu praticamente inalterada.

Dados DSC								
Amostras	Tg (°C)	Ti (°C)	Tm (°C)	Tf (°C)	Tdn	(°C)	ΔHm (J/g)	Xc (%)
PET	74,5	227,0	246,6	261,1	15:	1,7	32,4	23,1
80/20	73,1	216,1	247,0	262,0	137,2	159,9	21,81	19,5
60/40	72,8	218,6	246,9	261,2	152	,80	39,35	46,8
40/60	76,2	224,2	245,9	258,5	150,5		16,84	30,1

TABELA 4.3: Dados	obtidos	no ensaio	de DSC.
-------------------	---------	-----------	---------

Onde:

Tg: Transição vítrea; T*i*: Temperatura inicial; T*m*: Temperatura de fusão;

T*f*: Temperatura final;

T*ch*: Temperatura de cristalização durante o segundo aquecimento; ΔH*m*: Entalpia final de fusão; X*c*: Grau de cristalinidade.

4.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A morfologia, microestrutura, dimensões de partículas, dispersão dos particulados e adesão das partículas pela matriz polimérica das amostras de PET branco, PET verde e os compósitos 80/20, 60/40 e 40/60 foram analisadas em MEV. A Figura 4.20 mostra as micrografias do PET branco e verde com um aumento de 40x, o que possibilitou a observação de uma maior porosidade na amostra do polímero de PET verde, fato este que corroborou para não utilização desse PET na fabricação dos compósitos devido a sua processabilidade inferior.



FIGURA 4.20: Micrografia das amostras de PET branco (a) e PET verde (b) com aumento de 40x, respectivamente.

A Figura 4.21 apresenta a micrografia do PET branco, com aumento de 200x, onde é possível observar uma homogeneidade e ausência aparente de porosidade, o que indica um bom processamento. É observado também o escoamento do polímero ocorrido durante a prensagem.



FIGURA 4.21: Micrografia amostra de PET branco com aumento de 200x.

A Figura 4.22 apresenta a micrografia do compósito 60/40 com aumento de 1.000x, a qual apresenta uma partícula agregada pela matriz polimérica do PET reciclado na cor branca, confirmando assim sua reciclabilidade.





A Figura 4.23 apresenta a micrografia da amostra de PET branco com aumento de 20.000x (a) e 40.000x (b). É possível observar que o diâmetro das partículas varia de 72,85nm a 127,2nm aproximadamente.



FIGURA 4.23: Micrografia amostra de PET branco com aumento de 20.000x (a) e 40.000x (b).

A Figura 4.24 mostra as micrografias da escórias de aciaria de panela (a) e geopolímero sintetizado (b), em aumento de 80x. Mostra também a escória de aciaria de panela (c) e geopolímero sintetizado (d), com aumento de 5.000x. Com a comparação entre as imagens é possível observar as diferenças do material antes e depois do tratamento alcalino (geopolimerização).



FIGURA 4.24: Imagens de microscopia eletrônica de varredura das escórias de aciaria de panela (a) e geopolímero (b) com aumento de 80x e escória forno panela (c) e geopolímero (d) com aumento de 5.000x, respectivamente.

As micrografias dos compósitos 80/20, 60/40 e 40/60, com aumento de 50x, estão representadas na Figura 4.25 (a), (b) e (c) respectivamente. As micrografias mostram que quanto maior a concentração de escória, maior a presença de porosidade.



FIGURA 4.25: Micrografia amostra dos compósitos 80/20 (a), 60/40 (b) e 40/60 (c), com aumento de 50x.

A Figura 4.26 apresenta a micrografia do compósito 60/40, com aumento de 20x, onde é possível observar um indicativo de formação de estrutura núcleocamada, visto que a camada externa apresenta as partículas dispersas e o núcleo contendo aglomerados de partículas pelo polímero.



FIGURA 4.26: Micrografia do compósitos 60/40, com aumento de 20x.

Na Figura 4.27 é possível observar as imagens da microestrutura dos compósitos 80/20(a), 60/40(b) e 40/60(c) com aumento de 2.000x. Nas micrografias é possível observar as partículas encapsuladas pela matriz polimérica e a porosidade apresentada pelas amostras. Na amostra 40/60, apresentada pela Figura 4.27(c), nem todas as partículas foram encapsuladas, o que demonstra a falta de afinidade entre a matriz de natureza orgânica com o alto teor de partículas inorgânicas, apresentando assim a formação de porosidade.



