

COLEÇÃO
DESAFIOS
DAS
ENGENHARIAS:

ENGENHARIA DE MATERIAIS E METALÚRGICA 2



HENRIQUE AJUZ HOLZMANN
(ORGANIZADOR)

Atena
Editora
Ano 2021

COLEÇÃO
DESAFIOS
DAS
ENGENHARIAS:

ENGENHARIA DE MATERIAIS E METALÚRGICA 2



HENRIQUE AJUZ HOLZMANN
(ORGANIZADOR)

Atena
Editora
Ano 2021

Editora chefe

Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Editora executiva

Natalia Oliveira

Assistente editorial

Flávia Roberta Barão

Bibliotecária

Janaina Ramos

Projeto gráfico

Camila Alves de Cremo

Luiza Alves Batista

Maria Alice Pinheiro

Natália Sandrini de Azevedo

Imagens da capa

iStock

Edição de arte

Luiza Alves Batista

2021 by Atena Editora

Copyright © Atena Editora

Copyright do texto © 2021 Os autores

Copyright da edição © 2021 Atena Editora

Direitos para esta edição cedidos à Atena Editora pelos autores.

Open access publication by Atena Editora



Todo o conteúdo deste livro está licenciado sob uma Licença de Atribuição Creative Commons. Atribuição-Não-Comercial-NãoDerivativos 4.0 Internacional (CC BY-NC-ND 4.0).

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores, inclusive não representam necessariamente a posição oficial da Atena Editora. 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.

Todos os manuscritos foram previamente submetidos à avaliação cega pelos pares, membros do Conselho Editorial desta Editora, tendo sido aprovados para a publicação com base em critérios de neutralidade e imparcialidade acadêmica.

A Atena Editora é comprometida em garantir a integridade editorial em todas as etapas do processo de publicação, evitando plágio, dados ou resultados fraudulentos e impedindo que interesses financeiros comprometam os padrões éticos da publicação. Situações suspeitas de má conduta científica serão investigadas sob o mais alto padrão de rigor acadêmico e ético.

Conselho Editorial

Ciências Exatas e da Terra e Engenharias

Prof. Dr. Adélio Alcino Sampaio Castro Machado – Universidade do Porto

Profª Drª Ana Grasielle Dionísio Corrêa – Universidade Presbiteriana Mackenzie

Prof. Dr. Carlos Eduardo Sanches de Andrade – Universidade Federal de Goiás

Profª Drª Carmen Lúcia Voigt – Universidade Norte do Paraná

Prof. Dr. Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás

Prof. Dr. Douglas Gonçalves da Silva – Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia

Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Profª Drª Érica de Melo Azevedo – Instituto Federal do Rio de Janeiro
Prof. Dr. Fabrício Menezes Ramos – Instituto Federal do Pará
Profª Dra. Jéssica Verger Nardeli – Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho
Prof. Dr. Juliano Carlo Rufino de Freitas – Universidade Federal de Campina Grande
Profª Drª Luciana do Nascimento Mendes – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte
Prof. Dr. Marcelo Marques – Universidade Estadual de Maringá
Prof. Dr. Marco Aurélio Kistemann Junior – Universidade Federal de Juiz de Fora
Profª Drª Neiva Maria de Almeida – Universidade Federal da Paraíba
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Profª Drª Priscila Tessmer Scaglioni – Universidade Federal de Pelotas
Prof. Dr. Sidney Gonçalo de Lima – Universidade Federal do Piauí
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista

Diagramação: Maria Alice Pinheiro
Correção: Flávia Roberta Barão
Indexação: Gabriel Motomu Teshima
Revisão: Os autores
Organizador: Henrique Ajuz Holzmann

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

C691 Coleção desafios das engenharias: engenharia de materiais e metalúrgica 2 / Organizador Henrique Ajuz Holzmann. – Ponta Grossa - PR: Atena, 2021.

