

Ciência e Engenharia de Materiais

3

Marcia Regina Werner Schneider Abdala
(Organizadora)



 **Atena**
Editora

Ano 2018

Marcia Regina Werner Schneider Abdala
(Organizadora)

Ciência e Engenharia de Materiais

3

Atena Editora
2018

2018 by Atena Editora

Copyright © da Atena Editora

Editora Chefe: Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Diagramação e Edição de Arte: Geraldo Alves e Natália Sandrini

Revisão: Os autores

Conselho Editorial

- Prof. Dr. Alan Mario Zuffo – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas
Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília
Profª Drª Cristina Gaio – Universidade de Lisboa
Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná
Prof. Dr. Darllan Collins da Cunha e Silva – Universidade Estadual Paulista
Profª Drª Deusilene Souza Vieira Dall’Acqua – Universidade Federal de Rondônia
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria
Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná
Profª Drª Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia
Profª Drª Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionele delle Figlie de Maria Ausiliatrice
Profª Drª Juliane Sant’Ana Bento – Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense
Prof. Dr. Jorge González Aguilera – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Profª Drª Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Profª Drª Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista
Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)

C569 Ciência e engenharia de materiais 3 [recurso eletrônico] / Marcia Regina Werner Schneider Abdala. – Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2018. – (Ciência e Engenharia de Materiais; v. 3)

Formato: PDF
Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader
Modo de acesso: World Wide Web
Inclui bibliografia
ISBN 978-85-85107-65-9
DOI 10.22533/at.ed.659183010

1. Engenharia. 2. Materiais I. Abdala, Marcia Regina Werner Schneider. II. Série.

CDD 620.11

Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores.

2018

Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

www.atenaeditora.com.br

APRESENTAÇÃO

Você já percebeu a importância dos materiais na sua vida diária? Os materiais estão provavelmente mais imersos na nossa cultura do que a maioria de nós imagina. Diferentes segmentos como habitação, saúde, transportes, segurança, informação/comunicação, vestuário, entre outros, são influenciados em maior ou menor grau pelos materiais.

De fato a utilização dos materiais sempre foi tão importante que os períodos antigos eram denominados de acordo com os materiais utilizados pela sociedade primitiva, como a Idade da Pedra, Idade do Bronze, Idade do Ferro, etc.

A humanidade está em constante evolução, e os materiais não são exceções. Com o avanço da ciência e da tecnologia a cada dia surgem novos materiais com características específicas que permitem aplicações pormenorizadas e inovação nas mais diferentes áreas.

Todos os dias centenas de pesquisadores estão atentos ao desenvolvimento de novos materiais e ao aprimoramento dos existentes de forma a integrá-los em tecnologias de manufatura economicamente eficientes e ecologicamente seguras.

Estamos entrando em uma nova era caracterizada por novos materiais que podem tornar o futuro mais fácil, seguro e sustentável. O campo da Ciência e Engenharia de Materiais aplicada está seguindo por novos caminhos. A iminente escassez de recursos está exigindo inovações e ideias criativas.

Nesse sentido, este livro evidencia a importância da Ciência e Engenharia de Materiais, apresentando uma coletânea de trabalhos, composta por quatro volumes, que permitem conhecer mais profundamente os diferentes materiais, mediante um exame das relações entre a sua estrutura, as suas propriedades e o seu processamento.

Considerando que a utilização de materiais e os projetos de engenharia mudam continuamente e que o ritmo desta mudança se acelera, não há como prever os avanços de longo prazo nesta área. A busca por novos materiais prossegue continuamente...

Boa leitura!

Marcia Regina Werner Schneider Abdala

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	1
CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE AGREGADOS DE ESCÓRIA DE ACIARIA LD PÓS-PROCESSADA PARA CONCRETOS SUSTENTÁVEIS	
<i>Bárbara Ponciano de Souza</i>	
<i>Wanna Carvalho Fontes</i>	
<i>José Maria Fontes de Carvalho</i>	
<i>Rosana Marcia de Resende Mol</i>	
<i>Ellen Cristine Pinto da Costa</i>	
<i>Ricardo André Fiorotti Peixoto</i>	
CAPÍTULO 2	12
ANÁLISE MICROESTRUTURAL E FÍSICO-QUÍMICA DE RESÍDUO DE SEIXO PARA UTILIZAÇÃO COMO AGREGADO MIÚDO	
<i>Marco Antonio Barbosa de Oliveira</i>	
<i>Kleber Roberto Matos da Silva</i>	
<i>Vitória Santos Barroso</i>	
<i>José de Ribamar Mouta Araújo</i>	
<i>Marcelo de Souza Picanço</i>	
CAPÍTULO 3	25
PROPRIEDADES MECÂNICAS E MORFOLOGIA DA FRATURA DE CONCRETO COM RESÍDUO DE BORRACHA DE PNEUS DO PROCESSO DE RECAPAGEM	
<i>Fábio Santos de Sousa</i>	
<i>Edwillson Gonçalves de Oliveira Filho</i>	
<i>César Tadeu Nasser Medeiros Branco</i>	
<i>Laércio Gouvêa Gomes</i>	
CAPÍTULO 4	33
PLANEJAMENTO FATORIAL PARA ESTIMATIVA DA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DE BLOCOS DE CONCRETO COM ADIÇÃO DE AGREGADOS DE RESÍDUOS CIMENTÍCIOS	
<i>Jonath Oliveira do Nascimento</i>	
<i>Bruno Diego de Moraes</i>	
<i>Marcos Mattheus Lopes da Silva</i>	
<i>Felipe Lira Formiga Andrade</i>	
CAPÍTULO 5	44
USO DO PÓ DA PALHA DE CARNAÚBA COMO IMPERMEABILIZANTE EM TIJOLO DE SOLO-CIMENTO	
<i>Ana Raira Gonçalves da Silva</i>	
<i>Marília Pereira de Oliveira</i>	
<i>Marineide Jussara Diniz</i>	
CAPÍTULO 6	51
EVALUATION OF THE COLOR CHANGES IN ARTIFICIALLY AGED PINE	
<i>Tiago Hendrigo de Almeida</i>	
<i>Diego Henrique de Almeida</i>	
<i>André Luis Christóforo</i>	
<i>Francisco Antonio Rocco Lahr</i>	
CAPÍTULO 7	56
COLORIMETRIC PARAMETERS OF BRAZILIAN TROPICAL WOOD SPECIES	
<i>Diego Henrique de Almeida</i>	
<i>Tiago Hendrigo de Almeida</i>	
<i>Francisco Antonio Rocco Lahr</i>	

CAPÍTULO 8 60

ABSORÇÃO DE ÁGUA E CARACTERÍSTICAS SUPERFICIAIS DO RESÍDUO DE FIBRA DE PIAÇAVA MODIFICADO COM ÁGUA MORNA

JanettyJany Pereira Barros
Danusa de Araújo Moura
Camila Gomes Moreno
Fabiana de Carvalho Fim
Eduardo Braga Costa Santos
Lucineide Balbino da Silva

CAPÍTULO 9 72

CARACTERIZAÇÃO DE RESÍDUO PROVENIENTE DA PRODUÇÃO DE BREU E TEREBINTINA A PARTIR DA GOMA RESINA DE *PINUS SP.* E IMPLICAÇÕES AMBIENTAIS ADVINDAS DA SUA UTILIZAÇÃO PARA FINS DE PRODUÇÃO DE ENERGIA

Juliana Esteves Fernandes Cieslinski

CAPÍTULO 10 83

ESTUDO DA INTEGRIDADE E DURABILIDADE DE MATERIAIS ESTABILIZADOS POR SOLIDIFICAÇÃO CONTENDO LODO DE CURTUME

Maria Rosiane de Almeida Andrade
Marília Claudino Moreira Cunha
André Luiz Fiquene de Brito
Ana Cristina Silva Muniz
Bianca Viana de Sousa Barbosa
Carlos Eduardo Pereira

CAPÍTULO 11 94

TESTE DE ATIVIDADE E EFICÁCIA DE AGENTES BIOCIDAS EM TINTA ACRÍLICA

Túlio Valério Agostinho da Silva
Sara Horácio de Oliveira
Magda Rosângela Santos Vieira
Ildnay de Souza Lima Brandão

CAPÍTULO 12 102

ESTUDO DA CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA FIBRA CALOTROPIS PROCERA E SUA POTENCIAL APLICAÇÃO NA REMOÇÃO DE HIDROCARBONETOS E DERIVADOS

Anaxmandro Pereira da Silva
Erick Buonora Tabosa do Egito
Késia Karina de Oliveira Souto Silva
Rasiah Ladchumananandasivam
José Heriberto Oliveira do Nascimento
Ana Rita Leandro dos Santos

CAPÍTULO 13 108

AVALIAÇÃO DO POTENCIAL POZOLÂNICO DA MICROSSÍLICA COM ALTO TEOR DE CARBONO: ANÁLISE QUÍMICA, MINERALÓGICA E MECÂNICA

Ruan Landolfo da Silva Ferreira
Marcos Alyssandro Soares dos Anjos
Andreza Kelly Costa Nóbrega

CAPÍTULO 14 119

INFLUÊNCIA DA IMPREGNAÇÃO CONTRA DEMANDA BIOLÓGICA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS MADEIRAS DE CEDROARANA (*CEDRELINGA CATENAEFORMIS*)

Andréa de Souza Almeida
Tiago Hendrigo de Almeida

Francisco Antonio Rocco Lahr
André Luis Christoforo

CAPÍTULO 15 129

ESTUDO DE TRATAMENTO DE ÁGUA EM EFLUENTES REFRAATÓRIOS POR PROCESSO FENTON PARA DEGRADAÇÃO E MINERALIZAÇÃO DESSES COMPOSTOS EM REATOR DE ESCALA LABORATORIAL MODELO PARR

Camila Freire Berenguer
Yana Batista Brandão
Mohand Benachour

CAPÍTULO 16 146

AVALIAÇÃO DA QUALIDADE DE ÓLEOS DE TRANSFORMADORES POR ESPECTROSCOPIA FTIR/ATR E ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA

Isabela Nogueira
Maísa Maciel Machado Santos
Thiago Arantes Nogueira
Estácio Tavares Wanderley Neto
Credson de Salles
Tessa Martins de Carvalho Carneiro
Álvaro Antônio Alencar de Queiroz

SOBRE A ORGANIZADORA..... 161

CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE AGREGADOS DE ESCÓRIA DE ACIARIA LD PÓS-PROCESSADA PARA CONCRETOS SUSTENTÁVEIS

Bárbara Ponciano de Souza

Universidade Federal de Ouro Preto
Ouro Preto – Minas Gerais

Wanna Carvalho Fontes

Universidade Federal de Ouro Preto
Ouro Preto – Minas Gerais

José Maria Fontes de Carvalho

Universidade Federal de Ouro Preto
Ouro Preto – Minas Gerais

Rosana Marcia de Resende Mol

Universidade Federal de Ouro Preto
Ouro Preto – Minas Gerais

Ellen Cristine Pinto da Costa

Universidade Federal de Ouro Preto
Ouro Preto – Minas Gerais

Ricardo André Fiorotti Peixoto

Universidade Federal de Ouro Preto
Ouro Preto – Minas Gerais

RESUMO: O concreto é o material mais utilizado na construção civil, consumindo uma elevada quantidade de matérias-primas naturais em sua produção. Assim, este trabalho tem como proposta analisar aspectos técnicos e ambientais dos concretos com substituição integral dos agregados naturais por agregados artificiais obtidos do pós-processamento de escória de aciaria LD. Foram realizados ensaios de caracterização física como distribuição granulométrica, teor de umidade, massa

específica, massa unitária e caracterização química elementar e mineralógica das amostras de escória de aciaria, utilizando Fluorescência de Raios X. A caracterização morfológica utilizou lupa estereoscópica. A partir desses resultados, foram produzidos concretos com resistências à compressão de 20 e 40 MPa aos 28 dias, pelo método ABCP. Estes foram caracterizados nos estados fresco e endurecido, obtendo-se resultados favoráveis à aplicação de escória de aciaria para produção de concreto de cimento Portland, apresentando propriedades semelhantes aos convencionais, e contribuindo para sustentabilidade das construções.

PALAVRAS-CHAVE: Agregado artificial, Escória de aciaria, Concreto, Resíduo siderúrgico, Sustentabilidade.

ABSTRACT: The concrete is the material most widely used in construction, consuming a large amount of natural resources for its production. Therefore, this work analyzes the technical and environmental aspects of concrete with full replacement of natural aggregates for processed LD steelmaking slag. The experimental program comprehends physical characterization - particle size distribution, moisture content, bulk and specific density - and elemental chemical characterization with X-Ray Fluorescence, and mineralogical characterization via X-Ray Diffraction. Morphological characterization was

performed through a stereomicroscope. From these results, concrete with compressive strengths of 20 and 40 Mpa were developed, with ABPC methodology. These were characterized in the fresh and hardened states, obtaining results favorable to the steelmaking slag application in Portland cement concrete. This sustainable concrete features properties similar conventional concrete, and contributing to sustainability of buildings.

KEYWORDS: Artificial aggregate, Steel slag, Concrete, Steel waste, Sustainability.

1 | INTRODUÇÃO

A indústria siderúrgica, assim como a da construção civil, é responsável por impactos ambientais consideráveis, associados, principalmente, ao consumo de recursos naturais e à geração de um grande volume de resíduos. O setor consome cerca de 75% de todos os recursos minerais extraídos, assim como 44% da energia produzida no país (LAURIANO, 2016). Aliado a isso, a geração de aproximadamente 17 milhões de toneladas de coprodutos e resíduos por ano, os quais são geralmente armazenados em pátios de rejeitos, envolvendo o consumo de recursos financeiros para sua manutenção e monitoramento e impactando significativamente o meio ambiente (IABr, 2016).

Assim sendo, ao considerar o melhor aproveitamento da matéria-prima e a reciclagem de resíduos sólidos, aplicando-se o conceito de sustentabilidade em vista a possibilidade de unir duas grandes forças da cadeia produtiva do país, surge a proposta de substituir integralmente os agregados naturais por agregados artificiais siderúrgicos, obtidos do pós-processamento de escória de aciaria, dado que o concreto é capaz de incorporar, como material constituinte, resíduos provenientes da indústria siderúrgica.

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado para produção das matrizes cimentícias (concreto) empregadas neste trabalho é a escória de aciaria tipo LD, coletada no pátio de rejeitos de uma usina siderúrgica localizada na região sudeste do estado de Minas Gerais. As amostras foram submetidas a processos de estabilização dos óxidos de cálcio e magnésio, através de ciclos de molhagem e revolvimento durante período de 12 meses.

Com o objetivo de corrigir a granulometria do material utilizado, construíram-se duas peneiras com dimensões de 1,00 x 2,00m com malha de aberturas de 2,4mm e 1,18mm. A granulometria foi montada de forma a ficar contida nos limites utilizáveis. As porcentagens das frações utilizadas foram:

- Material abaixo de 1,18mm: 74,60%

- Material entre 1,18mm e 2,36mm: 11,35%
- Material acima de 2,36mm: 14,05%

Essas amostras de escória de aciaria foram submetidas a processo convencional de tratamento para a recuperação de metálicos, utilizando um ímã com tambor magnético modelo HF-Ø12”x12”, com potência em torno de 1350 Gauss. Foram realizados vários testes e observou-se que o processamento mais eficiente ocorria quando o material era passado no ímã 2 vezes. Para produção das matrizes de cimento Portland, foram coletados 600kg de material, devidamente homogeneizados, quarteados e estocados.

Os ensaios de caracterização foram realizados nos agregados artificiais e agregados naturais, a fim de comparação.

2.1 Caracterização físico-química dos agregados

Os agregados artificiais de escória de aciaria e natural utilizados na produção do concreto foram submetidos aos seguintes ensaios de caracterização: análise granulométrica (NBR NM 248, 2003); massa específica dos agregados miúdos (NBR NM 52, 2009); massa específica dos agregados graúdos (NBR NM 53, 2009); massa unitária (NBR NM 45, 2006); material pulverulento (NBR NM 46, 2003); teor de umidade (NBR 9939, 2011); umidade superficial (NBR 9775, 2011) e absorção de água (NBR NM 30, 2001).

Os agregados artificiais também foram caracterizados segundo sua morfologia. Para identificação das características microscópicas desses materiais foram conduzidas análises com auxílio de estereoscópio modelo XTB-3AT, marca Coleman, com aumento de 45X. As imagens foram adquiridas de um sistema digital modelo HDCE-50B, também da marca Coleman, a fim de que fossem identificadas propriedades como forma, rugosidade e distribuição dos grãos.

Para a determinação da constituição química dos agregados artificiais utilizados, foram conduzidas análises químicas por fluorescência de raios X (FRX) – NanoLab – RedeMat/UFOP, equipamento da Shimadzu RayNy EDX720. As amostras utilizadas foram secas em estufa à 105°C por 24 horas, cominuídas em moinho Retsch PM100 de alta eficiência, durante 5 minutos a uma rotação de 300rpm. Após a caracterização físico-química dos agregados foram dimensionados os traços dos concretos, que foram produzidos em laboratório e moldados corpos de prova necessários para a determinação das propriedades físicas e mecânicas.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.2 Caracterização físico-química dos agregados

As amostras de escória utilizada como agregados apresentaram teores

significativos de óxidos de ferro magnéticos, conforme resultados apresentados na Figura 1.

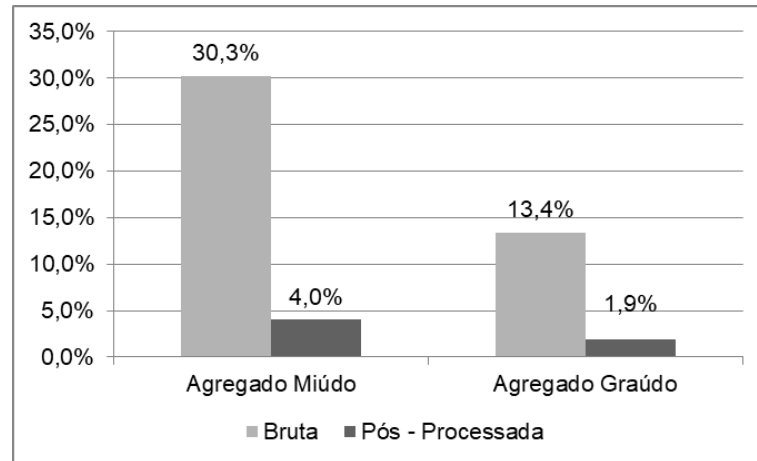


Figura 1: Teor de metálico das escórias

Os materiais utilizados na produção dos concretos de referência (NAT 20, NAT 40) e nos concretos de escória (ELD 20, ELD 40) foram classificados segundo faixas granulométricas para agregados miúdos (NBR NM 248, 2003), conforme ilustrado na Figura 2.

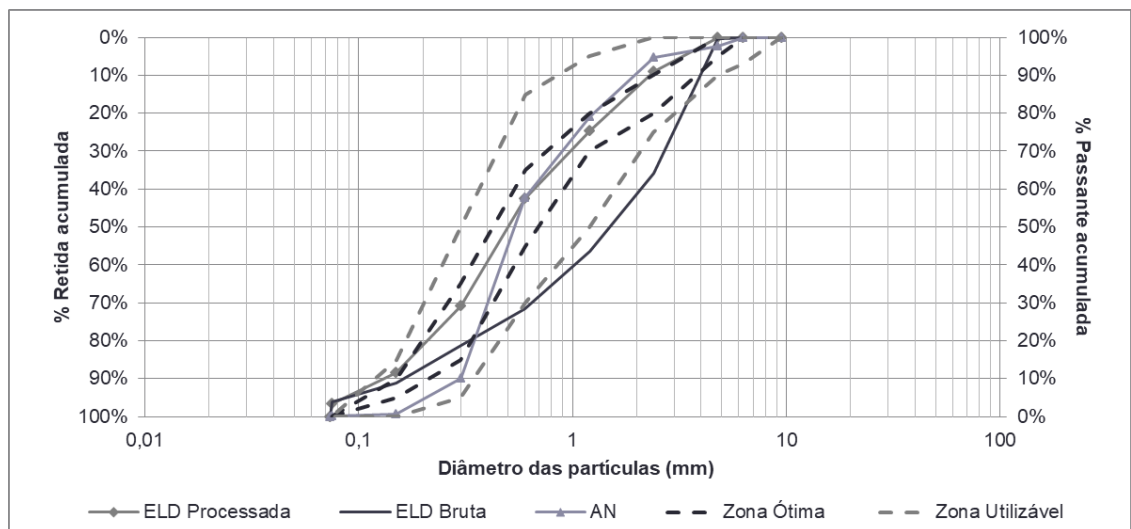


Figura 2: Distribuição granulométrica – Agregado miúdo

Comprova-se a necessidade do processo de segregação das escórias brutas a fim de que sua granulometria seja adaptada a padrões normativos mínimos.

A classificação dos materiais utilizados na produção dos concretos citados acima, segundo faixas granulométricas para agregados graúdos (NBR NM 248, 2003), é ilustrada na Figura 3.

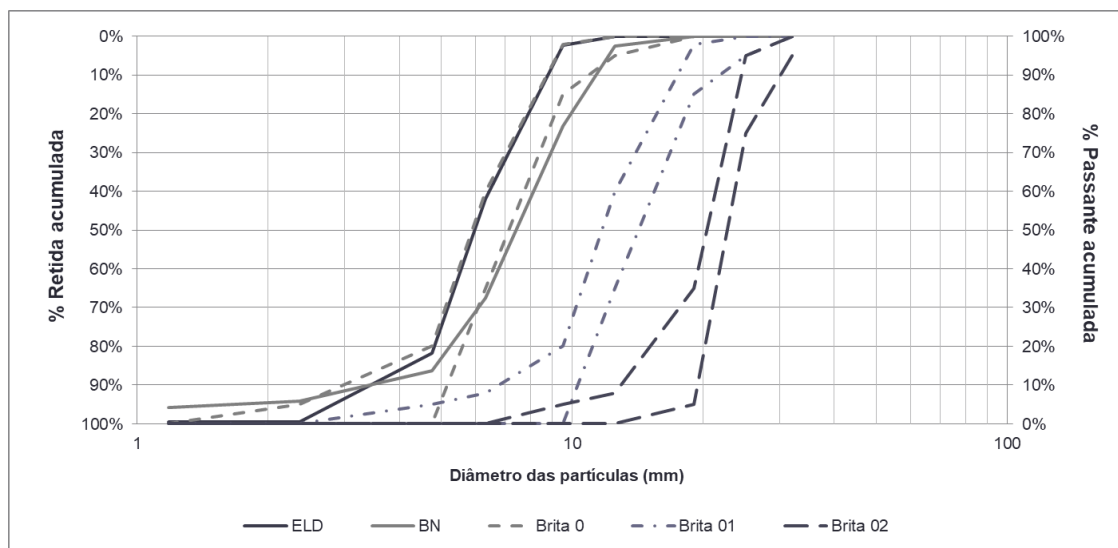


Figura 3: Distribuição granulométrica – Agregado graúdo

Ambos se encontram no limite descrito pela faixa da ABNT (NBR NM 248, 2003), apresentando-se a amostra ELD um pouco mais fina, podendo criar demandas relativas ao incremento do teor de água.

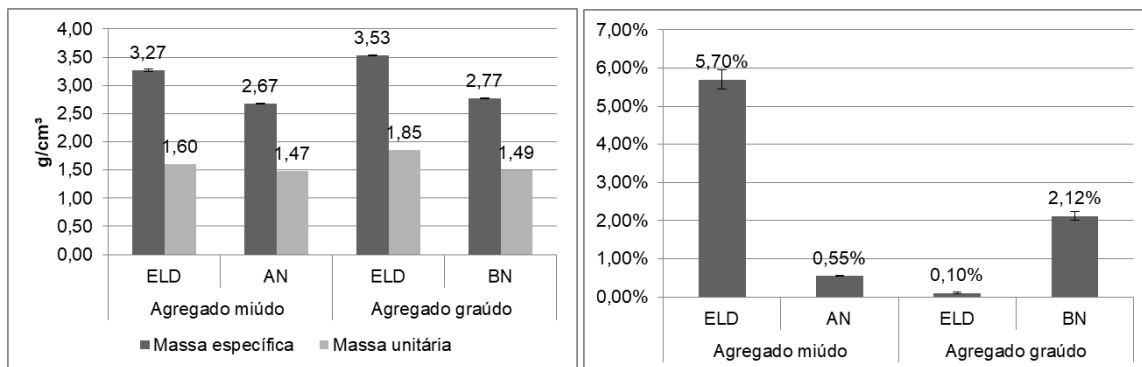
A Tabela 1, a seguir, mostra os resultados de módulo de finura e DMC dos agregados.

	Agregado miúdo			Agregado graúdo	
	ELD Processada	ELD Bruta	AN	ELD	BN
DMC	4,8	4,8	2,4	9,5	12,5
Módulo de Finura	2,36	3,37	2,60	5,82	5,87

Tabela 1: Dimensão máxima característica e módulo de finura

Verificam-se teores de materiais finos idênticos para todos os agregados, embora as areias obtidas do processamento da escória apresentem maior dimensão característica. Para os agregados graúdos, verifica-se maior DMC para os agregados naturais. Observa-se, ainda, que os grãos de escória apresentam maior higroscopicidade que os grãos naturais. Dessa forma, a presença discreta de grãos de menores dimensões favorece o desempenho das matrizes no estado fresco (PEIXOTO e PADULA, 2009).

Os resultados para massa específica e unitária dos agregados apresentam-se na Figura 4. Para todos os tratamentos, as escórias de aciaria apresentam maior densidade que os agregados naturais, em função da presença de óxidos metálicos (SOUZA et al., 2014).



(a) Massa específica e unitária

(b) Material Pulverulento

Figura 4: Massa específica, massa unitária e Material pulverulento

Os resultados, obtidos para presença de materiais pulverulentos dos agregados utilizados, apresentam-se na Figura 4, e indicam valores superiores aos limites admitidos, para a areia ELD e para a brita BN, o que pode influenciar nas propriedades dos concretos. Para adequação desses resultados seria necessária a lavagem desses agregados para retirada de fração pulverulenta.

A umidade superficial e absorção de água dos agregados miúdos, como os teores de umidade dos agregados miúdos e graúdos, encontram-se na Figura 5.

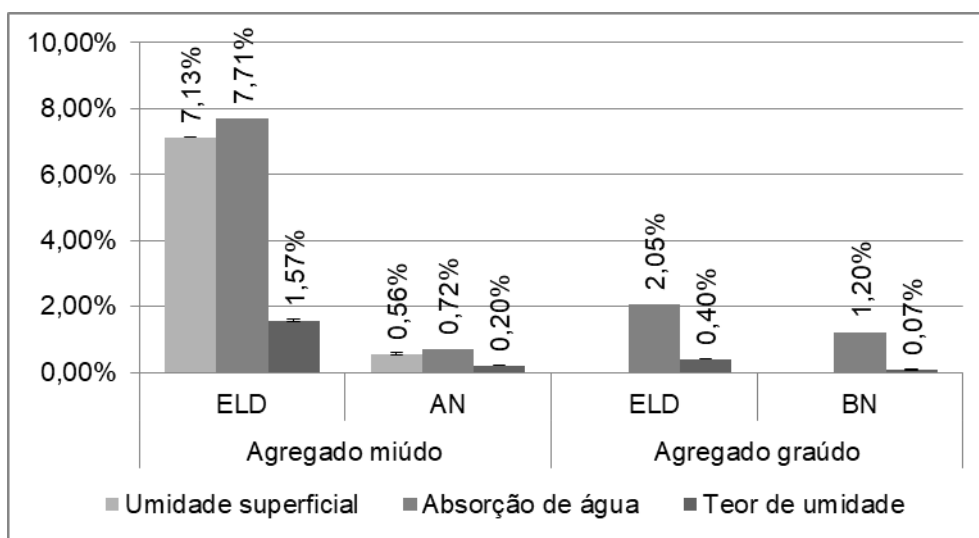


Figura 5: Umidade superficial, absorção de água e umidade

O agregado ELD apresenta maior umidade superficial e maior absorção de água que os agregados miúdos AN. A maior umidade superficial está relacionada a maior presença de finos e conseqüentemente maior área superficial da amostra. Adicionalmente, a maior absorção de água relaciona-se à higroscopicidade dos agregados ELD e, possivelmente, à morfologia dos grãos. O teor de umidade obtido ainda pode servir como parâmetro adicional a esta verificação.

A morfologia dos grãos dos agregados miúdos e graúdos ELD utilizados,

apresentam-se na Figura 6.



(a) Agregado miúdo ELD (45x)



(b) agregado graúdo ELD (15x)

Figura 6: Morfologia dos grãos

Os agregados miúdos e graúdos ELD possuem maior superfície específica e maior opacidade, o que sugere maior rugosidade, como também se apresentam menos angulosos e mais volumétricos se comparados aos naturais. Características como textura, rugosidade e formas arredondadas dos grãos podem contribuir de forma positiva para o desempenho das argamassas que compõem os concretos de cimento Portland.

Os resultados obtidos para análise química por fluorescência de raios X das amostras de escória bruta (ELDb) e da escória pós-processada (ELDp) são mostrados na Tabela 2.

	ELD _b	ELD _p
CaO	40,1%	37,5%
Fe ₂ O ₃	37,6%	22,3%
SiO ₂	10,7%	26,1%
MnO	3,4%	2,4%
MgO	2,0%	-
Al ₂ O ₃	1,9%	6,8%
SO ₃	1,5%	2,7%
Cr ₂ O ₃	1,2%	1,0%
TiO ₂	-	0,5%

Tabela 2: Composição química da escória

Observa-se que o pós-processamento é capaz de reduzir o teor de Fe^T, de CaO, MnO e MgO presentes nas amostras, aumentando, por outro lado, a concentração de sílica nos agregados ELD.

3.3 Propriedades dos concretos

A composição obtida para dosagem considerou fator a/c como parâmetro de

referência, bem como as características físicas de cada um dos agregados (ELD e NAT). No entanto, para produção de traços idênticos no estado fresco, foram necessários ajustes nos fatores A/C, a fim de produzir concretos com mesmo SLUMP. Dessa forma, os fatores A/C reais foram ajustados, conforme a Tabela 3.

	Cimento	Agregado miúdo	Agregado Graúdo	A/C	A/C real	Slump
ELD 20	1	2,05	2,66	0,55	0,65	7,5*
NAT 20	1	1,87	2,54	0,55	0,59	7,8*
ELD 40	1	1,04	1,68	0,36	0,46	8,0*
NAT 40	1	0,92	1,54	0,36	0,41	7,9*

Tabela 3: Composição dos traços em massa

*considera-se como intervalo de validade, valores para SLUMP (80±10) mm

Os concretos ELD produzidos, embora apresentassem teores de ar incorporado ligeiramente superiores, alcançaram maiores massas específicas em seu estado fresco. A incorporação de ar pode estar também relacionada à forma dos grãos, assim como a maior massa específica diretamente relacionada à composição química e às características físicas dos agregados ELD.

Os resultados para absorção de água e índice de vazios mostram que, como função direta do aumento do fator A/C para obtenção das mesmas propriedades no estado fresco, os concretos ELD apresentaram maior absorção de água que os concretos AN, para 20MPa e 40MPa. A mesma relação verifica-se para o índice de vazios. Esses dois parâmetros associados, podem indicar uma possível redução das propriedades mecânicas das dosagens em função do incremento do fator A/C (NEVILLE, 2014).

Os resultados para massa específica do concreto no estado endurecido indicam ser o concreto ELD mais denso que o concreto NAT e, embora a massa específica decresça com o aumento do teor de cimento, reduzem também a absorção de água e o índice de vazios. Essa observação está relacionada apenas com a redução da massa de agregados na dosagem.

Todos os concretos, ELD e NAT podem ser classificados como normais em relação à massa específica. Os resultados da caracterização no estado fresco são apresentados na Tabela 4.

	Propriedade	ELD 20	NAT 20	ELD 40	NAT 40
Estado fresco	Teor de ar incorporado (%)	2,8	2,4	2,7	2,2
	Massa específica (kg/m³)	2653	2348	2598	2355
Estado endurecido	Absorção de água (%)	7,53	6,17	5,50	3,74
	Índice de vazios (%)	18,55	13,81	13,75	8,62
	Massa específica seca (g/cm³)	2,46	2,24	2,47	2,29
	Massa específica saturada (g/cm³)	2,65	2,38	2,62	2,39
	Massa específica real (g/cm³)	3,02	2,60	2,91	2,53

Tabela 4: Caracterização física do concreto

Quanto às propriedades mecânicas, visto que os concretos foram produzidos com cimento CPV-ARI, observa-se aos 3 dias que as dosagens ELD 20 e ELD 40 apresentaram melhor desempenho mecânico na resistência à compressão, em torno de 20% superior ao concreto NAT 20. Para idades de 28 dias, não se verificaram diferenças. Embora dosagens ELD 20 e ELD 40 apresentassem maior fator A/C, maior absorção de água, maior índice de vazios, e maiores teores de ar incorporado, registra-se melhor desempenho para essas matrizes. Isso, devido aos grãos dos agregados ELD apresentam-se mais volumétricos que os agregados AN, que por sua vez apresentam grãos predominantemente planos (METHA e MONTEIRO, 2014).

As observações conduzidas para a resistência à compressão dos tratamentos ELD e NAT, apresentam-se para resistência à tração, de forma idêntica, proporcionalmente, e podem ser observadas na Tabela 5.

Propriedade	Idade	ELD 20	NAT 20	ELD 40	NAT 40
Resistência à compressão (MPa)	3 dias	31,10	25,68	41,55	40,88
	7 dias	34,04	30,38	45,39	44,27
	28 dias	35,43	34,67	49,12	47,45
Tração diametral (MPa)	3 dias	3,20	2,74	3,54	3,44
	7 dias	3,53	3,05	3,92	3,80
	28 dias	3,69	3,26	3,95	3,86

Tabela 5: Propriedades mecânicas do concreto

Os resultados para os módulos de elasticidade estático e dinâmico para os concretos ELD e NAT apresentam-se na Tabela 6. Nota-se proporcionalidade entre as propriedades mecânicas e os valores obtidos para os módulos, e ainda uma boa proporcionalidade entre os valores obtidos para os módulos estático e dinâmico. Os valores obtidos para os módulos de elasticidade refletem os achados registrados para características mecânicas e propriedades no estado endurecido, para os traços propostos, de forma coerente.

	ELD 20	NAT 20	ELD 40	NAT 40
Módulo de elasticidade estático (GPa)	27,87	26,70	31,03	31,06
Módulo de elasticidade dinâmico (GPa)	40,45	35,63	42,34	36,84

Tabela 6: Módulos de elasticidade

4 | CONCLUSÕES

O processamento da escória de aciaria através da retirada da fração metálica no imã de rolo se mostrou eficiente, como observado nos resultados de teor metálico e da fluorescência de raios X. Através do peneiramento, foi possível produzir agregados de escória granulometricamente parecidos aos agregados naturais, atendendo aos limites normativos.

O agregado de escória é mais denso que os agregados naturais e apresenta maior porosidade que o agregado natural, como indicam os resultados de umidade superficial, absorção de água, teor de umidade e as imagens estereoscópicas. O maior teor de material pulverulento presente na areia de escória, associado à sua maior porosidade contribuiu para o aumento da relação água/cimento necessária para alcançar a trabalhabilidade desejada.

O dimensionamento das dosagens realizadas, com a utilização do software desenvolvido pelo grupo de pesquisa RECICLOS e adotando-se o método do ABCP, atingiu as resistências à compressão mínimas previstas aos 28 dias.

As análises físicas do concreto, mostraram que os concretos de escória apresentam maiores índices de vazios e absorção de água que os convencionais, em função da maior quantidade de água de amassamento necessária para atingir a trabalhabilidade. Assim com os agregados, os concretos de escória são mais densos que os naturais.

Os ensaios mecânicos dos concretos, mostraram que para a classe C20, o concreto de escória alcançou melhores resultados nas primeiras idades que o concreto convencional, porém, aos 28 dias essa diferença se tornou não significativa. Para a classe C40, ambos tipos de concreto (ELD e NAT) apresentaram resultados próximos para todas as idades. Os resultados de resistência à tração por compressão diametral mostraram que, para a classe C20, o concreto de escória possui melhor desempenho que o concreto convencional para todas as idades estudadas, já para a classe C40, os concretos apresentaram resultados próximos em todas as idades. Assim como os resultados de resistência à compressão, não houve diferença significativa para o módulo de elasticidade estático entre os concretos ELD e NAT. Os concretos ELD apresentaram maiores valores para o módulo de elasticidade dinâmico devido à maior densidade deste tipo de concreto.

5 | AGRADECIMENTO

Agradecemos o apoio financeiro concedido pela ARCELOMITTAL, agências brasileiras de pesquisa CAPES, CNPq e FAPEMIG, assim como a Fundação Gorceix e ao PROPEC - UFOP. Também agradecemos a infraestrutura e a colaboração do Grupo de Pesquisa em Resíduos Sólidos - RECILOS – CNPq e ao NanoLAB/ RedeMat – UFOP

REFERÊNCIAS

LAURIANO, L. A. **Como anda a gestão da sustentabilidade no setor da construção**. Disponível em <http://acervo.ci.fdc.org.br>, acessado 10/09/2016.

IABr (Instituto Aço Brasil). **Estatísticas**. Disponível em www.acobrasil.org.br/estatisticas.asp, acessado 10/09/2016.

ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas). NBR NM 248: **Agregados - Determinação da composição granulométrica**. Rio de Janeiro, 2003.

_____. NBR NM 52: **Agregado miúdo - Determinação da massa específica e massa específica aparente**. Rio de Janeiro, 2009.

_____. NBR NM 53: **Agregado graúdo - Determinação de massa específica, massa específica aparente e absorção de água**. Rio de Janeiro, 2009.

_____. NBR NM 45: **Agregados - Determinação da massa unitária e do volume de vazios**. Rio de Janeiro, 2006.

_____. NBR NM 46: **Agregados - Determinação do material fino que passa através da peneira 75 um, por lavagem**. Rio de Janeiro, 2003.

_____. NBR 9939: **Agregados - Determinação do teor de umidade total, por secagem, em agregado graúdo - Método de ensaio**. Rio de Janeiro, 2011.

_____. NBR 9775: **Agregado miúdo – Determinação do teor de umidade superficial por meio do frasco de Chapman**. Rio de Janeiro, 2011.

_____. NBR NM 30: **Agregado miúdo - Determinação da absorção de água**. Rio de Janeiro, 2001.

PEIXOTO, R. A. F.; PADULA, F. R. G. **Uso de escória de aciaria em ciclovia de pavimento rígido**. *Téchne*, v. 142, p. 58/1-62, 2009.

SOUZA, B. P.; TOFFOLO, R. M.; CHIBLI, P. A.; CURY, A. A.; PEIXOTO, R. F. **Aplicação de escória de aciaria como agregado em concreto para pavimentação**. In: 56º Congresso Brasileiro de Concreto, 2014, Natal.

NEVILLE, A.M.; BROOKS, J. J. **Tecnologia do concreto**. Porto Alegre: Bookman. 2013.472p.

METHA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Microestrutura, propriedades e materiais**. São Paulo: IBRACON. 2014. 782p.

ANÁLISE MICROESTRUTURAL E FÍSICO-QUÍMICA DE RESÍDUO DE SEIXO PARA UTILIZAÇÃO COMO AGREGADO MIÚDO

Marco Antonio Barbosa de Oliveira

Instituto Federal do Pará
Belém - PA

Kleber Roberto Matos da Silva

Instituto Federal do Pará
Belém - PA

Vitória Santos Barroso

Instituto Federal do Pará
Belém - PA

José de Ribamar Mouta Araújo

Instituto Federal do Pará
Belém - PA

Marcelo de Souza Picanço

Universidade Federal do Pará
Belém - PA

RESUMO: Os agregados utilizados na produção de concreto são definidos como materiais granulares, geralmente inertes, com dimensões e propriedades adequadas para a preparação de argamassa ou concreto, com predominância no uso da areia e do seixo, os quais constituem, aproximadamente, três quartos do volume total do concreto. O material objeto desse estudo é o resíduo de seixo, extraído de solo natural através de escavação mecânica, levado para um banho com jatos d'água, sendo que os de maior diâmetro passam por um processo de britagem do seixo, gerando resíduos com diâmetro inferior a 4,75 mm, equivalente aos agregados miúdos.

A utilização deste resíduo na produção do concreto contribui para o meio ambiente a partir do momento em que, substituindo a areia, esta deixa de ser extraída, e, conseqüentemente, é menos escavação, menor área a ser degradada e menor passivo ambiental a ser mitigado. Este artigo tem por objetivo caracterizar o resíduo de seixo para utilização na produção de concreto, analisando suas propriedades físicas em consonância com as normas técnicas da ABNT, tendo os resultados obtidos comparados com os valores das propriedades da areia comercial. A análise morfológica mostra que o resíduo de seixo possui forma irregular angulosa e textura rugosa, apresentando grandes teores de silício, segundo análise (EDS) dos elementos presentes na sua constituição. Conclui-se que o material apresenta viabilidade técnica para uso em concretos, além de contribuir para diminuir a degradação ambiental.

PALAVRAS-CHAVE: Caracterização de Agregados, Resíduo de Seixo, Agregado Miúdo.

ABSTRACT: The aggregates used in the production of concrete are defined as granular materials, generally inert, with dimensions and properties suitable for the preparation of mortar or concrete, predominantly in the use of sand and pebble, which constitute approximately three quarters of the total volume the concrete. The material that is the object of this study is the

pebble residue, extracted from natural soil through mechanical excavation, taken to a bath with water jets, being that the larger diameter undergoes a crushing process of the pebble, generating residues with lower diameter to 4.75 mm, equivalent to the fines aggregates. The use of this residue in the production of the concrete contributes to the environment from the moment when, replacing the sand, it ceases to be extracted, and consequently, it is less excavation, less area to be degraded and less environmental liability to be mitigated. This article aims to characterize the pebble residue for use in the production of concrete, analyzing its physical properties in accordance with the technical standards of ABNT, having the results obtained compared to the values of the commercial sand properties. The morphological analysis shows that the pebble residue has irregular angular shape and rough texture, presenting high levels of silicon, according to the analysis (EDS) of the elements present in its constitution. It is concluded that the material presents technical feasibility for use in concretes, besides contributing to reduce the environmental degradation.

KEYWORDS: Characterization of aggregates, Pebble residue, Fine aggregate.

1 | INTRODUÇÃO

Os agregados utilizados na produção de concreto são minerais definidos como materiais granulares, geralmente inertes, com dimensões e propriedades adequadas para a preparação de argamassa ou concreto, conforme NBR 9935 (ABNT, 2011), formando a classe mais importante de agregados para produção de concreto de cimento portland (MEHTA; MONTEIRO, 2008). Como exemplo de agregados temos o seixo e a areia. No estado do Pará a quantidade de areia extraída das jazidas foi de 601.499 t, sendo 48.380 t beneficiadas, gerando um faturamento de R\$6.942.668,00 (DNPM, 2017), dados esses provenientes dos Relatórios Anuais de Lavra, destacando-se a região nordeste, notadamente o município de Capitão Poço com grande produção de seixo e areia (Rocha,2013), em grande parte com o desmonte de planícies, pelo método de cava seca.

O processo de exploração de jazidas de areia provoca grandes impactos no meio ambiente, notadamente “o desmatamento de Áreas de Preservação Permanente [...]; a alteração dos cursos dos rios e o seu assoreamento [...]; os ruídos na operação de dragas; compactação do solo [...];a fuga da fauna [...];a poluição das águas” (VIEIRA; REZENDE, 2015). O mesmo ocorre com extração de seixo em jazidas de planície, sendo que este também produz um resíduo, oriundo da etapa de peneiramento, hoje sem grandes utilizações, que fica estocado, ocupando espaço na planta da jazida, aguardando um destino para descarte. Em algumas situações esse material é utilizado para o aterro das cavas resultantes dessa extração.

Os resíduos de pedra são, hoje em dia, um sério problema ambiental que ameaçam a civilização moderna. Por ser um material não biodegradável, apresenta grandes riscos (Lakhani *et al.*, 2014). Enquanto é estocado em pilhas que atingem

alturas consideráveis, estas servem de obstáculo para o fluxo de águas superficiais provenientes das precipitações, provocando erosões ou até alagamentos. A busca de soluções ambientalmente corretas, e com qualidade técnica e vantajosa, vêm crescendo como uma prática para a sustentabilidade, minimizando a inadequada disposição destes resíduos no meio ambiente (Kumayama *et al.*, 2015) ao discorrer a respeito do pó de mármore, que apresenta as mesmas implicações ambientais que o resíduo de seixo.

O material objeto desse estudo é um resíduo do processamento de seixo (RS), extraído de solo natural através de escavação mecânica, levado para um banho com jatos d'água, sendo que os de maior diâmetro passam por um processo de britagem do seixo, gerando resíduos com diâmetro inferior a 4,75 mm, equivalente ao agregado miúdo. Considerando os custos para obtenção da areia, presume-se que haja um elevado potencial econômico no uso de resíduo de seixo como agregado miúdo, substituindo a areia, pois, além da redução de custos, visto que é hoje um sub-produto da extração do seixo, há, ainda, a redução de áreas degradadas, contribuindo grandemente, com a preservação ambiental. Considerando o grande volume desse material pretende-se caracterizá-lo para verificar-se a viabilidade de uso na confecção de concretos, com o objetivo de reduzir a quantidade de areia extraída das jazidas e dando-se um uso sustentável ao resíduo de seixo.

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

O material foi coletado, conforme a NBR NM 26 (ABNT, 2001) e enviada ao laboratório, sendo umedecida para evitar a segregação. Em seguida as amostras foram secas em estufa e esfriadas à temperatura ambiente.

A caracterização do resíduo de seixo para uso como agregado em concreto foi feita a partir das Normas Brasileira apresentadas na Tabela 1.

Norma	Método de ensaio
NBR NM 248 (ABNT, 2003)	Agregados- Determinação da Composição Granulométrica dos Agregados (Agregado Miúdo)
NBR NM 52 (ABNT, 2009)	Determinação da Massa específica e Massa específica Aparente do Agregado Miúdo
NBR 9775 (ABNT, 2011)	Determinação da Umidade Superficial em Agregados Miúdos por meio do Frasco de Chapman
NBR NM 45 (ABNT, 2006)	Determinação da Massa Unitária Aparente do Agregado Miúdo
NBR 6467ABNT, 2006)	Determinação do Inchamento do Agregado Miúdo
NBR NM 46 (ABNT, 2006)	Determinação do material fino que passa através da peneira 75 µm, por lavagem

Tabela 1- Ensaio realizados

Fonte: Autores (2018).

A caracterização física do (RS) ocorreu a partir de ensaio padronizado para agregado miúdo. Portanto a composição granulométrica do resíduo de seixo é apresentada na Tabela 2, conforme NBR NM 248 (ABNT, 2003), que pode ser classificada como agregado miúdo médio em função do módulo de finura (MF) de 2,28 se enquadrar na zona ótima (2,20 a 2,90), de acordo com a NBR 7211 (ABNT, 2005).

Abertura (# peneira)	Amostra I			Amostra II			Média	
	Massa retida (g)	% retido	% retido acumulado	Massa retida (g)	% retido	% retido acumulado	% retido	% retido acumulado
4,75	2,5	0,1	0,1	3,0	0,2	0,2	0	0
2,36	114,2	5,7	5,8	116,6	5,9	6,1	6	6
1,18	261,5	13,0	18,8	246,4	12,5	18,6	13	19
0,600	373,7	18,5	37,3	372,3	18,9	37,5	19	37
0,300	733,1	36,4	73,7	712,8	36,2	73,6	36	74
0,150	373,2	18,5	92,2	357,7	18,1	91,8	18	92
FUNDO	156,7	7,8	100,0	162,4	8,2	100,0	8	100
TOTAL	2.014,9	100,0	100,0	1971,2	100,0	100,0	100	228
Amostra média			DMC = 4,75 mm				MF = 2,28 mm	

Tabela 2- Caracterização física do resíduo de seixo

Fonte: Autores (2018).

A massa específica aparente do agregado seco (d_1), a massa específica do agregado saturado superfície seca (d_2) e a massa específica do agregado (d_3), do (RS) foram determinadas conforme preconiza a NBR NM 52 (ABNT, 2009), sendo os dados apresentados na Tabela 3.

	Amostra I	Amostra I	Média
m_1 (g)	610,6	608,2	609,4
m_2 (g)	924,0	924,5	924,3
m_s (g)	500,0	500,0	500,0
M (g)	493,5	492,0	492,8
d_1 (g/ cm ³)	2,64	2,67	2,66
d_2 (g/ cm ³)	2,68	2,72	2,70
d_3 (g/ cm ³)	2,74	2,74	2,74
V (cm ³)	500,0	500,0	500,0
V_a (cm ³)	313,4	316,3	314,8

Tabela 3 - Resultados do ensaio de massa específica

Fonte: Autores (2018).

O ensaio para determinação da massa unitária aparente do (RS), denominado de (μ), foi executado pelo método C, conforme a NBR NM 45 (ABNT, 2006), obtendo-

se massa unitária de $\mu=1.63 \text{ kg/m}^3$.

A determinação do inchamento, definido como o fenômeno da variação do seu volume aparente, provocado pela água adsorvida, bem como a umidade crítica, que é o valor da umidade onde ocorre o inchamento máximo do agregado, de acordo com NBR 6467 (ABNT, 2006).

Os resultados deste ensaio, referente ao resíduo de seixo(RS)são apresentados na Tabela 4.

	Massa do recipiente = 1036,5 g					Volume do Recipiente = 5,027 dm³					Massa total da Amostra = 15.000 g					
Água (h%)	0,0%	0,5%	1,0%	2,0%	3,0%	4,0%	5,0%	7,0%	9,0%	12,0%						
Massa da água adicionada (g)	0,0	75,0	75,0	150,0	150,0	150,0	150,0	300,0	300,0	450,0						
Tara do recipiente vazio (g)	1036,5	1036,5	1036,5	1036,5	1036,5	1036,5	1036,5	1036,5	1036,5	1036,5	1036,5	1036,5	1036,5	1036,5	1036,5	1036,5
Massa do recipiente + amostra (g)	9201,1	8.730,1	7.740,0	7.414,0	7.331,7	7.430,6	7.336,0	7.382,7	7.813,8	8.302,8						
Massa da amostra (g)	8.164,6	7.693,6	6.703,5	6.377,5	6.377,5	6.394,1	6.349,5	6.346,2	6.777,3	7.266,3						
Volume do recipiente (dm3)	5,027	5,027	5,027	5,027	5,027	5,027	5,027	5,027	5,027	5,027	5,027	5,027	5,027	5,027	5,027	5,027
Massa unitária solta em (kg/dm3)	1,624	1,530	1,333	1,269	1,269	1,272	1,263	1,262	1,348	1,445						
Massa unitária solta seca (kg/dm3)	1,624	1,624	1,624	1,624	1,624	1,624	1,624	1,624	1,624	1,624						
Vh/Vs	1,000	1,067	1,230	1,306	1,319	1,328	1,350	1,377	1,313	1,258						

Tabela 4- Determinação do inchamento de agregado miúdo.

Fonte: Autores (2018).

A Figura 1 apresenta a curva de inchamento, obtendo-se os valores do coeficiente de inchamento de 1,35 e umidade crítica de 3,3.

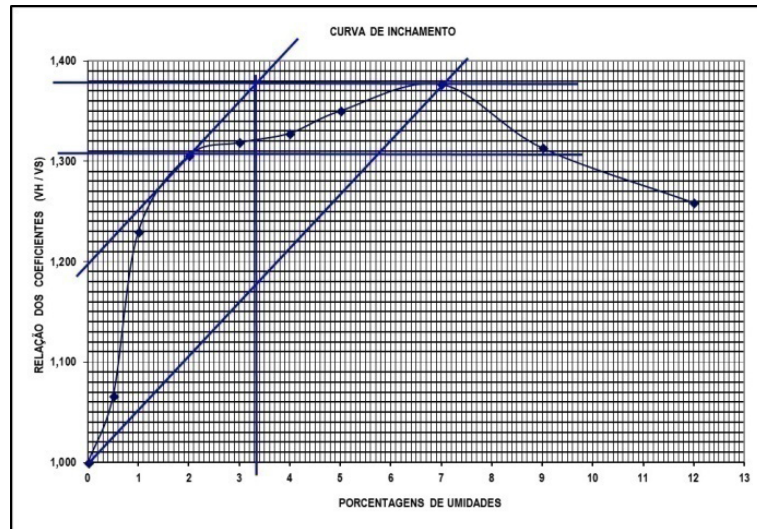


Figura 1. Curva de inchamento.

Fonte: Autores (2018).

A água proveniente, principalmente, de chuvas nas áreas de estocagem dos agregados, tende a proporcionar um teor de umidade superficial que pode provocar variações na dosagem do concreto, sendo necessário conhecê-lo e descontá-lo do total de água adicionado ao concreto. Sendo assim, a umidade superficial do (RS) ocorreu por meio do frasco de Chapman, conforme a NBR 9775 (ABNT, 2011), sendo o teor de umidade (h), calculado pela equação 1, obtendo-se teor de umidade de $h=1\%$.

$$h = \frac{100[500 - (L - 200)\gamma]}{\gamma(L - 700)} \quad (\text{Equação 1})$$

A determinação do material fino que passa através da peneira ($\#75 \mu\text{m}$ ou 200 *mesh*) por lavagem ocorreu com a finalidade de que as partículas de argila, materiais solúveis em água e outros materiais se dispersem por lavagem e removidos do (RS), conforme a NBR NM 46 (ABNT, 2006). Nesse procedimento utiliza-se apenas água para a operação de lavagem e o cálculo da perda em massa resultante do tratamento com água é obtida em porcentagem da massa da amostra original e registrada como a porcentagem de material mais fino que passa na peneira $\#75 \mu\text{m}$, conforme a Equação 2. Obteve-se a quantidade de material passante na $\#75 \mu\text{m}$ foi de 7,6%.

$$m = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100 \quad (\text{Equação 2})$$

Foi executada a análise morfológica, bem como a análise semi-qualitativa dos elementos presentes no RS, através de microscopia ótica, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS).

3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Caracterização Física

A partir da caracterização granulométrica obteve-se a Figura 2, que mostra a curva da distribuição granulométrica na zona ótima e utilizável dos limites inferiores e superiores, conforme NBR 7211 (ABNT, 2005). A composição granulométrica do resíduo de seixo está enquadrada na zona ótima do limite inferior entre a faixa de 2,20 à 2,90 com módulo de finura de 2,28, agregado miúdo comercial (OLIVEIRA, 2015) e (SOUSA, 2017) enquadraram-se na faixa entre 1,55 e 2,20, respectivamente entre zona utilizável do limite inferior e zona ótima do limite superior, com módulo de finura de 2,03, e no limiar na zona utilizável do limite inferior com módulo de finura de 1,57, de acordo com a NBR 7211 (ABNT, 2005). Deste modo classificados como agregado de muito fino a fino, característico da Região. Houve análise variância entre média dos resultados de caracterização física do resíduo de seixo e agregado miúdo comercial, conforme apresentado na Tabela 5, em que é possível constatar que não existe diferença estatística significativa. Verifica-se que teor de finos do resíduo apresentou 7,6%, que está muito acima de 3%, de acordo com a NBR 7211 (ABNT, 2005).