FIGURA 4.27: Micrografia dos compósitos 80/20 (a), 60/40 (b) e 40/60 (c) com aumento de 2.000x.

4.6 ENSAIO DE ABSORÇÃO DE UMIDADE

Os resultados do ensaio de absorção se encontram na Tabela 4.4.

	ABSORSÃO DE UMIDADE						
AMOSTRA	TEMPO DE CONDICIONAMENTO E TEMPERATURA	TEMPO DE IMERSÃO (h)	MÉDIA PORCENT. DE UMIDADE (%)	DESVIO PADRÃO	OBSERVAÇÕES NA APARÊNCIA DA AMOSTRA		
0	2 horas a 23°C	2h	-0,002		Amostra com		
RANC	24 horas a 23°C	24h	0,006	0 164	poros e perca de partículas durante o		
ET BI	1 semana a 23°C	168h	0,189	0,104			
Ы	2 semanas a 23°C	336h	0,342		ensaio.		
80/20	2 horas a 23°C	2h	0,046		Amostra com poros		
	24 horas a 23°C	24h	0,215	0 721			
	1 semana a 23°C	168h	0,999	0,731			
	2 semanas a 23°C	336h	1,624				
	2 horas a 23°C	2h	0,033		Presença de poros, trincas e perda de partículas durante o ensaio.		
/40	24 horas a 23°C	24h	0,142	0 459			
60/	1 semana a 23°C	168h	0,586	0,438			
	2 semanas a 23°C	336h	1,036				
40/60	2 horas a 23°C	2h	2,720		Amostras quebradiças,		
	24 horas a 23°C	24h	8,163	E 440			
	1 semana a 23°C	168h	12,040	5,440	com poros, trincas e aspecto rugoso.		
	2 semanas a 23°C	336h	15,382				

TABELA 4.4: Resultados do ensaio de absorção de umidade.

As amostras de PET tiveram uma porcentagem de absorção de umidade muito baixa, o que variou de -0,002% a 0,342%, com um desvio padrão de 0,164, como descrito na Tabela 4.4. Durante o ensaio, foram visualizadas porosidade e partículas dos polímeros processados na solução aquosa, o que gerou o resultado negativo.

O compósito 80/20 teve uma absorção de umidade variando entre 0,046% a 1,624%, com um desvio padrão de 0,731, apresentando porosidade nas amostras processadas.

O compósito 60/40 apresentou uma porcentagem de absorção de umidade variando entre 0,033% a 1,036%, com um desvio padrão de 0,458. A absorção se deve a existência de porosidade do compósito e a falta de interação das partículas

na camada externa, assim como, a liberação de partículas não aderidas pela matriz polimérica.

O compósito 40/60 resultou no maior índice de absorção, variando seu percentual de umidade de 2,720% a 15,382%, com um desvio padrão de 5,440. As amostras processadas apresentaram bolhas na superfície, fissuras, rugosidade e natureza quebradiça, fatos estes ocorridos devido ao aumento do teor de carga na matriz polimérica. Isso corrobora com a falta de compatibilidade da matriz orgânica (polímero) e fase inorgânica dispersa de geopolímero.

4.7 ENSAIO DE RESISTÊNCIA AO IMPACTO - IZOD

A Figura 4.28 ilustra as médias aritméticas das resistências ao impacto Izod para os corpos de prova de PET branco e os compósitos de 80/20, 60/40 e 40/60.



FIGURA 4.27: Gráfico de resistência ao Impacto.

Com o ensaio foi possível observar um aumento na energia de impacto Izod suportada em função da adição de carga (geopolímero). O compósito de 40/60, que corresponde a fração mássica de 60% de geopolímero, atingiu a maior resistência ao impacto com o valor de 12,55 J/m, atingindo um aumento de 382,69% em relação à resistência ao impacto do PET branco. Foi possível observar ainda que o desvio

padrão é aumentado de acordo com a quantidade de geopolímero inserida na matriz polimérica, o que pode ser explicado pela falta de afinidade interfacial entre a matriz e a carga.

A Figura 4.29 mostra as superfícies de fratura das amostras de impacto Izod para cada composição.



FIGURA 4.28: Corpos de prova fraturados pelo ensaio de resistência ao impacto.