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-65-5983-551-5

DOI: <https://doi.org/10.22533/at.ed.515210610>

1. Engenharia de Materiais. 2. Metalúrgica. I. Holzmann, Henrique Ajuz (Organizador). II. Título. CDD 669

Elaborado por Bibliotecária Janaina Ramos – CRB-8/9166

Atena Editora

Ponta Grossa – Paraná – Brasil

Telefone: +55 (42) 3323-5493

www.atenaeditora.com.br

contato@atenaeditora.com.br

DECLARAÇÃO DOS AUTORES

Os autores desta obra: 1. Atestam não possuir qualquer interesse comercial que constitua um conflito de interesses em relação ao artigo científico publicado; 2. Declaram que participaram ativamente da construção dos respectivos manuscritos, preferencialmente na: a) Concepção do estudo, e/ou aquisição de dados, e/ou análise e interpretação de dados; b) Elaboração do artigo ou revisão com vistas a tornar o material intelectualmente relevante; c) Aprovação final do manuscrito para submissão.; 3. Certificam que os artigos científicos publicados estão completamente isentos de dados e/ou resultados fraudulentos; 4. Confirmam a citação e a referência correta de todos os dados e de interpretações de dados de outras pesquisas; 5. Reconhecem terem informado todas as fontes de financiamento recebidas para a consecução da pesquisa; 6. Autorizam a edição da obra, que incluem os registros de ficha catalográfica, ISBN, DOI e demais indexadores, projeto visual e criação de capa, diagramação de miolo, assim como lançamento e divulgação da mesma conforme critérios da Atena Editora.

DECLARAÇÃO DA EDITORA

A Atena Editora declara, para os devidos fins de direito, que: 1. A presente publicação constitui apenas transferência temporária dos direitos autorais, direito sobre a publicação, inclusive não constitui responsabilidade solidária na criação dos manuscritos publicados, nos termos previstos na Lei sobre direitos autorais (Lei 9610/98), no art. 184 do Código Penal e no art. 927 do Código Civil; 2. Autoriza e incentiva os autores a assinarem contratos com repositórios institucionais, com fins exclusivos de divulgação da obra, desde que com o devido reconhecimento de autoria e edição e sem qualquer finalidade comercial; 3. Todos os e-book são *open access*, desta forma não os comercializa em seu site, sites parceiros, plataformas de *e-commerce*, ou qualquer outro meio virtual ou físico, portanto, está isenta de repasses de direitos autorais aos autores; 4. Todos os membros do conselho editorial são doutores e vinculados a instituições de ensino superior públicas, conforme recomendação da CAPES para obtenção do Qualis livro; 5. Não cede, comercializa ou autoriza a utilização dos nomes e e-mails dos autores, bem como nenhum outro dado dos mesmos, para qualquer finalidade que não o escopo da divulgação desta obra.

APRESENTAÇÃO

A engenharia de materiais, se tornou um dos grandes pilares da revolução técnica industrial, principalmente quando se diz a indústria 4.0, devido a necessidade de desenvolvimento de novos materiais, que apresentem melhores características e propriedades físico-químicas. Para obtenção desses novos materiais, muitos processos precisaram de alterações e de novos métodos, exigindo um desprendimento de força elevado nesta área. Grandes empresas e centros de pesquisa investem maciçamente em setores de P&D a fim de tornarem seus produtos e suas tecnologias mais competitivas.

Destaca-se que a área de material compreende três grandes grupos, a dos metais, das cerâmicas e dos polímeros, sendo que cada um deles tem sua importância na geração de tecnologia e no desenvolvimento dos produtos. Aliar os conhecimentos pré-existentes com novas tecnologias é um dos grandes desafios da nova engenharia.

Neste livro são explorados trabalhos teóricos e práticos, relacionados as áreas de materiais, dando um panorama dos assuntos em pesquisa atualmente. Apresenta capítulos relacionados ao desenvolvimento de novos materiais, com aplicações nos mais diversos ramos da ciência, bem como assuntos relacionados a melhoria em processos e produtos já existentes, buscando uma melhoria e a redução dos custos.

De abordagem objetiva, a obra se mostra de grande relevância para graduandos, alunos de pós-graduação, docentes e profissionais, apresentando temáticas e metodologias diversificadas, em situações reais.

Boa leitura a todos.

Henrique Ajuz Holzmann

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1..... 1

STRESS-CRACKING: UM ESTUDO BIBLIOMÉTRICO DOS ÚLTIMOS 21 ANOS DE PUBLICAÇÕES CIENTÍFICAS

Vinícius Pereira Bacurau
Ana Larissa Soares Cruz
Nicolas Moreira de Carvalho Gomes
Ermeson David dos Santos Silva
Thalia Delmondes de Souza
Leonardo Alves Pinto
Edvânia Trajano Teófilo

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.5152106101>

CAPÍTULO 2..... 18

ESTUDO DA INFLUENCIA DA ADIÇÃO DO WC NANOESTRUTURADO NAS PROPRIEDADES DO AÇO MA957

Kívia Fabiana Galvão de Araújo
Maria José Santos Lima
Fernando Erick Santos da Silva
Cléber da Silva Lourenço
Uilame Umbelino Gomes

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.5152106102>

CAPÍTULO 3..... 30

CARACTERIZAÇÃO DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA EM AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS E DEFORMADOS POR DIFERENTES PROCESSOS DA ÁREA NUCLEAR