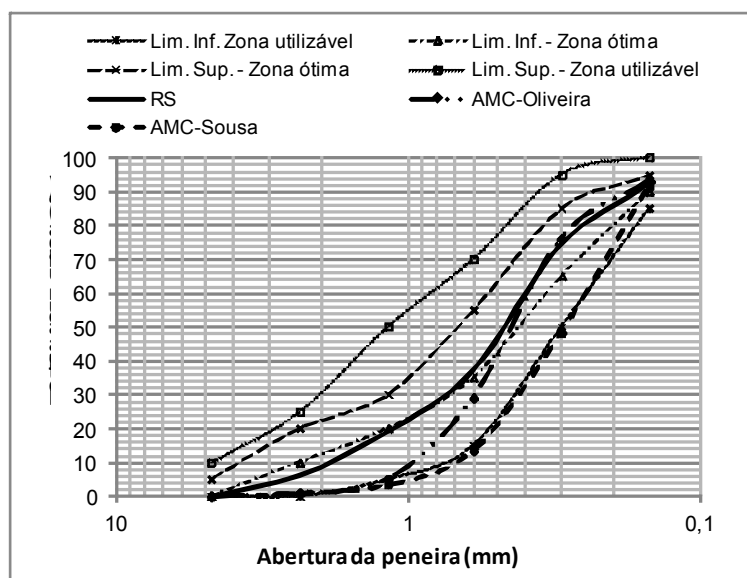


Figura 2. Curva granulométrica.

Fonte: Autores (2018).

Propriedades	RS (2018)	Sousa <i>et. al.</i> (2017)	Oliveira <i>et. al.</i> (2015)	Valores habituais da RMB
DMC (mm)	2,36	4,75	1,20	
MF	2,28	1,57	2,03	1,70
MU (g/cm ³)	1,63	1,66	1,46	1,40
ME (g/cm ³)	2,70	2,72	2,63	2,60
IM (%)	1,36	1,47	1,42	-
UC (%)	3,30	3,97	3,40	-
TF (%)	7,60	1,85	-	-

Tabela 5- Caracterização física

Fonte: Autores (2018).

Legenda: DMC – diâmetro máximo característico, MF – módulo de finura, UM – massa unitária, ME – massa específica, IM – inchamento médio, UC – umidade crítica, TF – teor de finos, DES – diferença estatística significativa, N – não, RMB – região metropolitana de Belém.

Observa-se que o resíduo de seixo (RS) apresentou teor de finos igual a 7,6%, que está muito acima de 3%, de acordo com a NBR 7211 (ABNT, 2005). Entretanto, por ser um material proveniente da segregação, através de peneiramento, do seixo, pode ser considerado aceitável, por enquadrar-se inferior ao limite de 10% estabelecido por essa norma, visto que os grãos constituintes não interferem nas propriedades do concreto.

3.2. Análise Morfológica e Química Semi Qualitativa

A análise de morfologia do resíduo de seixo ocorre a partir da microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostradas na Figura 3 e 4, respectivamente.



Figura 3. Morfologia dos grãos por microscopia óptica: (a) forma, (b) textura.

Fonte: Autores (2018).

A Figura 4 mostra que resíduo de seixo possui forma irregular angulosa e textura

rugosa, conforme microscopia de varredura eletrônica.

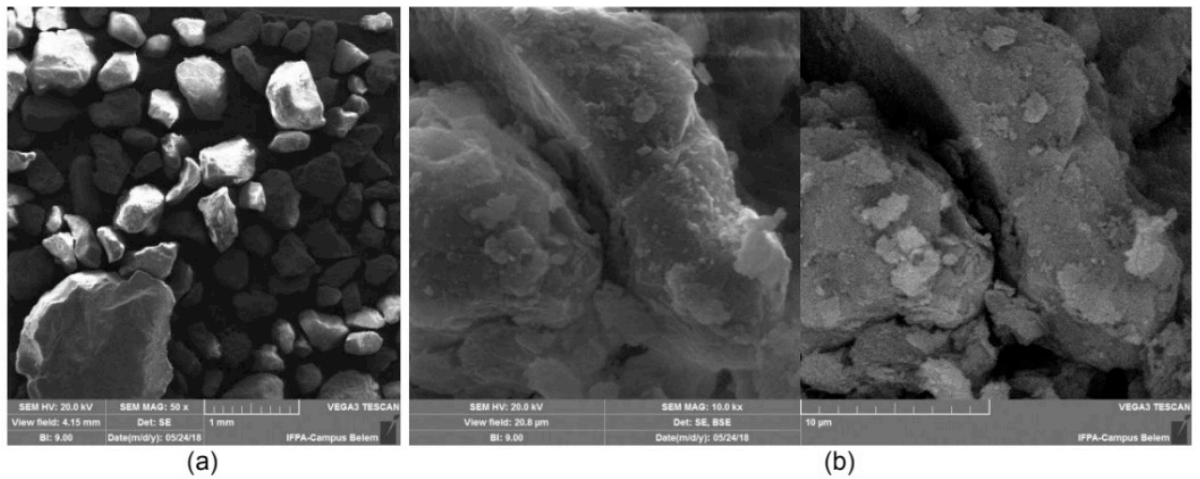
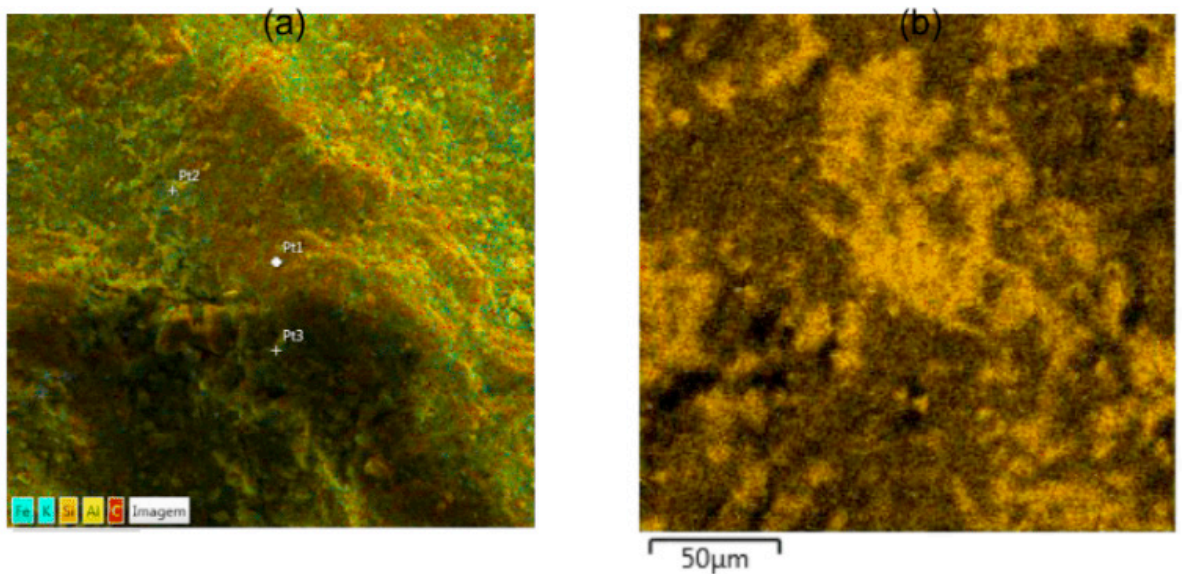


Figura 4. Morfologia dos grãos (MEV): (a) forma, (b) textura.

Fonte: Autores (2018).

A Figura 5 refere-se ao mapa geral de cores com três pontos de captura relacionados ao ponto (P1), tomado na cor referente ao silício (Si), ponto (P2), equivalente ao alumínio (Al) e ponto (P3), correspondente ao Ferro (Fe). As referidas figuras são provenientes da Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS).



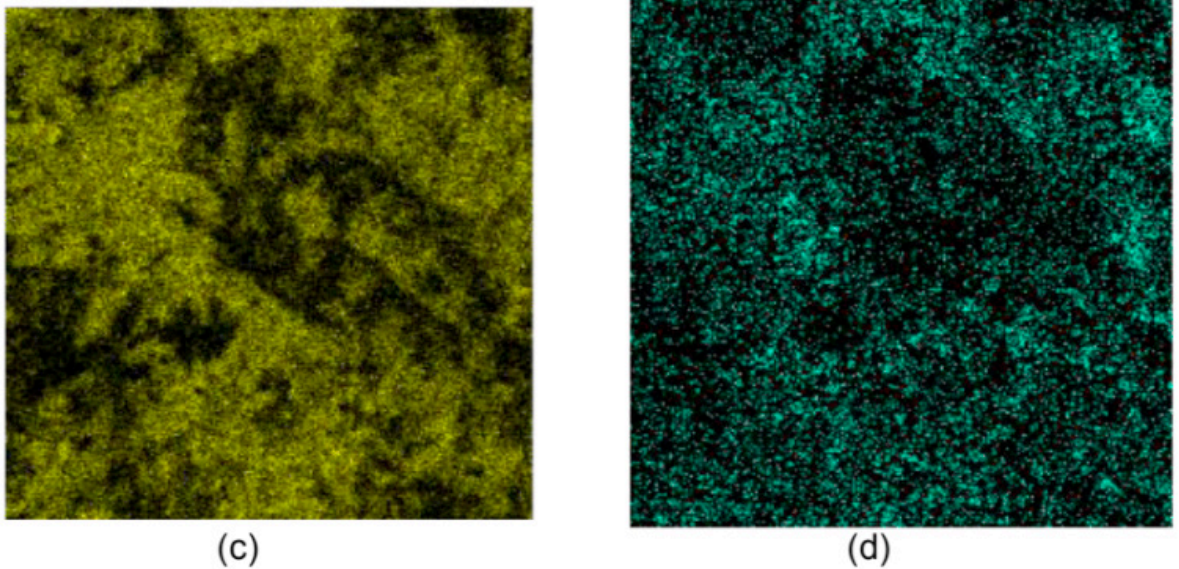


Figura 5. Mapa EDS (a) mapa geral, (b) silício (P1), (c) alumínio (P2), (d) ferro (P3).

Fonte: Autores (2018).

As Figuras de 6 à 9 mostram a presença do elemento silício característico da composição mineralógica de quartzo do seixo, que dá origem ao resíduo. Na Figura 6 verifica-se a presença de vários elementos observados a partir do mapeamento geral, que consiste na sobreposição de todos os pontos, escolhidos aleatoriamente por EDS utilizada para a identificação dos elementos constituintes da amostra.

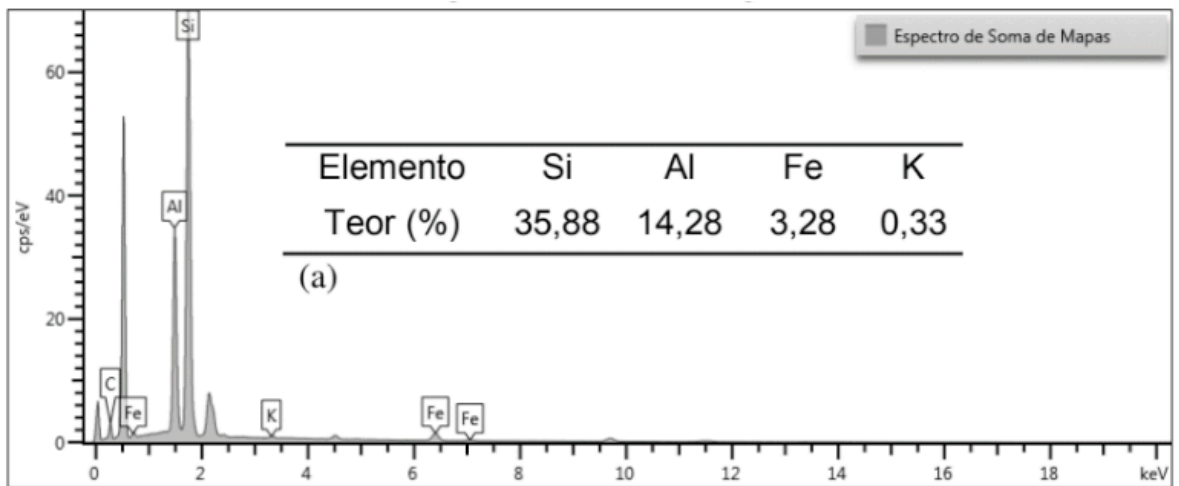


Figura 6. EDS mapa geral.

Fonte: Autores (2018).

Na Figura 7 verifica-se maior teor para silício, tendo em vista essa captura ocorrer no ponto (P1) correspondente a cor determinada pelo silício.

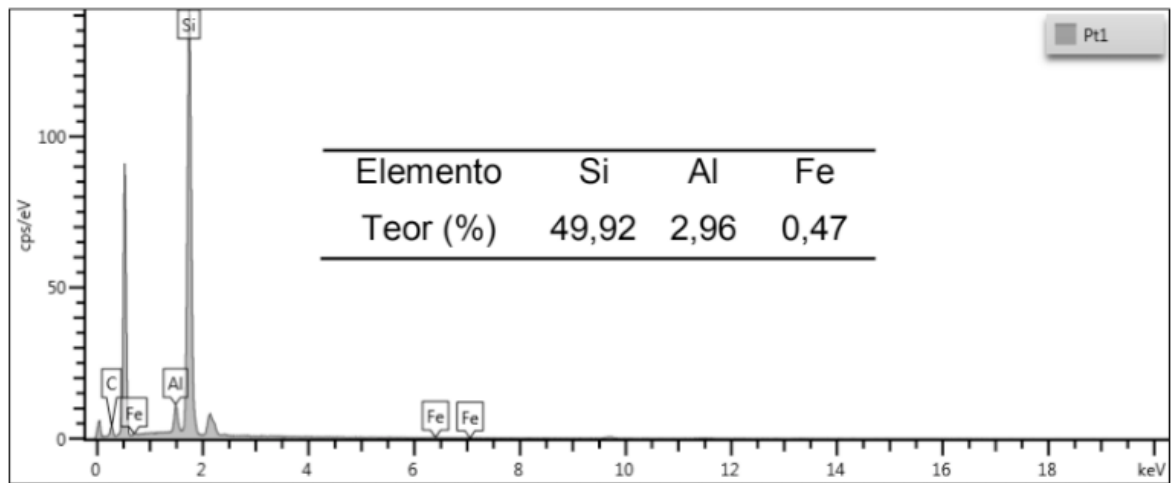


Figura 7. EDS Ponto (P1).

Fonte: Autores (2018).

Na Figura 8 observa-se teor elevado para alumínio, visto que houve captura na cor indicada como alumínio referente ao ponto (P2).

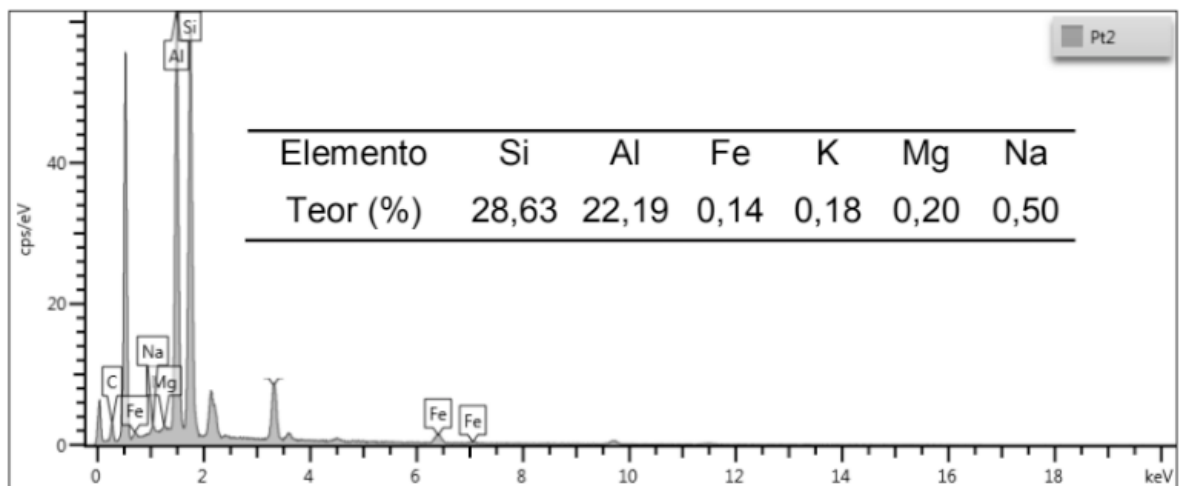


Figura 8. EDS Ponto (P2).

Fonte: Autores (2018).

A Figura 9, equivalente ao ponto (P3), mostra teor de ferro mais acentuado em relação aos demais pontos (P1) e (P2), haja visto que foi projetada sobre cor apontada como ferro. Constata-se elemento potássio (K), o qual atribui-se ao solo aderido na superfície do grão.

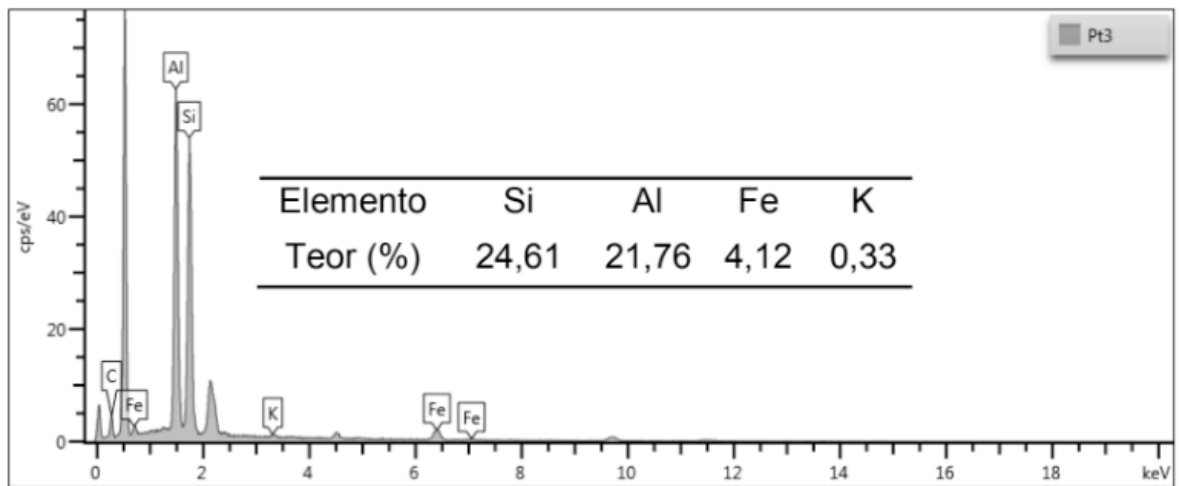


Figura 9 – EDS Ponto (P3).

Fonte: Autores (2018).

4 | CONCLUSÕES

O resíduo de seixo (RS), proveniente do processo de peneiramento do seixo, apresenta características que o habilitam a ser utilizados na dosagem de concretos. Com módulo de finura igual a 2,28, o resíduo de seixo (RS) enquadra-se na zona ótima do limite inferior entre a faixa de 2,20 à 2,90, não apresentando diferenças significativas em relação às demais características físicas, quando comparado a estudos realizados com o agregado miúdo comercial.

Apesar de apresentar teor de finos igual a 7,6%, o resíduo de seixo (RS) pode ser considerado aceitável por ser um material proveniente da segregação do seixo, através de peneiramento, enquadrando-se abaixo do limite de 10% estabelecido pela NBR 7211 (ABNT, 2005), visto que os grãos constituintes não interferem nas propriedades do concreto. A análise morfológica mostra que o resíduo de seixo possui forma irregular angulosa e textura rugosa, apresentando grandes teores de silício, segundo análise (EDS) dos elementos presentes na sua constituição.

A análise morfológica mostrou que o resíduo de seixo (RS) possui forma irregular angulosa e textura rugosa, além de apresentar teores consideráveis para silício e alumínio. Em termos de preservação ambiental, com a utilização do resíduo de seixo (RS) como agregado miúdo para a confecção de concretos e argamassas, tem-se uma diminuição considerável de áreas degradadas para exploração, visto que, em uma única área obtém-se o agregado graúdo (seixo) e o agregado miúdo. Conclui-se que o material apresenta viabilidade técnica para uso em concretos, além de contribuir para diminuir a degradação ambiental.

REFERÊNCIAS

BRASIL. Departamento Nacional de Produção Mineral. **Anuário Mineral Estadual – Pará**. Coord.

Marina Marques Dalla Costa *et. al.*; Equipe Técnica por Maria do Rosário Miranda Costa et al.– Brasília: DNPM, 2017.

_____. ABNT NBR NM 45 - **Agregados - Determinação da massa unitária e do volume de vazios.** Associação Brasileira de Normas Técnicas. Rio de Janeiro, 2006.

ABNT NBR NM 46 – **Agregados – Determinação do material fino que passa através da Peneira 75 µm, por lavagem.** Associação Brasileira de Normas Técnicas. Rio de Janeiro, 2003.

ABNT NBR NM 52 - **Agregado miúdo - Determinação da massa específica e massa específica aparente.** Associação Brasileira de Normas Técnicas. Rio de Janeiro, 2003.

ABNT NBR NM 248 - **Agregados - Determinação da composição granulométrica.** Associação Brasileira de Normas Técnicas. Rio de Janeiro, 2003.

ABNT NBR 6467 - **Agregados - Determinação do inchamento de agregado miúdo – Método de ensaio.** Associação Brasileira de Normas Técnicas. Rio de Janeiro, 2006.

ABNT NBR 9935:2011 – **Agregados – Terminologia.** Associação Brasileira de Normas Técnicas. Rio de Janeiro, 2006.

BRASIL. Departamento Nacional de Produção Mineral. **Sumário Mineral.** Coordenadores: Thiers Muniz Lima, Carlos Augusto Ramos Neves Brasília: DNPM, 2016.

DUTRA, MARINA BEDESCHI. **Produção de concreto com areia de granulometria ótima- obtida do resíduo da mineração de quartzo.** Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Ouro Preto. Ouro Preto, 2015.

KUMAR, R.; LAKHANI, R; TOMAR, P. **Utilization of Stone Waste in the Development of Value Added Products: A State of the Art Review.** Journal of Engineering Science and Technology Review. V.7 (3), pp. 180-187, 2014.

KUMAYAMA, R. ALCÂNTARA, M. A. M. CRUZ, W. SEGANTINI, A. A. S. **Estudo da viabilidade do emprego de pó de mármore para produção de concreto auto adensável e substituição parcial dos agregados por pérolas de poliestireno expandido (EPS).** Revista Eletrônica de Engenharia Civil. V. 10, N. 2, 2015.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concrete: Microstructure, Properties, and Materials. Third Edition,** 2005.

OLIVEIRA, M.A.B. **Tubos de concreto com fibras de aço e agregados de Belém do Pará.** Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil. Universidade Federal do Pará. Belém, 2015.

ROCHA, DANUSA DI PAULA NASCIMENTO DA. **As territorialidades das pequenas empresas de mineração no nordeste paraense: o caso do município de Capitão Poço (PA).** Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Pará. Belém, 2013.

SOUSA, A.C.A; CARVALHO, T.S.; COSTA, J.H.B; SILVA, K.R.M. **Caracterização de agregado miúdo utilizado para a construção civil em Belém do Pará.** XXVII Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa. Belém, 2017.

VIEIRA, ERITON GERALDO; REZENDE, ELCIO NACUR. **Exploração Mineral de Areia e um Meio Ambiente Ecologicamente Equilibrado.** In Sustentabilidade em Debate. V. 6, N. 2, pp. 171-192, 2015.

PROPRIEDADES MECÂNICAS E MORFOLOGIA DA FRATURA DE CONCRETO COM RESÍDUO DE BORRACHA DE PNEUS DO PROCESSO DE RECAPAGEM

Fábio Santos de Sousa

Universidade Federal do Pará, Departamento de Engenharia Mecânica e Faculdade de Engenharia civil
Belém -Pará

Edwillson Gonçalves de Oliveira Filho

Universidade Federal do Pará, Departamento de Engenharia de recursos Naturais da Amazônia
Belém - Pará

César Tadeu Nasser Medeiros Branco

Universidade Federal do Pará, Departamento de Engenharia de Materiais
Belém - Pará

Laércio Gouvêa Gomes

Universidade Federal do Pará, Departamento de Engenharia de Materiais
Belém - Pará

RESUMO: Os resíduos gerados no processo de recapagem de pneus são uma problemática ambiental quando lançados de forma irregular na natureza. Este trabalho objetiva utiliza-los como agregado na produção de concretos avaliando os efeitos da substituição em massa de areia pelo resíduo de borracha em 5% e 10% nas propriedades mecânicas e morfologia da fratura. Os materiais foram caracterizados quanto a granulometria e morfologia. Foram produzidos traços de concreto sem resíduo, e

com 5%, 10% de resíduo em substituição do agregado miúdo pelo resíduo. Os corpos de prova cilíndricos 10 cm por 20 cm, os quais foram ensaiados segundo as normas NBR 5739 e NBR 7222 visando a determinação da resistência à compressão axial e diametral. Para analisar da superfície de fratura foi utilizado o MEV. O Concreto com 5% apresentou tensão de ruptura axial de 11,95 MPa e 14,53 MPa aos 7 e 28 dias, respectivamente. Além disso, o mesmo apresentou resistência a compressão diametral de 1,07 MPa e 1,30 MPa aos 7 e 28, respectivamente. O Concreto com 10% apresentou tensão de ruptura axial de 2,05 MPa aos 28 dias. A resistência à compressão diametral foi de 0,30 MPa aos 28 dias. Os resultados obtidos mostram que há uma redução da resistência a compressão axial e diametral a medida que há um aumento percentual da substituição da areia pelo resíduo. Com relação a superfície de fratura constatou-se algumas regiões com boa adesão e com baixa adesão.

PALAVRAS-CHAVE: Resíduo de borracha de pneu, Concreto leve, Concreto com resíduo de borracha de pneu, reciclagem.

ABSTRACT: The waste generated in the tire retreading process is an environmental problem when released irregularly in nature. the present study aims to use it as an aggregate in concrete production evaluating the effects of replacing

mass of sand by rubber residue in 5% and 10% in the mechanical properties and morphology of the fracture. The materials were characterized for particle size and morphology. without waste concrete mixtures were produced (reference concrete), and 5%, 10% residue in place of the fine aggregate residue The cylindrical test specimens 10 cm by 20 cm, which were tested in accordance with NBR 5739 and NBR 7222 standard for the determination of resistance to axial and diametrical compression. To analyze the fracture surface was used SEM. The concrete with 5% showed axial tensile strength of 11.95 MPa and 14.53 MPa at 7 and 28 days, respectively. Moreover, it showed diametrical compression strength of 1.07 MPa and 1.30 MPa at 7 and 28, respectively. The concrete showed 10% axial tensile strength of 2.05 MPa at 28 days. The concrete had the same diametrical compression strength of 0.30 MPa at 28 days. The results show that there is a reduction in resistance to axial and diametrical compression measurement that there is an increased percentage of substitution of the sand residue. Regarding the fracture surface it was found some areas with good adhesion and low adhesion. The results indicate the possibility of some applications in prefabricated elements for construction.

KEYWORDS: tire rubber residue, lightweight concrete, concrete with tire Rubber Waste, Recycling.

1 | INTRODUÇÃO

Atualmente, o crescimento da indústria automobilística se destaca, e um dos materiais essenciais é a borracha utilizada na produção de pneus. Os pneus após determinado tempo de utilização sofrem desgaste. Para readequar estes pneus, utiliza-se um dos processos de recuperação do pneu que se denomina recapagem. Porém, durante a etapa de raspagem são gerados resíduos de borracha.

Alguns pesquisadores já utilizaram este resíduo de borracha na fabricação de compósitos como forma de minimizar os impactos deste ao meio ambiente, além reduzir o consumo de matérias-primas FATTUHI E CLARCK (1996), ALBUQUERQUE (2009), ELDIN e SENOUCI (1993 apud ROSA; MORENO; MARTINS,2007). Destacando-se a utilização deste resíduo em argamassas e concretos.

O concreto convencional, não armado, apesar de suas vantagens, tem comportamento frágil. Uma forma de atenuar esses inconvenientes pode ser a introdução de fibras descontínuas para melhorar este comportamento (NEVILLE, 2013).

É crescente o número de pesquisas relacionadas sobre a utilização de fibras em materiais compósitos (GOMES *et al.*, 2015, 2013; SOARES, *et al.*, 2014; BRANDÃO, 2012; CARNIO, 2009; HEINRICKS *et al.*, 2000; AGOPYAN, 1991; RILEN, 1984), até resíduos provenientes da própria indústrias da construção (FONSECA, 2006; BAZUCO, 1999), visando agrupá-los de acordo com sua forma, processo, tipo de matriz, tipo de reforço, entre vários outros critérios, ou seja, temos uma variedade

considerável de combinações com classes distintas entre si. Entretanto, são escassos os trabalhos relacionados à utilização dos resíduos de pneus. Fioriti *et al* (2010) analisou experimentalmente blocos intertravados de concreto com adição de resíduos de pneus e verificou a possibilidade de utilização deste material em ambientes de baixas solicitações mecânicas.

O descarte de resíduos de pneus são um problema ambiental grave ainda sem uma destinação realmente eficaz, muitos são os problemas ambientais gerados pela destinação inadequada dos resíduos de pneus. Esse resíduo é prejudicial tanto a sociedade quanto ao meio ambiente, por se tratar de um material de alta resistência a intemperes e não se decompõe facilmente na natureza. Um desse problemas é a geração de resíduos provenientes da indústria de recapagem que são descartados com lixo, ou seja, sem uma readequação do resíduo. A recapagem nada mais é do que a substituição da banda de rodagem (parte do pneu que entra em contato com o solo), Figura 1.

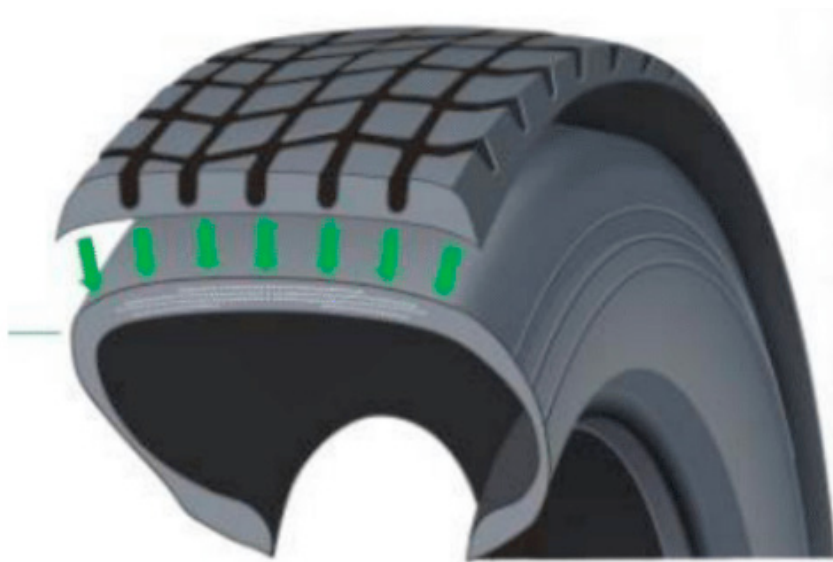


Figura 1. Estrutura de um pneu, recolocação da banda de rodagem.

Fonte: <http://www.steffenpneus.com.br/Recapagem/Marangoni/>, acessado em 07/03/2016.

Diante disso, torna-se de fundamental importância desenvolver alternativas de reutilização deste resíduo de pneus, a fim de evitar impactos ambientais ocasionado pelo mesmo. Uma dessas medidas é utiliza-lo como agregado na produção de concreto. Dessa forma, este trabalho tem como objetivo a substituição parcial da areia por resíduo de recapagem de pneus em 5% e 10%, e analisar suas propriedades mecânicas e morfologia da superfície de fratura.

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Os materiais utilizados foram a areia (fina e média), seixo, cimento CII-Z32 e resíduo de borracha do processo de recapagem de pneus adquirido em uma empresa localizada em Ananindeua.

2.2 Metodologia

A metodologia utilizada para a produção dos concretos de referência e com resíduos de pneus é mostrada no fluxograma da Figura 2. Primeiramente, o resíduo de borracha foi separado em material fino e médio utilizando agitador de peneiras mecânico. Os materiais foram caracterizados segundo a norma NBR NM 248 (ABNT, 2003). Foram fabricados dois tipos de concreto: o concreto de referência (com areia média para substituição de 5% e areia fina para substituição de 10%) e concreto com resíduo de pneus (com substituição em massa de 5 % e 10% de areia por resíduo fino).

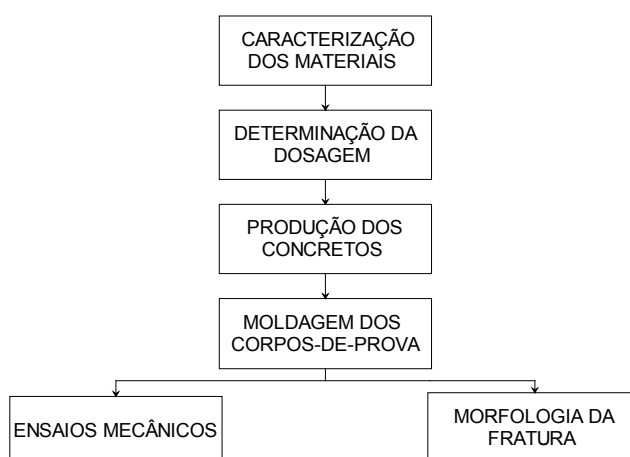


Figura 2. fluxograma dos procedimentos experimentais.

Fonte: autor

Para a produção dos concretos foi feita a substituição parcial em massa da areia em 5% e 10 % por resíduo de borracha. Foram produzidos 2 lotes, um de referência, e com 5% de substituição para o primeiro traço (1:1,71: 2,61: 0, 56); outro de referência e com 10% de substituição para o segundo traço (1:2: 3:0, 67). Aos 7 e 28 dias realizou-se ensaio de compressão axial, diametral segundo as NBR 5739/2007 e NBR 7222/2007 em uma máquina de ensaio universal. Para a morfologia da fratura, foram retiradas amostras de parte do compósito e utilizou-se o microscópio de varredura eletrônica (MEV) para observar a interface matriz /resíduo.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Resistência à compressão axial

Analisando os resultados de compressão axial do concreto de referência e comparando com os resultados do concreto com resíduo de borracha verifica-se uma queda da resistência à medida que o teor de resíduo aumenta. Para o traço de 5% de resíduo, o concreto de referência e o concreto com borracha apresentaram resistência a compressão, aos 7 dias de cura, de 16,97 MPa e 11,95 Mpa, respetivamente. Estes resultados mostram uma queda da resistência a compressão axial de aproximadamente 30%, aos 7 dias. Além disso, para este mesmo traço, aos 28 dias de cura, a resistência do o concreto de referência e o concreto com borracha apresentaram resistência a compressão de 28,36 MPa e 14,53Mpa, respetivamente. Estes resultados mostram uma queda da resistência a compressão axial de aproximadamente 51%.

Para o traço com incorporação de 10% de resíduo, o concreto de referência e o concreto com borracha apresentaram resistência a compressão, aos 7 dias de cura, de 6,47 MPa e 2,05 MPa, respetivamente. Os dados obtidos mostram uma queda da resistência a compressão axial de aproximadamente 68%, aos 28 dias de cura. Estes dados encontram-se na Tabela 1.

Esta queda na resistência foi atribuída a falta de aderência entre a superfície da borracha e matriz cimentícia. Além disso, percebeu-se que o modulo de elasticidade do concreto não foi afetado de maneira significativa com a substituição de 5% e 10%, porém houve uma diminuição da tensão de ruptura do mesmo se comparado com o concreto de referência para este traço.

3.2. Resistência à tração por compressão diametral

Como na resistência a compressão, a resistência à tração por compressão diametral diminuiu com aumento da porcentagem de resíduo de borracha de pneus ao concreto. Para o traço de 5% de resíduo, o concreto de referência e o concreto com borracha apresentaram resistência à tração por compressão diametral, aos 7 dias de cura, de 1,75 MPa e 1,07 Mpa, respetivamente. Quando se compram resultados do concreto de referência com o concreto com borracha verifica-se uma queda da resistência a compressão diametral de aproximadamente 39%, aos 7 dias. Para este mesmo traço, aos 28 dias de cura, o concreto de referência e o concreto com borracha apresentaram resistência à tração por compressão diametral de 2,09 MPa e 1,30 MPa, respetivamente. Os resultados do concreto de referência e concreto com resíduo de borracha indicaram uma queda da resistência a compressão diametral de aproximadamente 38%. Para o traço com incorporação de 10% de resíduo, os resultados obtidos para o concreto de referência e concreto com resíduo de borracha foram de 0,77 MPa e 0,3 MPa, respetivamente. A partir dos dados obtidos, observou-se uma queda da resistência a compressão diametral de aproximadamente 61%, aos

28 dias de cura.

Ensaio	5% de substituição				10% de substituição	
	Concreto de referência		Concreto com resíduo		Concreto Referência	Concreto com resíduo
	7 dias	28 dias	7 dias	28 dias	28 dias	
Compressão axial (MPa) (desvio)	16,97 (±0,29)	28,36 (±0,108)	11,95 (±0,49)	14,53 (±0,248)	6,47 (±0,744)	2,05 (±0,33)
Compressão diametral (MPa) (desvio)	1,75 (±0,08)	2,09 (±0,151)	1,07 (±0,019)	1,30 (±0,001)	0,77 (±0,055)	0,30 (±0,014)

Tabela 1 - Resistência à compressão axial e diametral dos concretos estudados e 7 e 28 dias de cura.

Fonte - Próprio autor

3.3 Morfologia da superfície de fratura

A análise por MEV permitiu a verificação da porosidade e da interface matriz e resíduo de borracha. Os poros podem ser notados nas micrografias obtidas pelo MEV. Como pode ser observado o aumento da incorporação de partículas de borracha provocou um aumento nas quantidades de micro-poros presente na matriz. como pode ser visto na Figura 3a para o concreto com 5% de substituição e Figura 3b para concreto com 10% de substituição. Além disso, verifica-se através das micrografias algumas regiões de fraca aderência das fibras de borracha com a matriz, essa aderência é dificultada a medida que a porcentagem de partículas aumenta.

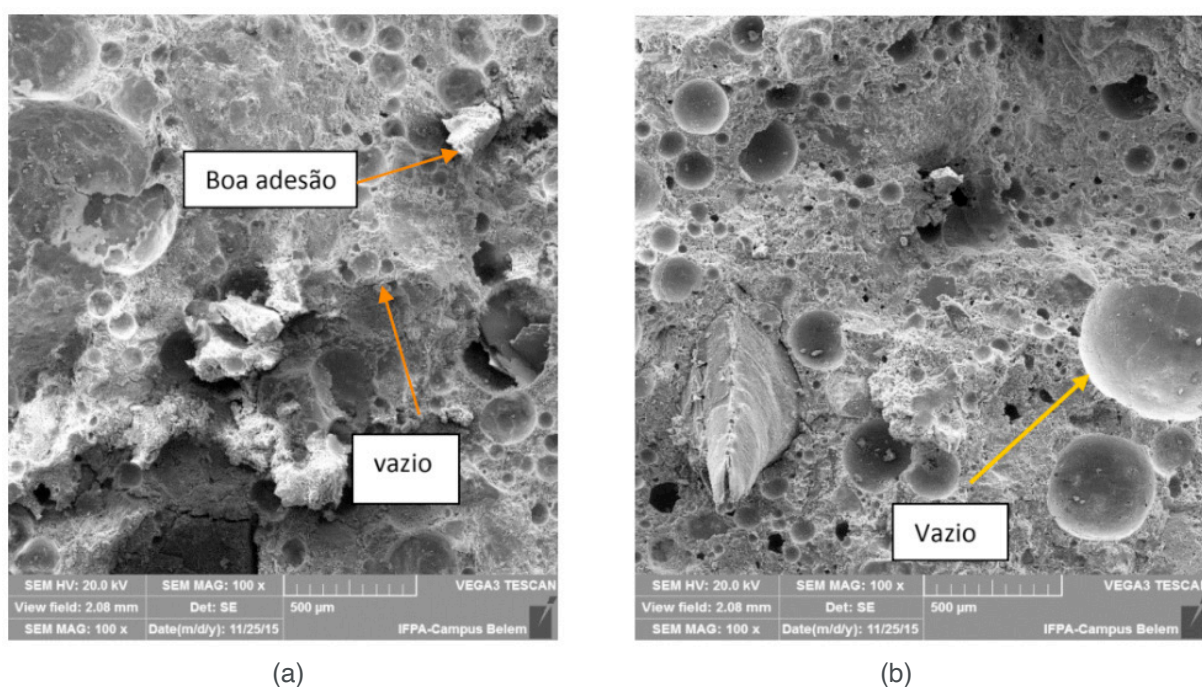


Figura 3 – Microscopia de varredura eletrônica da superfície de fratura do composto (a. 5% de substituição e b 10% aos 28 dias, aumento 100X)

4 | CONCLUSÕES

Pode-se concluir neste trabalho que o resíduo de borracha proveniente do processo de recapagem pneus apresenta condições favoráveis para substituição parcial do agregado miúdo.

A porcentagem de substituição influencia diretamente na redução da massa específica do concreto, tal redução é aumentada à medida que aumenta a porcentagem de resíduo presente na matriz. Essa redução é fundamental para fabricação de concretos mais leves. Além disso, com aumento da porcentagem de resíduo há um aumento no índice de vazios.

Para as porcentagens de substituição estudadas, a resistência à compressão axial, diametral e tração na flexão diminuem com aumento da incorporação do resíduo, isso se deve ao fato a fraca aderência entre a borracha e a matriz.

Os resultados mostram que é possível utilizar o resíduo de borracha ao concreto produzido a partir da substituição parcial da areia em obras com baixa solicitação mecânica. Além disso, este compósito pode ser uma alternativa de material com aplicação na construção civil, desse modo, diminuindo os impactos ambientais deste material.

REFERÊNCIAS

AGOPYAN, V. **Materiais reforçados com fibras para a construção civil nos países em desenvolvimento: o uso de fibras vegetais**. Tese (Livre docência). EPUSP, São Paulo, 1991.

ALBUQUERQUE, A.C. **Estudo das Propriedades de Concreto Massa com Adição de Partículas de Borracha de Pneu**. Tese (Doutorado em Engenharia) -Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). NBR 5738. **Moldagem e cura de corpos-de-prova cilíndricos ou prismáticos de concreto**. Rio de Janeiro, 1994.

_____. NBR 5739. **Ensaio de compressão de corpos-de-prova cilíndricos de concreto**. Rio de Janeiro, 2007.

_____. NBR 7222: **Concreto e argamassa - Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos**. Rio de Janeiro, 2010. 5 p.

BAZUCO, R. S. **Utilização de Agregados Reciclados de Concreto para a Produção de Novos Concretos**. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1999.

BRANDÃO A. A. **Desenvolvimento de Compósitos de Matriz Polimérica Reforçados Por Fibras de Curauá e Açai Fabricados Por Infusão**. Dissertação de graduação. IFPA. Belém-Pará, 2012.

CARNIO, M. A. **Propagation of fatigue cracking of reinforced concrete with low fiber content**. Thesis (Ph.D.), Faculty of Mechanical Engineering, University of Campinas, 2009.

ELDIN, N.N.; SENOUCÉ, A.B., **Cement, Concrete and Aggregates**.1993.

FATTUHI, N. I; CLARK, L. A. **Cement-based materials containing shredded scrap truck tyre rubber** *Construction and Building Materials*, 10(4), 1996. pp. 229-236.

FIORITI, C. F.; INO, A.; AKASAKI, J. L. **Análise experimental de blocos intertravados de concreto com adição de resíduos do processo de recauchutagem de pneus**. *Acta Scientiarum - Technology*, Maringá, v. 32, n. 3, p. 237-244, 2010.

FONSECA, A. P. **Estudo comparativo de concretos com agregado graúdo reciclado de talha cerâmica e agregado graúdo natural**. Dissertação 70 (Mestrado em Engenharia das Estruturas) - Curso de Engenharia Civil, Faculdade de Engenharia Civil da Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2006.

GOMES, L. G.; SOARES, D. C. B. L.; SILVA, C. C. B. **Caracterização e Ensaio Mecânico de Concreto com Fibras Naturais Regionais**. *Anais do 55º Congresso Brasileiro do Concreto*. IBRACON, 2013.

GOMES, L. G.; SILVA, C. C. B.; SOARES, D.C. B. L.; QUEIROZ, N. C. A; ARAÚJO, J. R. M; QUEIROZ, S. R. S. **Avaliação das propriedades mecânicas do concreto com fibras da semente do açaí**. *Congresso Brasileiro do Concreto (57CBC)*. Bonito/MS. 2015.

HEINRICKS, H.; BERKENKAMP, R.; LEMPFER, K.; FERCHLAND, H. **Global review of Technologies and markets for building materials**. In: *Inorganic-bonded wood and fiber composite materials*, Proceedings. Moscow, University of Idaho, 2000.

RILEN. **“Testing methods for fibre reinforced cement – based composites”**, *Matériaux et Constructions*, Vol. 17, nº 102, 1984, pp.441-56, RILEM Draft Recommendations, Technical Committee 49 TFR.

ROSA, D.; MORENO, A.; MARTINS, T. **Avaliação da influência da granulometria na incorporação de pneus pós-consumo em compósitos de concreto**. *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo* 26 (2), 2007. pp. 103-110.

SOARES, D. C. B. L.; SILVA, C. C. B.; GOMES, L. G., **Avaliação quanto ao uso da fibra do açaí como reforço de compósito cimentícios**. Trabalho de conclusão de curso (graduação em engenharia de materiais), Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará, Belém PA, 2014.

STEFFENPNEUS, Disponível em: <http://www.steffenpneus.com.br /Recapagem/Marangoni/>, acessado em: 07/03/2016.

PLANEJAMENTO FATORIAL PARA ESTIMATIVA DA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DE BLOCOS DE CONCRETO COM ADIÇÃO DE AGREGADOS DE RESÍDUOS CIMENTÍCIOS

Jonath Oliveira do Nascimento

Universidade Potiguar

Mossoró – Rio Grande do Norte

Bruno Diego de Moraes

Universidade Potiguar

Mossoró – Rio Grande do Norte

Marcos Mattheus Lopes da Silva

Universidade Potiguar

Mossoró – Rio Grande do Norte

Felipe Lira Formiga Andrade

Universidade Potiguar

Mossoró – Rio Grande do Norte

RESUMO: O elevado volume de resíduos de construção e demolição (RCD) tem contribuído para a geração de impactos ambientais. Nesse contexto, o presente trabalho teve como objetivo, aplicar o Resíduo Cimentício (parte específica do RCD) como agregado no concreto destinado para produção de blocos de alvenaria estrutural, e em seguida apresentar um modelo estatístico, para a previsibilidade da resistência à compressão. Após os testes, verificou-se que o uso combinado de agregado gráudo reciclado com agregado miúdo natural é viável na aplicação em estruturas, podendo resultar em desempenho 25,51% superior ao concreto padrão. Para não prejudicar a textura deve-se evitar a utilização de agregado gráudo acima de 50% da massa para agregados e

umidade acima de 10,5%.

PALAVRAS-CHAVE: resíduos de construção e demolição, planejamento fatorial, blocos de concreto.

ABSTRACT: The large volume of waste generated from construction and demolition (CDW) has greatly contributed to the development of environmental impacts. In this context, this work aims to apply the cement residue (specific part of the CDW) as an aggregate in the concrete destined to the production of masonry blocks, and then present a statistical model to predict the compressive strength. Concurrently, reference concrete was produced with natural aggregates. After tests, it became apparent that the combined use of recycled coarse aggregate with natural fine aggregate may be viable in structures appliances, resulting in some cases, in a 25.51% greater performance compared to standard concrete, although there are restrictions about using this replacement when the texture is taken into account, not being recommended the usage of recycled coarse aggregate over 50% of the aggregate weight and humidity above 10.5%.

KEYWORDS: Construction and demolition waste, factorial design, concrete blocks.

1 | INTRODUÇÃO

A preocupação com o meio ambiente e a busca pela redução dos impactos ambientais tem provocado intensas discussões sobre indústrias sustentáveis, principalmente a da construção civil, que possui uma significativa representação mundial no dispêndio dos recursos naturais em todo o mundo.

Com base nessa problemática, essa pesquisa tem como objetivo substituir o agregado natural por agregado reciclado na produção de concreto destinado a produção de blocos de alvenaria estrutural. Sendo esse material reciclado obtido de resíduos de classe A – resíduos reutilizáveis ou recicláveis como agregados: tijolos, concreto, etc. - provenientes de construção, demolições e/ou reformas (Conselho Nacional do Meio Ambiente – CONAMA 307/2002), especificadamente, o resíduo cimentício (resto de concreto e argamassa, parte específica do RCD), como forma de restringir a grande variabilidade de materiais que compõem o rejeito.

Após a substituição do agregado no concreto, propor um modelo estatístico fundamentado no planejamento fatorial, intencionando determinar a interferência das variáveis (consumo de cimento, umidade e consumo de agregado graúdo reciclado) sobre a resistência à compressão (resposta), estudando a viabilidade desse concreto, analisando previamente seu desempenho e até que ponto, o mesmo pode substituir com qualidade e segurança o concreto padrão empregado na produção de blocos de alvenaria estrutural.

2 | METODOLOGIA

A metodologia da presente pesquisa foi dividida em três eixos centrais: Classificação dos Resíduos; Produção do Concreto e Corpos-de-Prova e Planejamento Fatorial.

2.1 Classificação dos Resíduos

Os ensaios realizados na caracterização dos materiais e suas respectivas normas estão descritos na Tabela 1:

CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS	
ENSAIO	NORMA
Determinação da composição granulométrica dos Agregados	NBR NM 248 (2003)
Determinação de massa específica e absorção de água dos agregados graúdos	NM 53 (2009)
Determinação do material fino que passa através da peneira 75 μm , por lavagem dos agregados	NBR NM 46 (2003)
Determinação de massa específica e massa específica aparente do agregado miúdo	NM 52 (2002)

Tabela 1 – Caracterização dos Materiais.

Fonte: Autores

2.2 Produção do Concreto e Corpos-de-Prova

A dosagem dos concretos empregada no experimento, obedeceu ao método desenvolvido por Frasson Junior (2000)¹, baseado na utilização do concreto seco com abatimento zero para a produção de blocos de alvenaria estrutural e/ou de vedação. Abaixo estão descritos os materiais e equipamentos utilizados no experimento:

Materiais utilizados:

- Agregado graúdo natural (brita granítica com diâmetro máximo 9.5 mm, conhecida como pedrisco). Utilizado somente no concreto de referência;
- Agregado graúdo reciclado graúdo no intervalo de $4,75 \text{ mm} \leq d < 9,5 \text{ mm}$;
- Agregado miúdo natural (areia de rio);
- Agregado miúdo utilizada no intervalo $0,6 \text{ mm} \leq d \leq 1,18 \text{ mm}$ (classificada como: areia grossa);
- Cimento Portland (CPV ARI-RS) de alto desempenho inicial.

Equipamentos utilizados:

- Corpos-de-prova de 5 cm x 10 cm (diâmetro x altura), bipartidos, confeccionados com material PVC;
- Um Martelo de borracha;
- Um soquete de compactação de argamassa;
- Um tarugo de náilon.

Execução do concreto:

Primeiramente, foram pesados todos os materiais através da balança (Mark semi-analítica com capacidade de 4200g e resolução 0.01g, modelo L4202), de acordo

com a dosagem dos traços adotados. Em seguida, os materiais foram inseridos, parte à parte, na argamassadeira eletromecânica (Pavitest, com capacidade para 5 litros, modelo I-3010), por um tempo de três minutos após a colocação de todos os materiais, até que a consistência desejada fosse obtida. Devido à alta absorção dos agregados reciclados, eles foram pré-moldados (com 10% do valor total de água do traço), antes do início da mistura, para não prejudicar a resistência do compósito final.

Produção dos corpos-de-prova:

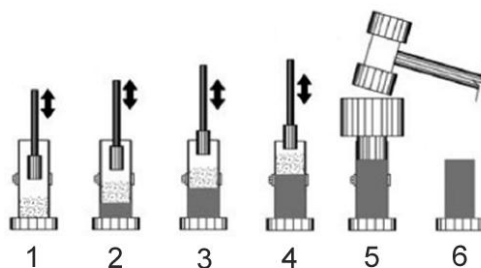


Figura 1 – Sequência esquemática de moldagem dos corpos-de-prova de 5 cm x 10 cm.

Fonte: Frasson Junior, 2000¹.

Após o preparo, o concreto foi inserido no molde e dividido em 4 porções iguais (1^a, 2^a e 3^a camada), aplicando 20 golpes em cada camada com a utilização do soquete para compactação da argamassa. A compactação da última camada, foi realizada com um martelo de borracha para obtenção da altura almejada (cerca de 10 cm) no final do processo (Figura 1).

Após a realização de tal procedimento, os corpos-de-prova foram desmoldados logo após a moldagem, devidamente identificados e inseridos cuidadosamente no isopor para realização da cura.

Durante a cura, os corpos-de-prova foram borrifados com água. Após os 14 dias, os corpos-de-prova que durante a moldagem permaneceram com altura superior a 10 cm, foram regularizados na retífica. Logo após, foi realizado o rompimento dos corpos-de-prova para análise da resistência à compressão (Figura 2), seguindo as determinações e procedimentos da ABNT NBR 5739 (2007)².

Paralelamente aos ensaios, foram produzidos 6 corpos-de-prova de referência com agregados graúdos e miúdos natural, para que fosse possível realizar as comparações entre os resultados obtidos com o agregado reciclado.

Os ensaios de resistência à compressão foram realizados após 14 dias de cura, através da Prensa Hidráulica (EMIC, modelo PC200C, com capacidade para 200 KN). Adotou-se os 14 dias de cura, em decorrência do tempo para comercialização dos blocos produzidos em fábricas de pré-moldados, geralmente após um tempo mínimo de cura de 7 a 14 dias, devido a questão de estoque e produção, sendo necessário que com poucos dias de cura, os blocos já atendam a resistência para a qual foram desenvolvidos.



Figura 2 – Moldagem, regularização e rompimento dos corpos-de-prova.

Fonte: Autores

2.3 Planejamento Fatorial

Para o estudo do efeito das 3 variáveis independentes, foi aplicado um planejamento fatorial completo 2^3 que exige 2 níveis para cada fator e no mínimo 8 ensaios, porém para cada condição foi gerado uma réplica e também foram adicionadas 4 repetições no ponto central totalizando 20 ensaios.

Seleção das variáveis independentes:

I. Consumo de cimento

O consumo de cimento foi determinado com base nos seguintes traços de referência: 1:6 e 1:8 (cimento:agregado), almejando alcançar ao final do processo, resistência à compressão entre 10-18 MPa (FRASSON JUNIOR¹, 2000, p. 115). Esses traços foram selecionados com intuito de se obter resistências dentro da faixa de função estrutural recomendada pela ABNT NBR 6136 (2014)³.

II. Umidade

De acordo com Frasson Junior (2000)¹, os concretos secos utilizados na fabricação de blocos de concreto possuem umidades em suas misturas em torno de 5,5% a 8% com relação a massa total, incluindo o cimento. Entretanto, os ensaios realizados no laboratório só foram possíveis com umidade em torno de 10%, resultando no mesmo valor previsto pela pesquisa de Araújo, Carasek e Cascudo (2010)⁴.