Através da análise da superfície fraturada é possível observar defeitos de processamento como presença de bolhas, que também podem ser explicadas pela quantidade de degasagens insuficiente durante o processamento. Entretanto, a amostra de PET branco apresentou melhor processamento, porém uma resistência ao impacto inferior às demais amostras.

4.8 ENSAIOS BALÍSTICOS

No ensaio balístico, os disparos fizeram com que todas as amostras se estilhaçassem. Foi realizado um disparo sem amostra (A0), onde o projétil foi penetrado na placa de MDF. Os demais disparos foram realizados nas amostras dos compósitos 80/20, 60/40 e 40/60. A Tabela 4.5 mostra os resultados do ensaio onde se encontra a massa dos compósitos (MC), a velocidade de impacto (VI), a profundidade de penetração (PP), e o fator de mérito (FM) calculado de acordo com a fórmula FM=1/(PP×MC) para cada composição.

ENSAIO BALÍSTICO						
AMOSTRA	MC (g)	VI (m/s)	PP (mm)	FM (10-³)(g mm)- ¹		
A0	-	226,16	19,08	-		
80/20	61,89	243,54	2,56	0,0063		
60/40	56,60	243,54	<mark>5,58</mark>	0,0032		
40/60	48,22	241,71	9,34	0,0022		

TABELA 4.5: Resultados do ensaio balístico.

A Figura 4.30 apresenta a variação da profundidade de penetração na placa de PVC sem amostra (A0) e de cada compósito.



FIGURA 4.29: Variação da profundidade de penetração de cada amostra.

O compósito 80/20 foi o que obteve melhor resultado tendo a menor profundidade de penetração equivalente a 2,56 mm, se diferenciando em 16,52 mm da profundidade de penetração ocorrida sem amostra (A0). A profundidade de penetração variou de acordo com a quantidade de carga dos compósitos, quanto maior a quantidade de partículas geopoliméricas no compósito maior a profundidade de penetração, tendo menor eficácia em relação ao ensaio balístico.

No ensaio, os disparos em todos os compósitos provocaram identações na placa de MDF posicionada logo atrás das amostras, como mostra a Figura 4.31, onde a identação 1 foi do compósito 80/20, 2 do compósito 60/40 e 3 do compósito 40/60.



FIGURA 4.30: Identações dos compósitos 80/20 (a), 60/40 (b) e 40/60 (c).

5 CONCLUSÃO

Os resultados do estudo mostraram através da fusão dos materiais, a processabilidade dos compósitos com as diferentes concentrações de PET e geopolímero. Porém a carga e a matriz não tiveram boa compatibilização, principalmente nas maiores quantidades de carga, o que pode ser explicado pela natureza diferente dos componentes. Assim sendo, quanto maior a inserção de carga no compósito, maiores a quantidades de poros, trincas, dificuldade de processamento e maior tempo de fusão.

Através da análise de TGA foi possível observar um aumento na estabilidade térmica dos materiais e que a concentração da carga influenciou na temperatura de degradação dos compósitos. Foi observado a concentração de 10,56 % de resíduo no polímero puro, o que pode sugerir um contaminante, como material reciclado, ou carga anteriormente utilizada para seu processamento anterior. Com a análise de DSC foi observado que com a incorporação das partículas geopoliméricas, o grau de cristalização foi aumentado, se diferenciando apenas o compósito 80/20.

Inicialmente foram observados dois tipos de PET reciclados, o que tornou possível visualizar na análise de MEV uma melhor qualidade na microestrutura para fusão do polímero de cor branca comparado a cor verde. As imagens de microscopia apresentaram o encapsulamento efetivo das partículas geopoliméricas nos compósitos 80/20 e 60/40, o que não aconteceu efetivamente no compósito 40/60, provavelmente pela fluidez do material e natureza refratária da carga geopolimérica utilizada, a qual dificultou a transmissão de calor pelo interior do material polimérico. No ensaio de absorção de umidade, os compósitos 80/20 e 60/40 resultaram em índices de absorção baixos. Em contrapartida, o compósito 40/60 obteve uma absorção considerável devido à falta de compatibilidade, fluidez e encapsulamento da carga pela matriz apresentando maiores quantidades de poros, trincas e aspecto quebradiço.

Pelo ensaio de impacto Izod, o compósito de 40/60 obteve a maior resistência ao impacto. Já os resultados do ensaio balístico mostraram que o compósito 80/20 reproduziu a menor profundidade de penetração, o que foi relacionado ao melhor encapsulamento das partículas geopoliméricas pelo polímero, corroborando com as

71
análises anteriores. Esse fato determinou que para a produção de artefatos para proteção balística esse compósito possui melhor desempenho.