Jamil Martins Guimarães Júnior

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.5152106103>

CAPÍTULO 4..... 38

TRÊS MÉTODOS PARA MELHORAR AS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE LIGAS DE ALUMÍNIO

Juan José Arenas Romero
Jesús García Lira
Martín Castillo Sánchez

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.5152106104>

CAPÍTULO 5..... 45

IMPACT OF ZINC CONCENTRATION AND pH IN THE ELECTROPLATING PROCESS IN AN ACID SULFATE-BASED SOLUTION

Gabriel Abelha Carrijo Gonçalves
Pedro Manoel Silveira Campos
Tácia Costa Veloso
Vera Rosa Capelossi

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.5152106105>

CAPÍTULO 6	56
INSPEÇÃO ATRAVÉS DO ENSAIO VISUAL	
Marta Alves Marques	
 https://doi.org/10.22533/at.ed.5152106106	
CAPÍTULO 7	78
RESÍDUOS ELETROELETRÔNICOS NO BRASIL: UMA ABORDAGEM SOBRE ARTIGOS CIENTÍFICOS E POLÍTICAS NACIONAIS NO ÚLTIMO QUINQUÊNIO	
Mariana Cordeiro Magalhães	
Fernanda Nadier Cavalcanti Reis	
Peolla Paula Stein	
Tatiane Benvenuti	
Tácia Costa Veloso	
 https://doi.org/10.22533/at.ed.5152106107	
CAPÍTULO 8	84
PRODUÇÃO DE JANELAS INTELIGENTES BASEADAS EM POLÍMEROS NATURAIS	
Márcio Roberto da Silva Oliveira	
 https://doi.org/10.22533/at.ed.5152106108	
CAPÍTULO 9	94
BENEFÍCIOS NA UTILIZAÇÃO DE TUBOS DE PAPELÃO ESTRUTURAL COMO SISTEMA CONSTRUTIVO	
Gabriela Santos Pereira Lopes de Barros	
 https://doi.org/10.22533/at.ed.5152106109	
CAPÍTULO 10	106
ADIÇÃO DE BORRACHA DE PNEUS ORIUNDA DE CAPEAMENTO NO CONCRETO ESTRUTURAL – UMA AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS	
Myrelle Pinheiro e Silva	
Maria Letícia Ferreira da Silva	
Daniele Gomes Carvalho	
 https://doi.org/10.22533/at.ed.51521061010	
CAPÍTULO 11	132
AVALIAÇÃO DA BORRACHA NATURAL EPOXIDADA COMO UM POSSÍVEL MATERIAL AUTORREPARÁVEL	
Duane da Silva Moraes	
Helena Mesquita Biz	
Tatiana Louise Avila de Campos Rocha	
Cristiane Krause Santin	
 https://doi.org/10.22533/at.ed.51521061011	

CAPÍTULO 12..... 149

LAJOTAS DE PISO TÁTIL PREPARADAS COM ADIÇÃO DE *FLAKES* DE POLIESTIRENO RECICLADO COMO AGREGADO MIÚDO EM ARGAMASSA

Debora Scopel
Mateus Vosgnach
Vinicio Ceconello
Ana Maria Coulon Grisa
Edson L. Francischetti
Mara Zeni Andrade

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.51521061012>

CAPÍTULO 13..... 159

ADSORCION DE XANTATO ISOPROPILICO DE SODIO EN LA GALENA

Claudia Veronica Reyes Guzman
Leonor Muñoz Ramírez
Sergio García Villarreal
Gloria Guadalupe Treviño Vera
Aglae Davalos Sánchez
Gema Trinidad Ramos Escobedo
Manuel García Yregoi
Evelyn Rodríguez Reyna
Samuel Chacón de la Rosa
Luis Rey García Canales

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.51521061013>

CAPÍTULO 14..... 170

ADSORCION DE CIANURO EN CARBON ACTIVADO DE CASCARA DE TAMARINDO

Claudia Veronica Reyes Guzmán
Leonor Muñoz Ramírez
Sergio García Villarreal
Gloria Guadalupe Treviño Vera
Aglae Davalos Sánchez
Gema Trinidad Ramos Escobedo
María Gloria Rosales Sosa
Evelyn Rodríguez Reyna
Samuel Chacón de la Rosa
Luis Enrique Barajas Castillo

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.51521061014>

CAPÍTULO 15..... 180

DESENVOLVIMENTO DE MEMBRANAS DE QUITOSANA/GELATINA/FÁRMACO PARA REGENERAÇÃO DA SUPERFÍCIE OCULAR

Amanda Eliza Goulart Gadelha
Wladýmjr Jéfferson Bacalhau Sousa
Albaniza Alves Tavares
Rossembérg Cardoso Barbosa
Maria Dennise Medeiros Macêdo