III. Consumo de Agregado Graúdo

O agregado graúdo natural foi substituído totalmente pelo agregado graúdo reciclado. Tenório (2007)⁵ verificou que a tendência da resistência à compressão foi de crescer com o aumento da massa específica do agregado graúdo reciclado. Optou-se por manter o nível de agregado graúdo variando entre 40% a 60% do valor da massa total destinada aos agregados no traço. Quanto aos agregados miúdos, Araújo, Carasek e Cascudo (2010)⁴, observaram que o nível ótimo de substituição do agregado miúdo reciclado fica em torno de 25%, pois esse valor resultou em um acréscimo de resistência de aproximadamente 16% em relação ao traço de referência. Decidiu-se

então, manter o nível de agregado miúdo reciclado constante (correspondendo a 25% da massa destinada ao agregado miúdo), para assim proporcionar a maior substituição de agregado reciclado possível e para os 75% restantes, foi utilizada areia natural. Os níveis de consumo de agregado podem ser verificados na Tabela 2:

Variáveis	Código	-1	0	+1
<i>Consumo de cimento (%)</i>	X_1	11,11%	12,70%	14,29%
<i>Umidade (%)</i>	X_2	10%	10,5%	11%
<i>Consumo de agregado graúdo (%)</i>	X_3	40%	50%	60%

Tabela 2 – Valores utilizados em cada nível do planejamento fatorial.

Fonte: Autores

Seleção da variável dependente:

A resposta do planejamento fatorial aplicado na respectiva pesquisa foi a resistência à compressão, sendo essa o principal parâmetro segundo a ABNT NBR 6136 (2014)³, para se determinar a função do bloco como sendo de vedação ou estrutural. Ressaltando ainda que os blocos se subdivide nas classes A (resistência acima de 8 MPa), B (resistência entre 4 e 8 MPa) e C (resistência maior que 3 MPa).

3 | RESULTADOS

Os resultados serão apresentados em duas etapas: Classificação dos Resíduos e a Análise do Planejamento Fatorial.

3.1 Classificação dos Resíduos

Absorção de Água:

A absorção de água é uma propriedade estreitamente ligada à porosidade do agregado. Isto é, a absorção de água apresenta variabilidade conforme a variação da porosidade do agregado.

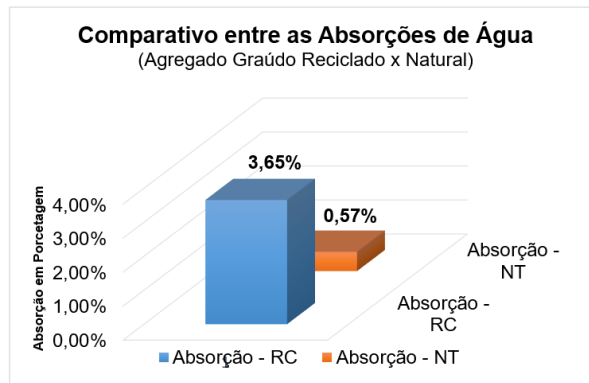


Figura 3 – Absorção de água do agregado graúdo reciclado e natural.

Fonte: Autores

O agregado de concreto reciclado apresentou um índice maior de absorção de água, haja vista a presença de argamassa aderida na superfície do agregado (Figura 3).

Massa Específica:

A massa específica é outra propriedade correlacionada à porosidade, mantendo entre elas uma relação inversamente proporcional. Angulo (2000)⁶ em seu estudo, verificou uma tendência dos agregados com maior massa específica apresentarem menor absorção.

Enquanto o agregado graúdo de RC apresentou uma massa específica consideravelmente menor que do agregado natural, os agregados miúdos permaneceram numa mesma faixa (Figura 4).

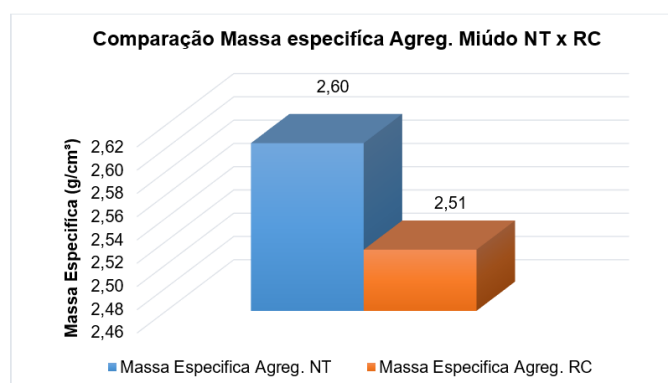


Figura 4 – Massa específica dos agregados miúdos naturais e reciclados.

Fonte: Autores

Granulometria e Teor de Finos:

O agregado de resíduos cimentícios no experimento realizado apresentou um teor de finos maior que no agregado natural (Figura 5 a), considerando a quantidade de materiais pulverulentos presentes em seu exterior. Apesar da variabilidade, os agregados atenderam os limites determinados pela ABNT NBR 15116 (2004)⁷.

Quanto a granulometria, os agregados de concreto reciclado não apresentam variações expressivas e sua curva granulométrica (Figura 5 b) pode ser semelhante à dos agregados naturais, quando isentos de partículas finas.

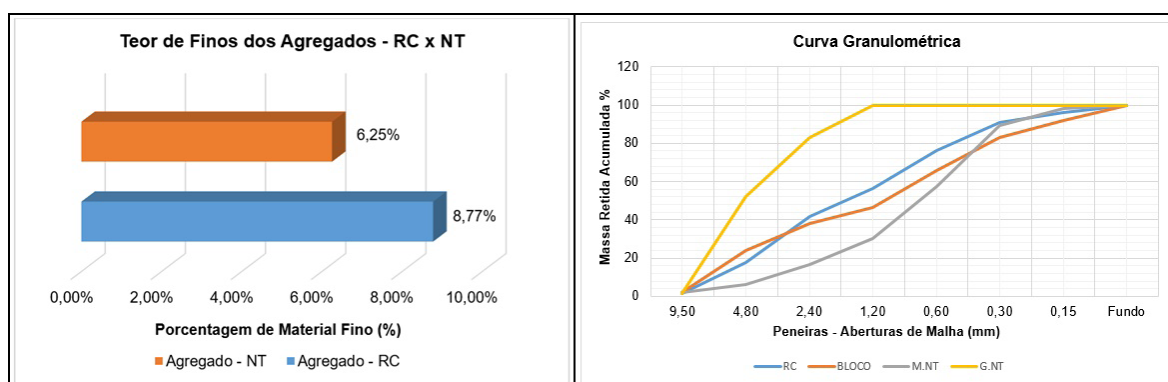


Figura 5 (a)

Figura 5 (b)

Figura 5 (a) – Teor de finos dos agregados naturais e reciclados.

Figura 5 (b) – Curva granulométrica dos agregados graúdos e miúdos reciclados e naturais.

Fonte: Autores

Os agregados miúdos mostraram uma predisposição a se encaixar na zona utilizável da ABNT NBR 7211 (2005)⁸.

3.2 Análise do Planejamento Fatorial

A Tabela 3 discrimina a combinação entre as variáveis em cada uma das corridas, além da resistência média obtida em cada uma delas.

Corridas	Variáveis Codificadas			Variáveis Reais			Resultado Y (MPa)
	X ₁	X ₂	X ₃	Cons. de Cimento (%) – X ₁	Umidade (%) – X ₂	Cons. Agr. Graúdo (%) – X ₃	
1	-1	-1	-1	11,11%	10%	40%	4,00
2	+1	-1	-1	14,29%	10%	40%	10,60
3	-1	+1	-1	11,11%	11%	40%	7,00
4	+1	+1	-1	14,29%	11%	40%	9,50
5	-1	-1	+1	11,11%	10%	60%	10,30
6	+1	-1	+1	14,29%	10%	60%	16,15
7	-1	+1	+1	11,11%	11%	60%	8,75
8	+1	+1	+1	14,29%	11%	60%	16,85
9	0	0	0	12,70%	10,5%	50%	11,9
10	0	0	0	12,70%	10,5%	50%	13,2
11	0	0	0	12,70%	10,5%	50%	9,8
12	0	0	0	12,70%	10,5%	50%	9,7

Tabela 3 – Delineamento experimental.

Fonte: Autores

Durante o ensaio foram produzidos 6 corpos-de-prova de referência feitos com agregados graúdos e miúdos natural, nas condições inferior, central e superior (Tabela 4).

Corridas	Variáveis Codificadas			Resultado (MPa)		
	Cons. de Cimento (%)	Umidade (%)	Cons. Agr. Graúdo (%)	Ensaio 1	Ensaio 2	Média
1	11,11%	10%	40%	8,9	7,6	8,25
2	12,70%	10,5%	50%	12,5	12,6	12,55
3	14,29%	11%	60%	10,3	13,2	11,75

Tabela 4 – Resistência à compressão dos corpos-de-prova de referência.

Fonte: Autores

Os corpos-de-prova de referência foram moldados com o objetivo de comparar a influência dos agregados sobre a resistência final do concreto e por isso, não foram adicionados ao planejamento. Em alguns casos, a resistência entre os concretos produzidos com agregado reciclado e agregado natural foram bem próximas, sendo que em algumas condições a resistência do concreto produzido com agregado reciclado foi superior ao concreto padrão de referência.

Ajuste do modelo:

Através dos resultados obtidos foram calculados os coeficientes de regressão (Tabela 5). Observa-se que apenas o consumo de cimento (X1), e o consumo de agregado (X3), foram estatisticamente significativos ao nível de significância de 5% ($p < 0,05$).

Fatores	Coeficiente de Regressão	Erro Padrão	t (5)	p-valor	Estimativas por Intervalo (95%)	
					Limite Inferior	Limite Superior
Média	10,65	0,50	21,11	0,000004	9,35	11,94
X1	2,88	0,62	4,67	0,005505	1,29	4,47
X2	0,13	0,62	0,21	0,840087	-1,46	1,72
X3	2,62	0,62	4,24	0,008166	1,03	4,21
X1.X2	-0,23	0,62	-0,37	0,723422	-1,82	1,36
X1.X3	0,61	0,62	0,98	0,371341	-0,98	2,19
X2.X3	-0,34	0,62	-0,56	0,601778	-1,93	1,24

Tabela 5 – Resistência à compressão dos corpos-de-prova de referência.

Fonte: Autores

Nota: Os dados foram obtidos no software Estatística por meio do experimento fatorial.

O modelo ajustado codificado fica caracterizado pela Equação (A):

$$Y(14) = 10,65 + 2,88.X1 + 0,13.X2 + 2,62.X3 - 0,23.X1.X2 + 0,61.X1.X3 - 0,34.X2.X3 \quad (A)$$

Análise de variância:

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de Liberdade	Quadrados Médios	F _{calc}	p-valor
Regressão	125,72	6	20,95	6,87	0,0258
Resíduo	15,26	5	3,05	-	-
Total	140,98	11	-	-	-

Tabela 6 – ANOVA para a resposta Y.

% variação explicada (R^2) = 90% $F_{tab}_{6;5;0,05} = 4,95$

Fonte: Autores

Nota: Os dados foram obtidos no software Estatística por meio do experimento fatorial.

O F_{calc} (Tabela 6) para a regressão (6,87) apesar de não muito alto, ainda é maior que o valor tabelado, ou seja, ele é significativo ($p: 0,0258 < 0,05$) e a porcentagem de variação explicada pelo modelo foi expressiva, conseguindo justificar 90% das respostas obtidas, desta forma, podemos concluir que o modelo se ajusta bem aos dados experimentais.

Comprovada a existência de efeitos significativos estatisticamente, construiu-se então, as superfícies de resposta e a curva de contorno para a resposta Y (14) (MPa) (Figura 6), resistência à compressão após 14 dias de cura.

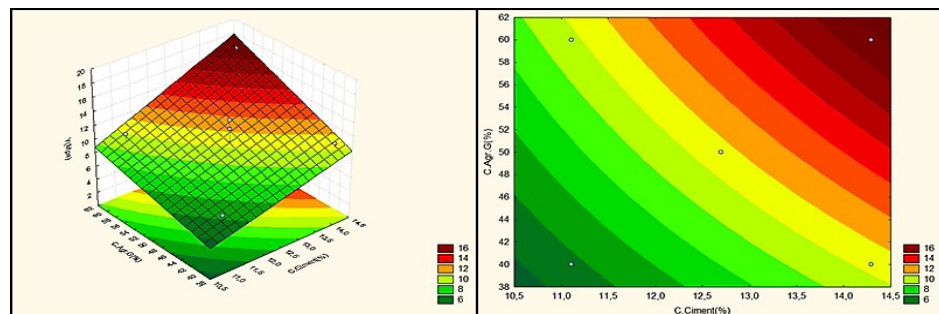


Figura 6 – Superfície de resposta.

Fonte: Autores (obtida no software Estatística)

As curvaturas das linhas do gráfico de curvas de contorno, demonstram que existe uma interação diretamente proporcional entre o consumo de agregado graúdo e o consumo de cimento, onde já é possível obter ótimos valores de resistência (cerca de 8 MPa), que é um desempenho comercialmente bem aceito, a partir de um consumo de cimento em torno de 11,5% e um consumo de agregado graúdo em torno de 45%.

Segundo Frasson Junior (2000)¹, no ensaio de um corpo-de-prova cilíndrico 5 cm x 10 cm, é possível obter por volta de 80% da resistência que o mesmo traço poderia atingir na área líquida de um bloco. Vale destacar que esse resultado se mostrou praticamente constante para todas as séries e para blocos de diferentes geometrias.

4 | CONCLUSÃO

O agregado artificial se encaixou dentro do que estava previsto na literatura, ou seja, eles apresentam maiores níveis de absorção de água, maior teor de finos e menor massa específica, sendo necessário então a pré-molhagem. Como consequência, na utilização de agregado reciclado foi possível verificar resistência próximas aos corpos-de-prova produzidos com agregado natural e em outros casos especiais, foi possível obter resistência até maiores.

Entretanto, algumas restrições devem ser esclarecidas, pois, através da análise visual dos corpos-de-prova, foi constatado que os níveis de umidade acima de 10,5% causam problema de desforma, tornando os concretos bastante frágeis.

Da mesma forma, o consumo de agregado graúdo acima de 50%, por mais que resultem em resistências maiores, também causa texturas a baixo da exigência do mercado, com o aspecto bastante “rugoso”, com agregado graúdo aparente, mesmo com a compactação adequada, favorecendo assim a absorção de água, por isso, valores acima de 50% na substituição do agregado, devem ser evitados.

REFERÊNCIAS

ANGULO, Sérgio Cirelli. **Variabilidade de agregados graúdos de resíduos de construção e demolição reciclados**. 2000. 172 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) □ Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo.

ARAÚJO, A. M.; CARASEK, H.; CASCUDO, O. **Dosagem de concreto para blocos contendo resíduo da indústria de artefatos de cimento**. In: XIII Encontro Nacional de Tecnologia do Ambiente Construído (ENTAC). Canela, RS, 2010. Disponível em: <http://www.infohab.org.br/entac2014/2010/arquivos/712.pdf>. Acesso em: 18 de agosto de 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Agregados reciclados de resíduos sólidos da construção civil - Utilização em pavimentação e preparo de concretos sem função estrutural - Requisitos**. NBR 15116, 2004. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Agregados para concreto - Especificação**. NBR 7211, 2005. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Blocos vazados de concreto simples para alvenaria - Requisitos**. NBR 6136, 2014. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Concreto - Ensaio de compressão de corpos-de-prova cilíndricos - Método de ensaio**. NBR 5739, 2007. Rio de Janeiro.

FRASSON JUNIOR, A. **Proposta de metodologia de dosagem e controle do processo produtivo de blocos de concreto para alvenaria estrutural**. 2000, 162 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

TENÓRIO, J.J.L. **Avaliação de Propriedades do concreto produzido com agregados reciclados de resíduos de construção e demolição visando aplicações estruturais**. 2007, 157 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Alagoas, Maceió.

USO DO PÓ DA PALHA DE CARNAÚBA COMO IMPERMEABILIZANTE EM TIJOLO DE SOLO-CIMENTO

Ana Raira Gonçalves da Silva

Universidade Federal Rural do Semi-Árido,
Departamento de Engenharia e Ciências
Ambientais
Mossoró-RN

Marília Pereira de Oliveira

Universidade Federal Rural do Semi-Árido,
Departamento de Engenharia e Ciências
Ambientais
Mossoró-RN

Marineide Jussara Diniz

Universidade Federal Rural do Semi-Árido,
Departamento de Engenharia e Ciências
Ambientais
Mossoró-RN

RESUMO: A busca por tecnologias e técnicas que melhorem o desempenho das edificações e reduzam os custos de produção, possibilitando sustentabilidade ao Meio Ambiente e reforçando as propriedades dos materiais de construção, vem cada vez mais sendo estudadas com intuito de diminuir os impactos causados pela Construção civil. Portanto, este trabalho propõe o estudo de uma técnica antiga de fabricação de tijolos, utilizando aditivo hidrofugante natural, o pó da palha de carnaúba. Com objetivo de comprovar sua propriedade impermeabilizante foram moldados tijolos de solo-cimento com traço de 1:12 e teores de incorporação de 0, 5 e 10% do referido pó, para submetê-los a

ensaio de resistência à compressão simples e absorção de água segundo a ABNT NBR 8492:2012. De fato, o aditivo comportou-se como impermeabilizante, pois o aumento de sua incorporação diminuiu a absorção de água. No entanto as resistências à compressão simples diminuíram, mas continuaram dentro dos padrões normativos.

PALAVRAS-CHAVE: Tijolo. Solo-cimento. Hidrofugante. Pó da palha de carnaúba.

ABSTRACT: The search for technologies and techniques that improve the performance of buildings and reduce production costs, allowing sustainability to the environment and enhancing the properties of building materials, is increasingly being studied in order to reduce the impacts of civil construction. Therefore, this work proposes the study of an ancient technique of making bricks, using natural water repellent additive, carnauba straw powder. In order to prove their waterproofing property were shaped soil-cement bricks with trace 1:12 and incorporation levels of 0, 5 and 10% of said powder to submit them to unconfined compressive strength test and water absorption according to NBR 8492: 2012. In fact, the additive behaved like waterproofing, for the increase of its incorporation decreased water absorption. However the resistance to simple compression decreased, but remained within the normative standards.

KEYWORDS: Brick. Soil cement. Water repellent. Powder carnauba straw.

1 | INTRODUÇÃO

Segundo Barbosa⁽⁵⁾ a arte de construir é uma atividade que pode ser considerada recente na história da humanidade. As primeiras construções levavam o emprego dos materiais disponíveis na natureza, como a pedra, a palha, os troncos de árvores e a terra crua. Os tijolos feitos de solo-cimento são considerados uma forma, ainda que antiga, moderna, de utilizar a terra como um material de construção. No entanto, para se alcançar tijolos de solo-cimento de qualidade é de fundamental importância se ter cuidado com: a composição granulométrica, umidade de moldagem, tipo de prensa, tipo e porcentagem de estabilizante e cura.

O tijolo de solo-cimento é definido segundo a ABNT NBR 8491:2012⁽¹⁾ como um *tijolo cujo volume não é inferior a 85% de seu volume total aparente e constituído por uma mistura homogênea, compactada e endurecida de solo, Cimento Portland, água e, eventualmente, aditivos em proporções que permitam atender às exigências da referida norma.*

Nesta pesquisa os tijolos foram confeccionados utilizando a incorporação do pó da palha de carnaúba, também classificado como “pó tipo B”, matéria prima para a produção de cera gorda, cera de coloração amarelada que possui inúmeras aplicações econômicas, desde o uso de velas, medicamentos, cosméticos e alimentos à componentes da indústria da informática.

Atualmente a incorporação do pó da carnaúba está sendo estudada como aditivo impermeabilizante em concretos, argamassas e gesso. Coelho⁽⁶⁾ estudou as propriedades do concreto auto-adensável com a incorporação do pó da carnaúba e constatou que o uso do pó como aditivo impermeabilizante proporcionou importantes reduções na permeabilidade do concreto diminuindo a profundidade da carbonatação dos concretos.

Desta maneira, objetiva-se estudar a incorporação do pó da palha de carnaúba em tijolos de solo-cimento, moldados em prensa manual com energia de compactação próximo de 2,0 MPa, usando um traço de 1:12, com incorporação de 0, 5 e 10% do aditivo, para analisar seu comportamento quanto à função impermeabilizante, realizando ensaio de absorção de água; verificando sua resistência, com o ensaio de resistência à compressão simples; e resgatar uma técnica antiga de produção de tijolos, que reduzem os custos e proporcionam menor impacto ambiental.

2 | MATERIAIS

Solo

O solo utilizado foi coletado em terreno da Universidade Federal Rural do Semi-

Árido, na cidade de Mossoró/RN. E classificado segundo Dantas⁽⁷⁾ como um argissolo, cuja superfície possui aspecto acinzentado, e seus horizontes possuem aspecto avermelhado e amarelado devido à argila e aos óxidos de ferro presente em sua morfologia. Sendo caracterizado por meio de ensaios laboratoriais com distribuição granulométrica de 78% de areia, 17% de silte e 5% de argila. Quanto aos limites de liquidez e plasticidade, respectivamente de 20 e 13%.

Cimento

Para este trabalho utilizou-se o Cimento Portland CP II Z 32 RS normatizado pela ABNT NBR 11578/1991⁽⁴⁾, cujas características físicas são apresentadas na Tabela 01.

Massa específica (g/cm³)	Área específica (cm²)
3,14	4,06

Tabela 01: Características do Cimento Portland utilizado.

Água

Utilizou-se água, em temperatura ambiente, proveniente da rede de distribuição que abastece Mossoró/RN, para a qual a ABNT NBR 8491:2012⁽¹⁾ estabelece que deva ser isenta de impurezas nocivas à hidratação do cimento.

Pó da palha da carnaúba

O pó da palha da carnaúba (Figura 1) utilizado neste trabalho foi oriundo do Município de Assú/RN, onde a cultura da carnaúba é bastante forte. O pó foi adquirido em unidade de beneficiamento e trata-se do pó tipo B.



Figura 1: Pó da palha da carnaúba

Para o referido pó foi determinada em laboratório sua massa unitária, para a qual se obteve aproximadamente 0,41Kg/dm³.

3 | MÉTODOS

Coleta do solo

O solo foi coletado de dois locais e de três profundidades diferentes do perfil, a

primeira amostra da profundidade entre 0,05 a 0,45 m, a segunda de 0,48 a 0,85 m e a terceira de 0,90 a 1,90 m. Em seguida o solo foi peneirado em peneira de malha 4,75 mm e armazenado em recipientes adequados.

Preparação do solo para a moldagem

Para compor os 12 kg de solo, primeiramente foi feito o destorroamento dos grãos e em seguida realizada a mistura das três camadas, sendo 4 kg de cada uma delas, em betoneira por 5 minutos para homogeneizá-las. Após a homogeneização o solo foi armazenado em recipientes adequados para o transporte e preparo da mistura. A Tabela 1 mostra as quantidades de solo (por camada) utilizadas.

Tijolo	Quantidade de solo (Kg)			Pó (g)
	1ª camada	2ª camada	3ª camada	
0% -Referência				0
5%	4,0	4,0	4,0	50
10%	4,0	4,0	4,0	100

Tabela 1: Quantidade de solo por camada.

Preparação e moldagem da mistura solo-cimento e aditivo impermeabilizante

Inicialmente foi misturado em uma bandeja o solo, o cimento e o pó, em seguida adicionou-se água em pequenas quantidades com um regador de jardim, de maneira a evitar concentração em determinados pontos. Os materiais foram homogeneizados até se obter uma mistura com umidade para a qual o teste da mão, que segundo Filho⁽⁸⁾ consiste em pegar um bolo da amostra e apertar na mão com bastante força para compactá-lo, de maneira que fique a marca dos dedos no bolo compactado e então reparti-lo em duas metades sem esfarelar, seja realizado com sucesso, como mostra a Figura 2.

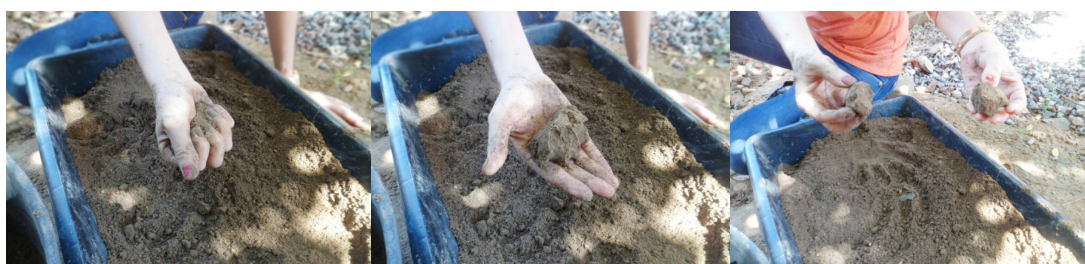


Figura 2: Teste da umidade para prensar os blocos.

Após o teste da umidade a mistura foi colocada em recipiente de volume 695,30 cm³, para compactação manual.

Cura

Utilizou-se a técnica de cura em sacos plásticos, que consiste em envolver os tijolos em sacos a fim de evitar que a água evapore do produto antes dos primeiros sete dias, período este em que é adquirida a resistência, e seguiu até os 14 dias.

Ensaio à compressão simples

Inicialmente os tijolos foram divididos ao meio, pois, assim a carga aplicada ficara mais bem distribuída, uma vez que toda área de compressão da máquina deverá compreender a superfície do tijolo. Fixou as metades uma na outra com uma fina pasta de cimento, e realizou-se o capeamento, como mostra a Figura 3.



Figura 3: Preparação dos tijolos

Após a preparação dos tijolos e esperada 24 horas, realizou-se o ensaio à compressão simples, utilizando uma velocidade de execução de 1,0 mm/min.

Absorção de água

Inicialmente os tijolos foram secos em estufa até a constância da massa, e quando verificada, foram mergulhados em uma bandeja com água por 24 horas, como mostra a Figura 4.



Figura 4: Tijolos na estufa e mergulhados na água.

Após 24h os tijolos foram retirados da bandeja, enxutos com uma flanela e pesados imediatamente antes de decorridos três minutos, para então proceder com os cálculos da absorção de água, e ter suas dimensões verificadas.

4 | RESULTADOS

Os resultados obtidos para a resistência à compressão simples foram calculados a partir da força necessária para a ruptura de cada tijolo, e está detalhado na Tabela 2.

Tijolo	% de pó	Área (mm ²)	Força (N)	Força média (N)	Tensão (MPa)	Tensão Média (MPa)
0-I	0	15625	91811	91813,33	5,876	5,876
0-II		15625	91818		5,876	
0-III		15625	91811		5,876	
5-I	5	15625	63658	67425,67	4,074	4,315
5-II		15625	65463		4,190	
5-III		15625	73156		4,682	
10-I	10	15625	70316	71304,67	4,500	4,563
10-II		15625	72651		4,650	
10-III		15625	70947		4,541	

Tabela 2: Força e tensão média para os tijolos.

Pode-se concluir que o tijolo de referência, aquele que não contém adição do pó, apresentou uma resistência 66% superior ao mínimo exigido pela ABNT NBR 8492:2012⁽²⁾ (2,0 MPa). No entanto quando adicionou 5% do pó houve uma queda de 26,56% em relação à resistência de referência, mas permanecendo 54% a cima da resistência mínima de norma. Já ao adicionarmos 10% a resistência diminuiu 10% do valor de referência ficando 56% a cima da resistência normativa, mostrando que mesmo havendo esta perda nas resistências os tijolos ainda apresentaram valores maiores que o mínimo aceitável a tijolos para alvenaria de vedação.

Os resultados para o ensaio de absorção de água encontram-se detalhados na Tabela 3.

Tijolo	% de pó	Massa Inicial (g)	Massa final (g)	Absorção (%)	Massa de água (g)	Absorção média (%)
0-I	0	2403,5	2694,9	12,124	291,4	13,30
0-II		2337,8	2662,5	13,889	324,7	
0-III		2336,5	2660,9	13,884	324,4	
5-I	5	2281,1	2552,5	11,898	271,4	11,76
5-II		2367,1	2643,2	11,664	276,1	
5-III		2376,3	2654,5	11,707	278,2	
10-I	10	2379,7	2633,1	10,648	253,4	10,09
10-II		2276,4	2506,4	10,104	230	
10-III		2289,4	2507	9,505	217,6	

Tabela 3: Absorção de água.

O aumento da adição de pó sobre a massa do cimento proporcionou uma diminuição na absorção, que segundo a ABNT NBR 8291:2012⁽¹⁾, para valores individuais, deve ser menor que 22% e para valores médios, deve ser menor que 20%. Para o tijolo de referência (0%) a absorção foi de 13,30%. Ao adicionarmos 5% do pó na mistura a absorção diminuiu 1,54% e para 10% diminuiu 3,21%, ficando todos os tijolos com absorção menor que aquelas, máximas, exigidas pela norma, e caracterizando uma melhor impermeabilização para os tijolos com o uso do pó e comprovando assim, que o aditivo utilizado nesta pesquisa comportou-se como um

hidrofugante natural.

5 | CONCLUSÕES

Os tijolos com incorporação do pó da palha de carnaúba quando confeccionados com teores diferentes apresentaram porcentagem de absorção proporcional à quantidade de pó incorporado, diminuindo a absorção quando se aumenta a incorporação do aditivo. Mesmo todos os resultados, para a resistência à compressão simples e absorção de água, estarem dentro das exigências da ABNT NBR 8492:2012⁽²⁾, sendo possível a utilização dos tijolos para execução de alvenaria de vedação, pode-se dizer que a incorporação de 10% do pó da palha de carnaúba apresentou melhores resultados para a pesquisa, pois diminuiu a absorção de água em 3,21% mantendo a resistência maior que a mínima exigida pela referida norma.

6 | AGRADECIMENTOS

Agradecemos ao Laboratório de Materiais de Construção e Laboratório de Engenharia Mecânica da UFERSA e aos amigos que contribuíram nesta pesquisa.

REFERÊNCIAS

_____. *NBR 8491: Tijolo maciço de solo cimento – Especificação*. Rio de Janeiro: ABNT, 2012.

_____. *NBR 8492: Tijolo maciço de solo cimento – Determinação da resistência à compressão simples e da absorção de água*. Rio de Janeiro: ABNT, 2012.

_____. *NBR 10833: Fabricação de Tijolo maciço de solo-cimento com utilização de prensa manual ou hidráulica – Procedimento*. Rio de Janeiro: ABNT, 2012.

_____. *NBR 11578: Cimento Portland Composto*. Rio de Janeiro: ABNT, 1991. Revisão 1997.

BARBOSA, N. P. *Transferência e aperfeiçoamento da tecnologia construtiva com tijolos prensados de terra crua em comunidades carentes*. Coletânea Habitare. Vol. 2. Porto Alegre, 2003.

COELHO, F. C. A. et. all. *Avaliação da carbonatação e da interface agregado-argamassa do concreto auto-adensável com incorporação do pó da carbaúba submetidos à condições aceleradas em câmara climática*. Maceió. 2012.

DANTAS, V. B. *Desenvolvimento de bloco de solo-cimento utilizando argilossolo com incorporação de material armazenador de calor por mudança de fase (MMFs)*. 2015, 141p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal,

FILHO, Fernando José Teixeira. *Solo-cimento e suas aplicações rurais*. Boletim Técnico. ABCP. São Paulo, 1996.

EVALUATION OF THE COLOR CHANGES IN ARTIFICIALLY AGED PINE

Tiago Hendrigo de Almeida

Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de São Carlos, Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, São Carlos – São Paulo.

Diego Henrique de Almeida

Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia Civil, São Carlos – São Paulo.

André Luis Christóforo

Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia Civil, São Carlos – São Paulo.

Francisco Antonio Rocco Lahr

Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de São Carlos, Departamento de Engenharia de Estruturas, São Carlos – São Paulo.

ABSTRACT: Pine wood is widely used in civil construction due to its physical, mechanical and organoleptic properties, and the reforestation. Woods are often used in buildings subject to weathering actions such as ultraviolet light, rainfall and humidity, and may cause changes in the color of the material evidencing some chemical attack. Artificial weathering machines are commonly used for accelerated aging of materials, aiming the study of their performance in outdoor use. The objective of this work was to evaluate the color change in the CIELAB standard of samples of Pine wood subjected to artificial weathering for 96, 192 and 384 hours

in relation to the control. Results of ΔE and coefficient of variation were 79.92 and 0.91%, 69.52 and 1.54%, 70.27 and 1.95%, 70.50 and 0.87% for the controls and the three treatments, respectively. According to the results of the tests, as well as of the statistical analyses, it was possible to conclude that the treated samples were darkened in relation to the control, but the equivalence of colors of the aged samples.

KEYWORDS: Aging; Color; Weathering; Wood.

1 | INTRODUCTION

Pine wood is appreciated for its workability and performance when used in civil construction (Almeida, 2016). According to the code, NBR7190:1997 - Design of Wood Structures, woods of this genus belong to the strength classes of the conifers being C20, C25 and C30 - that represent characterized batches of wood with characteristic value of the strength in compression parallel to the grain equal to 20 MPa, 25 MPa and 30 MPa, respectively.

Wood is commonly used in buildings where it is exposed to weathering, and it must undergo some alteration in its property over time.

There are some equipment that simulates weathering in materials and has been used to evaluate the changes in the characteristics of

the woods over time, but due to the robustness of the treatment, these are performed in time intervals in the order of hours, which expedites this evaluation (Barreto & Pastore, 2009).

Color of the wood is an important parameter because it is the most appreciated organoleptic property of this material. With the aging of the material, the attack of lignin occurs initially on surfaces most affected by ultraviolet light (Mohebbi & Saei, 2015). This attack can cause changes in the color of the material.

Determination of the color can be done using the CIELAB (International Commission of Illumination) method, the result being a numerical value (vector) in which the coordinates are as follows: L: represents the scale between white and black (ranging from 0 to 100); a*: represents the scale between green and red (“a*” represents red and “-a*” is green); and b*: represents the scale between yellow and blue (“b*” represents the yellow color and “-b*” the blue color) (Janin et. al, 2001, Barcık et al, 2015).

Thus, this work aims to evaluate the color change with Pinus wood resulting from artificial aging.

2 | EXPERIMENTAL PROCEDURES

A batch of Pine wood was characterized and classified as belonging to the class C25 and submitted to the treatment in Artificial Aging Chamber of type Equv-RC-EQUILAM. Figure 1 shows the equipment cited.



Figure 1 – Aging chamber.

Specimens were divided into 4 groups of 6 units each, representing 0, 96, 192 and 384 hours of treatment (T, A1, A2 and A3, respectively). Aging occurred according to the ASTM G154 (2006) “*Standard Practice for Operating Fluorescent Light Apparatus for UV Exposure of Nonmetallic Materials*”, with the following cycle: 8 hours of UV irradiation at 60 °C; 15 minutes of water spray; and 3 hours and 45 minutes of steam at 50 °C, totaling 12 hours/cycle. The mean irradiance was 0.71 W/m²/nm, UVB lamps of 313 nm wavelength.

Color determination was performed according to ASTM D 2244 (2011) “*Standard Practice for Calculation of Color Tolerances and Color Differences from Instrumentally Measured Color Coordinates*”, using the Konica Minolta CR-400 equipment shown in figure 2. The ΔE parameter was used to determine the color of each sample (in relation to $(L = 0, a^* = 0, b^* = 0)$).



Figure 2 – Spectrophotometer. Source: Konica Minolta, 2016.

3 | RESULTS AND DISCUSSION

Performing the treatments as well as determining the colors of the samples, it was possible to build the table 1 summarizing the data. Figure 3 shows the boxplot of the results.

	<i>T</i>	<i>A1</i>	<i>A2</i>	<i>A3</i>
Mean	79.92	69.52	70.27	70.50
C.V. [%]	0.91	1.54	1.95	0.87
Minimum	79.18	68.51	68.53	69.55
Maximum	80.98	71.19	72.62	71.04
Count	6.00	6.00	6.00	6.00

Table 1 – Results Summary. (C.V. represents the Coefficient of Variation).

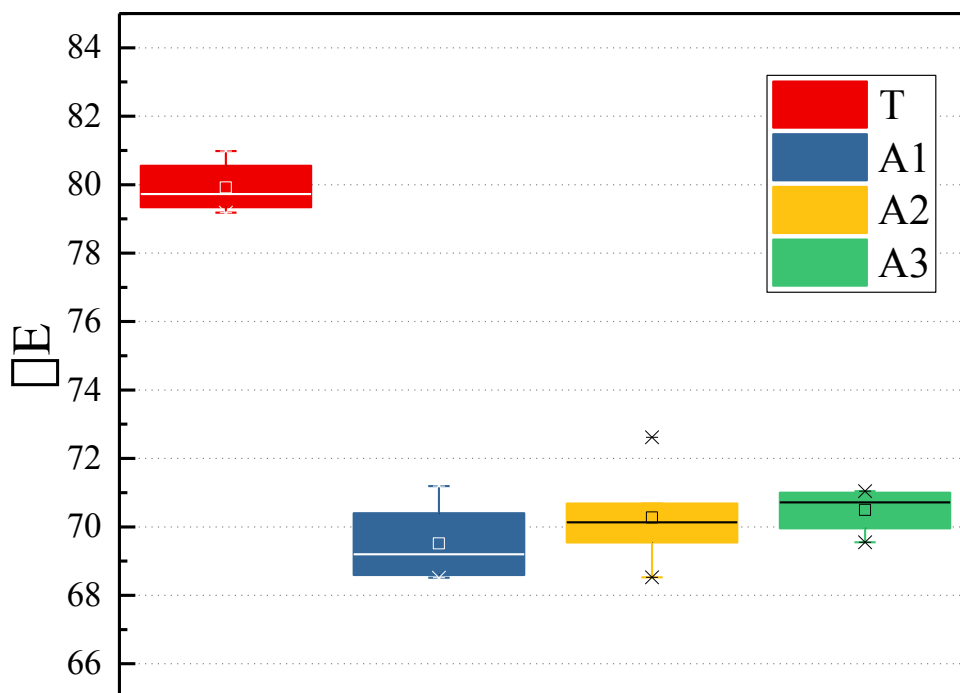


Figure 2 – Boxplot of the data.

ANOVA was performed to evaluate the color change of Pine wood samples treated. The normality test of Shapiro-Wilk was performed for the four groups presenting P-values 0.4143, 0.3716, 0.7182, 0.2732, respectively, accepting the null hypothesis that the groups present normal distribution. Bartlett test was performed and the P-value was 0.3090, indicating the homogeneity of variances among the groups, validating the ANOVA test.

P-value of the ANOVA was significant (P-value = 0.000) and the Tukey test was performed to determine the differences between each group. Table 2 presents the Tukey test results.

	T	A1	A2	A3
Mean	A	B	B	B
	79.92	69.52	70.27	70.50

Table 2 – Tukey test Results (Different letters represent a significant difference).

As shown in table 2, as well as shows the figure 2, the untreated group (T) differs from the others, presenting a higher value of the ΔE .

4 | CONCLUSIONS

According to the results it is possible to conclude that there was decrease of the ΔE , evidencing a darkening of the Pine wood samples due the aging process. Such an effect may evidence of chemical attack of the samples subjected to weathering. It should be noted that among the aged groups there was no significant difference in

color.

REFERÊNCIAS

Almeida D. H. et. al. "Determinação da rigidez de *Pinus elliottii* em diferentes teores de umidade por meio de ensaios mecânicos não destrutivos. **Scientia Forestalis (IPEF)**, vol. 44, pp. 303-309, 2016.

Barcák, S., et. al. "Effect of thermal modification on the colour changes of oak wood," **Wood Res.** Vol. 60, no. 3, pp. 385-396, 2015.

Barreto, C. C. K., Pastore, T. C. M. "Resistência ao intemperismo artificial de quatro madeiras tropicais: o efeito dos extrativos," **Ciência Florestal**, vol. 19, no. 1, pp. 23-30, 2009.

Design of timber structures, ABNT NBR 7190, 1997.

Janin, G. et al. "Aesthetics appreciation of wood colour and patterns by colorimetry. Part 1. Colorimetry theory for the CIELAB system," **Maderas. Ciencia y Tecnología**, vol. 3, no. 1, pp. 3-13, 2001.

Mohebbi, B. and Saei, A. M. "Effects of geographical directions and climatological parameters on natural weathering of fir wood," **Construction and Building Materials**, vol. 94, pp. 684-690, 2015.

Standard practice for calculation of color tolerances and color differences from instrumentally measured color coordinates, ASTM D2244, 2011.

Standard practice for operating fluorescent light apparatus for UV exposure of nonmetallic materials, ASTM G154, 2006.

Konica Minolta (2016, November 2016). Konica Minolta CR 400 [Online]. Available: <http://www.sensing.konicaminolta.com/products/colorimetro-cr-400/>

COLORIMETRIC PARAMETERS OF BRAZILIAN TROPICAL WOOD SPECIES

Diego Henrique de Almeida

Universidade Federal de São Carlos,
Departamento de Engenharia Civil
São Carlos – São Paulo.

Tiago Hendrigo de Almeida

Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia
de São Carlos, Departamento de Ciência e
Engenharia de Materiais
São Carlos – São Paulo.

Francisco Antonio Rocco Lahr

Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia
de São Carlos, Departamento de Engenharia de
Estruturas
São Carlos – São Paulo.

André Luis Christoforo

Universidade Federal de São Carlos,
Departamento de Engenharia Civil
São Carlos – São Paulo.

ABSTRACT: Wood properties determination is fundamental for the knowledge and based their use for several purposes. Wood's color is an important characteristic of this material, because, through it, is possible to verify biodegradation, to name a group of species and identify wood. The aim of this research was to determine the colorimetric parameters of two Brazilian Tropical Wood species: *Cambará (Erisma uncinatum)* and *Cajueiro (Anacardium giganteum)*. Twelve compression parallel to grain specimens were

prepared according to Brazilian Code ABNT NBR 7190:1997 – Annex B, with 12% of moisture content. Based on ASTM D2244:2011, for each specimen, the follow colorimetric parameters: L^* (luminosity) axis that ranges between white and black; a^* (shade in the color) axis that ranges between red and green; and b^* (shade in the color) axis that ranges between yellow and blue, were determined, by a Konica Minolta CR-400 portable colorimeter based on the CIE $L^*a^*b^*$ system. Using a^* and b^* , two parameters can be determined: hue angle (h) and chroma (C). More researches to determine colorimetric parameters and their relationships with others properties of the wood are required.

KEYWORDS: Brazilian wood species; Color; Colorimetric parameters; Timber structures.

1 | INTRODUCTION

Knowledge about properties of the wood is fundamental for their rational use (Calil Junior et al., 2003). Mechanical and physical properties of wood are needed for civil construction, structural members design (Almeida et al., 2013); for pulp and paper production, chemical property of the wood should be studied (Estopa et al., 2017). Another important property of wood is the color (IPT, 2017), specially about Tropical wood from

Amazon Forest (Steege et al., 2016).

In several cases the color is important characteristic of wood: to distinguish heartwood and sapwood, to name a group of species and to identify attacks by xylophagous organisms (Autran and Gonçalves, 2006; Silva et al., 2015).

Color is an interesting characteristic of materials, the American Society for Testing and Materials presents ASTM D2244:2011 “Standard Practice for Calculation of Color Tolerances and Color Differences from Instrumentally Measured Color Coordinates” (ASTM D2244:2011), based on the International Commission of Illumination (CIE).

The CIE L*a*b* system is a method that defines one color according to three parameters measured by a colorimeter: L* (luminosity) axis that ranges between white and black; a* (shade in the color) axis that ranges between red and green; and b* (shade in the color) axis that ranges between yellow and blue. Using a* and b*, more two parameters can be determined: hue angle (h) (Eq. 1) and chroma (C) (Eq. 2) (ASTM D2244:2011).

$$h = \text{tang}^{-1}(b^*/a^*) \quad (1)$$

$$C = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2} \quad (2)$$

The aim of this paper was to determine the colorimetric parameters of two Brazilian Tropical Wood species: Cambará (*Erismia uncinatum*) and Cajueiro (*Anacardium giganteum*).

2 | EXPERIMENTAL PROCEDURES

For this research was used two Brazilian Tropical Wood species: Cambará (*Erismia uncinatum*) and Cajueiro (*Anacardium giganteum*) from certified Amazon Forest area. Wood specimens were at 12% moisture content, the reference value adopted by Brazilian Code ABNT NBR 7190:1997 “Design of Timber Structures”.

According to ASTM D2244:2011, it is not necessary to manufacture the test specimens for colorimetric parameters determination. In this way, measurements of parameters L*, a*, and b* were performed in the compression parallel to the grain specimens.

From homogeneous batch of each Tropical Wood species, 12 specimens were prepared according to ABNT NBR 7190:1997.

A Konica Minolta CR-400 portable colorimeter based on the CIE L*a*b* system was used to obtain the colorimetric parameters (Fig. 1).

Statistical analysis was carried out with BioEstat 5.0.



Figure 1 – Konica Minolta portable colorimeter.

3 | RESULTS AND DISCUSSION

Tables 1 and 2 presents average (x_m), minimum (Min) and maximum (Max) values for colorimetric parameters determined to Cambará and Cajueiro Tropical Wood species, respectively. Standard Deviation (SD) and Coefficient of Variation (CV) also were determined to the colorimetric parameters to both species.

Statistics	L*	a*	b*	h (°)	C
x_m	63.09	7.53	14.44	27.32	16.39
Min	58.76	3.28	12.61	13.17	14.34
Max	69.49	9.41	15.76	35.34	17.75
SD	3.20	2.01	0.96	7.09	1.07
CV (%)	5.08	26.66	6.63	25.96	6.53

Table 1 – Colorimetric parameters to Cambará Tropical Wood specie.

Statistics	L*	a*	b*	h (°)	C
x_m	63.29	5.22	11.73	23.96	12.84
Min	59.97	4.31	9.38	20.67	10.32
Max	66.20	6.37	14.78	25.53	16.09
SD	1.60	0.65	1.27	1.40	1.36
CV (%)	2.54	12.51	10.86	5.84	10.87

Table 2 – Colorimetric parameters to Cajueiro Tropical Wood specie.

Both species do not present higher luminosity (L^* average value close to 60) but grater yellow shade (b^*) in relation to the red shade (a^*).

Hue angles (h) and chroma (C) average values determined to the both species were close, but, coefficient of variation was many different, this is related to the variability of properties of wood (Silva et al., 2015; Almeida, 2015; Garcia and Marinonio, 2016).

4 | CONCLUSIONS

Results determined for colorimetric parameters to Cambará and Cajueiro Brazilian Tropical Wood species were important to rational use of these wood species. More researches to determine colorimetric parameters and their relationships with others properties of wood are required.

REFERENCES

ALMEIDA, D. H.; SCALIANTE, R. M.; MACEDO, L. B.; MACÊDO, A. N.; DIAS, A. A.; CHRISTOFORO, A. L.; CALIL JUNIOR, C. Caracterização completa da madeira da espécie amazônica Paricá (*Schizolobium amazonicum* HERB) em peças de dimensões estruturais. **Revista Árvore**, v.37, n.6, p. 1175-1181, 2013.

ALMEIDA, T. H. **Estudo da estabilidade dimensional de madeiras tropicais brasileiras**. 2015. 102 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **ASTM D2244**. Standard practice for calculation of color tolerances and color differences from instrumentally measured color coordinates. West Conshohocken: ASTM, 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 7190**. Projeto de estruturas de madeira. Rio de Janeiro: ABNT, 1997

AUTRAN, C. S.; GONÇALEZ, J. C. Caracterização colorimétrica das madeiras de Muirapiranga (*Brosimum rubescens* Taub.) e de Seringueira (*Hevea brasiliensis*, clone Tjir 16 Müll Arg.) visando à utilização de interiores. **Ciência Florestal**, v.16, n.4, p. 445-451, 2006.

CALIL JUNIOR, C.; LAHR, F. A. R.; DIAS, A. A. **Dimensionamento de elementos estruturais de madeira**. Barueri: Manole, 2003.

ESTOPA, R. A.; MILAGRES, R. F.; GOMES, F. J. B.; AMARAL, C. A. S. Caracterização química da madeira de *Eucalyptus benthamii* por meio de espectroscopia NIR. **O Papel**, v.78, n.2, p. 75-81, 2017.

GARCIA, R. A.; MARINONIO, G. B. Variação da cor da madeira de Teca em função da densidade e do teor de extrativos. **Floresta e Ambiente**, v.23, n.1, p. 124-134, 2016.

INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLÓGICAS (IPT). Informações sobre madeiras. **IPT**,

2017. Disponível em: <http://www.ipt.br/consultas_online/informacoes_sobre_madeira>. Data de acesso: 18. jan. 2017.

SILVA, E. S.; STANGERLIN, D. M.; GATTO, D. A.; CALEGARI, L.; PARIZ, E. Colorimetria da madeira de oito espécies nativas do estado do Rio Grande do Sul, Brasil. **Ciência da Madeira**, v.6, n.1, p. 31-37, 2015.

STEEGE, H.; VAESSEN, R. W.; LÓPEZ, D. C.; SABATIER, D.; ANTONELLI, A.; OLIVEIRA, S. M.; PITMAN, N. C. A.; JORGENSEN, P. M.; SALOMÃO, R. P. The discovery of the Amazonian tree flora with an update checklist of all known tree taxa. **Scientific Reports**, v.6, n.29549, p. 1-15, 2016.

ABSORÇÃO DE ÁGUA E CARACTERÍSTICAS SUPERFICIAIS DO RESÍDUO DE FIBRA DE PIAÇAVA MODIFICADO COM ÁGUA MORNA

JanettyJany Pereira Barros

Universidade Federal da Paraíba, Departamento de Engenharia de Materiais
João Pessoa – Paraíba

Danusa de Araújo Moura

Universidade Federal da Paraíba, Departamento de Engenharia de Materiais
João Pessoa – Paraíba

Camila Gomes Moreno

Universidade Federal da Paraíba, Departamento de Engenharia de Materiais
João Pessoa – Paraíba

Fabiana de Carvalho Fim

Universidade Federal da Paraíba, Departamento de Engenharia de Materiais
João Pessoa – Paraíba

Eduardo Braga Costa Santos

Universidade Federal da Paraíba, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais
João Pessoa – Paraíba

Lucineide Balbino da Silva

Universidade Federal da Paraíba, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais
João Pessoa – Paraíba

importantes a serem investigados devido as suas características hidrofílicas. A caracterização morfológica e a análise porosimétrica são avaliadas para verificar o potencial do resíduo da fibra de piaçava modificada como reforço para matrizes poliméricas. Inicialmente, o resíduo da fibra foi lavado com solução de detergente, em seguida foi moído e peneirado até obter tamanho de partículas inferior a 270 mesh. Após essa etapa, o resíduo da fibra foi tratado com água destilada aquecida a 50 °C, variando-se o tempo de tratamento em 2, 12 e 24 h. O resíduo tratado termicamente a 24h apresentou menor massa e maior absorção de água, sendo um indicativo da maior remoção de sujeiras e graxas superficiais. Portanto, a superfície do resíduo da fibra se tornou mais limpa e sem a presença das ceras a impermeabilização foi insuficiente. Consequentemente, a fibra passou a absorver maior teor de umidade. No entanto, o tratamento térmico foi benéfico por modificar a morfologia do resíduo, aumentando a rugosidade e o volume de poros, sugerindo uma estrutura mais porosa do que a da amostra apenas lavada com sabão. Portanto, as características superficiais do resíduo de fibra tratado a 50 °C são de interesse para a sua utilização como reforço em matrizes poliméricas.

PALAVRAS-CHAVE: Resíduo da fibra de piaçava, Absorção de água, Morfologia, Análise

RESUMO: Neste trabalho, o resíduo de fibra de piaçava foi tratado termicamente com água morna a 50 °C. A absorção de água e o teor de umidade de fibras vegetais são parâmetros

ABSTRACT: In this work, piassava fiber residue was thermally treated with warm water at 50°C. The water absorption and moisture content of vegetable fibers are important parameters to investigate due to their hydrophilic characteristics. Morphological characterization and porosimetric analysis are evaluated to verify the potential of modified piassava fiber as reinforcement for polymer matrices. Firstly, fiber residue was washed with detergent water, then it was milled and sieved to a particle size of less than 270 mesh. After this step, piassava fiber residue was thermally treated with distilled water warmed to 50°C with the treatment time varied to 2, 12 and 24h. The thermally-treated residue showed both lower mass and higher water absorption during 24h, being an indication for higher dirt and superficial wax removal. The fiber residue surface became cleaner, therefore the impermeabilization was insufficient without the presence of wax. The fiber residue surface consequently absorbed higher moisture content. On the other hand, the thermal treatment was beneficial as it modified the residue's morphology, increased its roughness and pore volume, resulting in a more porous structure than the sample which was only washed with detergent. Therefore, the superficial characteristics of fiber residue treated at 50°C are of interest for its application as a reinforcement for polymer matrices.

KEYWORDS: Piassava fiber residue, Water absorption, Morphology, Porosimetric analysis.

1 | INTRODUÇÃO

Nos dias atuais, busca-se cada vez mais o desenvolvimento de eco-materiais menos prejudiciais ao meio ambiente e um nicho que tem ganhado força é o da indústria automotiva, em que a disponibilidade e a leveza desses materiais satisfazem ao apelo ecológico como também funcional. Nesse cenário, as fibras vegetais, com as suas características peculiares, como a baixa massa específica, maciez, abrasividade reduzida, disponibilidade, não toxicidade, biodegradabilidade e baixo consumo de energia na produção, têm substituído as fibras sintéticas em compósitos poliméricos. As fibras vegetais são constituídas por fibrilas de celulose mantidas coesas por uma matriz de lignina e hemicelulose, com a função de agir como barreira natural à degradação microbiana. A celulose é responsável pelas características estruturais e cristalinidade das fibras. As superfícies das fibras vegetais são tratadas por diversos meios com o objetivo de melhorar a interação interfacial das fibras com as matrizes poliméricas (LI, TABIL e PANIGHAHI, 2007; QIN et al., 2008; KUMAR et al., 2009).

A fibra de piaçava da espécie *Attalea funifera Martius* é cultivada nas regiões norte e nordeste do Brasil, com produção centrada para a confecção de vassouras e que anualmente demanda considerável quantidade de resíduos da fibra, os quais são descartados sem fins lucrativos. O uso de subprodutos de fibras vegetais advindos da

indústria como carga em matrizes poliméricas tem sido uma alternativa para mitigar problemas ambientais da geração dos resíduos (MULINARI et al., 2010; MARZOUK et al., 2017). O estudo da fibra de piaçava como carga natural em compósito polimérico tem sido de interesse crescente (BONELLI, ELZUBAIR e SUAREZ, 2005; NUNES et al., 2017). No entanto, o estudo do resíduo da fibra ainda tem sido pouco investigado (MIRANDA et al., 2015). A grande motivação para estudar o resíduo da fibra de piaçava realizando modificação superficial se fortalece no conhecimento de que a morfologia da fibra vegetal é importante no comportamento reológico dos compósitos poliméricos (YAN-HONG et al., 2013; SANTOS et al., 2018) e que a busca por tratamentos superficiais da fibra menos nocivos ao meio ambiente é de interesse para a produção de eco-materiais amigáveis. Além disso, vale elucidar que os biopolímeros são fortes candidatos a servirem de matriz nos compósitos poliméricos utilizando fibras vegetais (SINGH et al., 2008; MELO et al., 2012). Assim, a produção desses compósitos verdes vem colaborar com a diminuição do custo de produção dos biopolímeros e ainda melhorar suas propriedades, ampliando a sua aplicação em escala industrial (TORRES-TELLO et al., 2017).

O tratamento superficial da fibra de piaçava com água morna a 50 °C é econômico, simples e não poluente. A fibra de piaçava tem sido estudada, quando “in natura” foi avaliada por D’Almeida, Aquino e Monteiro (2006), quando modificada superficialmente com compostos químicos foi avaliada por outros autores (MIRANDA et al., 2015; SANTOS et al., 2018). Por fim, compósitos de polipropileno reciclado com fibra de piaçava “in natura” foram estudados por Nunes e colaboradores (2016). Sabe-se da literatura (JAHN et al., 2002; LI, TABIL e PANIGHAHI, 2007; MAYA e RAJESH, 2008), que mudanças nas características topográficas das fibras vegetais têm resultado em aumento da sua área superficial efetiva. Estes fatores melhoram a interação interfacial da fibra com as matrizes poliméricas. Sendo assim, se faz necessário para a fabricação de compósitos poliméricos conhecer previamente as características superficiais do reforço.