Dos resultados obtidos, verifica-se que os compósitos estudados, oriundos de resíduos, têm potencial satisfatório para usos importantes, como em coletes balísticos. Desta forma, estes compósitos se mostram benéficos e habilitados para a busca de grandes aplicações em materiais de engenharia sustentáveis.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Algumas considerações relevantes são sugeridas para pesquisas futuras que possam dar continuidade a este trabalho:

- Utilizar um compatibilizante para melhorar a adesão entre os componentes;
- Avaliar concentrações de carga inferiores a 20% de geopolímero;
- Fazer outras caracterizações mecânicas, como ensaio de tração e dureza;
- Avaliar o tempo e a taxa de velocidade de queima do material através do ensaio de flamabilidade.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANTONIS, K. Atenas: Alterations of PET material physical properties during storage of olive oil, 2018-. ISSN 100336 versão online. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2019.100336>.

ASTM – American Society for Testing Materials. ASTM D256-10: **Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics**. In: Annual Book of ASTM Standards, 2010.

ASTM – American Society for Testing Materials. ASTM D4065: **Standard Practice for Plastics: Dynamic Mechanical Properties: Determination and Report of Procedures.** In: Annual Book of ASTM Standards, 2012.

ASTM – American Society for Testing Materials. ASTM D570: **Standard Test Method for Water Absorption of Plastics**. In: Annual Book of ASTM Standards, 2010.

BAI, T., Song, Z., Wu, Y., Hu, X., Bai, H. China: Influence of steel slag on the mechanical properties and curing time of metakaolin geopolymer, 2018-. ISSN 15706-15713 versão online. Disponível em:<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.05.243>.

BARBOSA, G. S. O Desafio do Desenvolvimento Sustentável, 2008.

BELCHIOR, V. Manual para a Elaboração e normalização de Teses e Dissertações do Instituto Militar de Engenharia – IME, 2019.

BEYLER, C., & HIRSCHLER, M. Thermal Decomposition of Polymers, 2015.

BOFF, L. Sustentabilidade: o que é - o que não é. Vozes, 2017.

BURSZTYN, M. Fundamentos de Política e Gestão Ambiental : Caminhos Para A Sustentabilidade. G. Ltda, 2013.

CALLISTER, W.D. RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 9. Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016.

CANEVAROLO Junior, S.V. Ciência dos Polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros. 2. ed. São Paulo: Arttliber, 2006.

CARDOSO, M. D. Reciclagem de Escória Forno Panela de Aciaria Elétrica em Materiais Cerâmicos. UNISINOS, 2009.

CARVALHO, R. Degradação mecânica em compósitos de vidro / epóxido sujeitos a soluções cimentícias. FCTUC, 2015.

CAZAN, C., Cosnita, M., Duta, A. Brasov: **Effect of PET functionalization in composites of rubber – PET – HDPE type,** 2017-. ISSN 1878-5352 versão online. Disponível em:<https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2015.10.005>.

ÇINAR, M., & Kar, F. Turkei: Characterization of composite produced from waste **PET and marble dust,** 2018-. ISSN 0950-0618 versão online. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.12.155.

DALBERG. Solucionar a Poluição Plástica: Transparência e Responsabilização, 2019.

ELEUTÉRIO, R., Santos, V., Luz, P., Senff, L., Hotza, D., Zanlorenzi, H. Adição de Resíduos da Indústria de Papel em Geopolímeros Baseados em Metacaulim, 2017.

FIGUEREDO, A. Carvalho, D., Aguilera, L., Melo, G., Biasi, R. Rio de Janeiro: **Resposta ao impacto balístico de compósitos de alumina- aramida-peuapm**. 2018-. Versão online. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/329428548_>.

FIGUEREDO, A. Carvalho, D., Aguilera, L., Melo, G., Biasi, R. Rio de Janeiro: **Resposta ao impacto balístico de compósito de elevada concentração de alumina-peuapmrevestido com uma camada de peuapm**. 2018-. Versão online. Disponível em: < https://www.researchgate.net/publication/329262992>.

INFOMET. "Aços & Ligas | **Aço: Processos de Fabricação | Processo Siderúrgico**". Disponível em: https://www.infomet.com.br/site/acos-e-ligasconteudo-ler.pHp?codConteudo=236. Acesso em 28 de março de 2019.

INSTITUTO AÇO BRASIL. **Processo siderúrgico**. Disponível em: http://www.acobrasil.org.br/site2015/processo.html. Acesso em 27 outubro de 2018.

JICHUN, X., Leping, L., Yan, H., Ning, Z., Xuemin, C. China: **Early mechanical** properties and microstructural evolution of slag / metakaolin-based geopolymers exposed to karst water. Cement and Concrete Composites, 2019-. ISSN 0958-9465 versão online. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946518313052>.

KIM, H., HAN, K. Korea do Sul: Morphology and thermal properties of PET nanocomposite fi bers by modi fi ed amine-polyhedral oligomeric silsesquioxane, 2015-. ISSN 0266-3538 versão online. Disponível em: < sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353815301111 >.

LIMA, J., Ferreira, L., Romeiro, N., Pompeu, A. Logística Reversa do Plástico PET em Maceió / AL : Caminhos para o Desenvolvimento Sustentável, 2018.

Liu, X., & Li, Y. China: Static bearing capacity of partially corrosion-damaged reinforced concrete structures strengthened with PET FRP composites. 2019-. ISSN 0950-0618 versão online. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S095006181930710X>.

LOBATO, N. C. C. Gerenciamento de Resíduos Sólidos da Indústria Siderúrgica, 2014.

MARINHO, A. **Aglomerante Ecológico para Argamassa - Reciclagem**. Universidade Federal de Ouro Preto Escola De, 2015.

MATTHAIOU, V., Oulego, P., Frontistis, Z., Collado, S., & Hela, D. Grécia: Valorization of steel slag towards a Fenton-like catalyst for the degradation of paraben by activated persulfate. 2019-. ISSN 1385-8947 versão online. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S138589471832432X>.

MAZUNDAR, S. Composites manufacturing: materials, product, and process engineering. CRC Press, New York, 2002.

MIKHAILOVA, I. Sustentabilidade: Evolução dos Conceitos Teóricos e os Problemas da Mensuração Prátca, 2004.

MONLEVADE, J. Análise dos Indicadores de Sustentabilidade a Partir de Relatórios Anuais em Empresas do Setor Siderúrgico, 2016.

MORAES, S., Turolla, F. Visão Geral dos Problemas e da Política Ambiental no Brasil, 2004.

NEGORO, Takanori et al. **Role of Crystallinity on Moisture Absorption and Mechanical Performance of Recycled PET Compounds**. Energy Procedia, [s.l.], v. 89, p.323-327, jun. 2016. Elsevier BV.

NERGIS, D., Abdullah, M., Vizureanu, P., Tahir. M. **Geopolymers and Their Uses: Review**. 2018-. Versão online. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/325730737_Geopolymers_and_Their_Use s_Review>.

PACHECO, F., COTA, S., SILVA, T., & SENNE, M. Avaliação do uso de poli(tereftalato de etileno) (PET) como matriz de imobilizaçãode cinzas de incineradores, 2009-. ISSN 2294-2298 versão online. Disponível em: < http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0100-40422009000900010>.

PEREIRA, A. Compósito à base de Poli(tereftalato de etileno) e resíduo concretício visando aplicação na Construção Civil, 2017.

PEREIRA, A., Silva, M., Lima, E., Paula, A., Tommasini, F. São Carlos: **Processing** and Characterization of PET Composites Reinforced With Geopolymer Concrete Waste, 2017-. ISSN 1980-5357 versão online. Disponível em: ">http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1516-14392017000800411>

PIMENTEL, M., Vasconcelos, A., Picanço, M., Souza, J., Macêdo, A. Belém: **Brazilian Applied Science Review**, 2019-. ISSN 2595-3621 versão online. Disponível em: <file:///C:/Users/elizi/Downloads/927-2513-1-PB%20(1).pdf >.

PRASAD, S., Abhijit, U. Índia: **Structural and Optical Investigations of Radiation Damage in Transparent PET Polymer Films**, 2011-. Versão online. Disponível em: ">https://www.hindawi.com/journals/ijs/2011/810936/>.

RAMOS, A., BERNARDIN, A., & GODINHO, D. Portal do Jacaraípe: **Emprego de resíduo de pó de basalto para síntese de geopolímeros submetidos à altas temperaturas**, 2018-. Versão online. Disponível em: http://repositorio.unesc.net/bitstream/1/6482/1/AnaLauraChaveiroRamos.pdf>.