Sendo assim, o objetivo deste artigo é avaliar o resíduo da fibra lavado com solução de detergente e superficialmente modificado com água a 50 °C. A absorção de água e o teor de umidade são determinados como também os aspectos morfológicos são avaliados por microscopia óptica (OM) e análise porosimétrica.

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Materiais

O resíduo da fibra de piaçava da espécie *Attalea funifera martius* foi gentilmente doado pela empresa Bruxaxá-Pernambuco-Brasil, na forma de aparas advindas da produção de vassouras. Nesse trabalho o resíduo da fibra é avaliado após lavagem com detergente e água destilada e também após lavagem seguido de tratamento com

água morna a 50 °C.

2.2. Tratamento superficial do resíduo da fibra de piaçava

O resíduo da fibra, conforme recebido da empresa, foi inicialmente cortado em tamanho variando de 1 a 5 cm de comprimento, pesado e armazenado em lotes de $10 \pm 2\%$ g para posteriormente ser lavado utilizando solução de detergente neutro, na concentração de 2% de vol durante (24 ± 1) h, sob agitação magnética.

Em seguida, o resíduo da fibra lavado foi filtrado em papel filtro e enxaguado com água destilada. Posteriormente, a amostra foi seca a 70 °C durante 120 ± 3 min e moída primeiramente em moinho de facas e depois em moinho de bolas por 2 h. Após moagem, a amostra foi peneirada a uma taxa de 5 Hz durante 15 min, utilizando um conjunto de peneiras com malhas na ordem: 50, 60, 80, 100, 200 e 270 mesh, para a obtenção de tamanhos de partículas de fibra inferiores a 270 mesh e passou a ser denominada de amostra RFL e seu peso inicial foi anotado (W_i). Em seguida, a amostra foi submetida ao tratamento com água morna a 50 °C, durante 2, 12 e 24 h, portanto essa amostra é o resíduo de fibra tratado (RFT50). Por fim, a amostra RFT50 foi seca ao ar livre durante 7 dias e novamente pesada (W_f). As amostras foram armazenadas hermeticamente em dessecador para posteriores caracterizações.

2.3. Absorção de água e de umidade

A massa inicial da amostra RFL (W_i) foi tomada como referência para a determinação da absorção de água da amostra RFT50, de acordo com a Eq. 1:

$$\text{Absorção de água}(\%) = \left(\frac{W_f - W_i}{W_i} \right) \times 100 \quad (1)$$

Em que W_i [g] é a massa inicial da amostra RFL; W_f [g] é a massa da amostra RFT50 após o tratamento.

O teste de absorção de umidade foi realizado com base na norma ASTM D1348-94, utilizando o teste B. O cálculo da taxa de umidade foi feito seguindo a Eq. 2:

$$\text{Taxa de umidade}(\%) = \left[\frac{(M - D)}{(M - T)} \right] \times 100 \quad (2)$$

Em que M é a massa original da amostra considerando a massa do recipiente; D é a massa seca final da amostra considerando o recipiente; T é a massa do recipiente sem amostra.

2.4. Microscopia Óptica (MO)

A microscopia óptica das amostras foi realizada em um microscópio óptico marca Zeiss, modelo AxioTech 30, com captura de imagem feita por uma câmera acoplada, modelo Color View e software de captura de imagem AnalySIS. Inicialmente, as

amostras foram prensadas na forma de pastilha circular com massa aproximada de $1 \pm 0,05$ grama e imediatamente analisadas. As imagens foram registradas em escala de 5x, 10x, 20x e 50x.

2.5. Análise Porosimétrica por Adsorção de N_2

A análise porosimétrica das amostras foi realizada em um equipamento BELSORP II / BEL. Inicialmente as amostras foram tratadas por 3 horas a $120^\circ C$ em um Belprep II / BEL com fluxo de $N_2(g)$. No equipamento a sorção foi realizada com $N_2(g)$ e com padrão de He, em um dewar contendo N_2 (líquido).

3 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1. Absorção de Água e de Umidade do Resíduo da Fibra

A medida da absorção de água do resíduo tratado termicamente com água morna a $50^\circ C$ (amostra RFT50) foi determinada utilizando a Equação 1. O ensaio ocorreu em três tempos diferentes, 2, 12 e 24h, os quais foram utilizados para avaliar o tempo ideal para a remoção de graxas presentes na superfície da fibra. A Figura 1 mostra a variação de massa das amostras com o tempo. A barra azul representa a amostra RFL, logo após o tratamento a amostra RFT50 úmida é representada pela barra laranja e finalmente a barra amarela representa amostra RFT50 logo após a secagem durante 7 dias ao ar livre, passando a ser denominada de amostra RFT50 seca.

A pesagem das amostras foi realizada com o objetivo de verificar quanto de água o resíduo da fibra absorveu com o tempo de tratamento, conforme os dados mostrados na Tabela 1. Pode se observar que os percentuais de absorção de água da amostra RFT50 úmida, nos três tempos de análises, foram consideravelmente altos. Isto significa que ocorreu inchamento da macroestrutura da fibra enquanto a mesma estava úmida, principalmente com o aumento do tempo de tratamento.

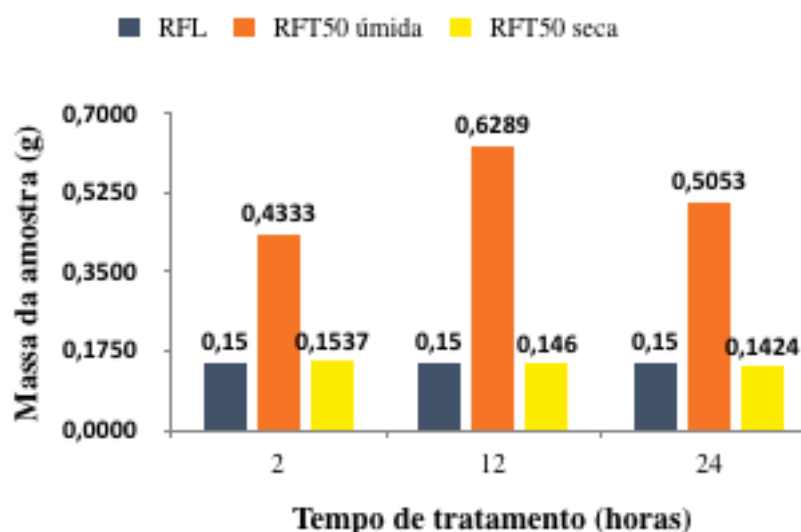


Figura 1-Adsorção de água das amostras de piaçava somente lavadas (azul), tratada termicamente em água destilada a $50^\circ C$ (laranja) e após a secagem por 7 dias (amarelo).

No entanto, as amostras RFT50 úmidas, após a secagem, apresentaram redução das suas massas em 2,66 e 5,06 %, respectivamente (Tabela 1). Sendo assim, pode-se sugerir que essa redução da massa se deve à remoção dos constituintes superficiais da fibra não fibrosos, principalmente quando o tempo de tratamento foi de 24h, no qual foi observado o maior decréscimo de massa. A partir da literatura (MISHRA et al., 2002), sabe-se que graxas e substâncias solúveis em água presentes na superfície de fibra vegetal dificultam a sua interação com as matrizes poliméricas.

Tempo de Tratamento (h)	Absorção de água (%) (RFT50 úmida)	Perda de Massa (%) (RFT50 seca)
2	188,86	Não houve
12	319,26	2,66
24	236,86	5,06

Tabela 1 – Absorção de água pelo resíduo da fibra após o tratamento com água morna a 50 °C durante 2, 12 e 24 h de tratamento e perda de massa após a secagem.

Neste artigo, o teor de umidade, a caracterização morfológica e análise porosimétrica foram avaliados para as amostras RFL e RFT50. Vale salientar que apenas a amostra tratada a 50 °C durante 24h foi investigada, uma vez que foi a que apresentou a maior perda de massa. Os dados obtidos para o teor de umidade das amostras RFL e RFT50 são apresentados na Figura 2. O resíduo da fibra apenas lavado e seco apresentou valor mais baixo do teor de umidade do que o resíduo da fibra tratado com água a 50 °C. Pode-se sugerir que este resultado está associado a remoção de graxas, ceras presentes na superfície da amostra RFT50, uma vez que o tratamento a 24h foi o que levou o resíduo a perder mais massa. Portanto, para a amostra RFT50 sua absorção de umidade foi facilitada, devido à ausência das ceras que são responsáveis pela impermeabilização superficial da fibra. Infelizmente, o tratamento com água morna no resíduo da fibra de piaçava levou a um valor de absorção de umidade superior ao esperado para fibras vegetais, que varia em torno de 5 a 10% (SAHEB e JOG, 1999).

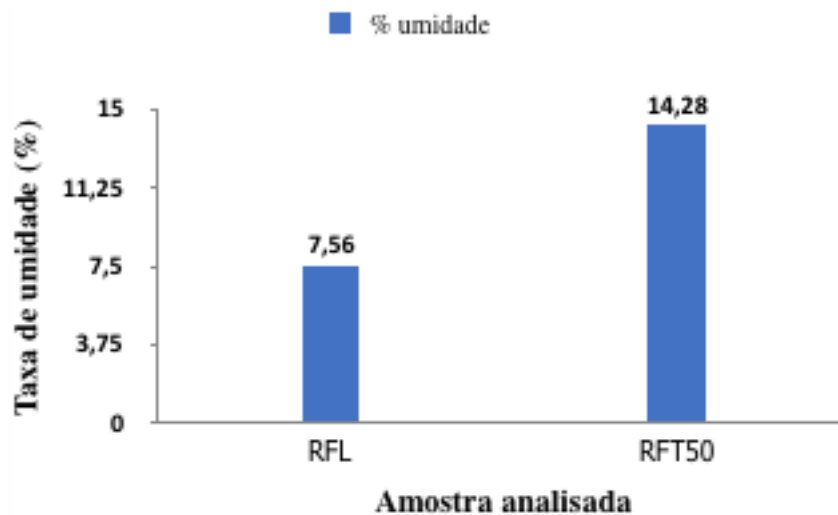


Figura 2- Teores de umidade para a fibra lavada e tratada termicamente a 50 °C.

3.2. Microscopia Óptica (MO) do Resíduo da Fibra

As micrografias da superfície das amostras RFL e RFT50 estão apresentadas na Figura 3. Pode-se constatar na imagem da Figura 3a que a lavagem do resíduo da fibra com a solução de detergente removeu sujeiras da sua superfície. Pode-se ainda observar a presença de sulcos característicos da superfície da fibra de piaçava, os quais estão entre os feixes de fibrilas interligadas (detalhe na imagem), ou seja, a estrutura da macrofibra da piaçava se manteve intacta, sem denotar indício de separação de feixes de microfibras. Na Figura 3b, observa-se que o tratamento com água a 50 °C causou modificação superficial da amostra RFT50. A desfibrilação de uma fibra vegetal ocorre devido a um processo de separação de feixes da macrofibra, resultando em outros feixes de microfibrilas com diâmetros menores, aumentando a área superficial da fibra (MISHRA et al., 2002; MULINARI et al., 2010). Em estudo prévio do nosso grupo de pesquisa (SANTOS et al., 2018), as análises da morfologia por microscopia eletrônica de varredura (MEV), da área superficial e do tamanho de partículas da amostra RFT50 também foram avaliadas, sendo observado que ocorreu desfibrilação da amostra RFT50, com tempo de tratamento de 24h. Portanto, a partir da análise por microscopia óptica da amostra RFT50 na Figura 3b também pode-se sugerir que há indicação de que ocorreu desfibrilação em algumas fibras (detalhe na imagem). Mulinari et al. (2010) realizaram tratamento térmico a 100 °C em resíduo de fibra têxtil e observaram fibrilas achatadas.

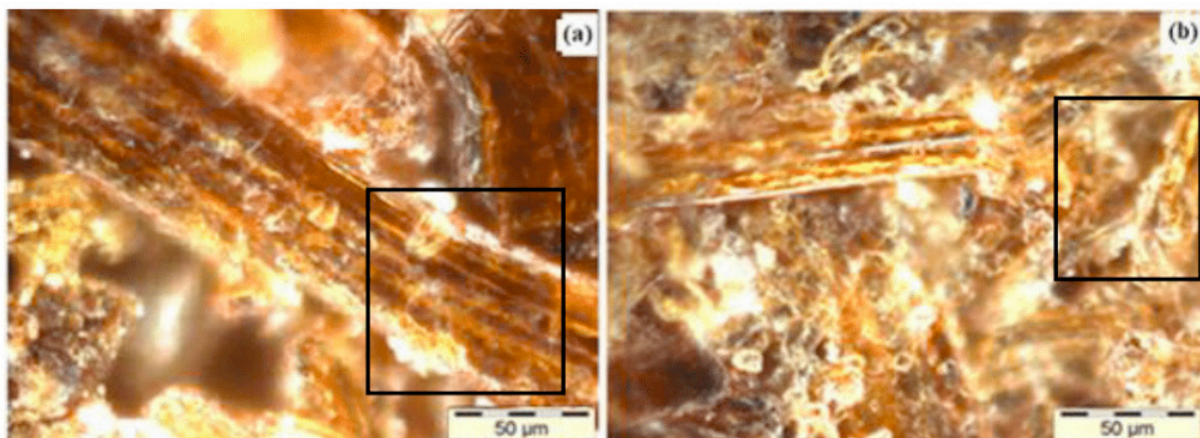


Figura 3 – MO do resíduo da fibra de piaçava: a) Amostra RFL; b) Amostra RFT50.

3.3. Análise Porosimétrica por Adsorção de N₂

A área superficial pelo método BET e o diâmetro médio de poros pelo método BJH para as amostras RFL e RFT50 foram investigadas por Santos et al. (2018) e seus resultados indicaram que a amostra RFT50 apresentou o dobro do valor da área superficial, um decréscimo no diâmetro médio e um decréscimo no parâmetro C em comparação com a amostra RFL. No atual artigo iremos aprofundar mais a discussão a respeito do parâmetro C e da distribuição de tamanho de poros, bem como as curvas de adsorção e dessorção das amostras RFL e RFT50.

O parâmetro C, obtido pela análise porosimétrica pelo método BET, está relacionado com as diferenças de entalpia da primeira camada de nitrogênio adsorvido, assim como da camada seguinte, e está fortemente relacionado à energia de superfície das cargas (KÁDÁR et al., 2006). O valor do parâmetro C é similar nas amostras RFL e RFT50 que de acordo com Santos et al. (2018) foi igual a 3,16 e 2,88, respectivamente. Os valores baixos indicam interações bastante fracas entre o nitrogênio que está adsorvido e as partículas presentes na superfície das fibras. Como a amostra RFT50 mostrou menor valor do parâmetro C do que a amostra RFL, pode-se sugerir que o tratamento com água morna diminuiu a quantidade de grupos OH⁻ disponíveis na superfície da amostra RFT50 e a sua energia de superfície. Mas como os valores do parâmetro C de ambas as amostras foram bastante similares, pode-se supor que esse fator não influenciará muito a adesão dessas amostras com uma matriz polimérica. Como as amostras são rugosas (Figura 3), se torna mais provável que a adesão interfacial entre a fibra e uma matriz polimérica apolar ocorra pelo ancoramento mecânico. A temperatura de tratamento é uma condição bastante importante quando se fala em energia superficial de fibras vegetais. Em outro estudo realizado pelo nosso grupo de pesquisa (SANTOS et al., 2018) foi verificado que o aumento da temperatura de tratamento (água a 75 °C) ocasionou diminuição no valor do parâmetro C (2,04), de modo que sua energia de superfície foi ainda mais reduzida do que a da amostra tratada na temperatura de 50 °C.

A Figura 4 apresenta as isotermas de adsorção e dessorção de N_2 para as amostras RFL e RFT50, bem como a distribuição de poros das suas superfícies. Pode-se observar em ambas as amostras um leve *loop* de histerese característico de isoterma do tipo IV, que de acordo com a classificação da IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*) é atribuído a materiais mesoporosos. Além disso, na Figura 4a se observa que a amostra RFL apresentou histerese mais pronunciada do que a RFT50 (Figura 4b), podendo significar segundo Sing et al. (1985) uma maior dispersão de tamanhos de poros, caracterizado por poros em forma de fenda. Esses resultados corroboram com as imagens de MEV propostas por Santos et al. (2018) que mostraram a presença nítida de poros com forma de fenda em ambas as amostras. Além disso, o aumento do volume de adsorção com o aumento da pressão relativa observado nas isotermas de ambas as amostras pode ser um indicativo de que as mesmas apresentam bom carácter poroso e com propriedades de adsorção satisfatórias (PIRES et al., 2012).

As Figuras 4c e 4d mostram o volume médio de poros em função do diâmetro de poro para as amostras RFL e RFT50, respectivamente. A partir desses gráficos, é possível verificar que a amostra RFL dá um indicativo de poros bimodais, sendo que a maioria deles está centrada em 3,5 nm. Já a amostra RFT50 apresenta poros monomodais com a maioria centrada em 3,7 nm. O tamanho dos poros das duas amostras é bastante similar sendo que a diferença está no volume adsorvido, ou seja, na quantidade de poros. Enquanto que o resíduo apenas lavado mostra um volume em torno de 0,04 cm³/g, o resíduo tratado a 50 °C apresenta um volume em torno de 0,10 cm³/g. Esse resultado indica que o tratamento a 50 °C aumentou o volume dos poros, o que sugere a formação de uma estrutura mais porosa. Com base no formato da curva de histerese e no volume adsorvido da amostra RFT50 pode-se sugerir que a desfibrilação não ocorreu por completo, porém de alguma forma os feixes de fibrilas estão menos presos na macrofibra de piaçava em concordância com os estudos de Santos et al. (2018).

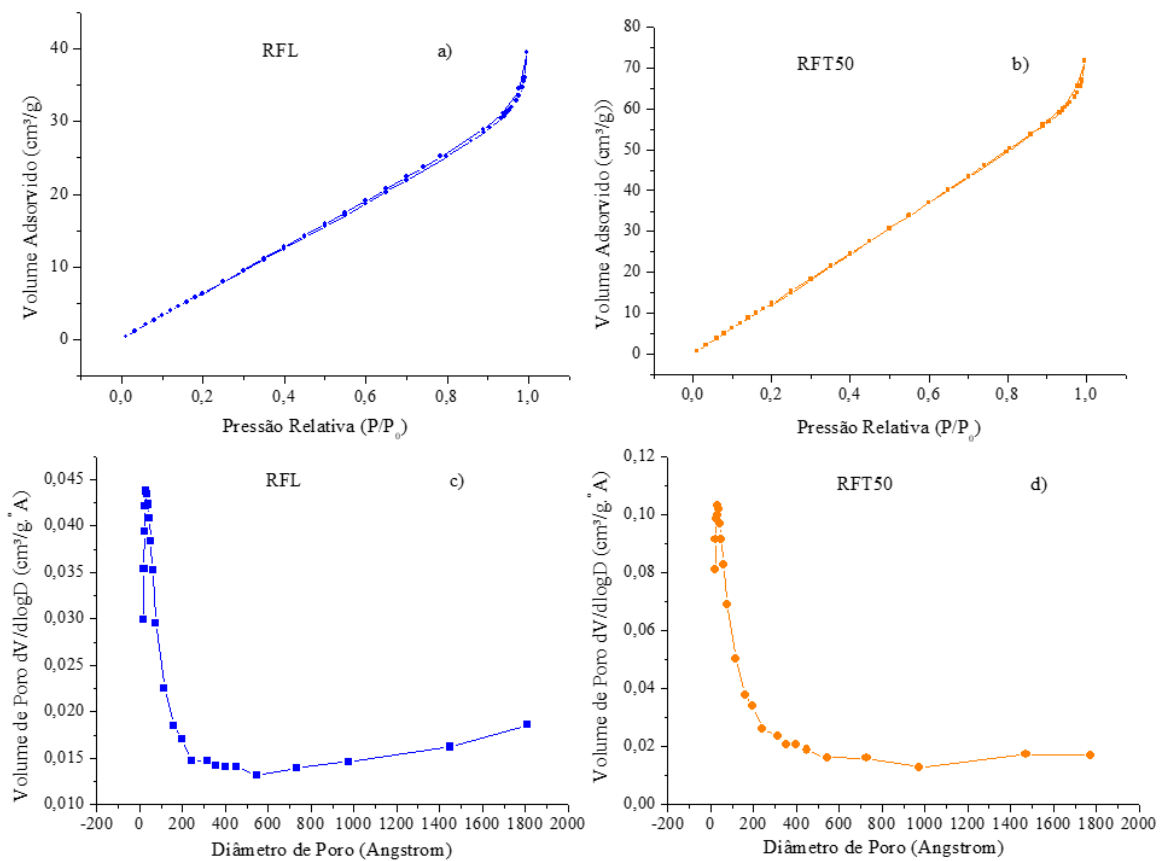


Figura 4 –Isotermas de adsorção e dessorção: a) RFL; b) RFT50. Distribuição de poros: c) RFL; d) RFT50.

4 | CONCLUSÕES

O tempo de tratamento do resíduo da fibra de piaçava tratado com água a 50 °C influenciou a sua absorção de água. O tratamento durante 24h resultou em maior decréscimo da massa da amostra seca que sugeriu a maior remoção de sujeiras e graxas superficiais do resíduo. O teor de umidade foi maior para o resíduo tratado termicamente, possivelmente a remoção das graxas superficiais o tornou mais permeável. Esse tratamento modificou o aspecto morfológico do resíduo da fibra de piaçava, resultando em maior volume de poros em sua superfície, tornando-o mais poroso.

No geral, pode-se concluir que o resíduo de fibra de piaçava é uma carga potencial para a produção de compósitos poliméricos, os quais representam um meio de valorização desse resíduo e conseqüentemente colaborar na amenização do problema ambiental da geração desses resíduos na região produtora das fibras de piaçava do estado da Bahia, com destino à confecção de vassouras.

5 | AGRADECIMENTOS

Aos órgãos de fomento Capes e CNPq pelas bolsas de estudo. Agradecer a Fundação de Amparo do Estado de Pernambuco (FACEPE) a ajuda financeira, projeto APQ-1481-3.03/15. Agradecer ao Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste (CETENE) pela caracterização porosimétrica e aos Laboratórios de Solidificação Rápida (LSR-UFPB) pela caracterização morfológica.

REFERÊNCIAS

- BONELLI, C. M. C., ELZUBAIR, A., SUAREZ, J. C. M. “**Thermal, Mechanical and Morphological Behavior of Recycled High-Density Polyethylene Reinforced with Piassava Fiber**”, *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, v. 15, n. 4, pp. 256-260, 2005.
- D’ALMEIDA, J.R.M., AQUINO, R.C.M.P., MONTEIRO, S.N. “**Tensile mechanical properties, morphological aspects and chemical characterization of piassava (*Attalea funifera*) fibers**”, *Composites: Part A*; v.37; pp.1473-1479, 2006.
- JAHN, A., SCHRODER, M.W., FUTING, M., SCHENZEL, K., DIEPENBROCK, W. “**Characterization of alkali treated flax fibres by means of FT Raman spectroscopy and environmental scanning electron Microscopy**”, *Spectrochim Acta A: Mol. Biomol. Spectrosc.*, v. 58, p.2271, 2002.
- KÁDÁR, F., SZÁZDI, L., FEKETE, E., PUKÁNSZKY, B. “**Surface Characteristics of Layered Silicates: Influence on the Properties of Clay/Polymer Nanocomposites**”, *Langmuir*, v. 22, n.8, pp. 7848-7854, 2006.
- KUMAR, R., MAGO, G., BALAN, V. E WYMAN, C.E. “**Physical and chemical characterizations of corn stover and poplar solids resulting from leading pretreatment technologies**”, *Bioresources Technology*, v.100, n.17, pp. 3948-3962, 2009.
- LI, X, TABIL, L.G. PANIGRAHI, S. “**Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review**”, *Journal of Polymer Environment*, v. 15, n.1, pp. 25–33, 2007.
- MARZOUK, W., BETTAIEB, F., RAMZI KHIAR, R., MAJDOUB, H. “**Composite materials based on low-density polyethylene loaded with date pits: Mechanical and thermal characterizations**”, *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, v. 30, n. 9, pp. 1200–1216, 2017.
- MAYA, J. J., RAJESH, D., A. “**Recent Developments in Chemical and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Modification**”, *Comp. Polym. Comp.*, v.29, pp. 187-207, 2008.
- MELO, J.D.D., CARVALHO, L.F.M., MEDEIROS, A.M., SOUTO, C.R.O., PASKOCIMAS, C.A. “**A biodegradable composite material based on polyhydroxybutyrate (PHB) and carnauba fibers**”, *Composites: Part B*, v. 43, pp. 2827–2835, 2012.
- MIRANDA, C. S., FIUZAB, R. P., RICARDO F. CARVALHO, R. F., JOSÉ, N. M. “**Effect of surface treatment on properties of bagasse piassava fiber *Attalea funifera Martius***”. *Química Nova*, v. 38, n. 2, pp. 161-165, 2015.
- MISHRA, S., MISRA, M., TRIPATHY, S. S., NAYAK, S. K. K., MOHA, A. K. “**The influence of chemical surface modification on the performance of sisal-polyester biocomposites**”, *Polymer Composites*, v. 23, n. 2, pp.164-170, 2002.
- MULINARI, D.R., VOORWALD, H.J.C, CIOFFI, M.O.H, LIMA, C.A. A., BATISTA, C.A.P.R, ROCHA, G.J.M. “**Composite materials obtained from textile fiber residue**”, *Journal of Composite Materials*, v.45, n.5, pp. 543–547, 2010.

- NUNES, S. G., SILVA, L. V., AMICO, S. C., VIANA, J. D., AMADO, F.D.R. **“Study of Composites Produced with Recovered Polypropylene and Piassava Fiber”**, *Materials Research*, v. 20, n. 1, pp. 144-150, 2017.
- NUNES, S. G., SILVA, L. V., AMICO, S. C., VIANA, J. D., AMADO, F. D. R. **“Study of Composites Produced with Recovered Polypropylene and Piassava Fiber”**, *Materials Research*, v. 20, pp. 144-150, 2016.
- PIRES, E. N., MERLINI, C., HAZIM, A-Q. A., SALMÓRIA, G. V., BARRA, G. M. O. **“The influence of alkaline treatment on jute fiber- reinforced epoxy resin composite”**, *Polímeros*, v. 22, n. 4, pp. 339-344, 2012.
- QIN, C., SOYKEABKAEW, N., XIUYUAN, N. E PEIJS, T. **“The effect of fibre volume fraction and mercerization on the properties of all-cellulose composites”**, *Carbohydrate Polymers*, v.71, n.3 pp.458–467, 2008.
- SAHEB, D. N., JOG, J. P. **“Natural fiber polymer composites: a review”**, *Advances in Polymer Techniques*, v. 18, n.4 pp. 351–363, 1999.
- SANTOS, E. B. C., BARROS, J. J. P., MOURA, D. A., MORENO, C. G., FIM, F. C., SILVA, L. B. **“Rheological and thermal behavior of PHB/piassava fiber residue-based green composites modified with warm water”**. *Journal of Materials Research and Technology*, in press, 2018.
- SANTOS, E. B. C., MORENO, C. G., BARROS, J. J. P., MOURA, D. A., RIES, A., WELLEN, R. M.R., SILVA, L. B. **“Effect of Alkaline and Hot Water Treatments on the Structure and Morphology of Piassava Fibers”**. *Materials Research*, 21(2): e20170365, 2018.
- SING, K.S.W., EVERETT, D. H., HAUL, R.A.W., MOSCOU, L., PIEROTTI, R.A., ROUQUEROL, J., SIEMIENIEWSKA, T. **“Reporting physisorption data for gas/solid systems with Special Reference to the Determination of Surface Area and Porosity”**, *Pure Applied Chemistry*, v. 57, n. 4, pp. 603-619, 1985.
- SINGH, S., MOHANTY, A.K., SUGIE, T., TAKAI, Y., HAMADA, H. **“Renewable resource based biobased composites from natural fiber and polyhydroxybutyrate-co-valerate (PHBV) bioplastic”**, *Composites: Part A*, v. 39, n.5, pp. 875–886, 2008.
- TORRES-TELLO, E. V., ROBLEDO-ORTÍZ, J. R., GONZÁLEZ-GARCÍA, Y., PÉREZ-FONSECA, A. A., JASSO-GASTINEL, C. F., MENDIZÁBAL, E. **“Effect of agave fiber content in the thermal and mechanical properties of green composites based on polyhydroxybutyrate or poly(hydroxybutyrate-co-hydroxyvalerate)”**. *Industrial Crops and Products*, v. 99, pp. 117–125, 2017.
- YAN-HONG, F., YI-JIE, LI, BAI-PING, X., DA-WEI, Z., JIN-PING, Q, HE-ZHI, H. **“Effect of fiber morphology on rheological properties of plant fiber reinforced poly(butylene succinate) composites”**, *Composites: Part B*, v. 44, n.1, pp. 193-199, 2013.

CARACTERIZAÇÃO DE RESÍDUO PROVENIENTE DA PRODUÇÃO DE BREU E TERE Bintina A PARTIR DA GOMA RESINA DE *PINUS SP.* E IMPLICAÇÕES AMBIENTAIS ADVINDAS DA SUA UTILIZAÇÃO PARA FINS DE PRODUÇÃO DE ENERGIA

Juliana Esteves Fernandes Cieslinski

Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP, Engenharia Industrial Madeireira
Itapeva - SP

RESUMO: A extração da goma resina tem adquirido espaço no Brasil e uma das atividades mais lucrativas neste ramo é a sua destilação para produção de Breu e Terebintina. Além disso, esse processo apresenta, na fase de pré-filtragem, um resíduo composto por sólidos grosseiros como acículas e cascas que pode ser utilizado como combustível para geração de vapor para o próprio processo produtivo. Contudo, há a emissão de poluentes atmosféricos indesejáveis que devem ser monitorados e controlados. Resultados de caracterização energética na ordem de 26000 kJ/kg demonstraram que o presente resíduo apresenta grande vantagem para queima direta com fins de geração de vapor. Mas, com relação a sua implicação no meio ambiente advinda com a emissão de poluentes, observou-se que os limites estabelecidos pelo Conama foram ultrapassados nas diferentes queimas realizadas, o que denota a necessidade de controle desses poluentes através de equipamentos de controle ambiental.

PALAVRAS-CHAVE: goma resina, biomassa, poluentes atmosféricos.

1 | INTRODUÇÃO

A produção de oleoresina é uma atividade extremamente rentável em função do alto valor agregado de seus principais subprodutos, o Breu e a Terebintina. Desde a década de 80, o Brasil já extrai resina de florestas de *Pinus sp.* e, a partir de 2008, já participa ativamente do cenário de exportação mundial de goma resina (REVISTA DA MADEIRA, 2008).

Entretanto, a partir do processo de destilação da goma resina para obtenção de Breu e Terebintina há a coleta de um resíduo composto por sólidos grosseiros como acículas, lascas de tronco e cascas, provavelmente recolhido juntamente com a goma no momento da sua extração na área florestal.

Este resíduo se aglomera em tambores nas indústrias até que são dispostos em aterro sanitário, o que causa uma preocupação ambiental pois, com todas as mudanças no meio ambiente e o esgotamento dos recursos naturais, a necessidade de se pensar em aproveitamento de resíduos gerados nos processos industriais é eminente. Há alguns anos, os estudos de maneiras para aproveitamento desses resíduos e o gerenciamento ambiental dos mesmos tem crescido, pois de nada adianta aproveitar o resíduo sem gerenciar o quanto o meio ambiente em que se encontra está ou será afetado com

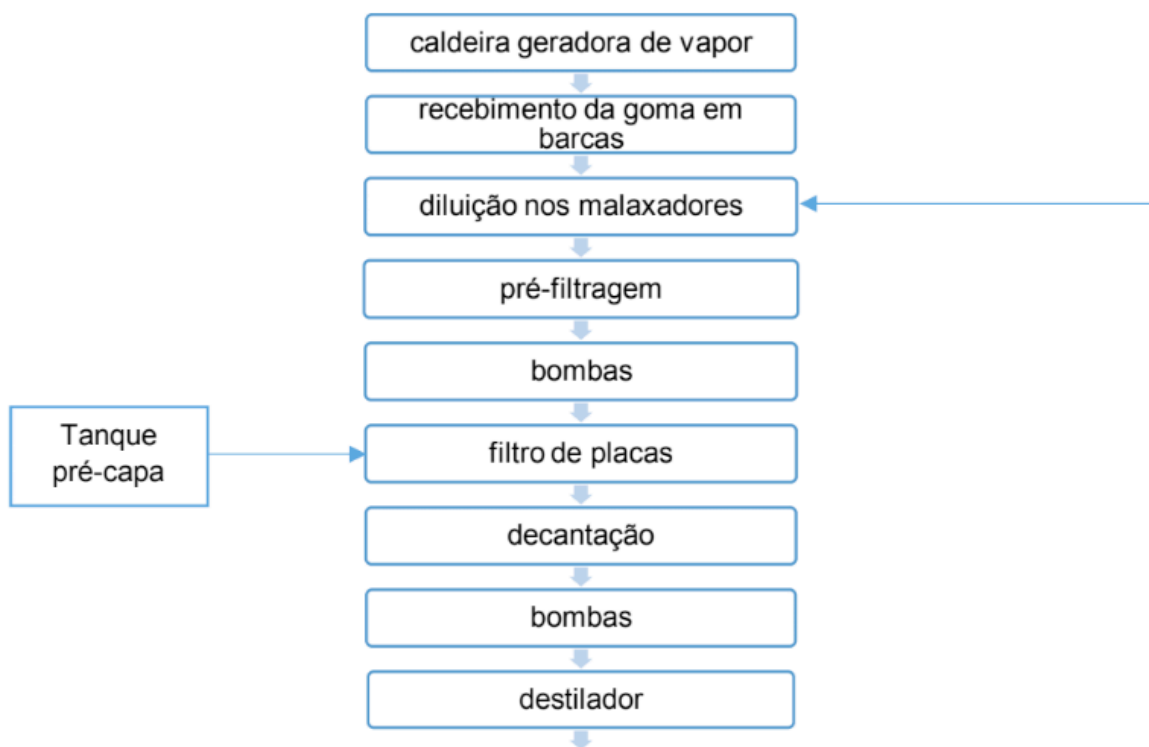
sua utilização para outros fins.

Uma proposta de utilização desse resíduo seria a sua queima direta para geração de vapor para o próprio processo produtivo de obtenção do Breu e Terebintina, restando apenas analisar suas características energética e ambiental para atestar sua viabilidade.

1.1 Processo de separação de Breu e Terebintina provenientes da goma resina de *Pinus sp.*

A resina das coníferas (particularmente *Pinus sp.*) é composta por vários ácidos resínicos, tendo como principal deles o ácido abiético que, após o processo de destilação pelo qual passa a resina, separa-se em Terebintina e Breu. O primeiro componente é um líquido oleoso, transparente, rico em α e β pineno, que são compostos cíclicos aromáticos que permitem a sua utilização como matéria prima em um grande número de produtos, tais como acetato de terpenila, isobornila, terpineol, que serão utilizados na indústria de fragrâncias e perfumaria. Além destes, a Terebintina também participará da produção de vitaminas, componentes de inseticidas naturais, entre outros. O Breu, sólido amarelado, obtido da goma resina, é utilizado na produção de colas para a fabricação de papel, tintas e vernizes, adesivos, borrachas sintéticas, etc.

O fluxograma do processo industrial de separação do Breu e da Terebintina a partir da goma resina de *Pinus sp.* encontra-se demonstrado na Figura 1.



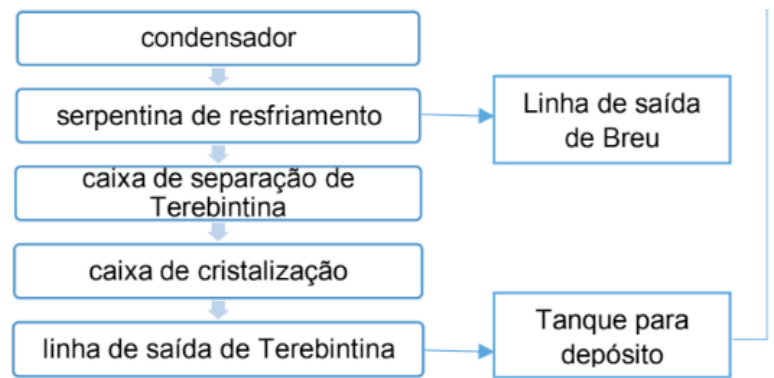


Figura 1: Fluxograma industrial - separação de Breu e Terebintina da goma resina de *Pinus sp.*

Na etapa de pré-filtragem são retirados os sólidos grosseiros como acículas, lascas de tronco e cascas, formando o resíduo foco de estudo deste trabalho.

A separação do Breu e da Terebintina ocorre no destilador. O Breu é o componente sólido e a Terebintina (líquido) continua no processo, passando pelo condensador, caixa de separação, caixa de cristalização e, por último enviada aos tanques de depósito. Na caixa de separação ocorre a separação entre a água restante do processo e a Terebintina. Na caixa de cristalização é realizada a purificação da Terebintina com sal grosso, que neste momento, já está pronta para venda, sendo encaminhada para os tanques de depósito ou carregada em caminhões para transporte.

1.2 Caracterização energética do resíduo sólido resultante da etapa de pré-filtragem do processo de separação do Breu e da Terebintina a partir da goma resina de *Pinus sp.*

Uma biomassa, como o resíduo sólido resultante da pré-filtragem da goma resina em questão, é uma fonte de energia renovável e, quando utilizada corretamente, torna-se sustentável a partir do manejo florestal correto e dos cuidados das emissões de gases na atmosfera. Pode, inclusive, ser uma alternativa para substituição dos combustíveis fósseis, não renováveis, na produção de energia.

No Brasil, segundo o Plano Energético Nacional (BRASIL, 2015), em 2014 a participação de renováveis (incluindo a biomassa) na matriz energética brasileira manteve-se entre as mais elevadas do mundo (39,4%). Portanto, estudos e utilização deste combustível devem ser incentivados.

O conteúdo energético de um combustível é uma medida termodinâmica que representa a variação de energia liberada durante sua combustão completa, denominada de poder calorífico. Esta propriedade, em um sistema de geração de calor, por exemplo, seria o principal fator a ser considerado em um combustível, a partir da qual seria avaliada a relação custo benefício de utilização de um ou outro combustível. Além disso, o poder calorífico é influenciado por um conjunto de propriedades do combustível, como: sua composição química original, presença de metais, água (umidade), entre outras (COSTA et al., 2009).

A determinação do poder calorífico de uma biomassa pode ser realizada através de bomba calorimétrica ou através de cálculos a partir da sua composição química. Quando determinada através da bomba calorimétrica a amostra é queimada em atmosfera de oxigênio puro a alta pressão, uma massa de água é aquecida pela reação e o conteúdo energético é determinado através da diferença de temperatura. Quando determinada através de cálculos da composição química, verifica-se o calor liberado pela ligação entre o oxigênio e os elementos presentes na sua composição, que por ser uma matéria orgânica é composta por carbono, oxigênio, hidrogênio, nitrogênio, enxofre e inertes (ORTOLAN et al., 2006).

De acordo com Menezes (2013), o poder calorífico é inversamente proporcional ao teor de umidade, pois o excesso de umidade dificulta a combustão e aumenta a energia necessária para evaporar o excesso de água existente na amostra de biomassa.

1.3 Transformação da biomassa em energia: processo de combustão direta

Segundo Williams et al. (2012), a combustão de uma biomassa consiste em seis etapas demonstradas no Quadro 1.

<i>biomassa úmida</i> → <i>aquecimento/secagem</i> → <i>biomassa seca</i>	(1)
<i>biomassa seca</i> → <i>voláteis (alcatrão + gases) + carvão</i>	(2)
<i>voláteis + ar</i> → <i>CO + CO₂ + hidrocarbonetos não queimados + fuligem + aerossóis inorgânicos</i>	(3)
<i>carvão + ar</i> → <i>CO + CO₂</i>	(4)
<i>voláteis (N, S, K, etc.)</i> → <i>poluentes baseados em N, S, K</i>	(5)
<i>carvão (N, S, K, etc.)</i> → <i>poluentes baseados em N, S, K</i>	(6)

Quadro 1: Etapas da combustão da biomassa

Há, ainda, a descrição da combustão através da classificação visual, quanto à existência ou não de chama, em três etapas (RABELO, 2003):

1. Fase de ignição: ocorre a deposição de calor externo no combustível, forçando o início da combustão, sendo que apenas parte do material é tomado por chama intensa;
2. Fase de chama: ocorre a queima predominante de material volátil. Observa-se pontos de chama em quase todo o combustível;
3. Fase de incandescência: não há mais chama, ou seja, ocorre a queima propriamente dita.

1.4 Questão ambiental na utilização do resíduo sólido resultante da etapa de pré-filtragem do processo de separação do Breu e da Terebintina a partir da goma resina de *Pinus sp.*

A queima do resíduo sólido resultante da etapa de pré-filtragem da goma resina

em questão auxilia na questão do gerenciamento dos resíduos sólidos mas acaba trazendo outro problema ambiental: os poluentes atmosféricos, que também são danosos à saúde dos seres humanos e animais, causam danos aos materiais, alteram o clima, prejudicam a visibilidade, etc. Portanto, é necessária a amostragem frequente dos poluentes atmosféricos emitidos nos processos de queima de resíduos bem como seu controle através de equipamentos de controle ambiental.

De acordo com Lora (2002), o controle ambiental destes poluentes atmosféricos pode-se dar por um ou mais mecanismos:

1. Análise de custo/benefício - considera a diminuição dos custos por danos causados pela poluição ambiental igualando-se aos custos da introdução de tecnologias de controle da poluição;
2. Impostos ou taxas por emissão de poluentes – consiste em estabelecer uma taxa a ser paga por tonelada de poluente lançado na atmosfera;
3. Padrões de emissão – realiza-se amostragens e analisa-se a composição dos gases em cada ponto de emissão;
4. Padrões de qualidade do ar – utilizado para controle da poluição. É necessário determinar as fontes responsáveis pelas maiores emissões, portanto é de aplicação complexa. Um padrão de qualidade do ar define legalmente um limite máximo para a concentração de um componente atmosférico, que garanta a proteção da saúde e do bem-estar das pessoas.

No Brasil, o Conselho Nacional de Meio Ambiente (CONAMA) estabelece padrões de qualidade do ar através da Resolução nº 03/90 (ar ambiente), conforme demonstrado na Tabela 1 e através da Resolução nº 382/06 (fontes fixas), conforme demonstrado na Tabela 2 (para biomassa madeireira que engloba o resíduo estudado neste trabalho).

Poluente	Tempo de amostragem	Padrão primário ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Padrão secundário ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
Dióxido de enxofre (SO_2)	24 horas MAA***	365 80	100 40
Monóxido de carbono (CO)	1 hora 8 horas	40000 (35 ppm) 10000 (9 ppm)	40000 (35 ppm) 10000 (9 ppm)
Ozônio (O_3)	1 hora	160	160
Dióxido de nitrogênio (NO_2)	1 hora MAA***	320 100	190 100

Tabela 1: Padrões nacionais de qualidade do ar estabelecidos na Resolução Conama nº 03/90 para poluentes gasosos na forma molecular

* não deve ser excedido mais que uma vez ao ano

** média geométrica anual

*** média aritmética anual

Poluente	Potência térmica nominal do queimador (MW)*	Limite de emissão (mg/Nm ³)
Monóxido de carbono (CO)	Até 0,05	6500
	Entre 0,05 e 0,15	3250
	Entre 0,15 e 1,0	1700 (1,7 ppm)
	Entre 1,0 e 10	1300
Óxidos de nitrogênio (NO _x)	Menor que 10	n.a.**
	Entre 10 e 30	650
	Entre 30 e 70	650
	Maior que 70	650

Tabela 2: Limites de emissão para poluentes atmosféricos na forma molecular a partir da combustão de derivados da madeira para fontes fixas industriais e de geração de energia estabelecidos pela Resolução Conama nº 382/06

* potência do queimador deste trabalho - 0,36 MW

** não aplicável

A quantificação das emissões de gases - mecanismo 3 proposto por Lora (2002) - associados à queima de biomassa é essencial para a investigação dos processos atmosféricos, assim como para as autoridades governamentais estabelecerem padrões de qualidade do ar - mecanismo 4 proposto por Lora (2002). Ainda há escassez de dados consistentes de emissões, o que dificulta a modelagem climática, a modelagem fotoquímica, os inventários de emissão e a identificação das fontes emissoras.

2 | MATERIAL E MÉTODOS

O material utilizado neste trabalho foi o resíduo proveniente da etapa de pré-filtragem do processo de separação do Breu e da Terebintina da goma resina de *Pinus sp.*

2.1 Caracterização do resíduo proveniente da etapa de pré-filtragem do processo de separação do Breu e da Terebintina da goma resina de *Pinus sp.*

Foram determinados o teor de umidade (TU) e o poder calorífico superior (PCS) de amostras do resíduo em questão.

Para determinação do teor de umidade, em base seca, foi utilizada a norma ABNT NBR 14929:2003, conforme demonstrado na Equação (1). A análise foi feita em duplicata e com valor final calculado a partir da média entre os valores de cada repetição.

$$TU(\%) = \frac{\text{massa úmida da amostra [g]} - \text{massa seca da amostra [g]}}{\text{massa seca da amostra [g]}} \times 100 \quad (1)$$

A determinação do poder calorífico superior foi realizada com auxílio de um

sistema calorimétrico baseado numa bomba calorimétrica (Figura 2) inserida num calorímetro (Figura 3). A análise foi feita em triplicata com valor final calculado a partir da média entre os valores de cada repetição.



Figura 2: Bomba calorimétrica



Figura 3: Calorímetro

2.2 Amostragem dos gases produzidos com a queima do resíduo proveniente da etapa de pré-filtragem do processo de separação do Breu e da Terebintina da goma resina de *Pinus sp.*

A queima do resíduo foi realizada num sistema de queima composto principalmente por um alimentador de biomassa e um queimador de biomassa (Figura 4).

A amostragem dos gases emitidos com a queima do resíduo foi realizada com auxílio do UniGas 3000+ da Eurotron Instruments (Figura 5). A sonda de amostragem foi inserida a aproximadamente 8 diâmetros à jusante e 2 diâmetros à montante dos distúrbios encontrados na chaminé do queimador de biomassa.



Figura 4: Sistema de queima de biomassa

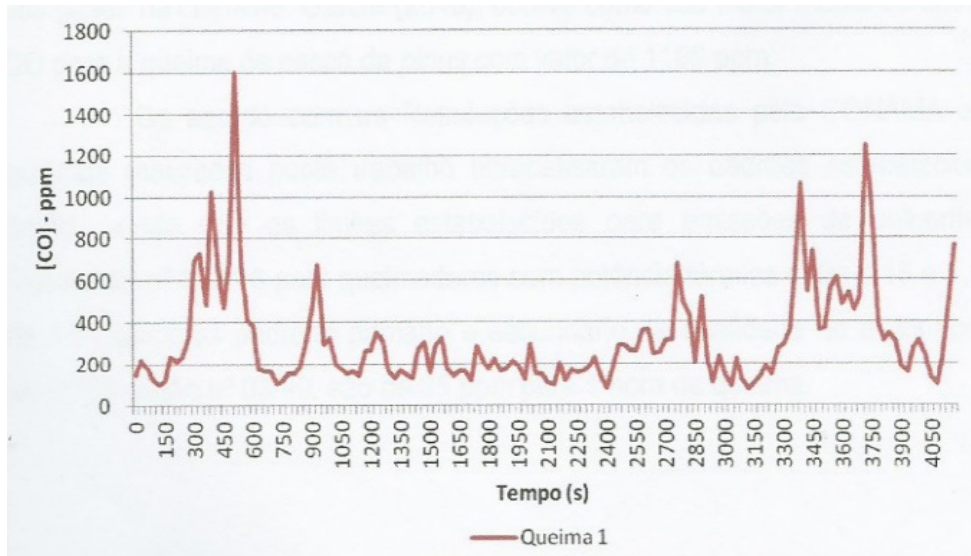


Figura 5: Amostrador de gases UniGas 3000+ da Eurotron Instruments

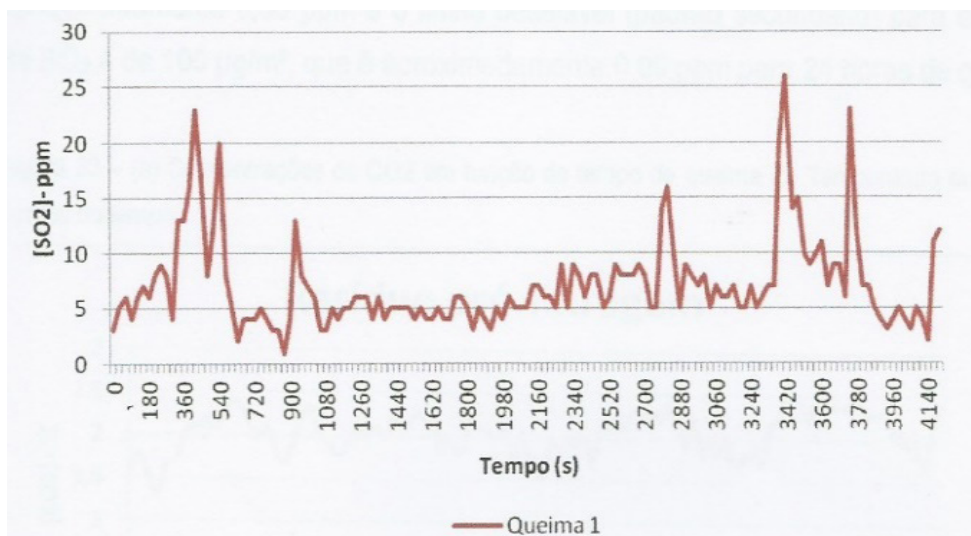
3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

O resíduo estudado apresentou teor de umidade de 15,46% e poder calorífico superior de 25787 kJ/kg. Segundo Oliveira et al. (2010) este valor está mais elevado que o poder calorífico do carvão vegetal de aproximadamente 19300 kJ/kg.

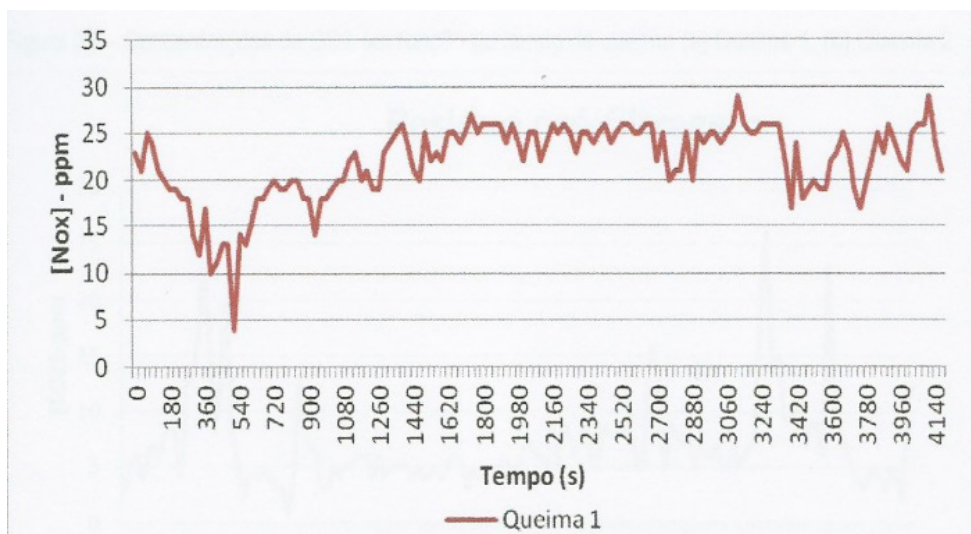
Os resultados das amostragens dos gases produzidos com a queima do resíduo encontram-se demonstrados na Figura 6.



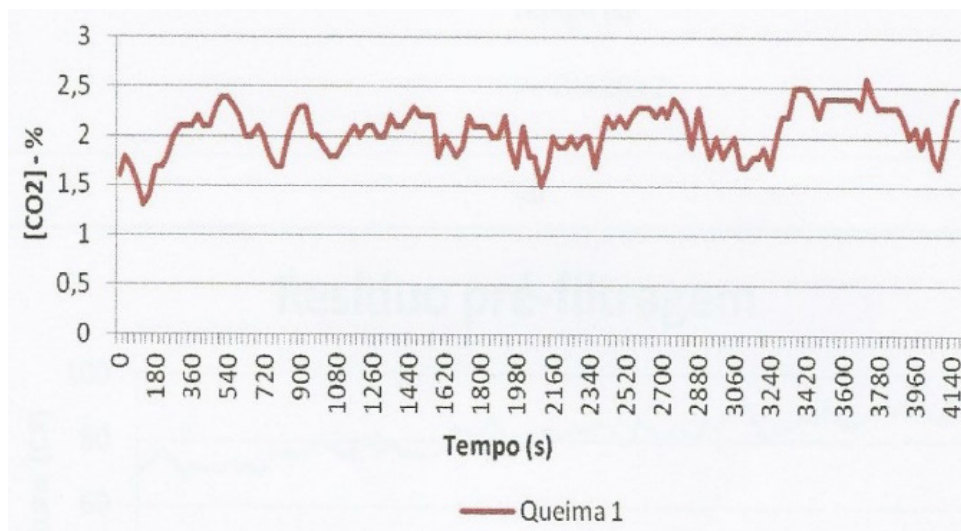
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 6: Concentração de poluente em função do tempo de queima: (a) CO [ppm], (b) SO₂ [ppm], (c) NO_x [ppm], (d) CO₂ [%]

Através da Figura 6.a observa-se grande pico de concentração de CO no início da queima (em torno de 540 s), comportamento este contrário ao observado por Soares Neto et al. (2011), devido provavelmente a uma baixa taxa de queima e vazão constante dos gases na chaminé neste trabalho.

Os valores amostrados de SO₂ (Figura 6.b) para a queima apresentaram-se superiores aos padrões estabelecidos pela Resolução Conama n° 03/90, chegando ao valor máximo de 26 ppm para 3420 s de queima.

Observa-se da Figura 6.c que as emissões de NO_x permaneceram praticamente constantes (limites específicos) durante a queima, com um pico invertido no início da queima. Comportamento semelhante foi observado por Soares Neto et al. (2011).

As emissões de CO₂ (Figura 6.d), assim como as de NO_x, permaneceram praticamente constantes ao longo do período de queima, seguindo o mesmo comportamento das de Soares Neto et al. (2011).

4 | CONCLUSÕES

O resíduo proveniente da etapa de pré-filtragem do processo de separação do Breu e da Terebintina apresentou grandes perspectivas para utilização como combustível, visto que seu poder calorífico superou o do carvão vegetal, combustível comumente utilizado pelas indústrias. Resta, entretanto, controlar suas emissões de queima, pois todos os poluentes gasosos apresentaram concentrações superiores aos padrões de qualidade do ar estabelecidos pelo Conama. Sugere-se o aprofundamento do estudo no tocante ao controle dos gases utilizando equipamentos como o Lavador Venturi. Outra sugestão é a mistura (blend) do resíduo em questão com pellets de

madeira, já que vários estudos mostram a eficiência deste último para a queima.

AGRADECIMENTOS

À empresa Nunes e Almeida Indústria e Comércio de Resinas Ltda. e à empresa Resisul Agroflorestal Ltda. pela disponibilização de material para pesquisa e à FAPESP pelo auxílio financeiro para participação de evento científico. Aos técnicos de laboratório da Unesp/Itapeva pelo auxílio nos testes de queima e análise química e energética.