RAMOS, F., MENDES, L. Rio de Janeiro: **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry Organically modified concrete waste with oleic acid: Preparation and characterization.** 2014-. Versão online. Disponível em: < https://www.researchgate.net/publication/270453249_Organically_modified_concrete _waste_with_oleic_acid_Preparation_and_characterization>.

ROHDE, L. Escória de Aciaria Elétrica em Camadas Granulares de Pavimentos - Estudo Laboratorial, 2002.

ROMÃO, W., Spinacé, M. A. S., & Paoli, M. De. São Carlos: **Poli(Tereftalato de Etileno), PET : Uma Revisão Sobre os Processos de Síntese , Mecanismos de Degradação e sua Reciclagem**, 2009-. ISSN 1678-5159 versão online. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0104-14282009000200009>.

SELLAMI, M., BARRE, M., & TOUMI, M. Applied Clay Science Synthesis , thermal properties and electrical conductivity of phosphoric acid- based geopolymer with metakaolin. 2019-. ISSN 0169-1317 versão online. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.clay.2019.105192>.

SILVA, A. M., Pereira, C. E., Costa, F. O., & Sousa, B. V. França: Influência da concentração de hidróxido de sódio na síntese de geopolímero usando a escória como precursor. 2019-. ISSN 2359-1757 versão online. Disponível em: http://www.proceedings.blucher.com.br/article-details/influncia-da-concentrao-de-hidrxido-de-sdio-na-sntese-de-geopolmero-usando-a-escria-como-precursor-18311>.

SILVA, E., Lins, V., Cotting, F. Viçosa: **Processo de Moagem de Garrafas PET Pós-consumo**, 2019-. ISSN 0033-0036 versão online. Disponível em: <http://www.proceedings.blucher.com.br/article-details/influncia-da-concentrao-dehidrxido-de-sdio-na-sntese-de-geopolmero-usando-a-escria-como-precursor-18311>.

SILVA, N., Brehm, F., Mancio, M., Moraes, C. Porto Alegre: **Reutilização e** reciclagem de resíduos siderúrgicos: oportunidades de pesquisa e desafios do setor, 2016-. Versão online. Disponível em: http://www.institutoventuri.org.br/ojs/index.php/firs/article/view/94/81>.

SILVERSTEIN, R., Webster, F., Kiemle, D. **Spectrometric Identification od Organic Compouds**, 2005.

VEIGA, J. Sustentabilidade: a legitimação de um novo valor. 2 ed. São Paulo, 2017.

WANG, S., Peng, X., Tang, L., Zeng, L., & Lan, C. China: Influence of inorganic admixtures on the 11 Å-tobermorite formation prepared from steel slags: XRD and FTIR analysis. 2018-. ISSN 0950-0618 versão online. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.03.002>.

WWF. **Brasil é o 4o país do mundo que mais gera lixo plástico**. Disponível em:< https://www.wwf.org.br/?70(PEREIRA., 2017)2/Brasil-e-o-4-pais-do-mundo-que-mais-gera-lixo-plastico>. Acesso em 16 de abril de 2019.

XIONGFEI, L., & YUE, L. China: Static bearing capacity of partially corrosiondamaged reinforced concrete structures strengthened with PET FRP composites. 2019-. ISSN 0950-0618 versão online. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.218.

YANG, B., Chen, J., Su, L., Miao, J., Chen, P., Qian, J., Shi, Y. China: Melt crystallization and thermal properties of graphene platelets (GNPs) modified recycled polyethylene terephthalate (RPET) composites : The filler network analysis. 2019-. ISSN 0142-9418 versão online. Disponível em:<https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2019.04.016>.

YU, J., Yao, J., Lin, X., Li, H., Lam, Y., Leung, C., ... Shih, K. China: **Cement and Concrete Research Tensile performance of sustainable Strain-Hardening Cementitious Composites with hybrid PVA and recycled PET fi bers**, 2018-. ISSN 0008-8846 versão online. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.02.013>.

Zhou, X., Wang, C., Fang, C., Yu, R., Li, Y., & Lei, W. China: **Structure and thermal properties of various alcoholysis products from waste poly (ethylene terephthalate).** 2019-. ISSN 0008-8846 versão online. Disponível em:<https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.12.032>.