REFERÊNCIAS

BRASIL. EMPRESA DE PESQUISA ENERGÉTICA - EPE. **Balanco energético nacional de 2015:** ano base 2014. [s.j]: 2015. 61 p.

CENDOFANTI, A. C. **Minimização de resíduos de um processo de carvão ativado e de goma resina.** 2005. 92 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Recursos Hídricos e Ambiental, Setor de Tecnologia, UFPR, Curitiba, 2005.

CETESB. **Qualidade do ar:** poluentes. Disponível em: <<http://www.cetesb.sp.gov.br/ar/Informa??es-B?sicas/21-Poluentes>>. Acesso em: 12 set. 2016.

COSTA, A. B. et al. Determinação do poder calorífico no controle de qualidade de combustíveis para sistemas de geração de energia e aquecimento industrial. In: XXIX ENCONTRO NACIONAL DE ENGENHARIA DE PRODUÇÃO, XXIX, 2009, Salvador. **Anais....** Salvador: 2009. Disponível em: <http://www.abepro.org.br/biblioteca/enegep2009_TN_STP_091_615_14073.pdf>. Acesso em: 12 set. 2016.

LORA, E. E. S. **Prevenção e controle da poluição nos setores energético, industrial e de transporte.** 2. ed. Rio de Janeiro: Interciência, 2002. 481 p.

MENEZES, M. J. S. **Poder calorífico e análise imediata da maravalha de pinus (Pinus sp.) e araucária (Araucaria angustifolia) de reflorestamento como resíduos de madeira.** 2013. 51 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Energia na Agricultura, Unioeste, Cascavel, 2013. Disponível em: <http://projetos.unioeste.br/pos/media/Dissertacao_Marta_J_S_Menezes.pdf>. Acesso em: 12 set. 2016.

OLIVEIRA, A. C. et al. Parâmetros de qualidade da madeira e do carvão vegetal de Eucalyptus pellita F. Muell. **Scientia Forestalis**, v. 38, p. 431-439, 2010.

ORTOLAN, C. et al. Aproveitamento da biomassa residual de colheita florestal. In: XIV SEMINÁRIO DE ATUALIZAÇÃO SOBRE SISTEMAS DE COLHEITA DE MADEIRA E TRANSPORTE FLORESTAL, XIV, 2006, Curitiba. **Seminário.** Curitiba: J. R. Malinovski, C. M. C. Corrêa, T. B. Baggio e J. da S. Alves, 2006. p. 133 – 144.

RABELO, E. R. **Análise teórica e experimental sobre incandescência em espécimes de madeira.** 2003. 120 f. Tese (Doutorado) – Departamento de Energia, Unesp, Guaratinguetá, 2003.

REVISTA DA MADEIRA: Resina de Pinus no Sul do Brasil: Caracterização e Perspectivas. [s.j]: n. 116, set. 2008. Disponível em: <http://www.remade.com.br/br/revistadamadeira_materia.php?num=1317&subject=Resina>. Acesso em: 12 set. 2016.

SOARES NETO, T. G. et al. Laboratory evaluation of Amazon forest biomass burning emissions. **Atmospheric Environment**, v. 45, p. 7455-7461, 2011.

ESTUDO DA INTEGRIDADE E DURABILIDADE DE MATERIAIS ESTABILIZADOS POR SOLIDIFICAÇÃO CONTENDO LODO DE CURTUME

Maria Rosiane de Almeida Andrade

Universidade Federal de Campina Grande,
Unidade Acadêmica de Engenharia Química
Campina Grande – Paraíba

Marilia Claudino Moreira Cunha

Universidade Federal de Campina Grande,
Unidade Acadêmica de Engenharia Química
Campina Grande – Paraíba

André Luiz Fiquene de Brito

Universidade Federal de Campina Grande,
Unidade Acadêmica de Engenharia Química
Campina Grande – Paraíba

Ana Cristina Silva Muniz

Universidade Federal de Campina Grande,
Unidade Acadêmica de Engenharia Química
Campina Grande – Paraíba

Bianca Viana de Sousa Barbosa

Universidade Federal de Campina Grande,
Unidade Acadêmica de Engenharia Química
Campina Grande – Paraíba

Carlos Eduardo Pereira

Universidade Federal de Campina Grande,
Unidade Acadêmica de Engenharia Química
Campina Grande – Paraíba

RESUMO: O lodo de curtume, resíduo da indústria do couro, é gerado a partir da decantação dos banhos residuais do processamento do couro e é contaminado com metais pesados, o que impede sua disposição no meio ambiente sem

tratamento prévio. Neste contexto, este trabalho visa realizar o tratamento do lodo de curtume utilizando a estabilização por solidificação, técnica que restringe a mobilidade dos contaminantes. O trabalho foi dividido em quatro etapas: caracterização do resíduo e do cimento, elaboração do planejamento experimental, preparação dos corpos de prova e avaliação do material. As matrizes foram avaliadas quanto à resistência a compressão, em que nenhum dos tratamentos atingiram o valor mínimo de 1Mpa; capacidade de absorção de água, onde todos os tratamentos foram aprovados, não atingindo a capacidade máxima de água nos poros de 40%; e umidificação e secagem, em que nenhum tratamento apresentou uma perda de água maior que 15%, estando todos aprovados.

PALAVRAS-CHAVE: Estabilização, solidificação, resíduo.

ABSTRACT: The tannery sludge, leather industry waste, is generated from the decanting of residual baths of leather processing and is contaminated with heavy metals which prevent its disposal into the environment without treatment. In this context, this study aims at the treatment of tannery sludge using the technique of stabilization by solidification that restricts the mobility of contaminants. The work was divided into four stages: characterization of the waste and cement, preparation of experimental design,

preparation of test bodies and evaluation of the material. Matrices were evaluated for compressive strength, in which none treatment reached the minimum value of 1Mpa; capacity of water absorption, where all treatments were approved, not reaching the maximum water capacity in the pores of 40%; and wetting and drying, in which none treatment showed a loss of water greater than 15%, with all approved.

KEYWORDS: Stabilization, Solidification, waste.

1 | INTRODUÇÃO

A Resolução CONAMA n° 313/2002 e a ABNT NBR 10.004 (2004) define resíduo sólido industrial como sendo todo resíduo que resulte de atividades industriais e que se encontre nos estados sólido, semi-sólido, gasoso -quando contido-, e líquido, cujas particularidades tornem inviável o seu lançamento na rede pública de esgoto ou em corpos d'água, ou exijam para isso soluções técnica ou economicamente inviáveis em face da melhor tecnologia disponível.

A indústria de curtume é responsável pela geração de resíduos os quais são lançados inadequadamente ao meio ambiente. Esses resíduos são considerados tóxicos e nocivos ao meio ambiente.

A indústria de Curtume utiliza o cromo como curtente, para evitar a putrefação do couro. Normalmente, o composto utilizado é o sulfato básico de cromo, $\text{Cr}(\text{OH})\text{SO}_4$, em que o cromo apresenta-se na sua forma trivalente. Os banhos residuais do processamento do couro são tratados e o cromo presente é removido por processo de decantação, o qual gera um resíduo sólido denominado lodo primário. Além do cromo o lodo apresenta também, cádmio, cobre, zinco, ferro e alumínio (LEAL, 2008).

O lodo do curtume é caracterizado por conter concentração mais elevadas de cargas poluidoras do que os efluentes líquidos e possuem alto poder de contaminação, quando não são tratados e dispostos em corpos d'água, aterros industriais ou mesmo lixeiras clandestinas. O cromo atinge com facilidade os lençóis freáticos, reservatórios e rios que são as fontes de abastecimento de água das cidades. Quando em contato com solo, o cromo é absorvido pelo solo e contamina plantas que posteriormente servirão de alimento diretamente para o homem ou animais, podendo por este caminho também atingir o ser humano.

O cromo produzido na indústria é um carcinógeno humano e muitos trabalhadores são expostos a este elemento químico. A fumaça contendo este elemento químico causa uma variedade de doenças respiratórias. O contato da pele com compostos de cromo causa dermatite alérgica e, mais raramente, pode provocar ulcerações na pele formando cicatrizes e até perfurações do septo nasal.

Devido aos impactos ambientais e a saúde humana, causado pelo descarte inadequado do lodo de curtume, se faz necessário realizar o tratamento deste resíduo antes da sua disposição final. Neste contexto destaca-se a estabilização por

solidificação, tecnologia que usa ligantes para reduzir a mobilidade e toxicidade dos poluentes contidos nos resíduos, e gerar um produto final que pode ser reutilizado ou depositado em aterros.

Estabilização refere-se à técnica que reduz quimicamente o risco de lixiviação dos contaminantes, convertendo-os em formas menos solúveis, móveis e tóxicas. Enquanto que a solidificação refere-se à técnica que encapsula o resíduo, formando um material sólido, e não envolve necessariamente uma interação química entre os contaminantes e os ligantes da solidificação (MONTAÑÉS, SÁNCHEZ-TOVAR e ROUX, 2014).

Diante deste contexto, este trabalho tem como objetivo realizar o tratamento do lodo de curtume contaminado com cromo, utilizando a estabilização por solidificação, convertendo o lodo de um resíduo perigoso em não perigoso.

2 | METODOLOGIA

2.1 Caracterização do resíduo e do aglomerante

O lodo de curtume e o cimento Portland comum foram caracterizados através das análises de sólidos totais, umidade, ph, lixiviação e solubilização.

A determinação dos sólidos totais, sólidos totais fixos e sólidos totais voláteis permite verificar respectivamente a massa percentual de resíduo; elementos que não se volatilizam a temperatura de 550°C e teor de matéria orgânica presente no resíduo. Utilizou-se o método gravimétrico Standard Methods (1992), onde inicialmente pesou-se 25 gramas do material e enviou-o para estufa por 24 horas à temperatura de 103-105 °C. Retirou-se a material, deixou esfriar no dessecador e pesou novamente. Em seguida, o material foi levado para incinerar a temperatura de 550 °C no forno mufla por 1 hora. A amostra foi esfriada no dessecador, e então se realizou uma nova pesagem. Os resultados para sólidos totais, fixos e voláteis, foram calculados através das seguintes equações.

$$SólidosTotais(\%) = \left[\frac{(A - B)}{(C - B)} \right] * 100 \quad (1)$$

$$SólidosVoláteis(\%) = \left[\frac{(A - D)}{(A - B)} \right] * 100 \quad (2)$$

$$SólidosFixos(\%) = \left[\frac{(D - B)}{(A - B)} \right] * 100 \quad (3)$$

Onde: A: peso da amostra seca + cápsula; B : peso da cápsula; C : peso da amostra úmida + cápsula; D : peso do resíduo calcinado + cápsula.

A determinação do pH (potencial hidrogeniônico) da amostra foi executada

a partir do material com sua umidade natural. Para determinação deste parâmetro, utilizou-se o método eletrométrico.

Para realização do ensaio de lixiviação, uma amostra representativa de 100g (base seca) do material foi colocada em frasco de 2 L com água destilada e uma solução lixiviante de ácido acético glacial e água. Depois, a amostra com a solução lixiviante foi submetida à agitação por um período de 18h.

No ensaio de solubilização, uma amostra representativa de 250 g (base seca) do material foi colocada em frasco de 1,5 L. Em seguida, foi adicionado 1 L de água, deionizada e isenta de orgânicos. Os metais foram quantificados após repouso por 7 dias, em temperatura de 25°C.

Foi utilizada a técnica de Espectrometria de Absorção Atômica (AAS) para determinar a concentração dos contaminantes. As concentrações do lixiviado e do solubilizado em mg.kg^{-1} foram obtidas após a determinação do contaminante em mg.L^{-1} e a sua relação com: a massa da amostra e o volume da solução lixiviante usada no ensaio de lixiviação e solução solubilizante usada no ensaio de solubilização em kg.L^{-1} .

2.2 Planejamento Experimental

Foi adotado um planejamento experimental fatorial 2^2 com 3 pontos centrais, onde as variáveis avaliadas foram: percentual de lodo de curtume (15 e 25%) e tempo de cura (07 e 28 dias). O critério de decisão adotado para determinação do modelo foi o seguinte:

- Efeito Significativo ($\text{valor } p \leq 0,05$): Médias diferentes ao nível de 95% de Probabilidade;
- Efeito Não Significativo ($\text{valor } p > 0,05$): Médias iguais ao nível de 95% de Probabilidade.

2.3 Preparação dos corpos de prova

Os corpos de provas contendo o lodo de curtume foram preparados utilizando como aglomerantes o cimento Portland comum e areia. Para preparação foram seguidas as etapas propostas pela ABNT NBR 7215 (1996) e pelo o Protocolo de avaliação de materiais estabilizados por solidificação (BRITO, 2007) que sugere como parâmetros básicos para realização dos ensaios em laboratórios: um tempo de moldagem de 24 horas, dimensões dos moldes de 5 cm de diâmetro e 10 cm de altura, umidade relativa entre 50 a 100%. Inicialmente, misturou-se o aglomerante com o resíduo e água e após completa homogeneização, a massa formada foi disposta em moldes cilíndricos. Os corpos de prova ficaram em repouso por um período de 24 horas para endurecimento da pasta e após as 24h, estes foram desmoldados e deixados por tempos determinados de cura, para que então os ensaios de avaliação do material fossem realizados.

2.4 Avaliação dos Materiais Estabilizados por Solidificação

Para avaliar a integridade e a durabilidade do material foram realizados os ensaios de Resistência à Compressão (RC) segundo a ABNT NBR 7215 (1996), que avalia a capacidade do material em resistir a diferentes cargas de compressão mecânica, sem que haja rupturas. Capacidade de absorção de água (CAA) conforme ABNT NBR 9778 (1987) “Argamassa e concreto endurecidos: Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica”, que avalia a porosidade do material endurecido ou E/S. E umidificação e secagem (U/S) segundo WTC (1991), que consiste em simular e avaliar o material resultante do procedimento de E/S, em relação à sua capacidade em resistir às variações de mudanças de estado.

No ensaio de resistência à compressão, foram utilizados corpos de prova cilíndricos, os quais foram postos diretamente sobre o prato inferior de uma prensa, de maneira que ficassem rigorosamente centrados em relação ao eixo de carregamento. A medida da resistência à compressão foi calculada pela expressão 4, em kgf.cm^2 , considerando a carga aplicada (F) e a área da seção do corpo de prova (A), e convertida para MPa.

$$RC = \frac{F}{A} \quad (4)$$

No ensaio de capacidade de absorção de água os corpos de provas foram condicionados em estufa a 103 °C por 24 horas e com uma relação líquido/sólido (L/S) 10:1. Posteriormente as amostras foram imersas em água a 23 °C por períodos de 24, 48 e 72 horas. O resultado é expresso em % conhecendo-se a massa do corpo de prova após saturação em água e a massa do corpo de prova seca em estufa.

No ensaio de umidificação e secagem os corpos de prova foram submetidos a seis ciclos de umidificação com água a 22 °C e secagem em estufa sob temperatura de 105 °C e umidificação por 24 horas.

3 | RESULTADOS

3.1 Caracterização do resíduo e do aglomerante

Na Tabela 1 estão apresentados os resultados da caracterização do lodo de curtime e do cimento Portland comum quanto ao teor de umidade, pH, sólidos totais e suas frações.

Parâmetros	Lodo de Curtume	Cimento Portland
Teor de umidade(%)	26,42	0,183
Sólidos totais(%)	73,58	99,817
Sólidos voláteis(%)	40,55	1,535
Sólidos fixos(%)	59,45	98,465
pH	8,25	-

Tabela 1- Caracterização do lodo de curtume e do cimento Portland

Os dados da caracterização do lodo de curtume utilizado neste trabalho ficaram próximos do encontrado por Muniz (1999) em relação à umidade, sólidos totais, sólidos totais voláteis e fixos que foram respectivamente, 21,00%, 79,00%, 39,70% e 60,3%. O teor de sólidos voláteis (40,55%) representa a fração de compostos orgânicos presente no lodo de curtume e facilmente volatilizados a temperaturas acima de 500 °C, e o teor de sólidos fixos (59,45%) indica a quantidade de matérias inertes ao resíduo, esses materiais são geralmente areia, pó de pedra e argila. Analisando o pH e de acordo com a NBR 10.004, o resíduo não possui características reativas, pois o pH se encontra na faixa permitida, que é entre 2 a 12.

Os resultados mostram que o cimento apresenta concentrações elevadas de sólidos totais e fixos e que a presença de matéria orgânica é baixa. Dados da caracterização do cimento neste trabalho ficaram próximos do encontrado por Guimarães (2008) que foram 1,00%; 99,00%; 97,00%; 3,00%; para teor de umidade, sólidos totais, sólidos totais fixos e sólidos totais voláteis respectivamente.

A Tabela 2 apresenta os resultados obtidos nos ensaios de lixiviação e solubilização do lodo de curtume e do cimento Portland.

Metal	Lodo de Curtume		Cimento Portland
	Solubilização (mg.L ⁻¹)	Lixiviação (mg.L ⁻¹)	Lixiviação (mg.L ⁻¹)
Cromo	0,15	0,13	0,29
Alumínio	ND	ND	ND
Ferro	0,11	ND	ND
Chumbo	0,19	0,13	0,47
Cádmio	ND	ND	ND
Cobre	ND	ND	ND
Bário	ND	ND	<1,00
Cádmio	ND	ND	<1,00
Prata	ND	ND	<0,1

Zinco	ND	ND	<0,1
Enxofre	ND	ND	144
Magnésio	ND	ND	0,15

Tabela 2 – Quantidade de metais encontrados na lixiviação e solubilização do o lodo de curtume e do cimento Portland

ND – Não Detectado (Abaixo do limite de detecção da absorção atômica)

De acordo com os ensaios de lixiviação e solubilização o cimento não apresenta teores de metais acima do limite máximo permissível estabelecido pela ABNT NBR 10.004 (2004), e o lodo de curtume não se caracterizou um resíduo perigoso, pois os valores obtidos no ensaio de lixiviação não ultrapassaram o limite máximo. O lodo foi classificado como Classe IIA (não inerte), pois no ensaio de solubilização o valor de cromo liberado foi de 0,15 e o valor de chumbo foi 0,19, ambos acima do valor máximo permitido que é de 0,05 e 0,01, respectivamente.

Por ser classificado como um resíduo Classe II A, o resíduo apresenta propriedades, como a de biodegradabilidade, combustibilidade e solubilidade em água. Se for solúvel em água pode contaminar os lençóis freáticos e causar danos à saúde. Logo é necessário tratar o lodo de curtume antes de sua disposição final.

3.2 Avaliação dos materiais após a Estabilização por Solidificação

Na Tabela 3 encontram-se os resultados obtidos nos ensaios de resistência a compressão, capacidade de absorção de água e umidificação e secagem, para os setes tratamentos de acordo com o planejamento experimental.

Condições			Respostas		
Tratamento	% Lodo	Tempo de cura (dias)	RC (MPa)	CAA (%)	U/S (%)
1	15	7	0,87	20,95	8,17
2	25	7	0,41	20,95	8,23
3	15	28	0,99	18,92	4,75
4	25	28	0,50	24,99	4,81
5	20	17,5	0,54	22,15	6,50
6	20	17,5	0,65	21,49	7,68
7	20	17,5	0,64	21,11	5,55

Tabela 3 – Resultados dos ensaios de resistência à compressão, capacidade de absorção de água e umidificação e secagem

A partir dos dados apresentados na Tabela 3, verifica-se que em nenhum dos tratamentos realizados o valor de resistência a compressão foi maior que 1 Mpa, que é o valor estabelecido pelo Protocolo de Avaliação de Materiais Estabilizados por Solidificação proposto por Brito (2007). Neste caso, a utilização do deste material

deve ser feita de forma controlada e a disposição deve ser em aterro de resíduos não perigosos.

Os valores de resistência à compressão são influenciados diretamente pela porcentagem de resíduo. Com o aumento da quantidade de lodo presente na estrutura do material estabilizado por solidificação a resistência do material diminui.

Segundo a ABNT NBR 9778 (1987), no ensaio de capacidade de absorção de água o limite máximo de água permissível nos poros é 40%. Pelos dados apresentados na Tabela 3, todos os ensaios foram aprovados neste ensaio e os maiores valores de absorção de água foram observados nas matrizes com maior percentual de lodo de curtume.

De acordo com o Protocolo de Avaliação de Materiais Estabilizados por Solidificação, após seis ciclos de umidificação e secagem a perda em peso não deve ser superior a 15% do seu peso inicial. Portanto os valores encontrados de todos os tratamentos realizados se encontram dentro do limite máximo permissível. Percebe-se pela Tabela 3 que o tempo de cura é fator determinante na perda de peso das amostras. Menores tempos de cura levam a maiores perdas de massa, uma vez que no início do tempo de cura é que ocorre as maiores perdas de massa.

3.3 Análise Estatística

Na Tabela 4 estão apresentados os valores do F calculado e do valor de P da análise de variância (ANOVA) para os critérios de integridade e durabilidade.

Fonte da Variação	F _{Calculado}			Valor P		
	RC	CAA	U/S	RC	CAA	U/S
<i>%Resíduo</i>	60,8	33,26	0,96	0,02	0,03	0,96
<i>Tempo</i>	2,98	3,65	0,09	0,23	0,19	0,09
<i>%Resíduo x t Tempo</i>	0,06	33,26	0,99	0,82	0,03	1,00
<i>Curvatura</i>	3,15	0,11	0,93	0,22	0,78	0,93

TABELA 4– Análise de Variância (ANOVA) Para Integridade e Durabilidade

Os resultados da ANOVA mostraram que os modelos obtidos foram lineares para resistência à compressão e capacidade de absorção de água. Para umidificação e secagem não houve significância ao nível de 95% de probabilidade, logo, não foi obtido um modelo.

Para a resistência a compressão, apenas o fator porcentagem de resíduo (lodo de curtume) influenciou na resposta. O modelo obtido está expresso na Equação 5.

$$RC = 1,505 - 0,0450 \% \text{ Residuo} \quad (5)$$

O modelo obtido para a resistência à compressão consegue explicar 97,11% dos dados experimentais e o valor negativo (-0,045) informa que o percentual de lodo de curtime na estrutura influencia negativamente na RC.

Para o ensaio de capacidade e absorção de água, o fator percentual de lodo e a interação percentual de resíduo versus tempo, influenciaram na resposta, e o modelo linear que representa os dados está apresentado na Equação 6.

$$CCA = 24,66 - 0,202 \% \text{ Re siduo} + 0,0209 \% \text{ Re siduo} \times \text{Temp} \quad (6)$$

O modelo consegue explicar 97,23% dos dados experimentais.

A figura 1 mostra os gráficos de contorno para a resistência a compressão e capacidade de absorção de água, respectivamente.

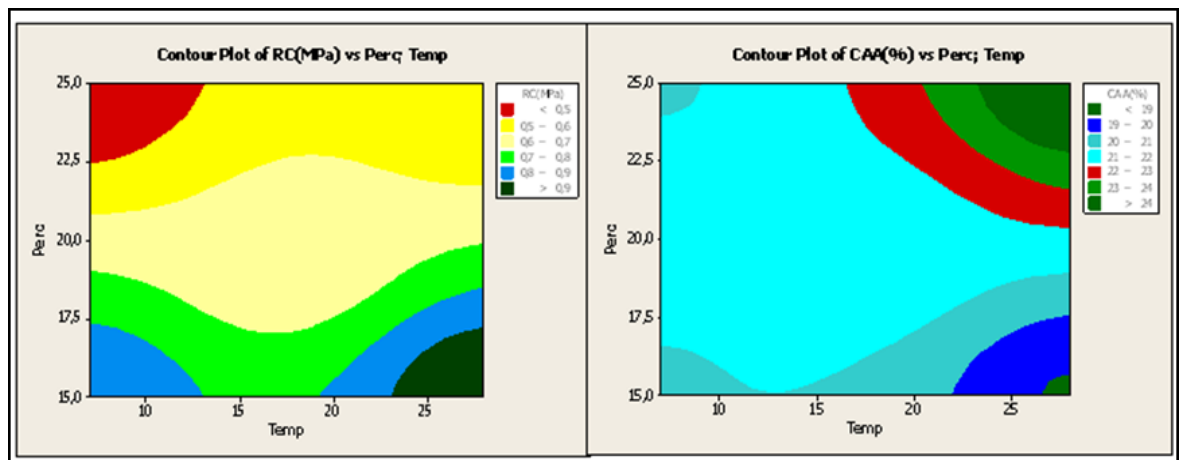


Figura (1a)

Figura (1b)

FIGURA 1 – Gráficos de contornos para RC (1a) e CAA (1b)

A figura 1(a) mostra que o melhor resultado para resistência à compressão encontra-se na parte inferior do lado direito do gráfico, que corresponde ao maior tempo de cura e menor percentual de resíduo. Este resultado indica que aumentando o percentual de lodo a resistência será menor. O percentual de lodo influencia negativamente na integridade do material estabilizado por solidificação.

A figura 1(b) mostra que o melhor resultado para a Capacidade e Absorção de Água encontra-se na região localizada no lado direito e na parte superior do gráfico. Observa-se que quanto maior o percentual de resíduo maior a absorção de água. A quantidade de lodo presente na estrutura, influencia negativamente na absorção de água dos materiais estabilizados por solidificação.

4 | CONCLUSÃO

- O lodo de curtume é classificado como resíduo classe II A (não inerte) e antes de sua disposição final é necessário um tratamento.
- Pela a análise estatística dos ensaios de integridade e durabilidade houve diferença significativa ao nível de 95% de probabilidade para a resistência à compressão e capacidade e absorção de água e o modelo que representa as variáveis respostas foi o modelo linear;
- Os resultados de umidificação e secagem não apresentaram diferença significativa ao nível de 95%;
- Para resistência à compressão apenas a porcentagem de resíduo no material influencia na resposta.
- Para capacidade de absorção de água a porcentagem de resíduo e a interação entre o tempo e a porcentagem de resíduo influenciam na resposta.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradem à CAPES pelo apoio financeiro, a Universidade Federal de Campina Grande, a Unidade Acadêmica de Engenharia Química e ao Laboratório de Gestão Ambiental e Tratamento de Resíduos.

REFERÊNCIAS

- APHA-AWWA-WPCF. **Standard methods for the examination of water and wastewater**. 18 ed. Washington, 1193p, 1992.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT NBR 10.004: **Resíduos Sólidos - Classificação**. CENWin, Versão Digital, ABNT NBR 10.004, 71p, 2004a.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT NBR 7215: **Cimento Portland: Determinação da resistência à compressão**. Rio de Janeiro, 8p, 1996.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - NBR 9.778: **Argamassa e concreto endurecido – Determinação da absorção de água por imersão**, 1987, Rio de Janeiro, 5p, 1987.
- BRITO, A. L. F. **Protocolo de Avaliação de Materiais Resultantes da Estabilização por Solidificação**. Tese de Doutorado em Engenharia Ambiental, Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, Florianópolis - SC, 2007.
- CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE – CONAMA. **Resolução nº 313**, de outubro de 2002.
- GUIMARÃES, D. L. **Tratamento de lodo primário de estação de tratamento de efluentes e aplicação de protocolo de avaliação**. Dissertação de mestrado em Engenharia Química – Universidade Federal de Campina Grande – Campina Grande, 2008.

LEAL, D. **Tratamento de lodo primário de estação de tratamento de efluentes e aplicação De protocolo de avaliação.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Campina Grande, 2008.

MONTAÑÉS, M. T; SÁNCHEZ-TOVAR, R; ROUX, M. S. **The effectiveness of the stabilization/ solidification process on the leachability and toxicity of the tannery sludge chromium.** Journal of Environmental Management, v.143, p.71–79, 2014.

MUNIZ, A. C. S. **Processo de tratamento aeróbio de resíduos sólidos urbanos e industriais.** 1999. 113 f. Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento e Meio Ambiente) – Universidade Federal da Paraíba/ Universidade Estadual da Paraíba, Campina Grande, 1999.

TESTE DE ATIVIDADE E EFICÁCIA DE AGENTES BIOCIDAS EM TINTA ACRÍLICA

Túlio Valério Agostinho da Silva

Universidade Federal de Pernambuco
Recife - Pernambuco

Sara Horácio de Oliveira

Universidade Federal de Pernambuco
Recife - Pernambuco

Magda Rosângela Santos Vieira

Universidade Federal de Pernambuco
Recife - Pernambuco

Ildnay de Souza Lima Brandão

Universidade Federal de Pernambuco
Recife - Pernambuco

RESUMO: Tinta é um material de revestimento pigmentado líquido, pastoso ou em pó que ao ser aplicado em um substrato forma um filme opaco com finalidade de proteger, decorar ou com finalidade técnica específica. As tintas acrílicas faz parte do grupo das tintas à base d'água, grupo mais suscetível à contaminação por micro-organismos. Elas são formadas por monômeros de ésteres dos ácidos acrílicos e metacrílicos que após reação de polimerização formam o filme polimérico. Os micro-organismos utilizam os diversos componentes das tintas como nutrientes, provocando mudanças indesejáveis em suas propriedades e causando sua biodeterioração. Para evitar este fenômeno são adicionados em sua formulação alguns tipos de biocidas, que inibem o desenvolvimento

ou eliminam alguns tipos de micro-organismos. Foram testadas amostras industriais de tintas acrílicas contendo biocidas utilizando as metodologias descritas nas normas JIS Z 2801/2010, para análise de bactericidas, e NBR 14941/2011, para análise de fungicidas.

PALAVRAS-CHAVE: Bactericida, fungicida, tinta, biodeterioração.

ABSTRACT: Paint is a pigmented coating material, in liquid, paste or powder form that applied in a surface create an opaque film for the purpose to protect, decorate or with another specific technical objective. The Acrylic paint is a water base type, paint group most susceptible to contamination by microorganisms. It is formed by ester monomers of acrylic and methacrylic acids that after polymerization reaction create the polymeric film. They use the paint components as nutrients what cause undesirable changes in your properties and biodeterioration, therefore in order to avoid this, in paints formulation are added some types of biocides that inhibit the growth or eliminates some types of microorganisms. To check those components in industrial samples, tests described in JIS Z 2801 standard, for bactericides, and NBR 14941 standard, for fungicides, were performed.

KEYWORDS: Bactericide, fungicide, paint, biodeterioration.

1 | INTRODUÇÃO

A utilização dos revestimentos para cobertura de superfícies data de épocas muito remotas. Os antigos egípcios e gregos costumavam associar minerais coloridos a polímeros naturais, como cera de abelha, piche e goma arábica, para o preparo de revestimentos com finalidades arquitetônicas. Contudo, foi no início do século XX que sucedeu a evolução das técnicas e tecnologias na produção dos revestimentos e suas matérias-primas (MANO, DRUMOND, 1996).

Com a crescente produção e consumo destes materiais surgiram diversos desafios para a indústria de tintas. Manter a viabilidade e durabilidade dos produtos frente aos diversos fatores ambientais, como luz, calor e umidade, e com isso prevenir das patologias que podem acometer as tintas (FREIRE, 2006).

A contaminação das tintas no interior da embalagem por micro-organismos provoca alterações físico-químicas neste produto como modificação na viscosidade, exalação de mau cheiro e produção de gases (MACHEMER, 1996). Ela também pode ocorrer em pinturas finalizadas provocando degradação da superfície e problemas estéticos (FAZENDA, 2009).

A inclusão dos biocidas na formulação da tinta visa manter sua viabilidade técnica, pois a protege da biodeterioração causada pelos micro-organismos antes e após a aplicação (BACH, RANGEL, 2005).

O objetivo deste estudo foi verificar a eficácia de alguns biocidas aplicados em tintas acrílicas comerciais, quanto à inibição de bactérias e fungos utilizando as metodologias apropriadas descritas em normas brasileiras e, quando não houver especificação dentro do Brasil, normas internacionais.

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

Foram preparadas sete amostras de tinta, como mostrado na Tabela 1. Esta etapa foi realizada pelo fabricante, por se tratar de segredo industrial não foram informadas as dosagens utilizadas nas amostras. Os bactericidas são formados de misturas de isotiazolinonas e semi-acetais, e os fungicidas por derivados nitrogenados de isotiazolinonas.

AMOSTRA	ADITIVO	FUNÇÃO
1	D04	Fungicida
2	D06	Bactericida
3	D12	Bactericida
4	D13	Fungicida
5	D04-D06	Fungicida-Bactericida
6	D12-D13	Fungicida-Bactericida
7 - Branco	Nenhum	Amostra controle

Tabela 1- Amostras preparadas

Os corpos de prova foram confeccionados em papel cartão 240 g/m² com dimensões 3,5±0,2 cm, para o teste dos fungicidas, e 5,0±0,2 cm para o teste de bactericida, e o filme plástico de cobertura do inóculo de 4,0±0,2 cm para o teste de bactericida. As amostras foram aplicadas em duas demãos, a segunda após 24 horas de secagem da primeira, e utilizados após sete dias de secagem.

Os testes dos bactericidas foram realizados seguindo procedimento detalhado na JIS Z 2801:2010 (JSA, 2010). As cepas utilizadas para bactéria Gram positiva foi *Staphylococcus aureus*, ATCC 6538P, e para Gram negativa a *Escherichia coli*, ATCC 8739.

Foram três corpos de prova para cada amostra contendo bactericida e seis corpos de prova para o branco. Realizou-se a inoculação de 0,4 mL de suspensão bacteriana, padronizada de acordo com a norma, sobre os corpos de prova e cobriu-se o inóculo com o filme plástico. Em três corpos de prova do branco procedeu-se a lavagem imediatamente após inoculação e todos os outros corpos de prova foram incubados à (35 ± 2) °C por 24 horas. A lavagem foi realizada em saco tipo *stomacher* estéril com 25 mL de caldo triptona de soja com lecitina e Tween 80. Retirou-se alíquota de 1 mL do caldo após lavagem para realização de diluições sucessivas em tubos contendo 9 mL de salina fisiológica. Retirou-se 1 mL de cada tubo para plaqueamento em placas de petri utilizando Agar padrão de contagem. As placas de Petri foram incubadas à (35 ± 2) °C por 24 horas e realizou-se contagem das colônias formadas nas placas.

As avaliações foram realizadas após conversão das contagens das colônias, em UFC ml⁻¹, para número de bactérias viáveis, em células cm⁻², através da equação A.

$$N = \frac{C \cdot D \cdot V}{A} \quad (\text{A})$$

Onde: N – número de bactérias viáveis por cm² do corpo de prova; C – média da contagem de colônias das placas de Petri; D – Fator de diluição das placas de Petri na contagem; V – volume do caldo de lavagem; A – área da superfície coberta pelo filme.

Para calcular a atividade antimicrobiana utilizou-se a Equação B.

$$R = \left[\log \left(\frac{B}{A} \right) - \log \left(\frac{C}{A} \right) \right] \quad (\text{B})$$

Onde: R – Valor da atividade do bactericida; A – número de bactérias viáveis imediatamente após inoculação nos corpos de prova no branco; B – número de bactérias viáveis nos corpos do branco após 24 h; C – número de bactérias viáveis nos corpos de prova com bactericida após 24 h.

Os testes dos fungicidas foram realizados seguindo procedimento detalhado na NBR 14941 (ABNT, 2011). A cepa de fungo utilizada foi *Aspergillus niger* (ATCC 6275), padronizado em suspensão com 10⁵ esporos mL⁻¹. Adicionou-se, assepticamente, 1 mL da suspensão para cada 100 mL de Agar Sabouraud, homogeneizou-se e foi distribuído

aproximadamente 30 mL do meio inoculado em placas de petri. Após solidificação, o corpo de prova foi colocado sobre o Agar Sabouraud no centro da placa e com a face pintada para cima. Incubou-se sem inverter a placa durante 14 dias, à temperatura de $(28 \pm 2) ^\circ\text{C}$, efetuando avaliações após 7 e 14 dias. Realizou-se ensaio em triplicata.

A avaliação do crescimento do fungo foi realizada através dos critérios expostos na Tabela 02.

NOTA	OBSERVAÇÃO
0	Crescimento não detectado
1	Crescimento em até 10% da superfície do corpo de prova
2	Crescimento entre 11% e 25% da superfície do corpo de prova
3	Crescimento entre 26% e 50% da superfície do corpo de prova
4	Crescimento entre 51% e 75% da superfície do corpo de prova
5	Crescimento superior a 76% da superfície do corpo de prova

Tabela 02: Avaliação de crescimento do fungo sobre corpo de prova.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Bactericida

Na tabela 3 são encontrados os valores médios das contagens das placas para cada uma das amostras contendo bactericidas e do branco imediatamente após inoculação e após 24 horas de incubação

Bactéria	Número de colônias (UFC mL ⁻¹)					
	Branco	Branco/24h	D 06	D 12	D 04/D 06	D 13/D 12
<i>E. Coli</i>	$1,15 \cdot 10^4$	$3,00 \cdot 10^3$	$1,35 \cdot 10^2$	$9,60 \cdot 10^1$	$1,49 \cdot 10^2$	$1,86 \cdot 10^2$
<i>S. Aureus</i>	$9,30 \cdot 10^3$	$5,40 \cdot 10^3$	$5,05 \cdot 10^1$	$8,50 \cdot 10^1$	$2,08 \cdot 10^2$	$1,46 \cdot 10^2$

Tabela 3: Média das contagens de colônias das bactérias.

Com a aplicação de (A) converteu-se os valores das contagens das placas para o número de bactérias viáveis, disponíveis na Tabela 4.

Bactéria	Número de bactérias viáveis (células cm ⁻²)					
	Branco	Branco/24h	D 06	D 12	D 04/D 06	D 13/D 12
<i>E. Coli</i>	$1,80 \cdot 10^4$	$4,69 \cdot 10^3$	$2,11 \cdot 10^2$	$1,50 \cdot 10^2$	$2,33 \cdot 10^2$	$2,91 \cdot 10^2$
<i>S. Aureus</i>	$1,45 \cdot 10^4$	$8,36 \cdot 10^3$	$7,90 \cdot 10^1$	$1,34 \cdot 10^2$	$3,26 \cdot 10^2$	$2,28 \cdot 10^2$

Tabela 4: Valores de número de bactérias viáveis.

A partir dos valores de números de bactérias viáveis aplicou-se (B) para encontrar a atividade antimicrobiana para os biocidas utilizados.

Biocida na amostra	Atividade antimicrobiana	
	<i>Escherichia coli</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>
D 06	1,35	2,03
D 12	1,50	1,80
D04-D06	1,31	1,41
D13-D12	1,21	1,57

Tabela 5: Atividade antimicrobiana dos biocidas empregados nas tintas.

O bactericida o D12 apresentou melhor ação contra a *Escherichia coli*, sendo 10% mais eficaz que o segundo, o bactericida D06, enquanto que o bactericida D06 apresentou-se o melhor contra o *Staphylococcus aureus*, sendo 11,3% mais eficiente que o bactericida D12. Foi percebida uma diminuição da atividade biocida ao combinar bactericida e fungicida em ambos os casos estudados, contudo ambos continuam agindo e desempenhando seu papel na tinta com eficácia.

3.2. Fungicida

As leituras das placas, realizadas com sete e quatorze dias de incubação, registradas como fotografias, foram analisadas seguindo os critérios da Tabela 01. Na Figura 01 encontram-se as placas do teste do branco, sem antifúngico.

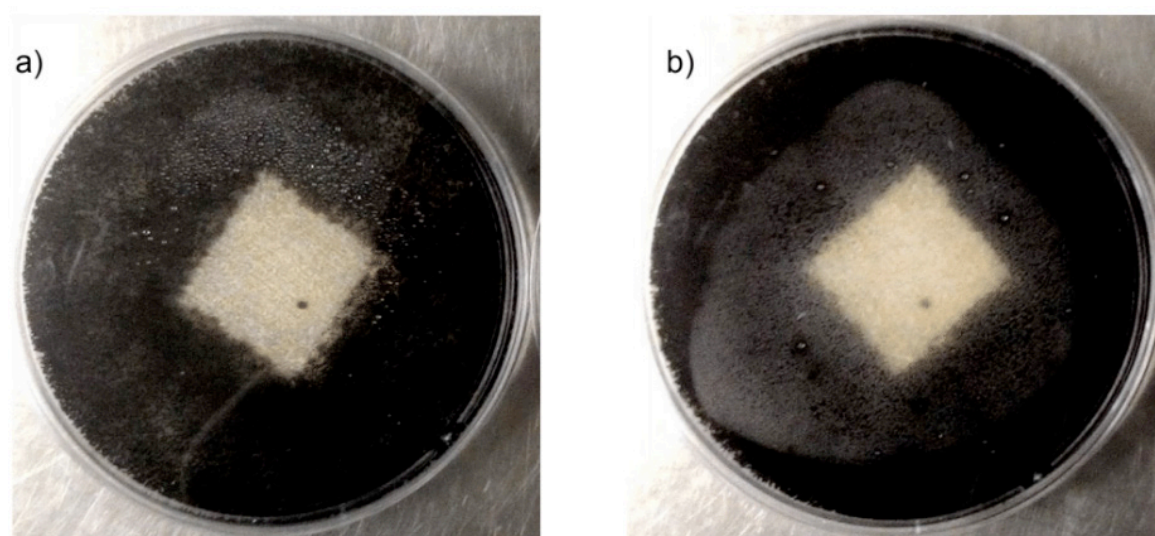


Figura 01: Placas do teste branco com a) 7 dias e b) 14 dias do teste.

Com 7 dias o fungo recobriu aproximadamente 50% de cobertura dos cartões de prova do branco, perfazendo nota 3. Após quatorze dias de incubação houve cobertura de aproximadamente 55% da superfície dos cartões de prova, perfazendo nota 4. A Figura 02 encontram-se as placas do teste com fungicida D13.

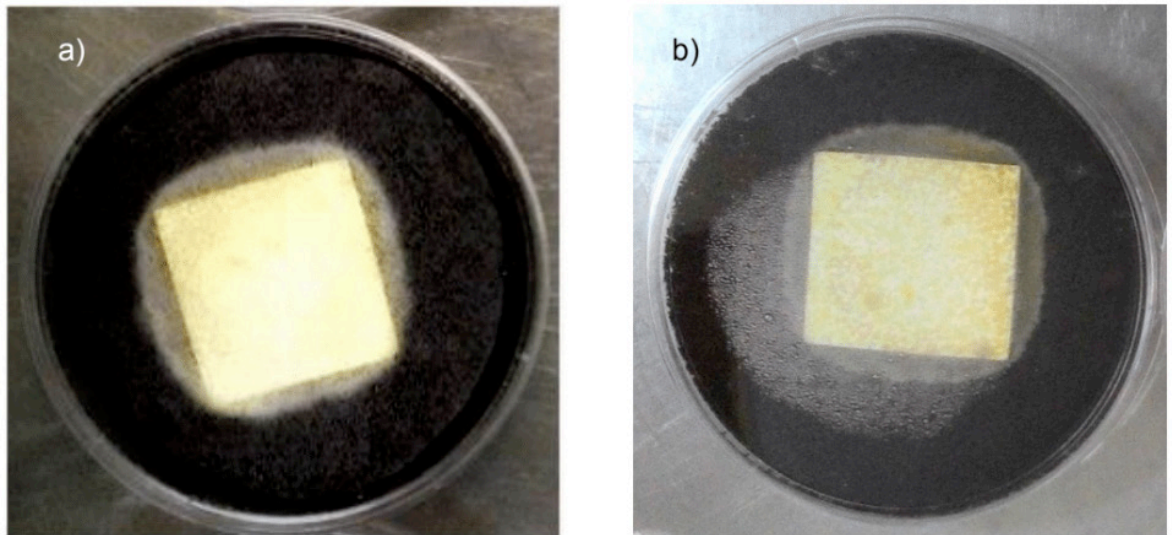


Figura 02: Placas do fungicida D13 com a) 7 dias e b) 14 dias de teste.

Para o fungicida D13 não houve crescimento do fungo sobre o corpo de prova com 7 dias e nem em 14 dias do teste, perfazendo nota 0. Também percebeu-se a formação de halo de inibição ao redor do corpo de prova, contudo este fato não é levado em consideração pela norma utilizada.

Na Figura 03 encontram-se as placas do teste com mistura fungicida/bactericida D13/D12.

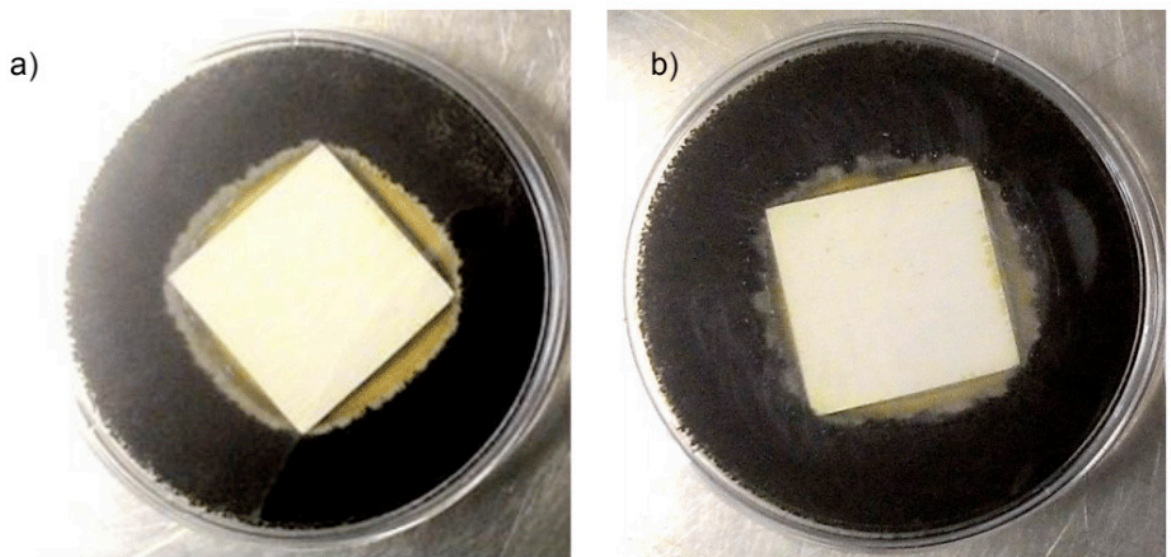


Figura 3: Placas do fungicida/bactericida D13/D12 com a) 7 e b) 14 dias de teste.

Para mistura fungicida/bactericida D13/D12 também não houve crescimento do fungo sobre o corpo de prova com 7 dias e nem em 14 dias do teste, perfazendo nota 0. Também houve a formação de halo de inibição ao redor do corpo de prova.

Na Figura 04 encontram-se as placas do teste com fungicida D04.

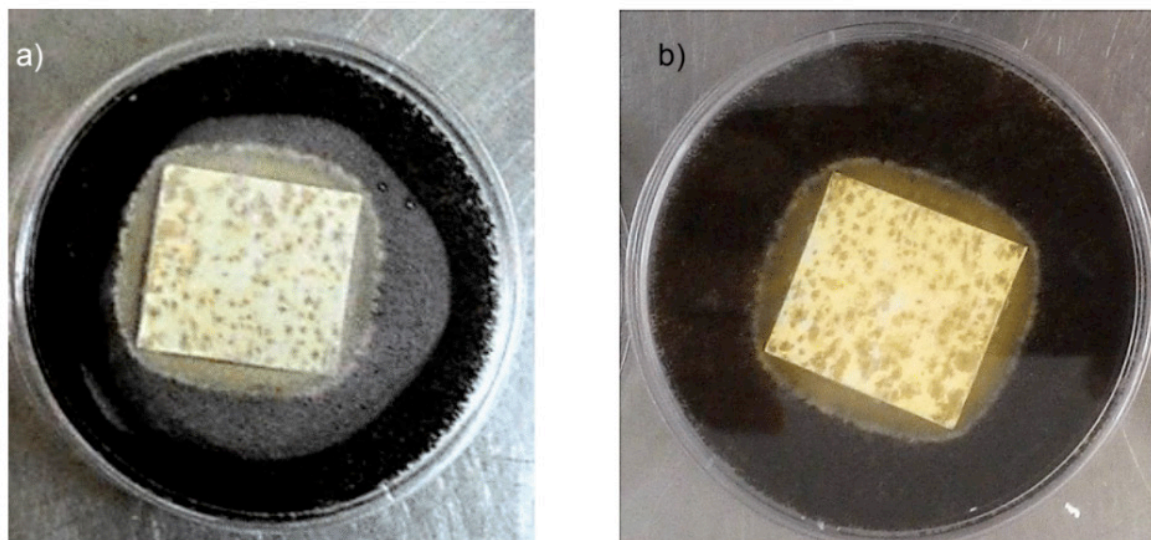


Figura 04: Placas do fungicida D04 com a) 7 dias e b) 14 dias de teste.

Para o fungicida D04 não foi possível confirmar se houve crescimento do fungo com 7 dias e nem em 14 dias do teste, pois houve a formação de manchas sobre o corpo de prova que pode ter sido proveniente do fungo, contudo não foi possível confirmar, sendo o resultado do teste inconclusivo. Neste também houve formação de halo de inibição.

Na Figura 05 encontram-se as placas do teste com mistura fungicida/bactericida D04/D06.

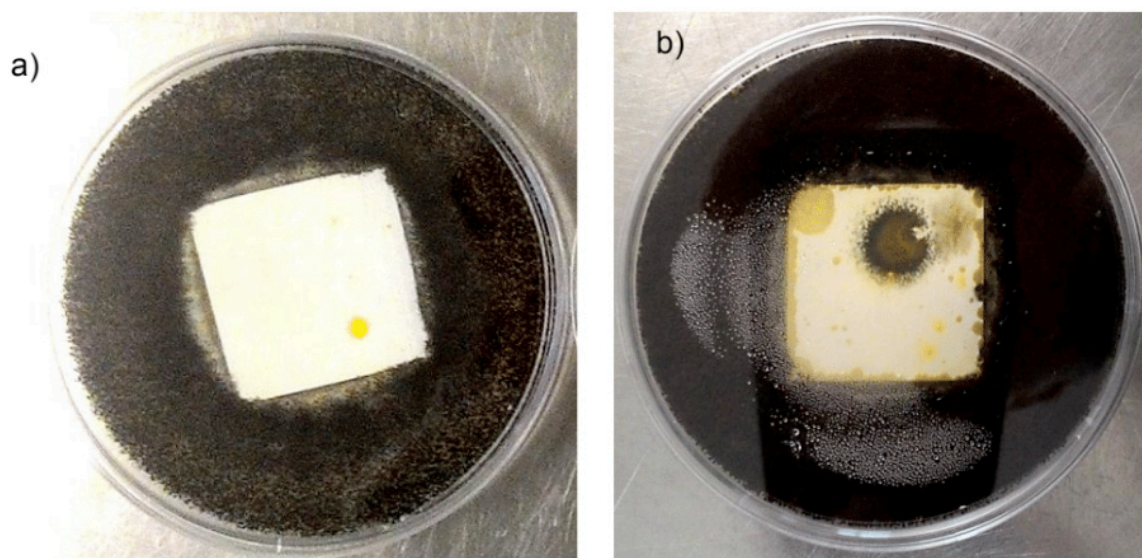


Figura 05: Placas do fungicida/bactericida D04/D06 com a) 7 e b) 14 dias de teste.

Para a associação de biocidas D04/D06 em 7 dias de teste houve crescimento do fungo cobrindo aproximadamente 3% nas extremidades dos corpos de prova, recebendo nota 01 de acordo com a norma. Para 14 dias de teste houve um maior crescimento do fungo cobrindo aproximadamente 15% da sua área total, configurando com a nota 2. Um halo discreto foi percebido com 7 dias de teste, que praticamente

desapareceu após 14 dias.

4 | CONCLUSÕES

Foi verificado que o bactericida D12 foi o mais eficiente na inibição da *Escherichia coli*, seguido pelo bactericida D06 e pelas formulações mistas D04-D06 e D13-D12, nesta ordem. O bactericida D06 apresentou-se mais eficiente na inibição do *Staphylococcus aureus*, seguido pelo bactericida D12 e pelas formulações mistas D13-D12 e D04-D06, nesta ordem. As formulações mistas apresentaram ação bactericida reduzida quando comparados ao bactericida isolado, mas ainda assim foram eficientes no combate às duas bactérias.

Quanto ao fungicida não houve crescimento sobre os corpos de prova com D13 e a formulação mista D13-D12, que receberam nota 0, a melhor nota possível no teste. O fungicida D04 não apresentou resultado conclusivo devido à formação de manchas sobre a superfície do corpo de prova que pode ser ocasionada por crescimento do fungo, contudo para se ter certeza seria necessário a realização de testes complementares. A formulação mista D04-D06 apresentou aproximadamente 15% de cobertura dos corpos de prova, obtendo nota 2 em 14 dias, menor que a obtida pelos fungicidas anteriores, contudo apresentou eficácia satisfatória por apresentar inibição quando comparado com o branco, que obteve nota 4 e teve aproximadamente 55% do corpo de prova coberto pelo fungo.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 14941** :Tintas para construção civil - Método para avaliação de desempenho de tintas para edificações não industriais determinação de resistência de tintas, vernizes e complementos ao crescimento de fungos em placas de Petri sem lixiviação. Rio de Janeiro: ABNT, 2011.

BACH, E. E.; RANGEL, A. R. **Biodeterioração de tintas à base de água por fungos**. São Paulo: Exacta, v.3, p. 79-84, 2005.

FAZENDA, J. M. R. **Tintas**: ciência e tecnologia. 4. ed. São Paulo: Blucher; 2009.

FREIRE, A. A. **O uso de tintas na construção civil**. (Trabalho de conclusão de curso). Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais, 2006.

JAPANESE STANDARDS ASSOCIATION. **JIS Z 2801**: Antimicrobial products - Test for antimicrobial activity and efficacy. Tokyo: JSA, 2000.

MACHEMER, W. **Controlling Biological Contamination in Coatings Manufacturing Processes**. Modern Paint and Coatings, 1989.

MANO, E. B.; DRUMOND, W. S. **Tintas**: Vernizes, lacas, esmaltes e primers. Rio de Janeiro: Revista de Química Industrial, 1996.

ESTUDO DA CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA FIBRA *CALOTROPIS PROCERA* E SUA POTENCIAL APLICAÇÃO NA REMOÇÃO DE HIDROCARBONETOS E DERIVADOS

Anaxmandro Pereira da Silva

Universidade Federal do Rio Grande do Norte,
Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Mecânica
Natal – Rio Grande do Norte

Erick Buonora Tabosa do Egito

Universidade Federal do Rio Grande do Norte,
Departamento de Engenharia de Petróleo
Natal – Rio Grande do Norte

Késia Karina de Oliveira Souto Silva

Universidade Federal do Rio Grande do Norte,
Departamento de Engenharia Têxtil
Natal – Rio Grande do Norte

Rasiah Ladchumananandasivam

Universidade Federal do Rio Grande do Norte,
Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Mecânica
Natal – Rio Grande do Norte

José Heriberto Oliveira do Nascimento

Universidade Federal do Rio Grande do Norte,
Departamento de Engenharia Têxtil
Natal – Rio Grande do Norte

Ana Rita Leandro dos Santos

Instituto Federal de Educação, Ciência e
Tecnologia do Sertão Pernambucano, Campus
Sertão-Petrolina
Petrolina – Pernambuco

RESUMO: Os acidentes ambientais envolvendo derramamento de petróleo e seus derivados

em meios hídricos e solo são comuns e preocupantes, comprometendo a qualidade do meio ambiente. Uma forma econômica e eficiente de remediar estes derramamentos de óleo é o emprego do método de adsorção utilizando fibras naturais ou biomassa. O objetivo deste trabalho foi de investigar a capacidade adsorvente da fibra de *Calotropis Procera* para remoção de hidrocarbonetos através das suas características microestruturais. A *Calotropis Procera*, conhecida também como Flor de seda e Algodão de seda dentre outras alcunhas, é um arbusto rico em látex em sua secreção natural. Embora seja muito pouco pesquisada na área ambiental, as propriedades físico-químicas e microestrutural de sua fibra mostrou uma grande eficiência como um ecomaterial adsorvente para hidrocarbonetos e derivados com significativos níveis de adsorção.

PALAVRAS-CHAVE: Meio Ambiente, Petróleo, Adsorção, Fibras Naturais, *Calotropis Procera*.

ABSTRACT: Environmental accidents involving oil spills and their derivatives in hidric and soil environments are common and worrying, compromising the quality of the environment. One economical and efficient way to remedy these oil spills is to use the adsorption method using natural fibers or biomass. The objective of this work was to investigate the adsorbent capacity of the *Calotropis Procera* fiber for the

removal of hydrocarbons through its microstructural characteristics. *Calotropis Procera*, also known as Silk Flower and Silk Cotton among other nicknames, is a latex-rich shrub in its natural secretion. Although it is very little researched in the environmental area, the physical-chemical and microstructural properties of its fiber showed great efficiency as an adsorbent ecomaterial for hydrocarbons and derivatives with significant levels of adsorption.

KEYWORDS: Environment, Oil, Adsorption, Natural Fibers, *Calotropis Procera*

INTRODUÇÃO

O meio ambiente, nas últimas décadas, tem sido considerado uma das principais preocupações do setor industrial e da sociedade em geral. No caso particular da indústria petrolífera, pelo fato de seus produtos oferecerem alto risco tóxico e contaminante, uma das maiores preocupações relacionadas ao petróleo presente no mar por estas indústrias é com a segurança e vedação dos equipamentos instalados, perfuração de poços, extração, beneficiamento e seu transporte. A fim de evitar acidentes ambientais envolvendo derramamento de óleo e seus derivados em corpos hídricos, a própria indústria do petróleo investe alto em agências de pesquisas e universidades vinculadas visando encontrar soluções para prevenir, se possível, e remediar, quando necessário, catástrofes ambientais que podem acontecer através de grandes vazamentos de petróleo, principalmente quando estes ocorrem em regiões costeiras.

O petróleo é um produto de origem fóssil e não renovável encontrado na natureza, possui alta toxicidade e densidade menor que a da água. Em contato com a água do mar, o petróleo flutua na superfície e suas propriedades atuam degradando ecossistemas em várias etapas. Embora seja um produto de grande importância econômica, por ser uma fonte de energia e matéria-prima para diferentes produtos, este composto químico impacta de forma mais agressiva nos ecossistemas costeiros (SILVA, 2016) compromising the quality to the environment. To rectify these oil spills is the use of sorption method by employing natural fibers and biomass is one form of an economic and efficient way. The objective of this work was to investigate the adsorbent capacity of *Calotropis Procera* fiber for the removal of petroleum oil in a saline water environment, using its microstructural characteristics. These characteristics of the fibers were evaluated using SEM, XRD, XRF, FTIR, fiber density, contact angle and TGA / DSC. The petroleum oil was classified according to its API degree, viscosity and density. Adsorption experiments, under a dynamic system for the times of 30 and 60 seconds and at 100RPM, were carried out. The effluents generated were characterized by the oil and grease content. The results from the fiber characterization analysis, evidenced their properties of hydrophobic, oleophilic, low crystallinity and low density, furthermore, confirming their buoyancy characteristic, and the presence of organic compounds, characterize the fibre being a natural and biodegradable source. The

thermal stability of the fiber was maintained until an approximate temperature of 230°C, occurring significant loss of mass of 50% at a temperature of 330°C. The oil has its API 33° degree, viscosity of 0.0139 Pas (T = 40°C).

As Fibras têxteis são materiais filiformes providos com características de flexibilidade, finura e tamanho de seu comprimento em relação à dimensão transversal máxima, sendo apta para aplicação têxtil. Em seu processo de fabricação, pode ser transformada em fio ou filamento para ser utilizado em fiação, penteação, tecelagem e cardação dentre outras (ARAÚJO; MELO E CASTRO, 1986).

A *Calotropis Procera* é uma planta típica da Ásia, registros remontam sua chegada ao Brasil nos primeiros anos século XX. A *Calotropis Procera* é uma espécie ruderal e veio tipicamente para atuar como planta ornamental, entretanto, devido a seu rápido estabelecimento e adaptação, formando densamentos, foi e é considerada uma planta invasora, podendo ser encontrada atualmente em diversos Estados brasileiros, porém na região nordeste é onde há grandes demandas. Assume o papel dominante por ser capaz de estabelecer-se nos lugares mais improváveis, em condições desfavoráveis, invadindo nichos desocupados nas áreas abandonadas e/ou degradadas física e quimicamente, assumindo um papel de planta indicadora desse tipo de perturbação. Possui acelerado desenvolvimento metabólito, necessitando apenas de 90 dias após semeada para alcançar altura superior à 50 cm e conceber sua primeira floração, atingindo seu ápice como planta adulta e com potencial reprodutivo (FABRICANTE et al., 2013). A planta e fruto da *Calotropis Procera* podem ser visualizadas na Figura 1.



Figura 1 - a) Arbusto, b) Frutos soltando fibras e c) Fruto, fibras e semente.

Fonte: (SILVA, 2016)

Dentre os inúmeros empregos das fibras têxteis naturais e manufaturadas na indústria petrolífera que vão desde a confecção de vestimentas de proteção, calçados, contenção de incêndios, controle de avarias em plataformas e navios petroleiros, acessórios de proteção individual, revestimentos de tubulações até prevenção e remediação de desastres ambientais dentre outros, o que mais se destaca nos estudos recentes está ligado a formas de se remediar com mais eficiência os estragos causados pelos vazamentos do petróleo e seus derivados no meio ambiente (JOHNSON et al.,

MATERIAIS E MÉTODOS

As fibras foram obtidas no Instituto Federal de Pernambuco (IFPE), Campus Sertão-Petrolina e Empresa Brasileira de Pesquisas Agropecuárias (EMBRAPA) em parceria com a Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), separadas manualmente da semente, ficando conforme Figura 2, cortadas e caracterizadas pelo Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) de bancada HITACHI modelo TM 3000, DRX utilizando o equipamento RIGAKU de bancada modelo Miniflex II desktop x-ray diffractometer, Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) no SHIMADZU IRTracer-100 Fourier Transform Infrared Spectrophotometer com o acessório PIKE MIRacle ATR, Espectroscopia de Raios-X por disperso de energia com o NanoSEM - FEI Nova 200 (FEG/SEM); EDAX - Pegasus X4M (EDS/EBSD) em Resolução em alto-vácuo a 1.0 nm a 15 kV (SE), Termogravimetria e Calorimetria Exploratória Diferencial (TG e DSC) pelo STA 449 F3 NETZSCH com ar sintético no arranjo de 30°C à 500°C, densidade da fibra pelo princípio de arquimedes (MAZALI, 2010) e molhabilidade foi medida através do Goniômetro Contact Angle System OCA 10 da dataphysics.



Figura 2 - Fibra de *Calotropis Procera* após beneficiamento.

Fonte: (SILVA, 2016)

Foram feitos ensaios de adsorção em metodologia estática entre a fibra de *Calotropis Procera* e Óleo cru cedido pela Central Resources do Brasil, estação coletora ponta do mel, localizado em Areia Branca, estado do Rio Grande do Norte, caracterizado como leve com grau API 33° e densidade de 0,86 g/cm³, Óleo Diesel de classificação S-10 e o Óleo lubrificante para motores Flex API SM, SAE 10W-30,

obtidos no comércio local na rede BR distribuidora na cidade de Natal, Rio Grande do Norte (PETRÓLEO BRASILEIRO - PETROBRAS, 2012, 2015).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos através das análises de caracterização da fibra evidenciaram nas micrografias a fibra oca pela existência de vazio no seu interior, o difratograma mostrou a característica amorfa da fibra através da baixa cristalinidade em torno de 35,7%, sendo ratificado na FTIR com os picos de absorvância característicos na região de 1423 e 896 cm^{-1} relativas à estrutura cristalina e amorfa da celulose, predominância do carbono em aproximadamente 53% de sua composição pela espectroscopia de Raios-X por dispersão de energia, através análise termogravimétrica apresentou estabilidade térmica até aproximadamente 230°C, característico de fibras celulósicas, perdendo seu percentual de massa até cerca de 420°C onde sua degradação chega ao fim e na calorimetria foram constatados picos endotérmicos até cerca de 230°C e picos exotérmicos até por volta de 460°C, pode se observar a baixa densidade em torno de 0,09 g/cm^3 e ângulo de contato em torno de 154,8°, sendo caracterizada como super hidrofóbica.

Nos ensaios de adsorção, pode se observar na Figura 3 a capacidade média adsortiva da fibra de *Calotropis Procera* em razão ao adsorbato em mais de 42 g/g de petróleo cru, 32 g/g de óleo diesel e 46 g/g de óleo lubrificante.

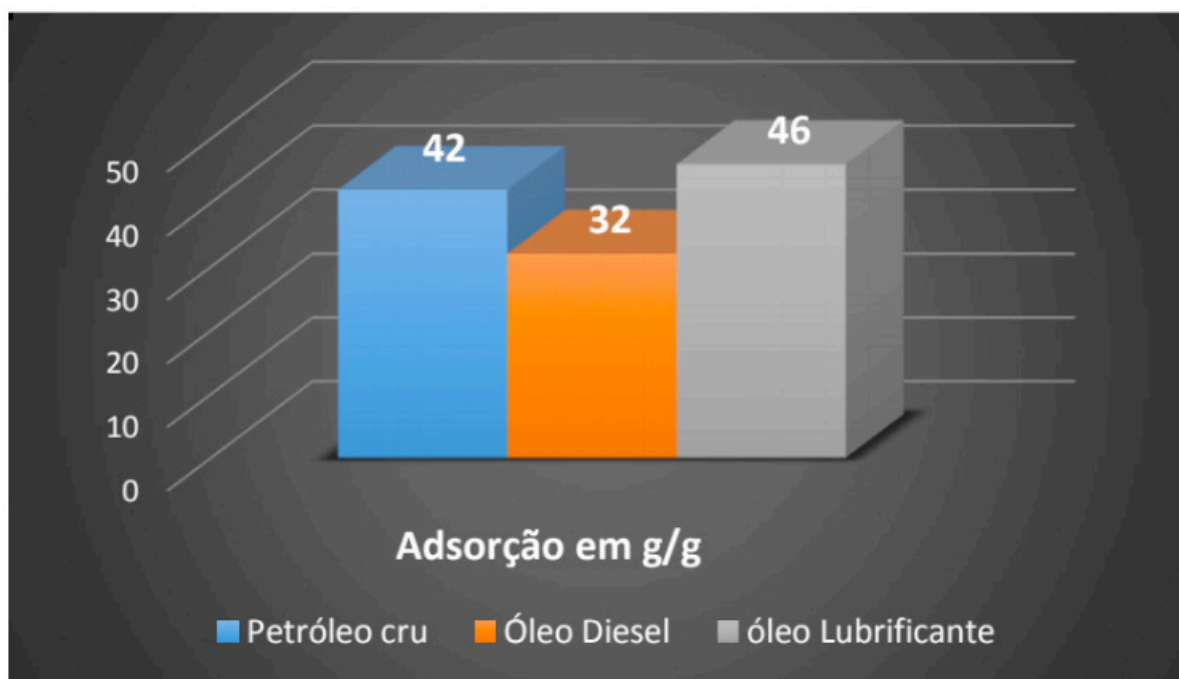


Figura 3 - Gráfico de adsorção da fibra em relação ao petróleo cru, óleo diesel e óleo lubrificante.

Fonte: Autor.

CONCLUSÕES

A fibra *Calotropis Procera* apresentou significativa potencialidade microestrutural em comparação a outras fibras celulósicas e relevante capacidade de adsorção em razões entre 32 e 46 vezes a sua massa, mostrando potencialidade na adsorção de hidrocarbonetos e seus derivados.

AGRADECIMENTOS

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior pelo apoio, a Universidade Federal do Rio Grande do Norte através do programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e seus departamentos de Engenharia Têxtil, Engenharia Petróleo, Física Teórica e Experimental e Engenharia de Materiais no apoio de análises realizadas e Universidade do Minho através do 2C2T e Fibrenamics em partes significativas da investigação da fibra.

REFERÊNCIAS

- ARAÚJO, M. DE; MELO E CASTRO, E. M. **Manual de Engenharia Têxtil**. 1st ed. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1986.
- CANTAGALLO, C.; MILANELLI, J. C. C.; DIAS-BRITO, D. **Limpeza de ambientes costeiros brasileiros contaminados por petróleo: uma revisão**. Pan-American Journal of Aquatic Sciences, v. 2, n. 1, p. 1–12, 2007.
- FABRICANTE, J. R.; OLIVEIRA, M. N. A. DE; SIQUEIRA-FILHO, J. A. DE. **Aspectos da ecologia de *Calotropis procera* (Apocynaceae) em uma área de Caatinga alterada pelas obras do Projeto de Integração do Rio São Francisco em Mauriti, CE**. Rodriguésia-Instituto de Pesquisas Jardim Botânico do Rio de Janeiro, v. 64, n. 3, p. 647–654, 2013.
- JOHNSON, R. F.; MANJREKER, T. G.; HALLIGAN, J. E. **Removal of oil from water surfaces by sorption on unstructured fibers**. Environmental science & technology, v. 7, n. 5, p. 439–43, 1973.
- MAZALI, I. **Determinação da densidade de sólidos pelo método de Arquimedes**. Hipertexto. Disponível em: < <http://lqes.iqm.unicamp...>, v. d, n. 1, p. 1–11, 2010.
- PETRÓLEO BRASILEIRO - PETROBRAS. **Manual Técnico - Diesel S-10**. , p. 1–14, 2012.
- PETRÓLEO BRASILEIRO - PETROBRAS. **Informações Técnicas - Óleo Lubrificante LUBRAX Essencial SM**. , p. 1, 2015.
- SILVA, A. P. **Fibra de *Calotropis Procera*: uma alternativa eficaz na Remoção de hidrocarbonetos de petróleo em meio salino como bioadsorvente**. DISSERTAÇÃO DE MESTRADO, v. 1, p. 110, 2016.
- WU, D.; FANG, L.; QIN, Y.; et al. **Oil sorbents with high sorption capacity, oil/water selectivity and reusability for oil spill cleanup**. Marine Pollution Bulletin, v. 84, n. 1–2, p. 263–267, 2014.
- YAVARI, S.; MALAKAHMAD, A.; SAPARI, N. B. **A Review on Phytoremediation of Crude Oil Spills**. Water, Air, & Soil Pollution, v. 226, n. 8, p. 279, 2015.

AVALIAÇÃO DO POTENCIAL POZOLÂNICO DA MICROSSÍLICA COM ALTO TEOR DE CARBONO: ANÁLISE QUÍMICA, MINERALÓGICA E MECÂNICA

Ruan Landolfo da Silva Ferreira

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRN
Natal – RN

Marcos Alyssandro Soares dos Anjos

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Paraíba
João Pessoa – PB

Andreza Kelly Costa Nóbrega

Universidade Federal Rural do Semi-Árido
Angicos – RN

RESUMO: A utilização de adições minerais contribui para melhoria das propriedades mecânicas e de durabilidade de compósitos cimentícios, tais como concretos e argamassas. Permitem ainda, reduzir a produção do clínquer, o que minimiza o impacto ambiental causado pela produção do cimento e a geração de resíduos industriais. Assim, este artigo visa avaliar a potencialidade da utilização de microssílica de alto teor de carbono como material pozolânico, com base nos requisitos da NBR 12653/2015. As técnicas de fluorescência de raios X (FRX), difração de raios-X (DRX) e resistência à compressão de argamassas de cal e cimento (aos 7 e 28 dias, respectivamente), foram utilizadas para avaliar o potencial pozolânico. Os resultados indicaram que a microssílica de alto teor de carbono possui estrutura amorfa

e elevado percentual de dióxido de silício. Os difratogramas das argamassas indicaram a presença de silicato de cálcio hidratado (C-S-H), justificando as maiores resistências à compressão das argamassas com o material analisado, especialmente quando o cimento foi utilizado como aglomerante. Desta forma, a adição mineral utilizada nesta pesquisa pode ser considerada como um material pozolânico.

PALAVRAS-CHAVE: Adições minerais, atividade pozolânica, microssílica.

ABSTRACT: The use of mineral additives contributes to the improvement of the mechanical and durability properties of cementitious composites, such as concretes and mortars. They also reduce clinker production, which minimizes the environmental impact caused by the production of cement and the generation of industrial waste. Thus, this article aims to evaluate the potential of the use of high carbon silica fume as pozzolanic material, based on the requirements of NBR 12653/2015. X-ray fluorescence (XRF), X-ray diffraction (XRD) and compressive strength of lime and cement mortars (at 7 and 28 days, respectively) were used to evaluate pozzolanic potential. The results indicated that the high carbon silica fume has an amorphous structure and a high percentage of silicon dioxide. The diffractograms of the mortars indicated the presence of calcium

silicate hydrate (C-S-H), justifying the higher compressive strength of the mortars with the analyzed material, especially when the cement was used as a binder. In this way, the mineral addition used in this research can be considered as a pozzolanic material.

KEYWORDS: Mineral additions, pozzolanic activity, silica fume.

1 | INTRODUÇÃO

O consumo dos recursos naturais tem aumentado proporcionalmente ao crescimento urbano e ao desenvolvimento dos setores econômicos. Como resultado, são gerados grandes impactos, muitas vezes irreversíveis, ao meio ambiente.

O alto consumo de energia e de matérias-primas, bem como as elevadas emissões de CO₂ durante a produção do cimento Portland, têm preocupado a sociedade sobre a sustentabilidade do seu uso em concreto (KOTENG; CHEN, 2015), que continua a ser uma força motriz essencial para o desenvolvimento humano (GRIST *et al.*, 2015) em função de sua elevada produção que gira em torno de 2 milhões de toneladas anualmente (SHI; JIMÉNEZ; PALOMO, 2011).

Por outro lado, a produção de 1 tonelada de cimento Portland emite 0,94 toneladas de CO₂, consome mais de 1,5 toneladas de matérias primas e 2,93-6,28GJ (gigajoule) de energia térmica, além de 65 a 141kWh de energia elétrica (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2017; STAFFORD *et al.*, 2016). Estima-se ainda, que são emitidos quase dois bilhões de toneladas de dióxido de carbono por ano, o que representa de 6 a 7% do total de emissões de CO₂ no planeta (SHI; JIMÉNEZ; PALOMO, 2011). Além disso, são consumidos cerca de 10 a 11 EJ (exajoule) de energia por ano, o correspondente a cerca de 2 a 3% do consumo de energia primária global (JUENGER *et al.*, 2011).

O aumento dos custos de combustível, as metas de redução de carbono e a crescente demanda por alternativas mais sustentáveis estão impulsionando os fabricantes de cimento a buscar mudanças e a criação de novas tecnologias e produtos (GRIST *et al.*, 2015).

Com o adequado controle de qualidade, grandes quantidades de muitos resíduos industriais podem ser utilizadas em concretos e argamassas, em forma de adições minerais, proporcionando considerável ganho ambiental e econômico, como a minimização do impacto causado pela emissão de gases poluentes, decorrentes da fabricação do cimento, e redução consumo desordenado dos recursos naturais (KOTENG; CHEN, 2015). À exemplo disto, tem-se a sílica ativa, também chamada de microssílica, que é um subproduto da indústrias de silício metálico e ligas de ferrosilício (MEHTA; MONTEIRO, 2008; NOCHAIYA; WONGKEO; CHAIPANICH, 2010).

A microssílica é constituída por partículas esféricas de dióxido de silício amorfo e é um material altamente reativo (GRIST *et al.*, 2015), podendo melhorar significativamente as propriedades mecânicas e de durabilidade dos materiais cimentícios, dado o seu efeito pozolânico e de empacotamento da mistura (WU; SHI; KHAYAT, 2016).

Além dos aspectos ambientais, a adição de pozolanas em materiais cimentícios, proporciona alguns benefícios, tais como: aumento da durabilidade da estrutura, melhoria das propriedades mecânicas, diminuição do consumo do aglomerante hidráulico por ser um dos insumos de mais alto custo em uma obra e o proporciona um destino adequado aos resíduos, uma vez que grande parte das pozolanas provém de resíduos de processos industriais e cujo destino é o aterro sanitário (CARMO; PORTELLA, 2008).

O uso de microssílica constitui uma argamassa mais homogênea, por reduzir a espessura da zona de transição interfacial, pelo consumo de hidróxido de cálcio. Além de minimizar a retração e o aparecimento de microfissuras, por reduzir o calor das reações de hidratação. A finura das partículas proporciona o preenchimento de vazios, o que torna a argamassa mais compacta devido ao efeito fíler (JAWAHAR *et al.*, 2013).

Neste sentido, o presente trabalho pretende avaliar o efeito da utilização de microssílica com alto teor de carbono como material pozolânico segundo as prescrições da NBR 12653 (ABNT, 2015).

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Materiais

Para o desenvolvimento desta pesquisa foi utilizado cimento CP II F-32, cal hidratada do tipo CH-I, areia normal produzida conforme a NBR 7214 (ABNT, 2015a) e microssílica de alto teor de carbono fornecida pela empresa Elken. Nas Tabelas 1 e 2, verificam-se, respectivamente, as massas específicas e a composição química dos materiais utilizados para produção das argamassas.

Materiais	Massas específicas (g/cm ³)*
CP II F-32	2,93
Cal CH I	2,64
Areia normal	2,62
Microssílica	2,00

Tabela 1. Massas específicas dos materiais utilizados na pesquisa.

* Para os aglomerantes utilizou-se a NBR NM 23 (ABNT, 2001) e para os agregados a NBR NM 52 (ABNT, 2009).

Óxidos	Composição (%)		
	Cimento	Cal	Areia normal
SiO ₂	14,71	0,79	65,50
CaO	68,68	97,66	4,65
Al ₂ O ₃	4,41	0,38	12,10
Fe ₂ O ₃	2,35	0,37	8,99
MgO	2,70	-	0,80

SO ₃	5,48	0,15	-
K ₂ O	1,26	0,48	3,51
Outros	0,41	0,17	2,13

Tabela 2. Composição química por FRX dos materiais utilizados.

2.2. Produção das Argamassas

Para avaliação do índice de atividade pozolânica (IAP), com a cal e com o cimento, formulou-se três argamassas que foram definidas nesse estudo, como argamassa de cal (ARGCAL), argamassa de cimento, sendo uma de referência (ARGCIM-REF) e outra com a microssílica de alto teor de carbono (ARGCIM-M). Moldaram-se, para cada argamassa, seis corpos de prova cilíndricos de 50 mm de diâmetro por 100 mm de altura, de acordo com a NBR 5751 (ABNT, 2015b) e a NBR 5752 (ABNT, 2014). As proporções em massa de cada material são apresentadas na Tabela 3.

Materiais	Quantidade (g)		
	ARGCAL	ARGCIM-REF	ARGCIM-M
Cimento	-	628,0	468,0
Cal	208,0	-	-
Areia normal	1872,0	1872,0	1872,0
Microssílica	315,2	-	156,0
Água	621,4	302,0	302,0
Aditivo superplastificante (SIKAMENT PF 171)	-	-	6,3

Tabela 3. Quantidade, em massa, dos materiais utilizados para confecção das argamassas.

A quantidade de água estabelecida para a ARGCAL corresponde a um índice de consistência de (225 ± 5) mm. Para manter a consistência da ARGCIM-M com uma variação de ± 10 mm em relação a consistência da ARGCIM-REF, foi necessário utilizar um aditivo superplastificante. A dosagem foi de 1,0% sobre o peso do cimento e da adição mineral estudada. Tem-se na literatura (MEHTA; MONTEIRO, 2008) o conhecimento sedimentando de que a microssílica demandada elevadas quantidades de água para a realização da mistura, justificando o uso do aditivo superplastificante.

A mistura das argamassas seguiu as prescrições da NBR 7215 (ABNT, 1997), na qual inicialmente, adiciona na cuba do misturador toda a água e o cimento e, em seguida, adiona a areia normal. No caso da argamassa com a cal, a água foi adicionada gradativamente a fim de se verificar sua consistência, de modo a não ultrapassar os limites estabelecidos pela referida norma.

A cura dos corpos de prova com a cal foi realizada no próprio molde, sendo realizado encamisamento com látex na parte superior, e envolvido com filme plástico transparente. Durante as primeiras 24 horas, os corpos de prova foram mantidos a temperatura de (23 ± 2) °C, contidos em recipiente plástico com água e envolvido

com filme plástico transparente. Durante as 144 horas posteriores, os corpos de prova foram mantidos em cura úmida aquecida a temperatura de 55 °C.

Para os corpos de prova com cimento, a cura nas primeiras 24 horas, também foram nos moldes com proteção em sua superfície. Após esse período, os corpos de prova foram desmoldados e imersos em reservatório com água saturada de cal, durante 28 dias.

2.3. Análise Química por Frx

As análises químicas dos materiais estudados foram realizadas por FRX através do método semiquantitativo e sob atmosfera à vácuo. Para tanto, utilizou-se o equipamento do fabricante SHIMADZU, modelo EDX-720.

2.4. Análise Mineralógica por Drx

Para a análise mineralógica por DRX da microssilica e das argamassas à base de cal e cimento, utilizou-se o equipamento modelo XRD-6000 (SHIMADZU). As amostras foram submetidas às seguintes condições de análise: radiação $\text{K}\alpha$ de um anodo de cobre igual a $1,54056\text{\AA}$, com voltagem de 30 kV e corrente de 30 mA, com ângulo de difração 2θ no intervalo de $5-55^\circ$ com velocidade angular de $5^\circ/\text{min}$ e $0,02^\circ$ de intervalo de amostragem. Após o rompimento dos corpos de prova das argamassas, retirou-se amostras que foram previamente destorroadas com o auxílio de um almofariz de porcelana e, em seguida, submetidas ao peneiramento na peneira 200 ($75\ \mu\text{m}$) para obtenção do material a ser analisado.

2.5. Análise Mecânica

Avaliou-se a resistência à compressão das argamassas com a cal (ARGCAL), aos 7 dias. Os corpos de prova com cimento (ARGCIM-REF e ARGCIM-M), foram avaliados aos 28 dias. Todos os corpos de prova foram secos ao ar e capeados com enxofre. O ensaio foi realizado em prensa universal com carga de compressão a velocidade de $0,25\ \text{MPa/s}$, conforme as recomendações da NBR 7215 (ABNT, 1997).

O IAP, com a cal, é atingido quando a resistência à compressão do composto é maior ou igual a $6,0\ \text{MPa}$. O índice de desempenho com o cimento (IDC) é definido pela razão entre a média das resistências dos corpos de prova moldados com cimento e adição mineral (f_{cB}) e a média das resistências dos corpos de prova moldados, apenas, com cimento (f_{cA}), conforme a Equação 1.

$$IDC = \frac{f_{cB}}{f_{cA}} 100 \quad (1)$$

3 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1. Requisitos Químicos

A composição química da amostra de material pozolânico (microsílica), determinados por FRX, são apresentadas na Tabela 4. A microsíllica apresenta percentuais de SiO_2 , Fe_2O_3 e Al_2O_3 , de 90,33%, 1,21% e 1,10%, respectivamente, cujos valores superam o mínimo estabelecido por norma, que é de 50%. O percentual de SO_3 também satisfaz o valor máximo de 5% exigido, atendendo, assim, às especificações químicas exigidas pela NBR 12653 (ABNT, 2015) para que uma amostra seja considerada material pozolânico pertencente à classe E.

Composição	Teor (%)	Requisitos da NBR 12653: Pozolana Classe E
SiO_2	90,33	
Fe_2O_3	1,21	$\geq 50\%$
Al_2O_3	1,10	
SO_3	0,96	$\leq 5\%$
Na_2O	1,0	$\leq 1,5\%$
K_2O	1,66	-
CaO	0,15	-
Outros	3,59	-

Tabela 4. Composição química por FRX da microsíllica

Além disso, os elevados percentuais de SiO_2 , indicam uma provável atividade pozolânica, visto que elevados teores de sílica são desejáveis em materiais ativos e tem papel importante, pois ao longo do tempo, tem-se reações que formam os silicatos e aluminatos de cálcio hidratados, responsáveis pela resistência mecânica desenvolvida.

3.2. Análise Mineralógica

Com a análise de DRX, pode-se verificar que no difratograma (Figura 1) que as amostras de material pozolânico apresentaram característica amorfa, ausente de picos característicos, o que pode contribuir para que ocorram as reações pozolânicas.

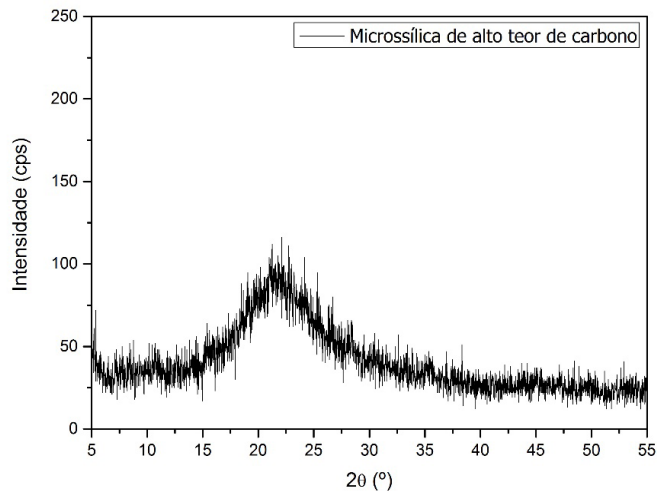


Figura 1. Difratograma da microssílica de alto teor de carbono.

As características que delimitam as adições minerais são de acordo com a sua granulometria (quanto mais finas as partículas, mais reativo será o material), a cristalinidade de origem e o grau de amorfização (quanto mais amorfo, maior a reatividade). Dessa forma, os resultados do DRX mostram, do ponto de vista de estrutura intermolecular, que a microssílica de alto teor de carbono apresenta potencial para que as reações pozolânicas ocorram.

3.3. Requisitos Mecânicos

Os resultados do índice de atividade pozolânica com cal e com o cimento, encontrados para as amostras de material analisado, estão apresentados na Figura 2. As ARGCAL apresentaram resistência média aos 7 dias de 4,42 MPa, sendo inferior a 6,0 MPa, isto é, aos requisitos da NBR 12653 (ABNT, 2015) para que o material analisado seja considerado como pozolânico com a cal.

No difratograma da argamassa de cal com a microssílica de alto teor de carbono (Figura 3) é possível verificar a ausência de picos de portlandita, o que indica a sua provável atividade pozolânica, decorrente da reação com SiO_2 na formação do C-S-H.

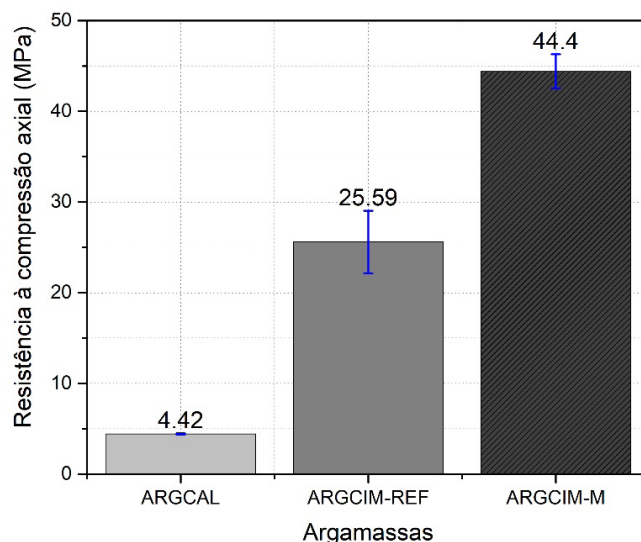


Figura 2. Resistência à compressão axial das argamassas de cal e cimento com a microsilica de alto teor de carbono.

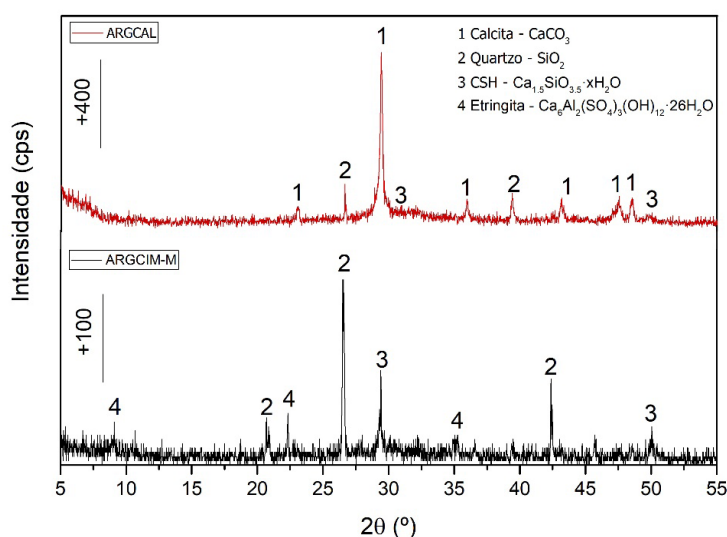


Figura 3: DRX das argamassas de cal (ARGCAL) e cimento (ARGCIM-M) com microsilica.

Deve-se ressaltar que a elevada quantidade de água requerida pela mistura da argamassa de cal com a microsilica, possivelmente, influenciou para a não evolução da resistência mecânica das argamassas. Sabe-se que a adição de microsilica melhora tanto a resistência mecânica como a durabilidade do material. Entretanto, como a sílica é constituída por um alto teor de finos implica numa grande quantidade de água requerida. Dessa forma, esta adição pode ser combinada com outras para amenizar esse efeito na mistura, ou com dosagens específicas de superplastificantes que não interfiram nos resultados finais (NEPOMUCENO; OLIVEIRA; LOPES, 2012).

As resistências médias obtidas pelas ARGCIM-REF foram de 25,59 MPa e de 40,40 MPa para as ARGCIM-M (Figura 2), ressaltando que as amostras que apresentaram desvio relativo máximo superior a 6% foram desconsideradas no cálculo das resistências médias, assim como recomenda a NBR 7215 (ABNT, 1997). Dessa

forma, obteve-se um IDC de 173,5%, sendo significativamente superior ao requerido pela NBR 12653 (ABNT, 2015), que é de no mínimo 90%, o que corrobora com o observado no difratograma da argamassa de cimento com a microssílica (Figura 3), devido a presença dos picos de C-S-H e etringita, responsáveis, respectivamente, pela reação pozolânica e elevada resistência mecânica.

O alto teor de sílica com comportamento amorfo e partículas extremamente finas das adições minerais proporciona melhorias na microestrutura das argamassas. Em razão do refinamento dos poros, a matriz se torna mais densa, o que contribui para a diminuição da porosidade e permeabilidade e, por consequência, fortalece a zona de transição interfacial da matriz, promovendo um ganho na resistência a compressão (SABET; LIBRE; SHEKARCHI, 2013; SHAIKH; SUPIT, 2015; JALAL *et al.*, 2015; ZHAO *et al.*, 2015).

O acréscimo na propriedade mecânica ocorre devido a formação adicional de C-S-H. Durante o processo de hidratação do cimento, o excesso de hidróxido de cálcio reage com a pozolana. No caso da argamassa de referência, como não ocorre esta reação, o acúmulo de hidróxido de cálcio na zona de transição enfraquece as ligações entre a pasta e o agregado, reduzindo assim a resistência mecânica em comparação com a argamassa com substituição de microssílica. Devido a lentidão das reações pozolânicas, tais melhorias tornam-se mais perceptível em idades posteriores (LEUNG *et al.*, 2016).

4 | CONCLUSÕES

Com o objetivo de avaliar a potencialidade pozolânica da microssílica de alto teor de carbono, conclui-se que:

- A microssílica de alto teor de carbono é bastante reativa, especialmente com o cimento, justificada por sua composição química (elevado teor de SiO_2) e mineralógica (perfil amorfo);
- Os resultados obtidos no estado endurecido, por meio das resistências mecânicas, demonstram que a microssílica de alto teor de carbono atinge os parâmetros mínimos para o índice de desempenho com a cal e para o índice de desempenho com o cimento;
- Tais resultados, corroboraram com as micrografias das argamassas de cal e cimento, visto que houve formação de C-S-H.

Dessa forma, obtém-se que a microssílica de alto teor de carbono utilizada nesta pesquisa, atende os requisitos estabelecidos por norma e, portanto, pode ser considerada como um material pozolânico bastante reativo, sobretudo, em misturas com o cimento.

REFERÊNCIAS

- ABNT. NBR 12653: **Materiais pozolânicos — Requisitos**. Rio de Janeiro: ABNT, 2015.
- ABNT. NBR 5751: **Materiais pozolânicos - Determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias**. Rio de Janeiro: ABNT, 2015b.
- ABNT. NBR 5752: **Materiais pozolânicos - Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias**. Rio de Janeiro: ABNT, 2014.
- ABNT. NBR 7214: **Areia normal para ensaio de cimento – Especificação**. Rio de Janeiro: ABNT, 2015a.
- ABNT. NBR 7215: **Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão**. Rio de Janeiro: ABNT, 1997.
- ABNT. NBR NM 23: **Cimento portland e outros materiais em pó - Determinação da massa específica**. Rio de Janeiro: ABNT, 2001.
- ABNT. NM 52: **Agregado miúdo – Determinação de massa específica e massa específica aparente**. Norma Mercosur. Rio de Janeiro, 2009.
- CARMO, J. D.; PORTELLA, K. F. **Estudo comparativo do desempenho mecânico da sílica ativa e do metacaulim como adições químicas minerais em estruturas de concreto**. *Cerâmica*, v. 54, n. 331, p. 309-318, 2008.
- GRIST, E. R. *et al.* **The environmental credentials of hydraulic lime-pozzolan concretes**. *Journal of Cleaner Production*, v. 93, p. 26-37, 2015.
- JALAL, M. *et al.* **Comparative study on effects of Class F fly ash, nano silica and silica fume on properties of high performance self compacting concrete**. *Construction and Building Materials*, v. 94, p. 90-104, 2015.
- JAWAHAR, J. G. *et al.* **Micro and macrolevel properties of fly ash blended self compacting concrete**. *Materials & Design*, v. 46, p. 696-705, 2013.
- JUENGER, M. C. G. *et al.* **Advances in alternative cementitious binders**. *Cement and Concrete Research*, v. 41, n. 12, p. 1232-1243, 2011.
- KOTENG, D. O.; CHEN, C. **Strength development of lime–pozzolana pastes with silica fume and fly ash**. *Construction and Building Materials*, v. 84, p. 294-300, 2015.
- MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais**. 3. ed. São Paulo: IBRACON, 2008.
- NEPOMUCENO, M.; OLIVEIRA, L.; LOPES, S. M. R. **Methodology for mix design of the mortar phase of self-compacting concrete using different mineral additions in binary blends of powders**. *Construction and Building Materials*, v. 26, n. 1, p. 317-326, 2012.
- NOCHAIYA, T.; WONGKEO, W.; CHAIPANICH, A. **Utilization of fly ash with silica fume and properties of Portland cement–fly ash–silica fume concrete**. *Fuel*, v. 89, n. 3, p. 768-774, 2010.
- PACHECO-TORGAL, F. **Criação de startups de alta tecnologia para ambientes construídos com eficiência energética**. *Revisões de Energia Renovável e Sustentável*, v. 71, p. 618-629, 2017.

SABET, F. A.; LIBRE, N. A.; SHEKARCHI, M. **Mechanical and durability properties of self consolidating high performance concrete incorporating natural zeolite, silica fume and fly ash.** Construction and Building Materials, v. 44, p. 175-184, 2013.

SHAIKH, F. U. A.; SUPIT, S. W. M. **Chloride induced corrosion durability of high volume fly ash concretes containing nano particles.** Construction and Building Materials, v. 99, p. 208-225, 2015.

SHI, C.; JIMÉNEZ, A. F.; PALOMO, A. **New cements for the 21st century:** the pursuit of an alternative to Portland cement. Cement and concrete research, v. 41, n. 7, p. 750-763, 2011.

STAFFORD, F. N. *et al.* **Life cycle assessment of the production of Portland cement: a Southern Europe case study.** Journal of Cleaner Production, v. 126, p. 159-165, 2016.

WU, Z.; SHI, C.; KHAYAT, K. H. **Influence of silica fume content on microstructure development and bond to steel fiber in ultra-high strength cement-based materials (UHSC).** Cement and Concrete Composites, v. 71, p. 97-109, 2016.

ZHAO, H. *et al.* **The properties of the self-compacting concrete with fly ash and ground granulated blast furnace slag mineral admixtures.** Journal of Cleaner Production, v. 95, p. 66-74, 2015.

INFLUÊNCIA DA IMPREGNAÇÃO CONTRA DEMANDA BIOLÓGICA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS MADEIRAS DE CEDROARANA (*CEDRELINGA CATENAEFORMIS*)

Andréa de Souza Almeida

Universidade de São Paulo, Ciência e Engenharia de Materiais
São Carlos – São Paulo

Tiago Hendrigo de Almeida

Universidade de São Paulo, Ciência e Engenharia de Materiais
São Carlos – São Paulo

Francisco Antonio Rocco Lahr

Universidade de São Paulo, Engenharia de Estruturas
São Carlos – São Paulo

André Luis Christoforo

Universidade Federal de São Carlos, Estruturas e Construção Civil
São Carlos – São Paulo

RESUMO: As espécies de alta durabilidade natural, e que já eram consagradas no mercado brasileiro, se tornaram escassas após serem consumidas demasiadamente. Como uma solução para os problemas de extinção e de elevação dos preços da madeira, espécies de rápido crescimento estão sendo gradualmente inseridas no mercado através das áreas de certificação brasileiras, as quais visam um manejo de produção sustentável. As espécies de rápido crescimento possuem de média a baixa densidade e são mais suscetíveis ao ataque de organismos xilófagos, sendo necessário o uso

do tratamento preservativo para que se garanta a durabilidade da madeira em serviço. O CCA (Arseniato de Cobre Cromatado) é o preservante mais utilizado no Brasil e é aplicado na madeira através do processo sob pressão, o que poderia aumentar a quantidade de fissuras superficiais na madeira e conseqüentemente diminuir os valores das suas propriedades mecânicas. Este trabalho apresenta uma análise sobre a influência da impregnação contra demanda biológica realizada com CCA nas propriedades mecânicas da madeira de Cedroarana (*Cedrelinga catenaeformis*), mais usual na construção civil e escolhida na tentativa de se cobrir uma das três classes de resistência mais baixas de acordo com o que prescreve a ABNT NBR7190/1997. Para avaliar a influência do preservante CCA nas propriedades mecânicas da espécie (Sem tratamento, CCA), utilizou-se o teste de comparações múltiplas de Tukey, avaliado ao nível de 5% de significância. Pelo teste de Tukey, o preservante CCA não afetou de forma significativa nos valores das propriedades mecânicas das madeiras de Cedroarana.

PALAVRAS-CHAVE: madeiras tropicais; preservação; caracterização; propriedades físico-mecânicas.

ABSTRACT: The species of high natural durability, which were already consecrated in the Brazilian market, became scarce after

being consumed too much. As a solution to the problems of extinction and rising wood prices, fast-growing species are being gradually introduced into the market through the Brazilian certification areas, which aim at sustainable production management. The fast growing species have medium to low density and are more susceptible to the attack of xylophagous organisms, being necessary the use of the preservative treatment to ensure the durability of the wood in service. CCA is the most used preservative in Brazil and is applied to wood by the process under pressure, which could increase the amount of surface cracks in the wood and consequently decrease the values of its mechanical properties. This work presents an analysis of the influence of the impregnation against biological demand realized with CCA on the mechanical properties of Cedroarana wood (*Cedrelinga catenaeformis*), which is more common in civil construction and is chosen in order to cover one of the three lower resistance classes according to which it prescribes ABNT NBR7190/1997. In order to evaluate the influence of the CCA preservative on the mechanical properties of the species (No treatment, CCA), Tukey's multiple comparisons test was evaluated at a 5% level of significance. By the Tukey test, the CCA preservative did not significantly affect the values of the mechanical properties of the Cedroarana wood.

KEYWORDS: tropical woods; preservation; characterization; physical-mechanical properties.

1 | INTRODUÇÃO

A madeira é o material de origem biológica mais conhecido e empregado em setores como os de construção civil, rural, ferroviário, indústria de papel, móveis e entre outros (DIAS, 2000; KLOCK, 2005; DUARTE, 2017). Detentora das melhores propriedades de isolamento térmico, a madeira chega a ser cinco vezes melhor que o concreto, dez vezes melhor que o tijolo e trezentos e cinquenta vezes melhor que o aço. Portanto, além de utilizar menos energia na sua fabricação e construção, as propriedades da madeira melhoram o desempenho energético ao longo da vida útil de um edifício (ZERBINI, 2014).

Destacada como um dos melhores materiais para a construção de estruturas por apresentar alta relação entre a resistência mecânica e a densidade (CALIL JR; DIAS, 1997; VIDAL et al., 2015), a aplicação da madeira ainda pode ser significativamente ampliada na construção civil no Brasil. Isto pode ser alcançado com a adoção de providências para retardar o processo de deterioração da madeira em serviço, pois é um material natural que possui fibras hidrofílicas, o que favorece a retenção de umidade e a proliferação de fungos, bactérias e insetos que dela se alimentam (FERRARINI et al., 2012).

Os organismos que se alimentam da madeira e que a utilizam como fonte de habitação são denominados xilófagos e causam a biodeterioração da madeira, comprometendo as suas características físico-mecânicas. Para proteger a madeira

contra esses organismos biológicos, a madeira deve passar pelo processo de tratamento preservativo, denominado também de tratamento químico da madeira (PINHEIRO, 2001; SOUZA; DEMENIGHI, 2017).

Os tratamentos conservantes da madeira são realizados em usinas de preservação e visam proteger a madeira contra agentes físico-químicos, como intempéries, e biológicos. No referido processo, há a introdução de produtos químicos hidrossolúveis na madeira, tóxicos aos organismos xilófagos (REMADE, 2017). Assim, a vida útil da madeira em serviço é prolongada e faz com que ela se equipare, ou até supere, em qualidade outros materiais de construção como o concreto e o aço.

Os preservativos utilizados nos tratamentos devem possuir algumas propriedades como ser tóxicos somente aos organismos xilófagos, permitir penetração profunda e uniforme na madeira, ser resistentes à lixiviação e principalmente não devem alterar os valores das propriedades físicas e mecânicas das madeiras (FLORIAN, 2011).

O CCA (Arseniato de Cobre Cromatado) é o produto mais utilizado nas usinas de preservação de madeiras no Brasil, onde a madeira tratada é aplicada na produção de mourões (62%), postes (30%), dormentes (5%) e para construção civil (3%) (SILVA, 2006; FERRARINI et al., 2012). A impregnação da madeira com CCA, o qual é um preservativo hidrossolúvel, deve ser feita exclusivamente por processos preservativos a vácuo e pressão (ARAUJO; MAGALHÃES; OLIVEIRA, 2012).

As espécies que já eram consagradas no mercado brasileiro foram demasiadamente utilizadas mesmo com a grande disponibilização de madeiras tropicais no Brasil. Grande parte dessas espécies foi explorada sem visar os meios de produção sustentáveis, acarretando na diminuição da disponibilidade do material no mercado brasileiro (PAES; MORESCHI; LELLES, 2005; SILVA; CAIXETA FILHO, 2015; LOPES et al., 2017).

Como uma solução para os problemas de extinção e de elevação dos preços da madeira no mercado brasileiro, espécies de rápido crescimento estão sendo gradualmente inseridas no mercado através das áreas de certificação brasileiras, as quais visam um manejo de produção sustentável. Estas novas espécies possuem de média a baixa densidade e são mais suscetíveis ao ataque de organismos xilófagos, sendo necessário o uso do tratamento preservativo para que se garanta a durabilidade da madeira em serviço (VIDAL et al., 2015).

Neste contexto, onde milhares de espécies ainda não foram classificadas na Floresta Amazônica brasileira (STEEGE et al., 2016) e que carece de informações tecnológicas sobre as espécies de rápido crescimento, este trabalho apresenta uma análise sobre a influência da impregnação contra demanda biológica realizada com CCA sob o método sob pressão, o qual em tese poderia ocasionar fissuras superficiais e levar a diminuição dos valores das propriedades das madeiras, nas propriedades de resistência mecânica da espécie *Cedrelinga catenaeformis* (C30). Caso se confirme esta influência, será necessária a adoção de um novo coeficiente de modificação das resistências no dimensionamento de elementos estruturais de madeira tendo como

base os requisitos da ABNT NBR 7190 (1997): Projetos de estruturas de madeira.

2 | MATERIAL E MÉTODOS

Neste trabalho, foram analisadas amostras de madeiras da espécie *Cedrelinga catenaeformis*, mais conhecida como Cedroarana (C30). Esta é uma das espécies tropicais mais usuais na construção civil brasileira e foi escolhida na tentativa de se cobrir uma das três classes de resistência mais baixas, de acordo com o que prescreve a ABNT NBR7190/1997, a qual divide as madeiras em classes de resistência com o objetivo de empregar madeiras com propriedades padronizadas, auxiliando na escolha do tipo de madeira para a elaboração de projetos estruturais. Potencialmente, espécies desta classe apresentam maior porosidade e tendem a receber melhor o tratamento preservante.



Figura 1 - Madeira de Cedroarana.

Fonte: Autoria própria.

A Cedroarana (*Cedrelinga catenaeformis*) é uma árvore de grande porte, e sua maior ocorrência é no Amazonas, Acre e Pará, dentre esses estados o último é o de maior ocorrência. Possui resistência moderada ao ataque de fungos apodrecedores e cupins. O cerne e alburno são difíceis de tratar com produtos preservativos hidrossolúveis, mesmo quando tratado sob pressão (IPT, 2017).

Segundo Moreschi (2013), o CCA é empregado em três tipos de formulações diferentes (tipos A, B e C), todas as formulações contém cerca de 19% em base ao óxido de cobre (CuO) e se diferem em relação aos teores de cromo e arsênico. A Tabela 1 mostra a composição dos três tipos de CCA.

Componente	Tipo A	Tipo B	Tipo C
Cromo como	65,5	35,3	47,5
Cobre como CuO	18,1	19,6	18,5
Arsênico como	16,4	45,1	34,0

Tabela 1 - Composição do CCA (%).

Fonte: Adaptado MORESCHI (2013).

As amostras de madeiras utilizadas para a realização deste trabalho foram tratadas com CCA-A em forma de óxido através do sistema vácuo-pressão em autoclave na empresa FERRARI TRATAMENTO DE MADEIRAS em São Carlos – SP. Todos os

ensaios foram realizados no Laboratório de Madeiras e de Estruturas de Madeira (LaMEM), do Departamento de Engenharia de Estruturas, Escola de Engenharia de São Carlos (EESC), Universidade de São Paulo (USP).

As amostras de madeira foram retiradas para os ensaios a partir do seguinte modelo a fim de garantir a menor variabilidade das propriedades:



Figura 2 - Retirada das amostras para os ensaios.

Fonte: A autoria própria.

Ao todo foram 12 peças de Cedroarana e de cada uma das duas partes (CCA-A, Sem tratamento) foram obtidos os corpos-de-prova para a determinação das propriedades estudadas, atendendo às recomendações do Anexo B, da ABNT NBR 7190.

As propriedades mecânicas das madeiras de Cedroarana foram determinadas conforme recomenda o Anexo B “Determinação das propriedades das madeiras para projeto de estruturas” do documento normativo NBR 7190/1997: Projeto de Estruturas de madeira, da Associação Brasileira de Normas Técnicas. Para a realização dos ensaios mecânicos foi utilizada a máquina universal de ensaios AMSLER com capacidade de 25 toneladas, somente os ensaios de tenacidade foram realizados em máquina específica.



(a)

(b)

Figura 3 – Máquinas de ensaios mecânicos; (a) Máquina universal de ensaios (AMSLER); (b) Máquina de tenacidade.

Fonte: A autoria própria.

Primeiramente, realizaram-se os ensaios mecânicos da espécie sem tratamento, e posteriormente, foram realizados os ensaios mecânicos da espécie com o tratamento preservativo a base do produto hidrossolúvel CCA tipo A. Os resultados das propriedades de resistência e rigidez foram corrigidos para umidade padrão de referência de 12%, como estabelecido pela ABNT NBR 7190/97.

Na Tabela 2 são apresentadas as propriedades mecânicas investigadas das amostras sem tratamento preservante (Ref) e com tratamento preservante a base de CCA, cabendo destacar que foram fabricados 12 corpos-de-prova por tipo de ensaio e por condição experimental investigada (sem tratamento, tratamento com CCA), o que resultou em 240 determinações ao todo.

Sigla	Propriedade
f_{c0}	Resistência na compressão paralela às fibras
f_{c90}	Resistência na compressão perpendicular às fibras
f_{t0}	Resistência na tração paralela às fibras
f_{t90}	Resistência na tração perpendicular às fibras
f_M	Resistência à flexão
f_{H0}	Dureza na direção paralela às fibras
f_{H90}	Dureza na direção perpendicular às fibras
f_{v0}	Resistência ao cisalhamento na direção paralela às fibras
f_{fend}	Resistência ao fendilhamento
W	Tenacidade

Tabela 2 - Propriedades avaliadas.

Fonte: Autoria própria.

A influência do fator tratamento [Tr] (sem - Ref, CCA) nas propriedades mecânicas da madeira de Cedroarana foi avaliada com o uso do teste de Tukey, ao nível de 5% de significância. Do teste de Tukey:

- **A** denota a condição experimental de maior valor médio da propriedade;
- **B** denota a condição experimental associada ao segundo maior valor médio e assim sucessivamente;
- Letras iguais implicam em tratamentos com médias estatisticamente equivalentes.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Tabela 3 são apresentados os valores médios, os coeficientes de variação (Cv) e os resultados do teste de Tukey para as propriedades investigadas para a espécie *Cedrelinga catenaeformis* (Cedroarana).

Propriedades	Ref.		Com CCA	
	\bar{x}	Cv (%)	\bar{x}	Cv (%)
f_{c0} (MPa)	41.36 A	15.49	41.41 A	11.50
f_{c90} (MPa)	4.54 A	7.86	4.69 A	8.73
f_{t0} (MPa)	67.20 A	30.16	73.20 A	35.58
f_{t90} (MPa)	4.35 A	23.55	4.22 A	16.64
f_M (MPa)	71.43 A	34.13	77.14 A	14.04
f_v (MPa)	10.44 A	21.21	11.28 A	9.85
f_{fe} (MPa)	0.51 B	16.77	0.65 A	27.76
f_{H0} (MPa)	508.98 A	29.43	583.47 A	25.56
f_{H90} (MPa)	346.06 A	29.67	372.58 A	45.77
W (N.m)	62.85 A	49.34	69.31 A	23.81

Tabela 3 - Valores médios experimentais, coeficientes de variação (Cv) e resultados do teste de Tukey para os valores de resistência para a espécie *Cedrelinga catenaeformis* (Cedroarana).

Fonte: Autoria própria.

A ABNT NBR 7190 (1997) estipula valores limites de CV de 18% para as resistências na compressão e na tração paralela às fibras e de 28% para a resistência ao fendilhamento para que a caracterização seja dada como adequada. Apenas a resistência na tração paralela às fibras excedeu a esse limite.

Tendo em vista que os valores limites estipulados pela norma se constituem em média dos resultados que foram analisados através dos lotes disponíveis na época, é perfeitamente possível que se tenham valores superiores a ele (e inferiores) sem que os lotes sejam descartados. Nesse caso, na prática é indicada apenas uma conversa com o engenheiro calculista da estrutura, pois o valor do CV obtidos para o lote deve ser usado na estimativa dos valores de cálculo.

Pelo teste de Tukey, o preservante CCA não afetou de maneira significativa nos valores das resistências mecânicas das madeiras de Cedroarana, apenas a resistência ao fendilhamento teve seu valor aumentado significativamente pelo tratamento. O que tornam as propriedades da madeira de Cedroarana sem tratamento e com tratamento CCA estatisticamente equivalentes.

Segundo Terezo et al. (2005), há diversas pesquisas que abordam os efeitos dos tratamentos preservantes hidrossolúveis nas propriedades mecânicas de madeiras do hemisfério norte. Tais efeitos podem estar relacionados diretamente a fatores como o pré-tratamento, tratamento e pós-tratamento, e seus respectivos fatores de processo como: espécies; propriedade mecânica; imunizante industrial ou do tipo químico; retenção; secagem; tamanho e classe do material e etc. Os efeitos da secagem em estufa de pós-tratamento, principalmente à elevada temperatura, e dos conservantes químicos hidrossolúveis tem repetidamente se mostrados críticos na avaliação da influência do tratamento nas propriedades mecânicas.

O assunto é pioneiro quando se trata de espécies de madeiras tropicais brasileiras. Foram consultadas diversas bases de dados, revistas eletrônicas, bibliotecas e redes

sociais como ResearchGate, Engeneering Village e Googlee Acadêmico, porém não foram encontradas pesquisas que abordassem a caracterização completa da madeira de Cedroarana e possíveis perdas nos valores das propriedades físico-mecânicas da espécie devido ao tratamento conservante.

4 | CONCLUSÕES

Conclui-se que o preservante químico hidrossolúvel CCA tipo A, incorporado nas madeiras através do método sob pressão, não reduziu os valores das propriedades de resistência mecânica da espécie *Cedrelinga catenaeformis*. No caso da resistência ao fendilhamento chegou até a aumentar significativamente o valor da propriedade. Assim, pode-se afirmar que o método de tratamento sob pressão *não induziu a formação de eventuais fissuras* superficiais nas madeiras, ou seja, quando realizado corretamente esse tratamento não provoca dano estrutural.

Como não foi confirmada a influência, não será necessária a adoção de um novo coeficiente de modificação das resistências no dimensionamento de elementos estruturais de madeira tendo como base os requisitos da ABNT NBR 7190 (1997).

Para um maior entendimento do tema e por sua extrema importância para o ramo da engenharia estrutural, tornam-se necessários maiores estudos com mais espécies para cada classe de resistência definida pela ABNT NBR 7190 (1997) analisando vários tipos de tratamentos químicos, pois se podem atingir diferentes níveis de impregnação e reações químicas de fixação dentro de cada espécie, com o intuito de obter resultados mais precisos.

AGRADECIMENTOS

Portodo apoio prestado, os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Nível Superior (CAPES).

REFERÊNCIAS

ARAUJO, Henrique José Borges de; MAGALHÃES, Washington Luiz Esteves; OLIVEIRA, Luís Cláudio de. **Durabilidade de madeira de eucalipto citriodora (*Corymbia citriodora* (Hook.) K.D. Hill & L.A.S. Johnson) tratada com CCA em ambiente amazônico.** *Acta Amazonica*, Manaus, v. 42, n. 1, p.49-58, mar. 2012.

CALIL JR, Carlito; DIAS, Antonio Alves. **Utilização da madeira em construções rurais.** *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, Campina Grande, v. 1, p.71-77, 1997.

DIAS, Fabricio Moura. **A densidade aparente como estimador de propriedades de resistência e rigidez da madeira.** Dissertação de mestrado – Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2000.

DUARTE, Bárbara Branquinho. **Influência de componentes químicos em propriedades mecânicas da madeira.** 119 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2017.

FERRARINI, Suzana Frighetto et al. **Classificação de resíduos de madeira tratada com preservativos de madeira tratada à base de arseniato de cobre cromatado e boro/flúor.** *Química Nova*, Porto Alegre, v. 35, n. 9, p.1767-1771, jun. 2012.

FLORIAN, Alexandre. **Preservativos de madeira e suas características.** *Revista da Madeira*, ed. 127, UNB, março 2011. Disponível em: <<http://www.remade.com.br/revista-madeira>>. Acesso em: 10 jul. 2017.

GEISSE, M.E. 2006. Tratamento de madeira de reflorestamento em autoclave. *Revista da Madeira*, 100: 96-99.

INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLÓGICAS – IPT (2017). **Informações sobre madeiras.** Disponível em:< http://www.ipt.br/consultas_online/informacoes_sobre_madeira/busca> Acesso em: 05 de jul. 2017.

KLOCK, U et al. **Química da madeira.** 3.ed. Curitiba: UFPR, 2005.

LOPES, Dercílio Junior Verly et al. **Influências do Diâmetro e Umidade da Madeira na Qualidade do Tratamento Preservativo.** *Floresta e Ambiente*, [s.l.], v. 24, e20160207, 12 set. 2017. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/2179-8087.020716>.

MORESCHI, João Carlos. (2013). **Biodegradação e Preservação da Madeira “Preservativos de Madeira”.** Apostila Curso de Pós-Graduação em Engenharia Florestal – UFPR, vol. 2, Curitiba. 33p. Disponível em: <http://www.madeira.ufpr.br/disciplinasmoreschi/PRESERVATIVOS%20DE%20MADEIRA.pdf>. Acesso em: 05 de jul. 2017.

PAES, Juarez Benigno; MORESCHI, João Carlos; LELLES, José Gabriel de. **Avaliação do tratamento preservativo de moirões de Eucalyptus viminalis Lab. e de bracinga (Mimosa scabrella Benth.) pelo método de substituição da seiva.** *Ciência Florestal*, [s.l.], v. 15, n. 1, p.75-86, 30 mar. 2005. Universidad Federal de Santa Maria. <http://dx.doi.org/10.5902/198050981825>.

PINHEIRO, Roberto Vasconcelos. **Influência da preservação contra demanda biológica em propriedades de resistência e de elasticidade da madeira.** 162 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Civil: Estruturas, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2001.

REMADE. <http://www.remade.com.br/>. Acesso em: 30 de junho de 2017.

SILVA, Rodrigo Peixoto da.; CAIXETA FILHO, José Vicente. **Minimização dos Custos de Transporte para Exportação de Madeira da Amazônia Legal.** *Revista de Administração e Negócios da Amazônia*, [s.l.], v. 7, n. 1, p.103-125, 30 abr. 2015. *Revista de Administração e Negócios da Amazonia*. <http://dx.doi.org/10.18361/2176-8366/rara.v7n1p103-125>.

SILVA, José de Castro. (2006). **Madeira preservada: impactos ambientais.** *Revista da Madeira*, Caixias do Sul. Disponível em:< <http://www.remade.com.br> > . Acesso em: 04 jul.2017.

SOUZA, Rodrigo Vargas; DEMENIGHI, Alexandra Lima. **Tratamentos preservantes naturais de madeiras de floresta plantada para a construção civil.** *Mix Sustentável*, Florianópolis, v. 3, n. 1, p.84-92, mar. 2017.

STEEGE, Hans Ter et al. **The discovery of the Amazonian tree flora with an updated checklist of all known tree taxa.** *Scientific Reports*, [s.l.], v. 6, n. 1, p.1-15, 13 jul. 2016. Springer Nature. <http://dx.doi.org/10.1038/srep29549>.

TEREZO, Rodrigo Figueiredo *et al.* **Influências de preservantes hidrossolúveis na resistência mecânica da madeira**, *Revista da Madeira*, n. 89, Abr. 2005. Disponível em: <http://www.remade.com.br/br/revistadamadeira_materia.php?num=737>. Acesso em: 10 jun. 2018.

VIDAL, Jackson Marcelo et al. **Preservação de madeiras no Brasil: histórico, cenário atual e tendências**. *Ciência Florestal*, Santa Maria, v. 25, n. 1, p.257-271, jan-mar. 2015.

ZERBINI, Fabíola. **Cenário da Madeira no Brasil FSC (2012-2013)**. São Paulo: Fsc Brasil, 2014.

ESTUDO DE TRATAMENTO DE ÁGUA EM EFLUENTES REFRATÁRIOS POR PROCESSO FENTON PARA DEGRADAÇÃO E MINERALIZAÇÃO DESSES COMPOSTOS EM REATOR DE ESCALA LABORATORIAL MODELO PARR

Camila Freire Berenguer

Universidade Federal de Pernambuco
Recife-Pernambuco

Yana Batista Brandão

Universidade Federal Rural de Pernambuco –
Unidade Cabo de Santo Agostinho
Cabo de Santo Agostinho - Pernambuco

Mohand Benachour

Universidade Federal de Pernambuco –
Departamento de Engenharia Química
Recife - Pernambuco

RESUMO: O objetivo deste trabalho é quantificar o efeito da Temperatura (T), da Razão Molar Estequiométrica Fenol/Peróxido de Hidrogênio (R), da Vazão de Ar (Q_{AR}) e do pH do efluente no tratamento por Processo de Oxidação Avançada (POA) de um efluente líquido contendo o composto orgânico sintético (fenol). Neste processo, o peróxido de hidrogênio foi utilizado como fonte de radical hidroxila, eficaz na degradação do composto orgânico. Os estudos experimentais foram realizados em um reator batelada em escala laboratorial, modelo tipo PARR, tendo um efluente fenólico sintético com uma concentração inicial (C_{F0}) de 500 mg.L⁻¹. A degradação do fenol foi acompanhada com o uso da técnica analítica da Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE) e a mineralização do composto foi monitorada

com um analisador de Carbono Orgânico Total (COT). Uma degradação do fenol superior a 99% e uma conversão do COT superior a 70% foram obtidas, respectivamente, nas condições otimizadas do processo (T=90°C; R=100%, pH=7 e $Q_{AR}=100$ NL.h⁻¹).

PALAVRAS-CHAVE: Fenol, POA, COT, CLAE.

ABSTRACT: The objective of this work is to quantify the effect of Temperature (T), Stoichiometric Molar Ratio Phenol / Hydrogen Peroxide (R), Air Flow (Q_{AR}) and pH of the effluent in the Advanced Oxidation Process (AOP) treatment of a liquid effluent containing the synthetic organic compound (phenol). In this process, hydrogen peroxide was used as a source of hydroxyl radical, effective in the degradation of the organic compound. The experimental studies were carried out in a laboratory-scale batch reactor, model type PARR, having a synthetic phenolic effluent with an initial concentration (C_{F0}) of 500 mg.L⁻¹. The degradation of phenol was monitored using the analytical technique of High Performance Liquid Chromatography (HPLC) and the mineralization of the compound was monitored with a Total Organic Carbon Analyzer (TOC). A degradation of the phenol above 99% and a conversion of the TOC greater than 70% were respectively obtained under the optimum operating conditions of the process (T=90 °C, R=100%, pH=7 and

$Q_{AR}=100 \text{ NL.h}^{-1}$).

KEYWORDS: Phenol, AOP, TOC, HPLC.

1 | INTRODUÇÃO

O termo “efluente” é usado para caracterizar os despejos líquidos provenientes das indústrias, esgotos e nas estações pluviais capazes de contaminar o meio ambiente de acordo com o Conselho Nacional do Meio Ambiente – CONAMA (CONAMA, 2011). Atualmente, mesmo com tantas precauções e ações por parte dos órgãos responsáveis e até mesmo da população, em favor do meio ambiente, tem sido observado que as indústrias ainda costumam desprender subprodutos tóxicos, não tratados, diretamente em rios, mares, solos e ar. A toxicidade destes compostos na água, por exemplo, tem tido bastante relevância, devido às suas concentrações que, em níveis de mg.L^{-1} , podem afetar o meio ambiente aquático, por exemplo, com consequências nefastas para a flora e a fauna (BRANDÃO, 2012). Os rejeitos mais observados são os compostos orgânicos devido à sua remoção no meio ambiente, sendo um grande desafio tecnológico, pois, inúmeras vezes, tecnologias de tratamentos convencionais não são capazes de solucionar o problema de forma eficiente. Por este motivo tem crescido tanto a busca por tecnologias efetivas para destruí-los (RODRIGUES *et al.*, 2010).

Os métodos de tratamento de efluentes industriais convencionais podem ser divididos em dois grupos: métodos baseados na transferência de fase e outros, chamados processos oxidativos, baseados na destruição de poluentes. Entre os métodos de transferência de fase, tem-se: o biológico, físico e químico. O processo biológico geralmente é tratado com bactérias, as quais podem ser aeróbicas e anaeróbicas que se destaca pela sua aplicação na maioria dos casos, entretanto, para resíduos concentrados, este se torna inadequado. Adicionalmente, os efluentes líquidos podem conter componentes que sejam não biodegradáveis ou tóxicos para os microrganismos devido à natureza dos poluentes ou à sua presença em altas concentrações, acima de 500 mg.L^{-1} . No processo físico pode ocorrer a decantação ou a filtração, embora o problema muitas vezes persista. Já o processo químico divide-se em: incineração e eletroquímica, onde numa interação destes, encontra-se o Processo Oxidativo Avançado (POA), em que pode ocorrer por fotocatalise ou ozonificação. A incineração é uma alternativa ao tratamento biológico, todavia seu uso encontra-se limitado quando a Demanda Química de Oxigênio (DQO) é baixa, abaixo 200 g.L^{-1} , devido à quantidade de energia requerida (BRANDÃO *et al.*, 2010).

Os POA são processos de oxidação que geram radicais hidroxila ($\cdot\text{OH}$), os quais são espécies altamente oxidantes, em quantidade suficiente para provocar a mineralização da matéria orgânica em dióxido de carbono, água e íons inorgânicos. Esses processos dividem-se em sistemas homogêneos e heterogêneos. Os sistemas

homogêneos não existem na presença de catalisadores na forma sólida. A degradação do poluente orgânico pode ser efetuada por duas técnicas: fotólise direta com ultravioleta, onde a luz é a única fonte capaz de produzir a destruição do poluente. Esta, geralmente, possui uma eficiência baixa, assim, na maioria das vezes é usada para quantificar a contribuição de fotólise da matéria orgânica; e, a geração de radical hidroxila, que tem alto poder oxidante, tempo de vida curta e é responsável pela oxidação dos compostos orgânicos. A sua geração pode ocorrer devido à presença de oxidantes fortes, como peróxido de hidrogênio e ozônio, combinados ou não com irradiação. Os sistemas heterogêneos diferenciam-se dos homogêneos devido à presença dos catalisadores semicondutores, substâncias que aumentam a velocidade da reação para se atingir o equilíbrio químico sem sofrer alteração química. O processo fenton consiste na formação de radicais hidroxilas, altamente oxidantes, a partir de uma mistura de íons ferro com o reagente peróxido de hidrogênio. Este processo vem sendo bastante explorado nos últimos anos e tem-se mostrado muito eficiente no tratamento de efluentes contaminados, sendo considerado um POA (CASTRO; FARIA, 2001).

Este trabalho tem como objetivo estudar o uso de um POA no tratamento de um efluente sintético contendo fenol, a fim de determinar a degradação do fenol e a conversão do Carbono Orgânico Total (COT). Os estudos experimentais foram realizados, para avaliar o efeito da Temperatura (T), da Razão Molar Estequiométrica Fenol/Peróxido de Hidrogênio (R), do pH e da Vazão de Ar (Q_{AR}) sobre a etapa de degradação do fenol utilizando o método da Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE) e da conversão do COT utilizando um analisador de COT.

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Reator de Bancada tipo PARR

O reator de bancada PARR foi utilizado na oxidação das amostras do efluente fenólico. O reator PARR encontra-se no Laboratório de Processos Catalíticos (LPC) no Departamento de Engenharia Química (DEQ) da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE). Para cada um dos 28 experimentos realizados, foi preparado um efluente contendo fenol com uma concentração aproximada de 500 mg.L^{-1} , a fim de avaliar o efeito dos parâmetros operacionais sobre a eficiência do processo. O volume do efluente preparado para todos os experimentos foi de 1,3 L. O controle do pH do efluente foi realizado com o auxílio de um pH-metro, adicionando ácido ou base a solução até atingir o pH desejado para realizar a análise. Após preparar o efluente sintético, o composto fenólico foi adicionado no reator PARR. O controle da temperatura do efluente foi monitorado no painel de controle do reator, onde também se pode controlar a rotação do agitador e a pressão do sistema, sendo utilizada a pressão

atmosférica. Após estabilizar a temperatura do efluente foi coletada uma amostra e em seguida adicionado o peróxido de hidrogênio ao efluente e ajustado a vazão de ar, dando início ao processo de degradação do fenol e da conversão do COT ao longo do tempo operacional. O efluente restante foi então diluído, quando necessário, em níveis de concentração, conforme a resolução ambiental de descarte nº 430 de 2011 do CONAMA (CONAMA, 2011). As análises quantitativas dos níveis de concentração de descarte do resíduo de fenol e intermediários são realizadas através da técnica de CLAE, imediatamente após coleta e resfriamento da amostra. A Figura 1 mostra um esquema sucinto do reator utilizado nos ensaios com a oxidação do efluente orgânico fenólico. Em todos os ensaios experimentais de oxidação do fenol, totalizando 28, foram coletadas amostras ao longo do tempo operacional, sendo observada uma mudança na coloração até atingir cor praticamente preta, dependendo do nível de degradação da amostra, evidenciando que ocorreu de fato a oxidação do fenol. Em seguida, as amostras foram resfriadas, filtradas (papel de filtro de 2 µm) e posterior medidas do valor de pH e analisadas por técnicas de COT e CLAE.

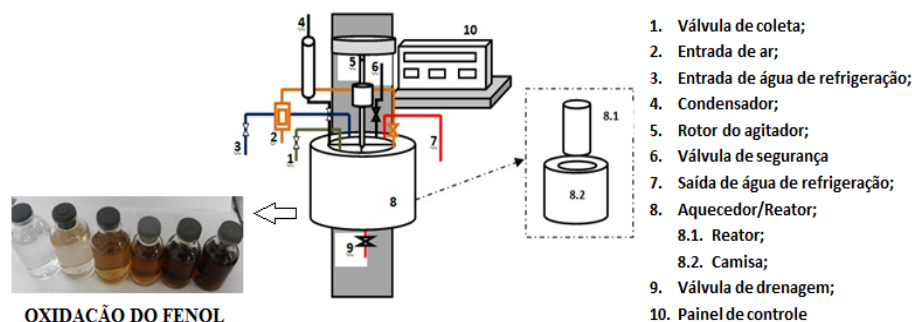


Figura 1 – Esquema sucinto do reator tipo PARR e a oxidação do efluente fenólico.

2.2 Métodos Analíticos

Cromatografia líquida de alta eficiência: Para análise cromatográfica da concentração residual do fenol, as amostras foram analisadas no Cromatógrafo CLAE (modelo LC 20AT – Shimadzu), com detecção UV-VIS, degaseificador (DGU 20As), módulo (CBM 20A), forno (CTO-20A) com sistema integrado de aquisição de dados, utilizando uma coluna (M)/(C-18) de 25 cm. O modo de eluição foi o isocrático, temperatura do forno (35°C), volume de injeção (20 µL), composição da fase móvel (10% metanol e 90% água/ácido fosfórico com um pH ajustado para 2,2), vazão da fase móvel (0,75 mL.min⁻¹) e comprimento de onda do detector UV de 270 nm para identificar o fenol. Os reagentes utilizados foram: fenol (99% P.A., marca DINÂMICA), metanol UV/HPLC (98,5% P.A., marca DINÂMICA) e ácido fosfórico UV/HPLC (85% P.A., marca DINÂMICA).

Analizador de carbono orgânico total: As determinações de Carbono Orgânico Total (COT) foram realizadas com um Analizador de COT (modelo COT-V_{CSH}, Shimadzu), para analisar quantitativamente. O COT é a subtração entre o teor de Carbono Total

(CT) e Carbono Inorgânico (CI) (FONSECA *et al.*, 2006).

3 | RESULTADOS PARCIAIS

Neste tópico serão apresentados os resultados obtidos nas duas etapas do estudo do processo oxidação avançada do fenol em reator de batelada laboratorial. A primeira etapa trata da curva de calibração do fenol, para a análise das concentrações destes compostos por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE). A segunda etapa analisa o efeito das quatro variáveis utilizadas no processo (pH, temperatura, razão molar fenol/H₂O₂, vazão de ar), visando identificar o efeito de cada uma delas sobre a degradação do fenol e a conversão do COT.

3.1 Primeira Etapa: Curva de Calibração e análise de linearidade

Para se obter a curva de calibração foram preparadas amostras nas faixas entre 2 a 70 mg.L⁻¹ (menor faixa) e entre 80 a 500 mg.L⁻¹ (maior faixa), de fenol, sendo posteriormente analisadas no comprimento de onda de 270 nm pelo método CLAE.

A análise de linearidade da curva de calibração de fenol foi realizada através de uma regressão linear e do cálculo da variável explicada (R²). As Figura 2 e 3 apresentam as curvas analíticas relacionando a área para as Concentrações do Fenol (C_F) que variam entre 2 a 80 mg.L⁻¹ e entre 80 a 500 mg.L⁻¹, respectivamente. Conforme pode ser verificado, o valor do R² foi superior a 0,99, Figura 2 e Figura 3, de acordo com os padrões exigidos pelo INMETRO (INMETRO, 2010).

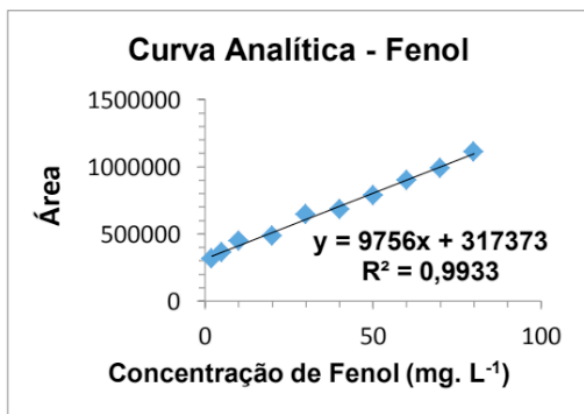


Figura 2: Curva analítica para o composto orgânico (fenol). C_F = 2 a 80 mg.L⁻¹.

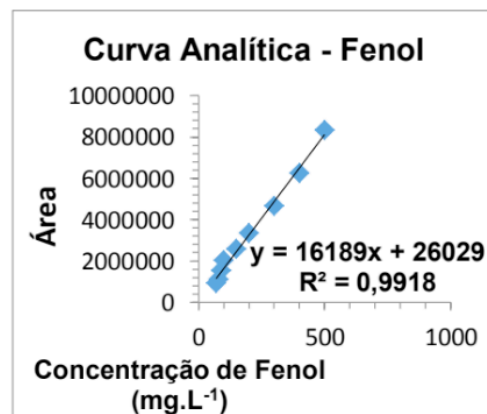


Figura 3: Curva analítica para o composto orgânico (fenol). C_F = 80 a 500 mg.L⁻¹.

3.2 Segunda Etapa: Planejamento Fatorial Completo

Nesta segunda etapa do trabalho foi utilizado um planejamento experimental do tipo DCCR (Delineamento Composto Central Rotacional), com quatro variáveis estudadas: Temperatura (T), Razão Molar Fenol/Peróxido de Hidrogênio (R), potencial Hidrogeniônico (pH) do efluente e vazão de ar (Q_{AR}). A Tabela 1 apresenta os valores dos níveis das variáveis utilizadas no planejamento DCCR.

Fatores	Nível (-2)	Nível (-1)	Ponto Central (0)	Nível (+1)	Nível (+2)
pH	3 4		7	10	11
Temperatura (°C)	50	60	70	80	90
Razão fenol/H ₂ O ₂ (%)	0	25	50	75	100
Vazão de Ar (NL h ⁻¹)	0	50	100	150	200

Tabela 1 – Variáveis operacionais do processo oxidativo avançado.

A Tabela 2 apresenta a matriz do planejamento com os resultados obtidos para a degradação do fenol (X_{DF}) e a conversão do Carbono Orgânico Total - COT (X_{COT}).

E*	pH	T (°C)	R (%)	Q _{AR} (NL.h ⁻¹)	X _{DF} (%)	X _{COT} (%)	E*	pH	T (°C)	R (%)	Q _{AR} (NL.h ⁻¹)	X _{DF} (%)	X _{COT} (%)
1	-1	-1	-1	-1	63,7	5,8	15	+1	+1	+1	-1	21,8	9,8
2	-1	-1	-1	+1	62,2	2,8	16	+1	+1	+1	+1	37,8	17,3
3	-1	-1	+1	-1	62,9	10,5	17	0	0	0	0	83,1	15
4	-1	-1	+1	+1	43,8	6,3	18	0	0	0	0	82,8	14,9
5	-1	+1	-1	-1	68,3	7	19	0	0	0	0	82,1	13,5
6	-1	+1	-1	+1	62,2	13,6	20	0	0	0	0	84	15,2
7	-1	+1	+1	-1	81,4	21,1	21	-2	0	0	0	11,8	5,4
8	-1	+1	+1	+1	97,3	28,6	22	+2	0	0	0	15,2	3,1
9	+1	-1	-1	-1	2,9	1,3	23	0	-2	0	0	42,1	5,2
10	+1	-1	-1	+1	9,6	2,5	24	0	+2	0	0	91,2	22,2
11	+1	-1	+1	-1	11,9	3,5	25	0	0	-2	0	2,2	4,8
12	+1	-1	+1	+1	46,2	5,7	26	0	0	+2	0	81,2	17,8
13	+1	+1	-1	-1	13,5	4,7	27	0	0	0	-2	27,2	2,7
14	+1	+1	-1	+1	16,6	11,4	28	0	0	0	+2	60,8	17,8

Tabela 2 – Matriz do planejamento e média da degradação do fenol e conversão do COT.

E*: Ensaios

3.3 Estudo da conversão do COT

A Tabela 3 exibe a repercussão dos fatores aplicados no processamento. Para as variáveis “(1)pH (L), (1)pH (Q), (2)Temp (L), (3) R (L), (4) Q (L), (4) Q (Q)” e suas interações “1L x 2L, 1L x 3L, 1L x 4L, 2L x 3L, 2L x 4L” o p-valor são menores que $\alpha = 0,05$, apresentando significância sobre os modelos de regressão.

As significâncias dos efeitos principais e das interações das variáveis para o planejamento em relação à degradação do fenol e conversão do COT estão representadas na Figura 4, no Gráfico de Pareto, onde (L) representa a parte linear e (Q) a parte quadrática do modelo. Os valores que ultrapassam a linha $p=0,05$ são aqueles que foram significativos para o intervalo de confiança de 95%.

Fatores	Efeitos	Erro Padrão	t (11) (Calc.)	p-valor	Estimativas por intervalo (95% de confiança)	
Média	13,98862	0,374121	37,3906	0,000042	12,79800	15,17924
(1)pH (L)	-4,35341	0,351296	-12,3924	0,001132	-5,47139	-3,23543
pH (Q)	-8,27734	0,530727	-15,5962	0,000573	-9,96635	-6,58833
(2)T (°C) (L)	9,09167	0,317105	28,6708	0,000093	8,08250	10,10084
T (°C) (Q)	0,38480	0,307831	1,2500	0,299919	-0,59486	1,36445
(3) R (%) (L)	6,64167	0,317105	20,9447	0,000238	5,63250	7,65084
R (%) (Q)	-0,81520	0,307831	-2,6482	0,077112	-1,79486	0,16445
(4)Q (L h ⁻¹) (L)	4,55833	0,317105	14,3748	0,000730	3,54916	5,56750
Q (L h ⁻¹) (Q)	-1,34020	0,307831	-4,3537	0,022387	-2,31986	-0,36055
1L x 2L	-1,83750	0,388373	-4,7313	0,017896	-3,07348	-0,60152
1L x 3L	-2,61250	0,388373	-6,7268	0,006707	-3,84848	-1,37652
1L x 4L	1,33750	0,388373	3,4439	0,041120	0,10152	2,57348
2L x 3L	3,31250	0,388373	8,5292	0,003386	2,07652	4,54848
2L x 4L	4,01250	0,388373	10,3316	0,001934	2,77652	5,24848
3L x 4L	0,18750	0,388373	0,4828	0,662288	-1,04848	1,42348

Tabela 3 - Estimativa dos efeitos para todas as variáveis e suas interações.

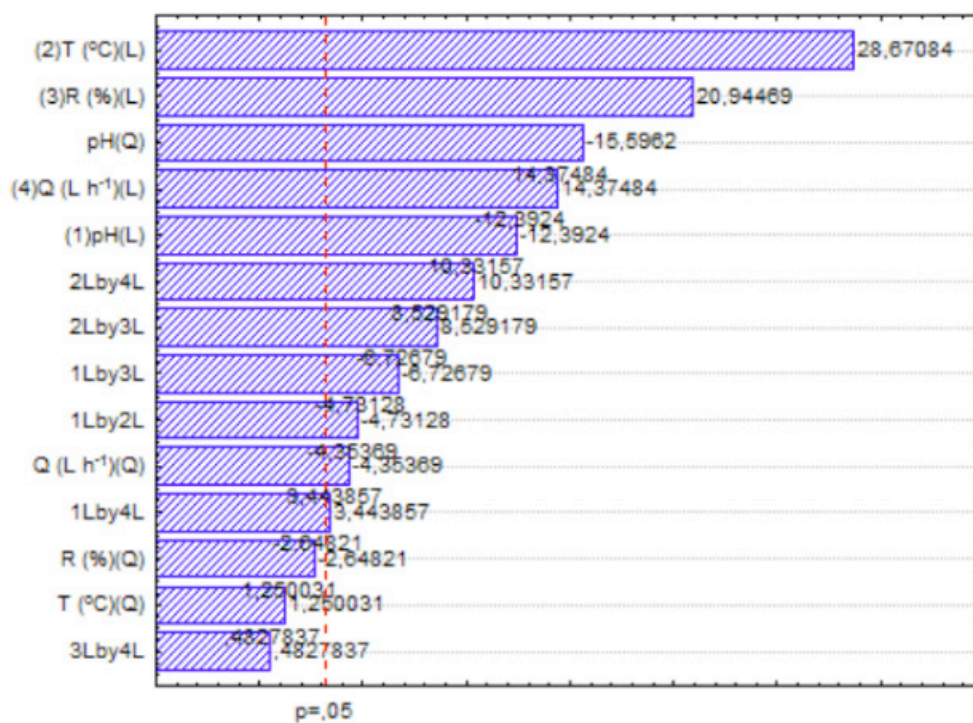


Figura 4 – Gráfico de Pareto do planejamento fatorial do tipo DCCR para X_{COT}

Na Tabela 4 estão apresentados os coeficientes de regressão, de acordo com as variáveis codificadas do planejamento experimental. A regressão foi utilizada para prever o valor da conversão do COT a partir dos valores dos fatores (pH, temperatura, razão molar fenol/H₂O₂, vazão de ar).

Fatores	Efeitos	Erro Padrão	t (11) (Calc.)	p-valor	Estimativas por intervalo (95% de confiança)	
Média	-7,70050	9,497837	-0,8108	0,476850	-37,9269	22,52586
(1)pH (L)	8,28111	0,642372	12,8915	0,001007	6,2368	10,32543
pH (Q)	-0,45985	0,029485	-15,5962	0,000573	-0,5537	-0,36602
(2)T (°C) (L)	-0,33290	0,227494	-1,4633	0,239570	-1,0569	0,39109
T (°C) (Q)	0,00192	0,001539	1,2500	0,299919	-0,0030	0,00682
(3) R (%) (L)	-0,15128	0,064597	-2,3419	0,101043	-0,3569	0,05429
R (%) (Q)	-0,00065	0,000246	-2,6482	0,077112	-0,0014	0,00013
(4)Q (L h ⁻¹) (L)	-0,21664	0,032299	-6,7074	0,006762	-0,3194	-0,11385
Q (L h ⁻¹) (Q)	-0,00027	0,000062	-4,3537	0,022387	-0,0005	-0,00007
1L x 2L	-0,03063	0,006473	-4,7313	0,017896	-0,0512	-0,01003
1L x 3L	-0,01742	0,002589	-6,7268	0,006707	-0,0257	-0,00918
1L x 4L	0,00446	0,001295	3,4439	0,041120	0,0003	0,00858
2L x 3L	0,00663	0,000777	8,5292	0,003386	0,0042	0,00910
2L x 4L	0,00401	0,000388	10,3316	0,001934	0,0028	0,00525
3L x 4L	0,00008	0,000155	0,4828	0,662288	-0,0004	0,00057

Tabela 4 - Coeficientes de regressão para a conversão do COT.

A Figura 5 representa o ajuste realizado entre os valores observados (experimentais) e os valores preditos (simulados). Nesta, foi observado que os pontos estão bem distribuídos ao longo da linha de tendência.

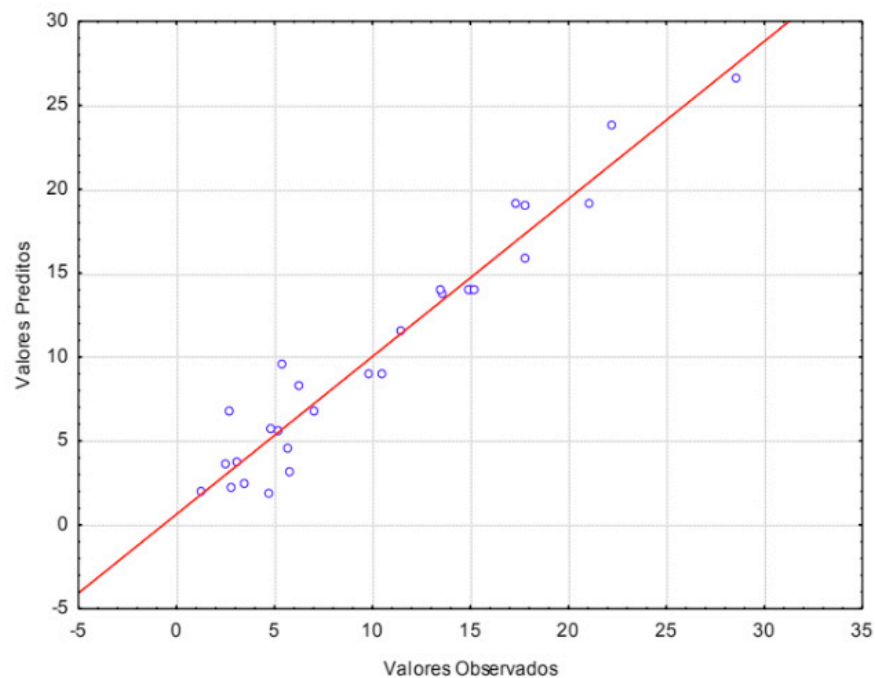


Figura 5 – Valores observados versus valores preditos pelo modelo para a conversão do COT.

A Equação 1 apresenta o modelo matemático para a conversão do COT em função dos coeficientes de regressão demonstrados na Tabela 4.

$$\begin{aligned}
Y_{\text{COT}} (\%) = & -7,70050 + 8,28111(\text{pH}) - 0,45985(\text{pH}^2) - 0,33290(\text{T}) + \\
& 0,00192(\text{T}^2) - 0,15128(\text{R}) - 0,00065(\text{R}^2) - 0,21664(\text{Q}) - 0,00027(\text{Q}^2) \\
& - 0,03063(\text{pH})(\text{T}) - 0,01742(\text{pH})(\text{R}) + 0,00446(\text{pH})(\text{Q}) + 0,00663(\text{T}) \\
& (\text{R}) + 0,00401(\text{T})(\text{Q}) + 0,00008(\text{R})(\text{Q})
\end{aligned}
\tag{1}$$

Apenas a temperatura (T) e a razão molar (R), respectivamente quadrática (Q), e, a interação entre a razão molar (R) e a vazão de ar (Q_{AR}), respectivamente Linear (L), não foram significativas para a conversão de COT.

A Figura 6 representa a superfície de resposta para a relação entre a Temperatura e o pH sobre a conversão do COT. Pode-se notar que para valores de pH 7 e temperaturas de 90°C a conversão do COT apresenta valores próximos a 20%.

A Figura 7 representa a superfície de resposta para a interação entre a razão molar fenol/ H_2O_2 e o pH sobre a conversão do COT. Nesta, pode ser observado que para valores de pH 7 e uma razão molar fenol/ H_2O_2 de 100% a conversão do COT apresenta valores próximos a 20%.

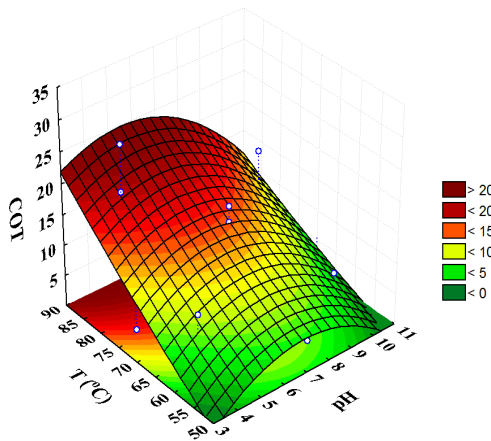


Figura 6 – Superfície de resposta do pH e T para a conversão do COT. R=50% e Q=100 (NL.h⁻¹).

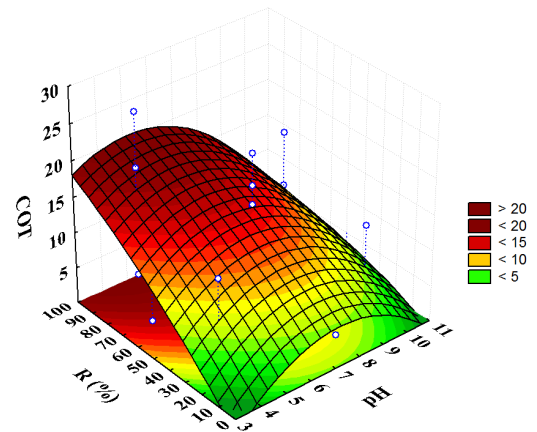


Figura 7 – Superfície de resposta do pH e R para a conversão do COT. R=50% e Q=100 (NL.h⁻¹).

A Figura 8 representa a superfície de resposta para a interação entre a vazão de ar e o pH sobre a conversão do COT. Nesta, pode ser observado que para valores de pH 7, e vazão de ar acima de 100 NL.h⁻¹, a conversão do COT obtêm valores próximos a 15%.

A Figura 9 representa a superfície de resposta para a interação entre a temperatura e a razão molar fenol/ H_2O_2 sobre a conversão do COT. Nesta, pode ser observado que para altos valores de temperatura e de razão molar fenol/ H_2O_2 observa-se uma melhor conversão do COT atingindo valores próximos a 35%.

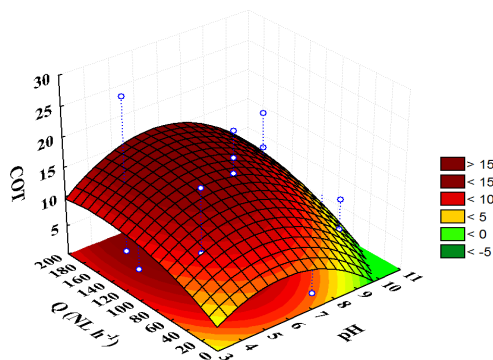


Figura 8 – Superfície de resposta do pH e Q_{AR} para a conversão do COT. $T=70^{\circ}\text{C}$ e $R=50\%$.

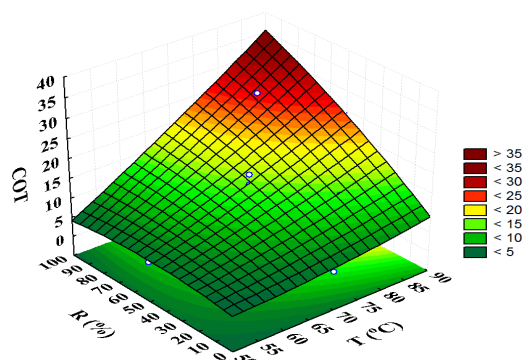


Figura 9 – Superfície de resposta da T e de R para a conversão do COT. $\text{pH}=7$ e $Q=100(\text{NL.h}^{-1})$.

A Figura 10 demonstra a superfície de resposta para a relação entre a temperatura e a vazão de ar sobre a conversão do COT. Pode-se notar que para altos valores de temperatura e de vazão de ar percebe-se uma melhor conversão do COT atingindo valores próximos a 30%.

A Figura 11 representa a superfície de resposta para a interação entre a razão molar fenol/ H_2O_2 e a vazão de ar sobre a conversão do COT. Nesta, pode ser observado que para altos valores da razão fenol/ H_2O_2 (R igual a 100%) e para uma vazão de ar acima de 100 NL.h^{-1} pode ser observado uma melhor conversão do COT atingindo valores próximos a 20%.

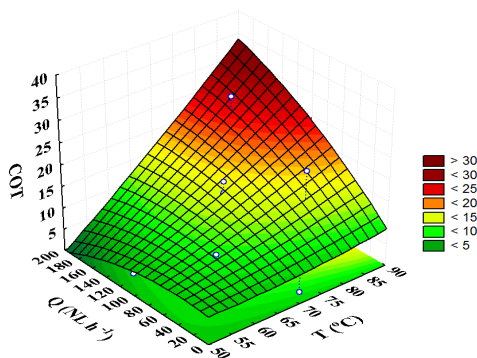


Figura 10 – Superfície de resposta da T e Q_{AR} para a conversão do COT. $\text{pH}=7$ e $R=50\%$.

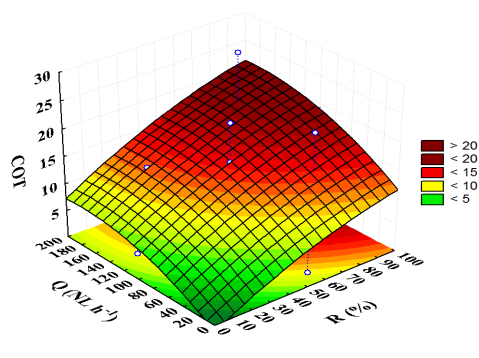


Figura 11 – Superfície de resposta de R e Q_{AR} para a conversão do COT. $\text{pH}=7$ e $T=70^{\circ}\text{C}$.

3.1 Estudo da degradação do fenol

A Tabela 5 apresenta os efeitos das variáveis utilizadas no processo. Para as variáveis “(1)pH (L), pH (Q), (2)Temp (L), (3) R (L), R (Q), (4) Q (L), Q (Q)” e suas interações “1L x 2L, 1L x 3L, 1L x 4L, 2L x 3L, 3L x 4L” o p-valor são menores que $\alpha = 0,05$, apresentando significância sobre os modelos de regressão.

Na Figura 12 está representado o Diagrama de Pareto com todos os efeitos das variáveis e de suas interações. Nesta figura todos os efeitos estão representados na

forma de retângulos, sendo significativos aqueles que ultrapassam a linha divisória ($p > 0,05$).

Fatores	Efeitos	Erro Padrão	t(3) Calc.	p-valor	-95% Int. Conf.	+95% Int. Conf.
Média	77,4352	0,379253	204,178	0,000000	76,2282	78,6421
(1)pH (L)	-38,5534	0,356115	-108,261	0,000002	-39,6867	-37,4201
pH (Q)	-49,3894	0,538008	-91,801	0,000003	-51,1016	-47,6773
(2)T (°C) (L)	16,1583	0,321455	50,266	0,000017	15,1353	17,1813
T (°C) (Q)	-0,9407	0,312054	-3,015	0,057005	-1,9338	0,0524
(3) R (%) (L)	21,8417	0,321455	67,946	0,000007	20,8187	22,8647
R (%) (Q)	-13,4157	0,312054	-42,992	0,000028	-14,4088	-12,4226
(4)Q (L h ⁻¹) (L)	9,7083	0,321455	30,201	0,000080	8,6853	10,7313
Q (L h ⁻¹) (Q)	-12,2657	0,312054	-39,306	0,000036	-13,2588	-11,2726
1L x 2L	-7,1875	0,393700	-18,256	0,000359	-8,4404	-5,9346
1L x 3L	5,7625	0,393700	14,637	0,000692	4,5096	7,0154
1L x 4L	8,8625	0,393700	22,511	0,000192	7,6096	10,1154
2L x 3L	6,4125	0,393700	16,288	0,000504	5,1596	7,6654
2L x 4L	1,0625	0,393700	2,699	0,073864	-0,1904	2,3154
3L x 4L	5,6125	0,393700	14,256	0,000748	4,3596	6,8654

Tabela 5- Estimativa dos efeitos para todas as variáveis e suas interações.

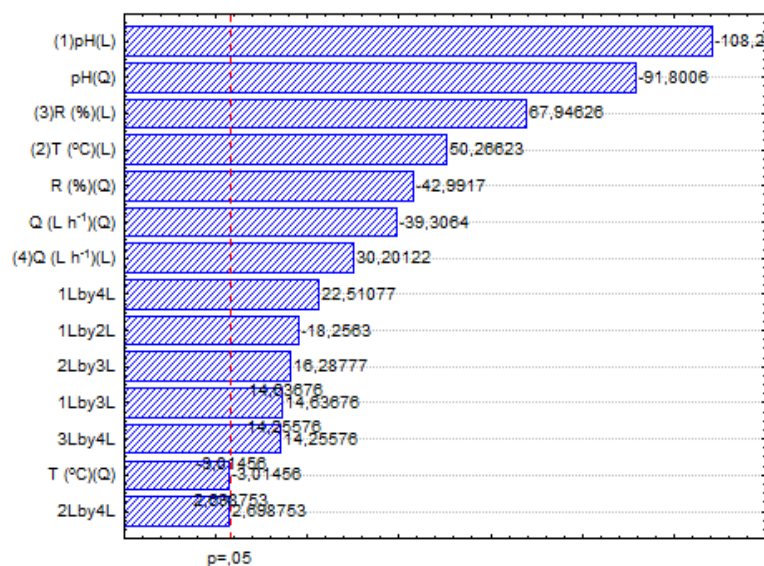


Figura12 – Diagrama de Pareto com as estimativas dos efeitos.

Na Tabela 6 estão apresentados os coeficientes de regressão, de acordo com as variáveis codificadas do planejamento experimental. A regressão foi utilizada para prever o valor da degradação do fenol a partir dos valores dos fatores (pH, temperatura, razão molar fenol/H₂O₂, vazão de ar).

Fatores	Efeitos	Erro Pa- drão	t (11) (Calc.)	p-valor	Estimativas por intervalo	
					(95% de confiança)	
Média	-135,572	9,628129	-14,0808	0,000776	-166,213	-104,931
(1)pH (L)	35,499	0,651184	54,5144	0,000014	33,427	37,571
pH (Q)	-2,744	0,029889	-91,8006	0,000003	-2,839	-2,649
(2)T (°C) (L)	1,557	0,230614	6,7535	0,006632	0,824	2,291
T (°C) (Q)	-0,005	0,001560	-3,0146	0,057005	-0,010	0,000
(3) R (%) (L)	0,119	0,065484	1,8161	0,166974	-0,089	0,327
R (%) (Q)	-0,011	0,000250	-42,9917	0,000028	-0,012	-0,010
(4)Q (L h ⁻¹) (L)	0,194	0,032742	5,9342	0,009565	0,090	0,298
Q (L h ⁻¹) (Q)	-0,002	0,000062	-39,3064	0,000036	-0,003	-0,002
1L x 2L	-0,120	0,006562	-18,2563	0,000359	-0,141	-0,099
1L x 3L	0,038	0,002625	14,6368	0,000692	0,030	0,047
1L x 4L	0,030	0,001312	22,5108	0,000192	0,025	0,034
2L x 3L	0,013	0,000787	16,2878	0,000504	0,010	0,015
2L x 4L	0,001	0,000394	2,6988	0,073864	-0,000	0,002
3L x 4L	0,002	0,000157	14,2558	0,000748	0,002	0,003

Tabela 6 – Coeficientes de regressão para a degradação do fenol.

A Figura 13 representa o ajuste realizado entre os valores observados (experimentais) e os valores preditos (simulados).

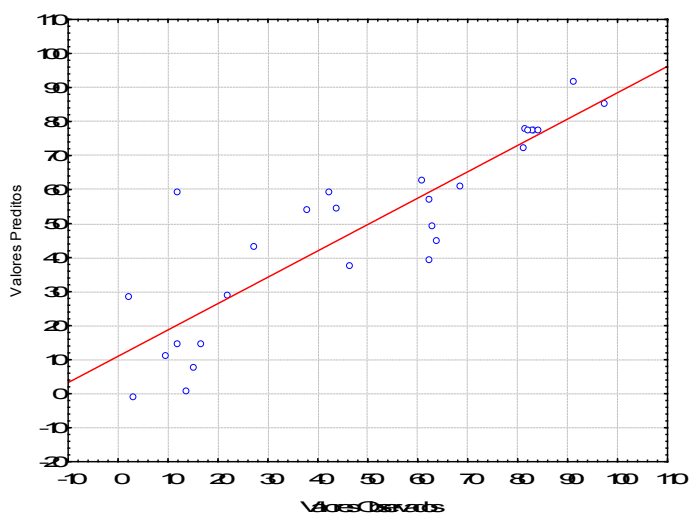


Figura 13- Valores observados versus valores preditos pelo modelo para a degradação do fenol.

A Equação 2 apresenta o modelo matemático para a degradação do fenol em função dos coeficientes de regressão demonstrados na Tabela 6.

$$\begin{aligned}
 Y_{\text{COT}} (\%) = & - 135,572 + 35,499 (\text{pH}) - 2,744 (\text{pH}^2) + 1,557 (T) - 0,005 (T^2) \\
 & + 0,119 (R) - 0,011 (R^2) + 0,194 (Q) - 0,002 (Q^2) - 0,120 (\text{pH}) (T) + 0,038 \\
 & (\text{pH}) (R) + 0,030 (\text{pH}) (Q) + 0,013 (T) (R) + 0,001 (T) (Q) + 0,002 (R) (Q)
 \end{aligned} \quad (2)$$

A temperatura (T) quadrática (Q) e a interação entre a temperatura (T) e vazão de ar (Q_{AR}), respectivamente Linear (L), não foram significativas para a degradação do fenol.

A Figura 14 representa a superfície de resposta para a interação entre a Temperatura e o pH sobre a degradação do fenol. Nesta, pode ser observado que para temperatura de 90° C e pH 7, a degradação do fenol atinge valores próximos a 90%.

A Figura 15 representa a superfície de resposta para a interação entre a razão molar fenol/ H_2O_2 e o pH sobre a degradação do fenol. Nesta, pode ser observado que para valores do pH 7 e razão molar fenol/ H_2O_2 acima de 50% a degradação do fenol apresenta valores próximos a 80%.

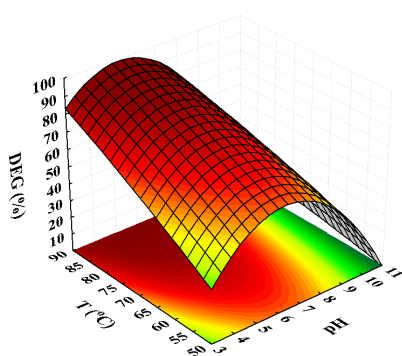


Figura 14 – Superfície de resposta do pH e T para a degradação do fenol. R=50% e Q=100 NL.h⁻¹.

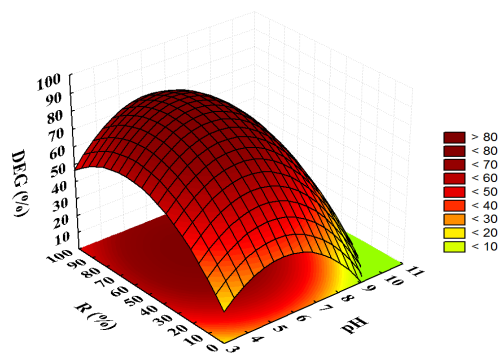


Figura 15 – Superfície de resposta do pH e R para a degradação do fenol. T=70°C e Q=100 NL.h⁻¹.

A Figura 16 representa a superfície de resposta para a interação entre a vazão de ar e o pH sobre a degradação do fenol. Nesta, pode ser observado que a degradação do fenol atinge valores próximos a 80% para pH 7 e vazão de ar acima de 100 NL.h⁻¹.

A Figura 17 apresenta a superfície de resposta para a interação entre a temperatura e a razão molar fenol/ H_2O_2 sobre a degradação do fenol. Nesta, pode ser observado que para altos valores de temperatura (próximos de 90°C) e de razão molar fenol/ H_2O_2 (R de 75% a 100%) pode ser analisado uma melhor degradação do fenol, atingindo valores próximos a 100%.

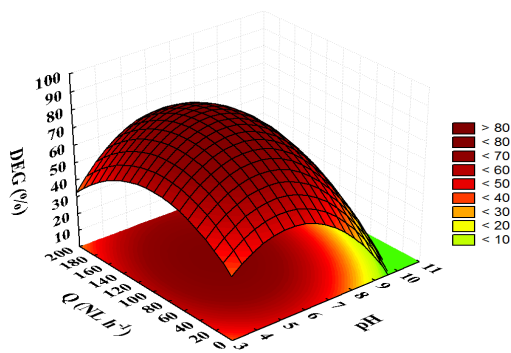


Figura 16 – Superfície de resposta do pH e Q para a degradação do fenol. T=70°C e R=50%.

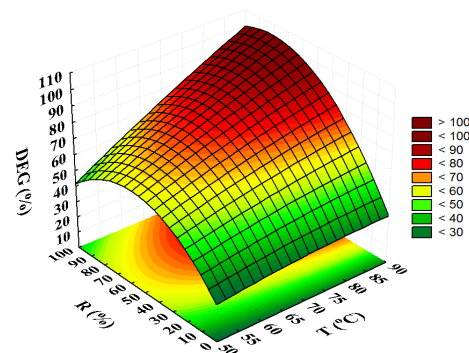


Figura 17 – Superfície de resposta de T e R para a degradação do fenol. pH=7 e Q=100NL.h⁻¹.

A Figura 18 representa a superfície de resposta para a interação entre a temperatura e a vazão de ar sobre a degradação do fenol. Nesta, pode ser verificado que para altos valores de temperatura (próximos de 90°C) e para uma vazão de ar de 100 NL.h⁻¹ foi observado degradação próximo a 90%.

A Figura 19 representa a superfície de resposta para a interação entre a razão molar fenol/H₂O₂ e a vazão de ar sobre a degradação do fenol. Nesta, pode ser verificado que para altos valores da razão fenol/H₂O₂ (R de 60% a 100%) e de vazão de ar (Q acima de 100 NL.h⁻¹) foi observado uma melhor degradação do fenol, próximo a 80%.

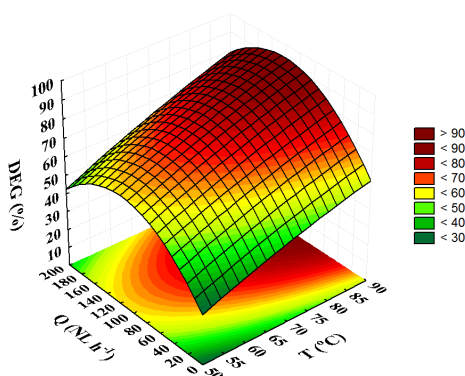


Figura 18 – Superfície de resposta de T e Q para a degradação do fenol. pH=7 e R=50%.

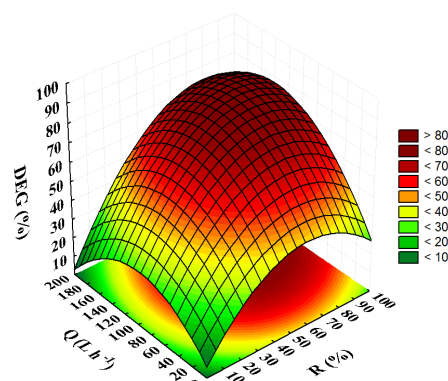


Figura 19 – Superfície de resposta da Q e R para a degradação do fenol. pH=7 e T=70°C.

4 | CONDIÇÕES ÓTIMAS IDENTIFICADAS

A partir do teste F, tem-se que o $F_{\text{calc}} > F_{\text{tab}}$, portanto, o modelo quadrático é considerado válido para a degradação do fenol e conversão do COT, logo, descreve satisfatoriamente a superfície de resposta. Com os resultados obtidos no planejamento do tipo DCCR, foi possível determinar a condição ótima com o auxílio do software *STATISTICA* versão 8.0.

Um experimento foi realizado em triplicata nas condições ótimas de temperatura (90°C), razão molar (100%), pH (7) e vazão de ar (100 NL.h⁻¹) onde foi obtida a média aritmética dos valores de degradação do fenol superior a 99% (Figura 20) e a média da conversão do COT de 70% (Figura 21 A). Nesta etapa, as análises do COT foram realizadas em intervalos de tempo menores. A Figura 21 representa os resultados do perfil temporal do COT versus tempo (Figura 21 A) e do perfil do pH versus tempo (Figura 21 B), do líquido presente no reator PARR, nas condições operacionais ótimas do processo (T=90°C; R=100%, pH=7 e Q_{AR}=100 NL.h⁻¹).

Analisando os dados da Figura 21 B foi observado que ao longo do processo o pH do meio diminui até ficar constante e igual a 3. Isso ocorre devido à formação de ácidos durante o processo de oxidação, onde o fenol é degradado formando intermediários

aromáticos, tais como o catecol e a hidroquinona, e em seguida estes são degradados dando origem a diversos tipos de ácidos, até que sejam convertidos em CO_2 e H_2O (DEVLIN; HARRIS, 1984). A partir desta redução do pH pode ser concluído, que em 10 minutos de processo uma parte do fenol e de seus intermediários já foi degradada, dando origem a diversos tipos de ácidos.

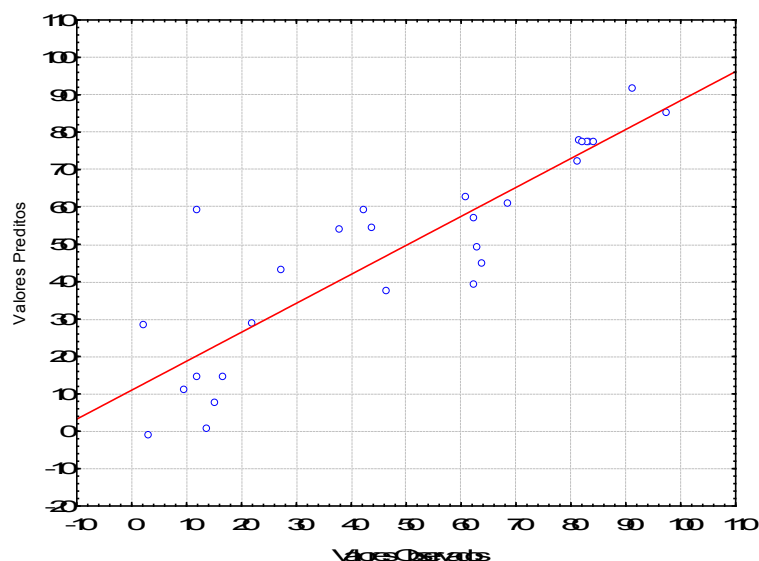


Figura 20- Valores observados versus valores preditos pelo modelo para a degradação do fenol.

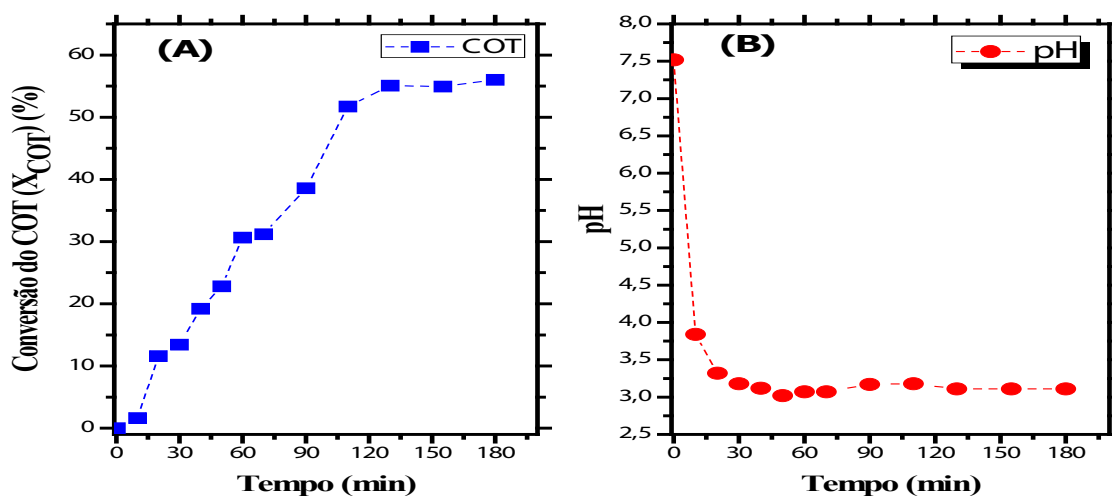


Figura 21 – Evolução da: **A)** Conversão do COT e **B)** pH, respectivamente, em função do tempo. ($T=90^{\circ}\text{C}$; $R=100\%$ e $Q_{AR}=100 \text{ NL.h}^{-1}$).

5 | CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste trabalho foi possível observar que todas as variáveis operacionais foram significativas dentro do intervalo estudado. Para o efeito da razão molar fenol/peróxido (R), foi confirmado que a presença de um agente oxidante é fundamental para que ocorra o processo de oxidação do composto orgânico. No ensaio 25 em que não teve a adição do peróxido de hidrogênio, os níveis de degradação do fenol e conversão

do COT foram baixos, devido à ausência de um agente oxidante responsável pela formação dos radicais hidroxilas. Observou-se também, que com o aumento da Temperatura (T) do meio, o processo de oxidação foi favorecido, alcançando valores maiores na degradação do fenol e na conversão do COT. No ensaio realizado com as condições otimizadas do processo ($T=90^{\circ}\text{C}$; $R=100\%$ e $Q_{AR}=100 \text{ NL}\cdot\text{h}^{-1}$), a degradação do fenol e a conversão do COT alcançaram valores mais elevados de 99% e 70%, respectivamente, sendo mais significativo para a conversão do COT. Nesta etapa, foi possível observar que a oxidação do fenol começa a ocorrer com pelo menos 10 minutos de reação, devido à redução de pH do meio, pela formação de ácidos a partir da oxidação do fenol.

6 | AGRADECIMENTOS

Agradecemos à Capes pelo financiamento da pesquisa, à UFPE por ceder o laboratório de pesquisa, ao professor doutor Mohand Benachour que nos deu todo apoio no laboratório, à orientadora professora doutora Yana Batista que com todo o suporte em todos os momentos ensinou o manuseamento dos equipamentos, e a DEUS, que proporcionou todo ensinamento e sabedoria.

REFERÊNCIAS

BRANDÃO, Y.; TEODOSIO, J.; BENACHOUR, M.; OLIVEIRA, J.; MARINHO, I.; FIGUEIRÊDO, F.; ANSELMO-FILHO, P. **Estudo do efeito do excesso de ar e da potência dissipada do queimador sobre as capacidades do processo DiCTT no tratamento de efluentes líquidos fenólicos.** *Rev. Iberoam. Sist. Cib. Inf.* 7:1–9, 2010.

BRANDÃO, Y. B. **Tratamento Térmico Por Contato Direto (dictt) de Efluentes Líquidos Fenólicos Em Uma Planta Semi-industrial: Estudo Experimental e Modelagem do Processo Por Redes Neurais Artificiais.** 2012. Tese de Doutorado. Programa de Pós-graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Pernambuco.

BRASIL - **Conselho Nacional do Meio Ambiente** – CONAMA. Ministério do Meio Ambiente. Resolução nº 430, de 13 de maio de 2011, Brasília - Brasil.

CASTRO, J. P.; FARIA, P. **Oxidação química com reagente e fenton. Projeto de Investigação.** Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto - FEUP, 2001.

DEVLIN, H. R.; HARRIS, I. J. **Mechanism of the oxidation of aqueous phenol with dissolved oxygen.** *Ind. Eng. Chem. Res.* v. 233, p. 87–92, 1984.

FONSECA, J. C. L.; SILVA, M. R. A.; BAUTITZ, I. R.; NOGUEIRA, R. F. P.; MARCHI, M. R. R. **Avaliação da confiabilidade analítica das determinações de carbono orgânico total (COT).** *Eclética. Quim.* 31:47–52, 2006.

INMETRO. Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (Rio de Janeiro, RJ). **Orientação sobre validação de métodos de ensaios químicos.** DOQ-CGCRE-008, 03 fev. 2010.

LI, L.; CHEN, P.; GLKOYNA, E. F. **Generalized kinetic model for wet oxidation of organic compounds.** *AIChE J.*, v.11, n 37, p. 1687-1697, 1991.

RODRIGUES, G. D.; SILVA, L. H. M; SILVA, M. C. H. **Alternativas verdes para o preparo de amostra e determinação de poluentes fenólicos em água.** *Quim. Nova.* v. 33, n. 6, p. 1370–1378, 2010.

AVALIAÇÃO DA QUALIDADE DE ÓLEOS DE TRANSFORMADORES POR ESPECTROSCOPIA FTIR/ATR E ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA

Isabela Nogueira

Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI
Itajubá – MG

Maísa Maciel Machado Santos

Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI
Itajubá – MG

Thiago Arantes Nogueira

Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI
Itajubá – MG

Estácio Tavares Wanderley Neto

Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI
Itajubá – MG

Credson de Salles

Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI
Itajubá – MG

Tessa Martins de Carvalho Carneiro

Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI
Itajubá – MG

Álvaro Antônio Alencar de Queiroz

Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI
Itajubá – MG

RESUMO: A vida útil de transformadores de potência (TDP) utilizado nas redes aéreas de distribuição está relacionada com as condições de sua isolação, que é baseada no óleo mineral (OMI). Durante a operação do TDP em campo, o OMI sofre processo de envelhecimento e, conseqüentemente, a deterioração das suas propriedades isolantes. Para verificar o estado

da isolação do equipamento são realizadas análises físico-químicas que verificam o estado de envelhecimento do óleo mineral e, por consequência, sua capacidade de isolação. Os resultados são comparados aos valores pré-estabelecidos em normas. Este trabalho apresenta os resultados de análises realizadas em no óleo de dez transformadores retirados de campo. Estas análises são baseadas nos ensaios de espectroscopia no infravermelho por transformadas de Fourier (FTIR) e análise termogravimétrica (TG). Os resultados obtidos indicam que os grupos de OMI analisados continuam estáveis e seguros para serem utilizados como fluidos isolantes em TDP mesmo após um período de até 24 anos de envelhecimento natural.

PALAVRAS-CHAVE: óleo isolante, análise química, envelhecimento.

ABSTRACT: The lifespan of power transformers (PT) used in aerial distribution networks is related with the conditions of its insulation, based on mineral oil (MO). During the operation of the PT on field, the MO suffers an ageing process and, consequentially, the deterioration of its insulation properties. To check the state of the insulation of the equipment, physical-chemical are made in order to check the ageing state of the MO, and consequentially its insulation capability. The results are compared with values

pre-established by standards. This work presents the results of analysis made on the MO of 10 transformers removed from field. These analysis are based on the tests of infrared spectroscopy by Fourier transformation (FTIR) and thermogravimetric analysis (TGA). The results obtained suggests that the groups of MO analyzed are stable and safe to be used as insulation fluids on PT even after a period of 24 years of natural ageing

KEYWORDS: insulating oil, chemical analysis, ageing.

1 | INTRODUÇÃO

Os transformadores de distribuição de potência (TDP) são um dos mais caros e críticos componentes de uma planta de transmissão e distribuição de energia elétrica e representam o elo entre a concessionária de energia elétrica e o consumidor. Impulsionado pela crescente demanda de energia elétrica nos países em desenvolvimento, o mercado global para TDP está previsto para atingir em 2017 o patamar de US \$ 53,6 bilhões e 9,7 milhões de unidades (GLOBAL INDUSTRY ANALYSTS, 2011).

A confiabilidade do TDP quanto ao suprimento de energia elétrica tem reflexos econômicos e sociais na região suprida e seus reflexos econômicos decorrentes de uma indisponibilidade transitória não se restringe somente ao consumidor, mas atingem também, em maior ou menor intensidade, aos agentes envolvidos no suprimento de energia. Considerando que os TDP são elementos vitais para os sistemas de transmissão e distribuição de energia elétrica, é importante a conservação de sua integridade quanto aos materiais que o constituem e conseqüentemente sua vida útil.

O TDP é formado por um núcleo de chapas de aço-silício, enrolamentos de cobre ou alumínio, materiais orgânicos que atuam como isolantes sintéticos a exemplo do papel isolante Kraft e óleo isolante, um tanque metálico que confina todo o conjunto e buchas de porcelana de alta e baixa tensão (GEORGILAKIS, 2009). Os enrolamentos são magneticamente acoplados, similares a indutores. Devido à não idealidade desses materiais, observam-se perdas no indutor sendo a perda total composta de perdas nos enrolamentos (efeito Joule), perdas magnéticas ou mesmo absorção do calor do ambiente por condução e irradiação térmica.

O isolamento elétrico (IE) de um TDP utiliza celulose (papel Kraft) e óleo mineral isolante (OMI) de origem naftênica ou parafínica e seu projeto considera determinadas condições de trabalho do equipamento, tais como faixa de temperatura de operação, máxima tensão contínua de trabalho, máxima tensão de impulso suportável, e ciclo de trabalho estimado.

Os valores de referência da maioria das condições de trabalho utilizados no projeto do IE de um TDP são padronizados por normas técnicas da elétrica de potência ou podem ser estabelecidos de comum acordo entre fabricantes e usuários (ABNT,

2012). A Figura 1 ilustra os componentes principais de um TDP.

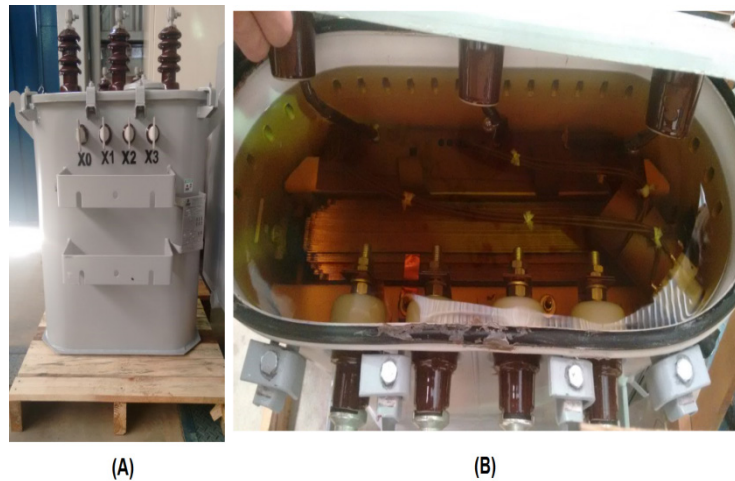


Figura 1: Fotografia de um transformador de potencia trifásico (A) e seu enrolamento imerso em óleo mineral (B). Potência: 112,5 kVA, Tensão baixa: 127/220 V; Alta: 10,8 kV/11,4 kV/12,0 kV/13,2/13,8 kV. Fonte: LAT-EFEI.

Normalmente o IE de um TDP sofre redução de sua capacidade ao longo do tempo, mesmo quando submetidos às condições normais de projeto. Entretanto, quando submetido a condições térmicas mais severas, a vida útil estimada do IE é reduzida devido a um complexo processo físico-químico de degradação denominado de envelhecimento (LUNDGAARD et al., 2004). O processo de envelhecimento causa a perda de função do IE reduzindo conseqüentemente o tempo de vida útil do equipamento.

Os mecanismos envolvidos no processo de envelhecimento do IE de TDP são complexos e envolve a formação dos gases hidrogênio (H_2), metano (CH_4), acetileno (C_2H_2), etileno (C_2H_4), etano (C_2H_6), partículas sólidas de carbono e produtos de polimerização (WEI et al., 2009) (KACHLER et al., 2005). Os gases permanecem dissolvidos no óleo isolante sendo denominados de gases dissolvidos (GD). As partículas sólidas e os polímeros formados podem depositar no fundo do tanque como “borra” ou permanecerem em suspensão.

Em condições normais de uso o OMI dos TDP sofre uma degradação lenta de suas propriedades físico-químicas. Entretanto, quando o TDP é submetido a distúrbios elétricos e térmicos, o OMI apresenta níveis de degradação acelerados catalisado pelo oxigênio atmosférico e pelo contato com o papel Kraft, produzindo-se compostos carbonilados (ABNT, 2006)

A demanda crescente por energia e a sobrecarga atual dos sistemas de potência impõem a necessidade cada vez maior do diagnóstico do estado operacional do IE, de modo a aumentar sua confiabilidade e reduzir o número de paradas programadas e eventuais, estabelecendo dessa forma um programa de manutenção preventiva dos TDP.

A tecnologia da instrumentação analítica tem sido cada vez mais utilizada em elétrica de potência, fazendo com que as manutenções preditivas sejam mais rápidas

e confiáveis, eliminando a necessidade de reagentes químicos. Neste contexto, o presente trabalho buscou realizar um estudo de caso verificando a estabilidade de OMI de TDP em serviço por um período de 3-24 anos no Brasil por meio da análise termogravimétrica (TGA) e espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR). Modelos matemáticos foram utilizados para a determinação dos parâmetros cinéticos de decomposição do OMI a partir da análise TGA. Compararam-se os valores de energia de ativação dos modelos cinéticos utilizados para o cálculo do envelhecimento acelerado equivalente ao período de utilização do transformador. Para a predição do tempo de envelhecimento acelerado utilizou-se a equação de Arrhenius.

2 | METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Para este estudo foram analisados OMI de transformadores disponibilizados pela ENERGISA dos anos de 1992 (1 fabricante, enrolamento de cobre), 1993 (2 fabricantes, enrolamento de cobre), 1998 (1 fabricante, enrolamento de cobre), 2008 (1 fabricante, enrolamento de cobre), 2009 (1 fabricante, enrolamento de alumínio), 2011 (2 fabricantes, enrolamento de cobre) e 2013 (1 fabricante, enrolamento de alumínio). Selecionaram-se os transformadores pertencentes à classe de tensão de 13,8 kV e potência de 112,5 kVA, de interesse nesse estudo, perfazendo um total de 10 transformadores. As amostras de OMI foram analisadas utilizando Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) com acessório de refletância total atenuada (ATR) e Análise Termogravimétrica (TGA).

O equipamento utilizado para a análise FTIR foi um espectrofotômetro FTIR-ATR Shimadzu, modelo Spectrum 100 com resolução 4 cm^{-1} e célula de diamante (ATR). Os espectros foram obtidos à temperatura ambiente ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$) no intervalo de 4000 a 600 cm^{-1} .

A análise térmica foi realizada em uma termobalança, modelo DTG60 da Shimadzu, com sistema de registro de curvas TG/DTG/DTA simultâneos. Utilizou-se cadinho de alumina, como porta amostra e a análise foram realizadas em atmosfera dinâmica de nitrogênio (N_2), à razão de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ e $30\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, da temperatura ambiente até $700\text{ }^{\circ}\text{C}$. O fluxo de N_2 foi mantido em $25\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$.

A determinação dos parâmetros cinéticos do processo de envelhecimento do OMI foi realizada utilizando os métodos diferenciais não isotérmicos de Ozawa (OZAWA, 1965) e Kissinger (KISSINGER, 1957).

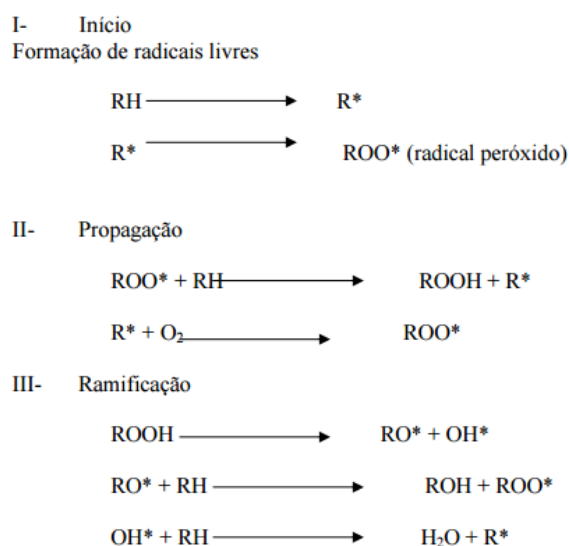
3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

O monitoramento da estabilidade térmica do OMI é de grande importância para

o controle de qualidade e prolongamento da vida útil do TDP. O OMI está suscetível à oxidação durante a operação do TDP, o que leva à formação de ácidos orgânicos (RCOOH), aldeídos (RCHO), ésteres (RCOOR'), cetonas (RCOR'), álcoois (ROH) e peróxidos orgânicos (ROOH) (TRONSTAD et al., 2012).

A oxidação é o agente primário na degradação dos óleos minerais utilizados em TDP. A reação inicia quando o oxigênio dissolvido no óleo ou livre no ar entra em contato com os hidrocarbonetos instáveis. A cadeia de reações de oxidação do óleo mineral começa com a quebra da ligação carbono-hidrogênio, gerando radicais livres. Compostos instáveis podem reagir diretamente com o oxigênio devido a gradientes de temperatura ou descargas parciais no óleo o que gera também radicais livres.

A etapa de iniciação acontece praticamente em todos os óleos. Se os inibidores de oxidação adicionados ao óleo mineral não estabilizarem os radicais formados, a reação se propaga rapidamente. No estágio de propagação, o inibidor já foi totalmente consumido e tem-se a quantidade necessária de radicais, que reagem com os hidrocarbonetos ou oxigênio para formar hidroperóxidos e radicais peróxidos. O mecanismo ilustrado no Esquema 1 ilustra as possíveis etapas de oxidação de um óleo mineral durante serviço em um transformador de potencia. A velocidade de reação para formação do radical peróxido é maior do que a taxa de formação do hidroperóxido, já que no primeiro a taxa é função da difusão do oxigênio e no segundo depende da energia de dissociação e de uma acessibilidade estereoespecífica das várias ligações carbono-hidrogênio (FOGLER, 2005).



Esquema 1- Ilustração dos possíveis mecanismos de oxidação de um óleo mineral durante serviço.

A espectroscopia na região do infravermelho foi utilizada nesse trabalho para verificar possíveis alterações espectrais do OMI em função do tempo de sua utilização. Os espectros de FTIR das amostras de óleo mineral estão apresentados nas Figuras 1 e 2. As amostras T1 a T5, representadas na Figura 1, apresentam as bandas de absorção características de um óleo mineral padrão não

indicando bandas de absorção que caracterizem sua degradação por oxidação. Por outro lado, as amostras T6 a T10 (Figura 2) exibem o surgimento de bandas relativas à vibração da carbonila (C=O) em torno de 1620 cm^{-1} e entre 3600 cm^{-1} e 3300 cm^{-1} que pode ser atribuída à vibração do grupo OH de ácidos carboxílicos. A existência dessas bandas de absorção pode ser atribuída a reações de oxidação sofrida pelo óleo por descargas parciais formando compostos carbonilados, como ácidos carboxílicos, cetonas e aldeídos (BIAGINI et al., 2002). É interessante observar que as amostras de OMI T6-T9 correspondem a TDP em operação por um tempo médio de 23 anos. A amostra de OMI T10 corresponde a TDP em operação por oito anos. De acordo com os espectros FTIR das amostras T6-T10, pode-se afirmar que os inibidores de oxidação adicionados ao OMI desses TDP não foram eficientes para estabilizar adequadamente o OMI comprometendo consequentemente o tempo de vida útil do TDP (8 anos).

As Figuras 3 e 4 mostram as curvas TGA dos OMI's dos TDP T1-T10. Nas curvas TG, a perda de massa (expressa no eixo vertical em percentagem) é caracterizada por duas temperaturas, a temperatura de onset (T_{onset}) e a temperatura de pico (T_{max}). T_{onset} corresponde ao ponto onde a amostra deixou de ser estável termicamente e iniciou a liberação de substâncias voláteis. Já T_{max} corresponde ao ponto de inflexão da curva TG e representa o momento na qual a massa da amostra varia mais rapidamente.

De acordo com os dados extraídos das curvas TG (Figuras 3 e 4) observa-se apenas uma única etapa de decomposição que se inicia a aproximadamente $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ apresentando uma temperatura máxima de decomposição ao redor de $250\text{ }^{\circ}\text{C}$. Através das curvas TG são obtidos os dados do pico de decomposição (T_{max}) nas respectivas velocidades de aquecimento (β), gerando os dados apresentados na Tabela 1.

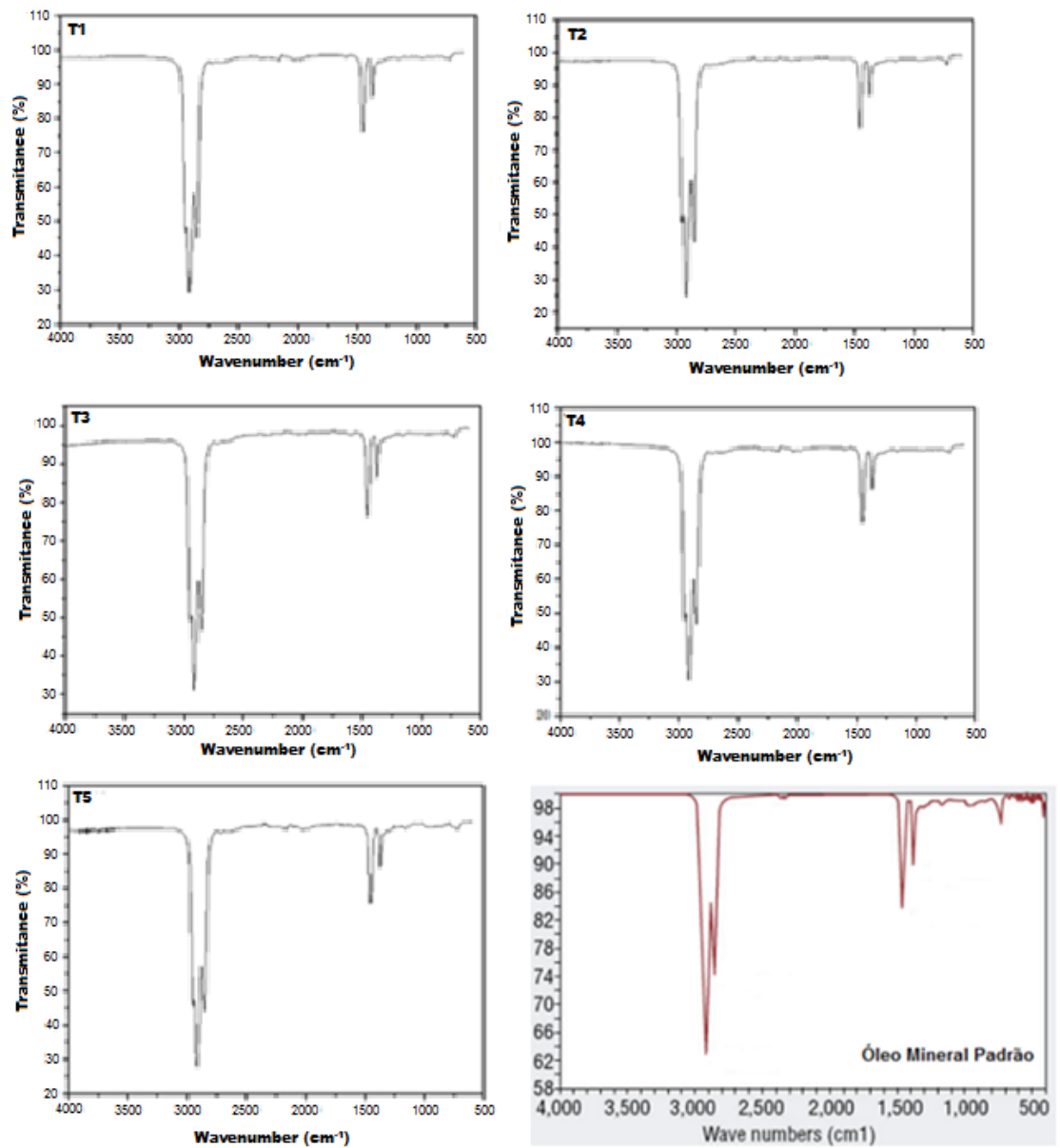


Figura 1- Espectro FTIR das amostras de OMI T1 a T5. As medidas foram efetuadas à temperatura ambiente (25 °C).

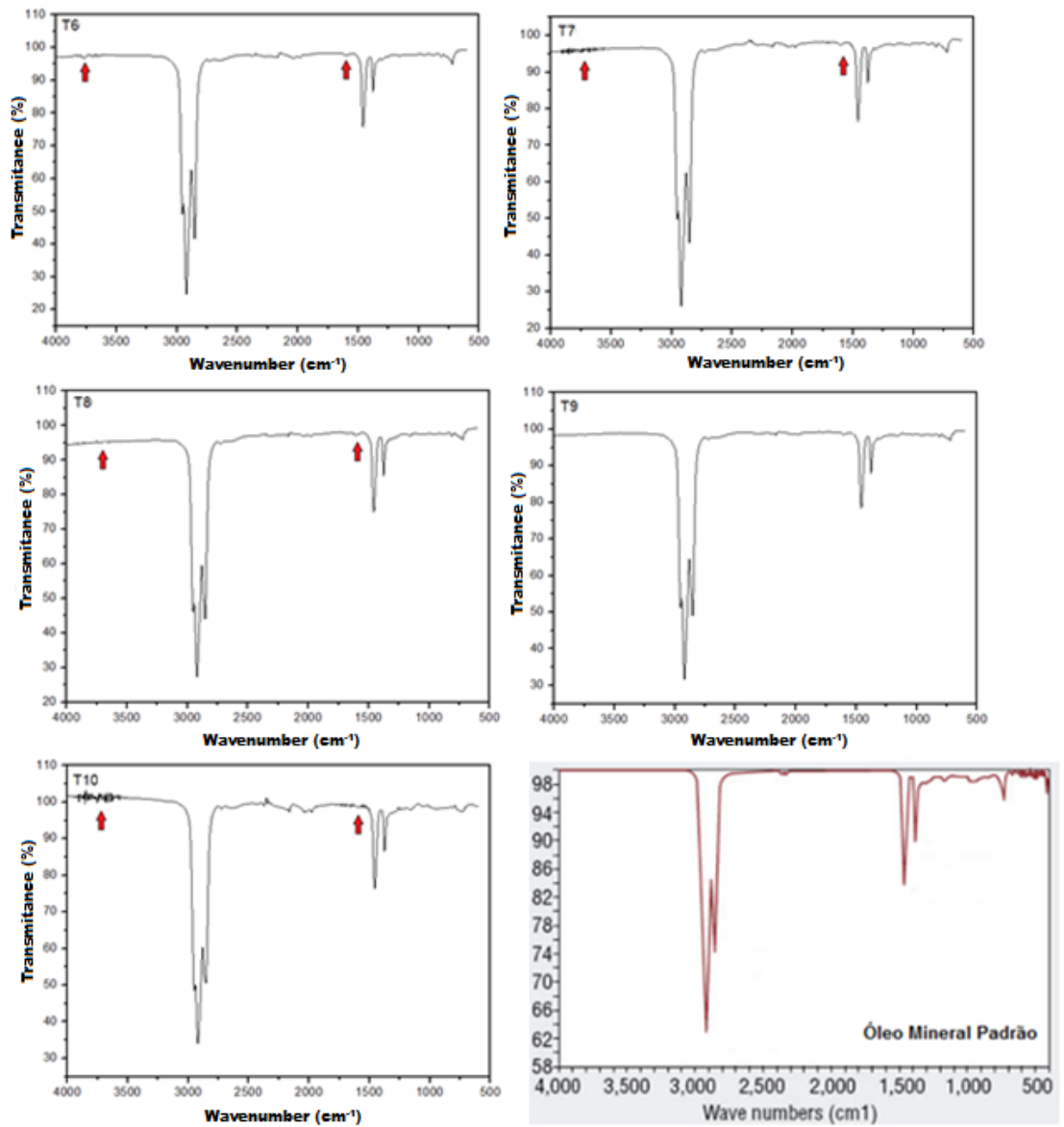
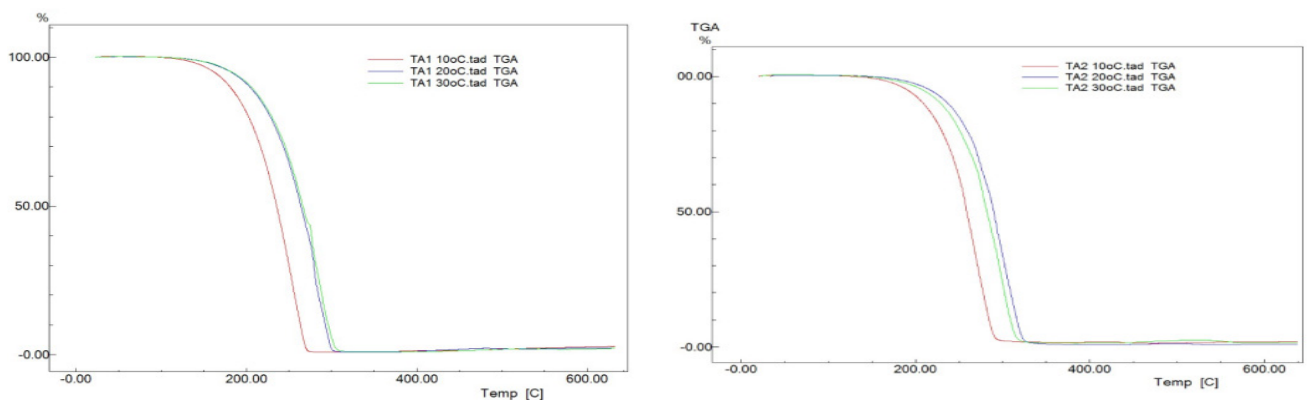


Figura 2- Espectro FTIR das amostras de óleo mineral T6 a T10. As medidas foram efetuadas à temperatura ambiente (25 °C).



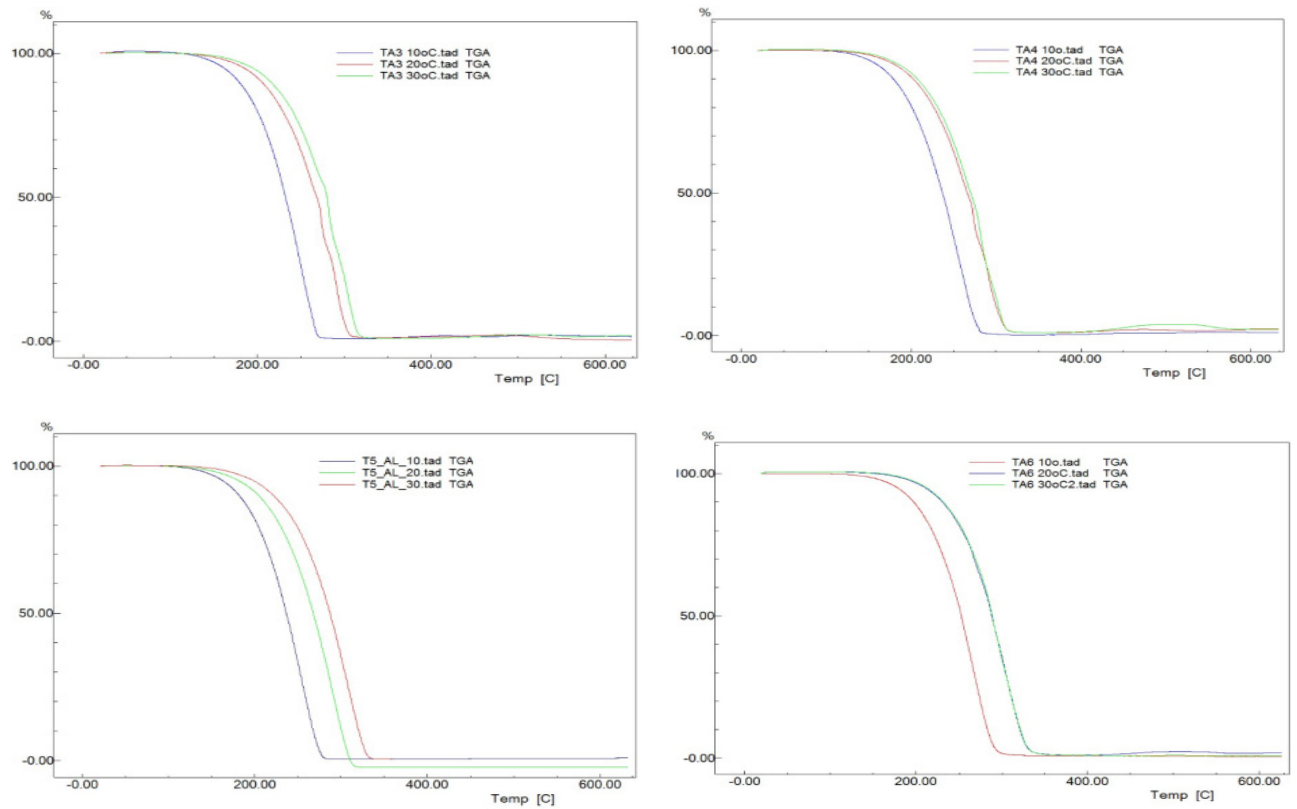


Figura 3- Análise termogravimétrica (TGA) dos óleos minerais T1-T6 em atmosfera de N₂.

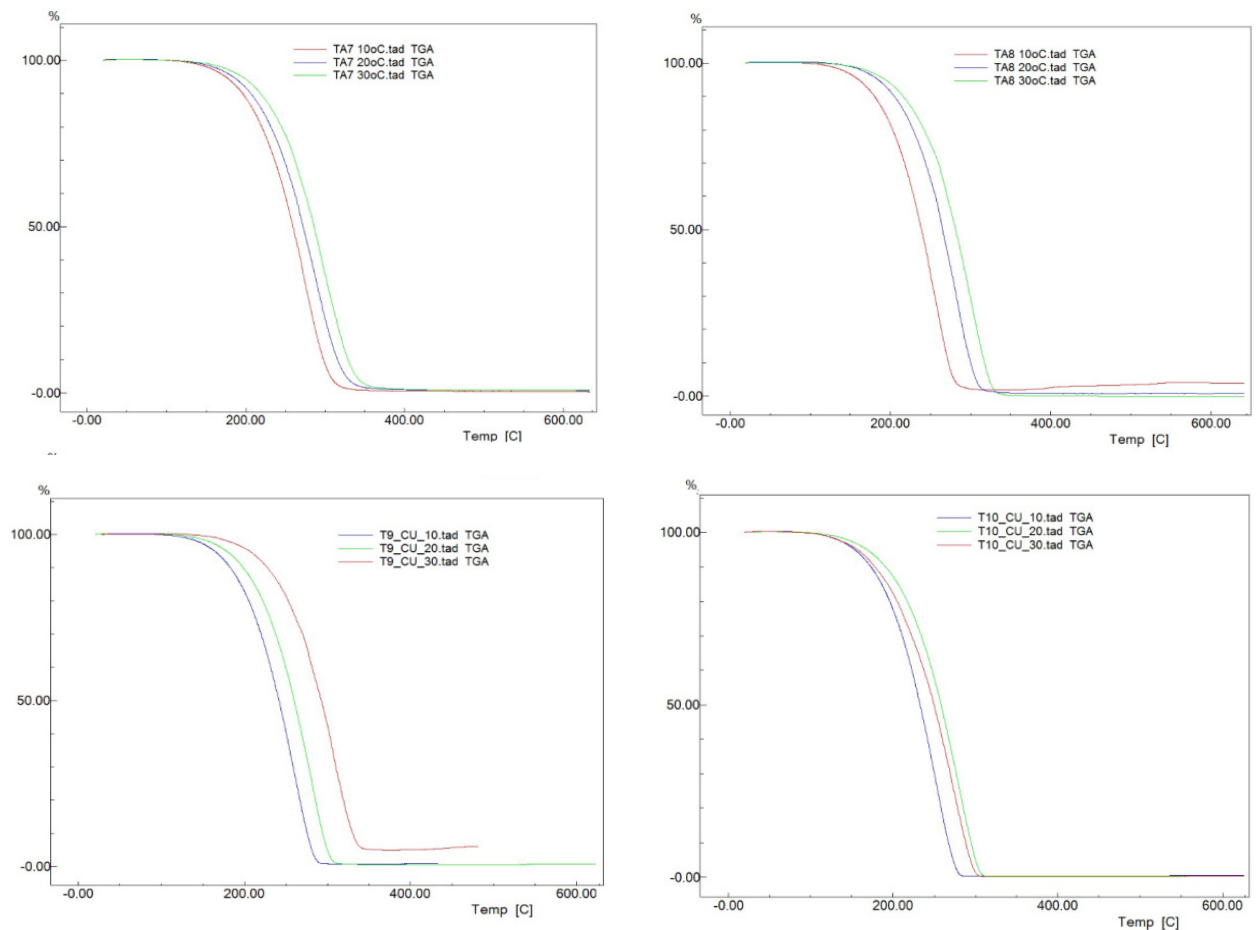


Figura 4- Análise termogravimétrica (TGA) dos óleos minerais T7-T10 em atmosfera de N₂.

Amostra	β (°C.min ⁻¹)	Tmax (°C)	Amostra	β (°C.min ⁻¹)	Tmax (°C)
T1	10	258,4	T6	10	268,7
	20	279,1		20	288,4
	30	277,5		30	290,3
T2	10	256,6	T7	10	270,6
	20	291,0		20	286,6
	30	300,7		30	294,1
T3	10	251,2	T8	10	248,2
	20	273,1		20	282,2
	30	282,1		30	302,8
T4	10	264,5	T9	10	255,4
	20	273,0		20	283,9
	30	281,8		30	305,0
T5	10	258,1	T10	10	253,4
	20	259,0		20	280,7
	30	307,2		30	274,5

Tabela 1. Dados obtidos a partir das curvas termogravimétricas, TG, (Fig. 3-4).

A partir dos resultados apresentados na Tabela 1, obtidos a partir das curvas TG não-isotérmicas, foram feitos os tratamentos para a obtenção dos dados cinéticos correspondentes aos OMI's analisados (T1-T10). A determinação dos parâmetros cinéticos foi realizada utilizando os métodos diferenciais não isotérmicos de Kissinger e Ozawa, utilizando-se as taxas de aquecimento de 10, 20 e 30 °C / min e intervalo de fração decomposta (α) de 0,10 a 0,90. Esses estudos foram realizados com o auxílio de programa computacional Excel e Origin.

O método não isotérmicos diferencial de Ozawa requer três ou mais análises em diferentes taxas de aquecimento e considera que a energia de ativação de um material em uma determinada perda de massa (conversão) é proporcional ao coeficiente $d\phi/d(1/T)$, em que uma dependência linear é observada entre o inverso da temperatura absoluta em uma determinada porcentagem de perda de massa, $1/T$, em relação ao logaritmo da razão de aquecimento, ϕ , aplicada.

A taxa correspondente à decomposição térmica do OMI pode ser descrita em termos do produto entre duas funções, uma dependente da temperatura, $k(T)$ e, outra, dependente de uma função de perda de massa, $f(\alpha)$ (Equação 1):

$$\frac{d\alpha}{dt} = k(T)f(\alpha) \quad (1)$$

sendo T a temperatura absoluta; α a fração de massa perdida, $\frac{d\alpha}{dt}$ é a velocidade da perda de massa. A fração de massa perdida, α , é definida por $\alpha = \frac{m_o - m}{m_o - m_f}$ no qual m_o , m e m_f são as massas inicial, na temperatura T e final da amostra, respectivamente.

Uma vez que a degradação do OMI está relacionada com a temperatura, $k(T)$ pode ser descrito pela relação de Arrhenius (TRONSTAD et al., 2012):

$$k(T) = Ae^{-\frac{E_A}{RT}} \quad (2)$$

sendo E_A a energia de ativação; A o fator pré-exponencial; e R a constante universal dos gases.

Reescrevendo a Equação (1), obtém-se:

$$\frac{d\alpha}{dt} = Ae^{-\frac{E_A}{RT}}f(\alpha) \quad (3)$$

Introduzindo a taxa de aquecimento definida como $\phi = \frac{dT}{dt}$ na Equação (3), obtém-se a equação para a degradação do OMI em função da temperatura de acordo com a Equação (4):

$$\frac{d\alpha}{f(\alpha)} = \frac{A}{\phi} e^{-\frac{E_A}{RT}} dT \quad (4)$$

A função $f(\alpha)$ depende da quantidade de OMI e da temperatura, separadamente. Integrando a Eq. (4), a partir da temperatura inicial T_0 correspondente à conversão α_0 , até a temperatura de inflexão, $T_{m\acute{a}x}$ e $\alpha = \alpha_{m\acute{a}x}$, obtém-se:

$$g(x) = \int_{\alpha_0}^{\alpha_{max}} \frac{d\alpha}{f(\alpha)} = \frac{A}{\phi} \int_{T_0}^{T_{max}} e^{-\frac{E_A}{RT}} dT \quad (5)$$

Em função da complexidade da reação de degradação do OMI, a forma da função $f(\alpha)$ pode ser bastante complexa. Logo, considerando que a reação de degradação do OMI segue uma decomposição de ordem n (FOGLER, 2005):

$$f(\alpha) = (1 - \alpha)^n \quad (6)$$

Logo, a Eq. (5) pode ser reescrita como:

$$g(x) = \int_{\alpha_0}^{\alpha_{max}} \frac{d\alpha}{(1 - \alpha)^n} = \frac{A}{\phi} \int_{T_0}^{T_{max}} e^{-\frac{E_A}{RT}} dT \quad (7)$$

Diferentes aproximações são utilizadas para a resolução da integral de $f(\alpha)$. Dentre os métodos integrais, esse trabalho utiliza os métodos de Ozawa (OZAWA, 1965) e Kissinger (KISSINGER, 1957). A aproximação de Ozawa, aplicando o logaritmo fornece a Equação (8):

$$\log \beta = -0,457 \cdot \frac{E_A}{RT} - 2,315 + \log \left(\frac{AE_A}{R} \right) - \log(g(\alpha)) \quad (8)$$

sendo α = fração da amostra decomposta, T = Temperatura (K), A = fator de frequência, R = constante dos gases ((8,314 J K⁻¹ mol⁻¹).), E_A = energia de ativação (J.mol⁻¹), ϕ = razão de aquecimento (°C.min⁻¹) e T_{max} a temperatura de pico.

Portanto, considerando a mesma conversão, a inclinação do gráfico logβ em função de 1/T possuirá a inclinação igual a $-0,4567 \cdot \frac{E_A}{R}$.

Utilizando a curva termogravimétrica derivada (DTG), Kissinger em 1956 desenvolveu um método cinético para análise de um processo de decomposição para n=1. Nesse caso, considerando que A é uma constante independente da taxa de aquecimento e $\frac{\partial^2 \alpha}{\partial t^2} = 0$ na temperatura de pico na curva DTA, obtém-se a equação cinética geral do método de Kissinger dada pela Equação (9):

$$\ln \left(\frac{\phi}{T_{max}^2} \right) = \left[\ln \left(\frac{AR}{E} \right) - \ln g(\alpha) \right] - \frac{E_A}{RT_{max}} \quad (9)$$

A Eq. (9) é válida para qualquer valor de T, desde que α e T sejam medidos no mesmo instante. Construindo o gráfico $\ln \left(\frac{\phi}{T_{max}^2} \right)$ em função de $\frac{1}{T}$ a conversão constante, a inclinação será igual a $-\frac{E_A}{R}$.

O valor da energia de ativação (E_A) para cada amostra de OMI foi obtido a partir do cálculo do coeficiente angular das retas e os resultados estão apresentados na Figura 5.

Conforme observado na Fig. 5, os métodos de Kissinger e Ozawa apresentaram resultados de EA próximos e com bons coeficientes de correlação (0,95 a 0,99), indicando alta confiabilidade nos resultados obtidos para os coeficientes da equação de Arrhenius. Além disso, mostram também que a decomposição do OMI é regida majoritariamente por processos de primeira ordem.

Quanto ao ensaio de estabilidade química do OMI, ressalta-se que seu envelhecimento no TDP se refere a qualquer processo físico ou químico produzido pela interação entre esse fluido isolante e seu ambiente físico (TDP) a exemplo de gradientes de temperatura, presença de umidade, de oxigênio ou

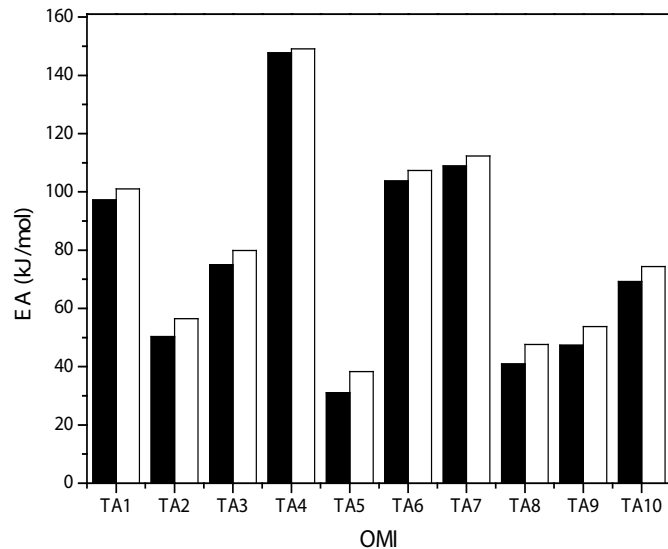


Figura 5- Energia de ativação para os OMI's calculadas a partir dos gráficos de Kissinger (■) e Ozawa (□) a partir das curvas TG's.

descargas parciais. Se oxigênio está disponível, moléculas do OMI começarão a ser oxidadas devido à baixa energia de ativação requerida para a oxidação. Se há carência de oxigênio no sistema, a decomposição térmica (pirólise) ocorre. Esta reação gera produtos mais leves, que são facilmente volatilizados, e os produtos de reação mais pesados são formados via reações de polimerização e condensação. Estes produtos pesados usualmente constituem uma fração insolúvel e diminuem a eficiência do OMI.

Em nível molecular o OMI pode ter sua estrutura química modificada através de um processo oxidativo. Tais mudanças implicam num nível macroscópico em diferentes efeitos tais como alteração nas suas propriedades térmicas. Portanto, o envelhecimento de OMI é sinônimo de degradação que implica na diminuição do tempo de vida útil do fluido isolante.

Observa-se que os perfis das curvas TG's das amostras de OMI a diferentes razões de aquecimento mantiveram-se semelhantes (Fig. 5), havendo apenas um pequeno deslocamento nos valores das temperaturas de decomposição térmica das amostras analisadas à razão de aquecimento maior. Provavelmente, o aumento na razão de aquecimento provoca uma não uniformidade no aquecimento, acarretando em temperaturas de *onset* mais elevadas.

Deve ser observado que E_A pode ser utilizada como parâmetro de avaliação da qualidade do OMI, ou seja, quanto maior a E_A do processo termodegradativo, melhor o desempenho do OMI e conseqüentemente do TDP. Os valores obtidos para a E_A dos fluidos isolantes estudados nesse trabalho estão muito próximos dos valores observados na literatura para o OMI não envelhecido (RICE et al., 1933). Portanto, estes resultados demonstram que os grupos de OMI analisados continuam estáveis e seguros para serem utilizados como fluidos isolantes em TDP após um período de até

24 anos de envelhecimento natural.

4 | CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos, podem-se admitir as seguintes conclusões:

- a. Os espectros FTIR apontaram que o grupo de amostras T6-T10 de OMI que sofreram degradação oxidativa, resultando na formação de compostos carbonilados.
- b. A análise TG revela que as amostras de OMI possuem apenas uma única etapa de decomposição térmica indicando que o processo oxidativo sofrido pelas amostras de OMI parece não exercer influência significativa nas suas propriedades térmicas.
- c. Os resultados de E_A indicam que os grupos de OMI analisados continuam estáveis e seguros para serem utilizados como fluidos isolantes em TDP mesmo após um período de até 24 anos de envelhecimento natural.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR IEC 60085 – Isolação elétrica – Avaliação e designação térmicas**. Rio de Janeiro: ABNT, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10576: guia para acompanhamento de óleo mineral isolante de equipamentos elétricos**. Rio de Janeiro: ABNT, 2006.

BIAGINI E.; LIPPI F.; PETARCA L.; TOGNOTTI L.: **Devolatilization rate of biomasses and coal biomass blends: an experimental investigation**. Fuel, 81: 1041-1050, 2002.

FOGLER H.S. **Elements of chemical reaction engineering**. New York (EUA), Prentice Hall, 2005.

GEORGILAKIS P.S. **Spotlight on modern transformer design**. London (UK), Springer-Verlag, 2009.

GLOBAL INDUSTRY ANALYSTS, Inc. October 05, 2011. Acessível em: <http://www.poslovni.hr/media/PostAttachments/1271723/HPB%20report.pdf>.

KACHLER A.J., HOHLEIN I. **Aging of cellulose at transformer service temperatures. Part 1: Influence of type of oil and air on the degree of polymerization of pressboard, dissolved gases, and furanic compounds in oil**. IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol. 21, pp. 15-21, 2005.

KISSINGER H.E., **Reaction kinetics in differential thermal analysis**, Analytical Chemistry, 29: 1702–1706, 1957.

LUNDGAARD L., HANSEN W., LINHJELL D., PAINTER T.J., **Aging of oil-impregnated paper in power transformers**, IEEE Transaction on Power Delivery, Vol. 19, pp. 230-239, 2004.

OZAWA T., **A new method of analyzing thermogravimetric data**, Bulletin of the Chemical Society of Japan, 38:11, 1881-1886, 1965.

RICE F.O., DOOLEY M.D., The thermal decomposition of organic compounds from the standpoint of free radicals. IV. The dehydrogenation of paraffin hydrocarbons and the strength of the C—C bond, *Journal of the American Chemical Society*, 55: 4245-4247, 1933.

TRONSTAD, I., BLEKKAN, E. A., ESE, M. H. G., **Isothermal microcalorimetry as a tool for studying oxidation stability of insulating liquids**, IEEE Transactions in Dielectrics and Electrical Insulation, 19: 1528-1536, 2012.

WEI J.L., ZHANG G.J., DONG M. **Application of kinetics of chemical reaction in aging lifetime evaluation of oil–paper insulated transformers**. High Voltage Engineering, Vol. 35, pp. 544–550, 2009.

SOBRE A ORGANIZADORA:

Marcia Regina Werner Schneider Abdala: Mestre em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro, Graduada em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro. Possui experiência na área de Educação a mais de 06 anos, atuando na área de gestão acadêmica como coordenadora de curso de Engenharia e Tecnologia. Das diferentes atividades desenvolvidas destaca-se a atuação como professora de ensino superior atuando em várias áreas de graduações; professora de pós-graduação *lato sensu*; avaliadora de artigos e projetos; revisora de revistas científicas; membro de bancas examinadoras de trabalhos de conclusão de cursos de graduação. Atuou como inspetora de Aviação Civil, nas áreas de infraestrutura aeroportuária e segurança operacional em uma instituição federal.

Agência Brasileira do ISBN
ISBN 978-85-85107-65-9