Thiago Cajú Pedrosa
Ana Caroline Santana de Azevedo
Fernando Melo Gadelha
Kleilton Oliveira Santos
Marcus Vinícius Lia Fook

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.51521061015>

CAPÍTULO 16..... 194

META-ARAMIDAS: DE UMA PERSPECTIVA DE PROTEÇÃO PESSOAL A UMA PERSPECTIVA AMBIENTAL

Natália de Oliveira Fonseca
Íris Oliveira da Silva
Francisco Claudivan da Silva
Késia Karina de Oliveira Souto Silva

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.51521061016>

CAPÍTULO 17..... 205

USINAS TERMELÉTRICAS E A SIDERURGIA

Késsia de Almeida Silva

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.51521061017>

SOBRE O ORGANIZADOR..... 209

ÍNDICE REMISSIVO..... 210

CAPÍTULO 1

STRESS-CRACKING: UM ESTUDO BIBLIOMÉTRICO DOS ÚLTIMOS 21 ANOS DE PUBLICAÇÕES CIENTÍFICAS

Data de aceite: 01/10/2021

Data da submissão: 06/08/2021

Edvânia Trajana Teófilo

Universidade Federal do Cariri (UFCA), Centro de Ciências e Tecnologia (CCT), Juazeiro do Norte – CE
<http://lattes.cnpq.br/8243151291427201>

Vinícius Pereira Bacurau

Universidade Federal do Cariri (UFCA), Centro de Ciências e Tecnologia (CCT), Juazeiro do Norte – CE
<http://lattes.cnpq.br/3702118357708912>

Ana Larissa Soares Cruz

Universidade Federal do Cariri (UFCA), Centro de Ciências e Tecnologia (CCT), Juazeiro do Norte – CE
<http://lattes.cnpq.br/8948387799925330>

Nicolas Moreira de Carvalho Gomes

Universidade Federal do Cariri (UFCA), Centro de Ciências e Tecnologia (CCT), Juazeiro do Norte – CE
<http://lattes.cnpq.br/4699827186889924>

Ermeson David dos Santos Silva

Universidade Federal do Cariri (UFCA), Centro de Ciências e Tecnologia (CCT), Juazeiro do Norte – CE
<http://lattes.cnpq.br/5128932687931370>

Thalia Delmondes de Souza

Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), Centro de Ciência Exatas e de Tecnologia (CCET), São Carlos - SP
<http://lattes.cnpq.br/3337909176324793>

Leonardo Alves Pinto

Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), Centro de Ciência Exatas e de Tecnologia (CCET), São Carlos – SP
<https://orcid.org/0000-0002-0371-7424>

RESUMO: O Environmental Stress Cracking (ESC), ou simplesmente stress cracking, é um fenômeno que ocorre em materiais poliméricos quando se tem a ação conjunta de um fluido (líquido ou vapor) com tensões mecânicas, ocasionando fissuramento ou levando à falha prematura e catastrófica do material. Busca-se por meio deste estudo averiguar as publicações dos últimos 21 anos (2000 a 2020) sobre o stress cracking. A pesquisa foi realizada em três bancos de dados, o Web of Science, Scielo e Scopus a fim de obter a quantidade de artigos publicados, verificar quais países mais pesquisam sobre o assunto, as palavras chaves relacionadas e as principais referências adotadas. Com isso, destacar as rotas construídas dentro deste campo em uma linha temporal, assim como os principais países que assumem postos de liderança nestas pesquisas. Constatou-se, a partir da distribuição de palavras chaves, que ocorreu uma variação sobre os estudos do fenômeno ESC, como sendo: diversificação nos polímeros empregados e preocupação com aspectos não apenas mecânicos, mas também morfológicos e estruturais. As pesquisas realizadas no presente estudo mostram que a quantidade anual de publicações mundial sobre o fenômeno ESC apresenta um crescimento linear discreto no período de 2000 a 2020, e que o Brasil figura

como um dos principais países que pesquisam sobre o fenômeno juntamente com EUA, China, Alemanha e Canadá.

PALAVRAS - CHAVE: environmental stress cracking, polímeros, Ciência dos Materiais, estudo bibliométrico.

ABSTRACT: Environmental Stress Cracking (ESC), or simply stress cracking, is a phenomenon that occurs in polymeric materials when there is the joint action of a fluid (liquid or steam) with mechanical stresses, causing cracking or leading to premature and catastrophic failure of the material. The aim of this study is to investigate publications from the last 21 years (2000 to 2020) on stress cracking. The research was carried out in three databases, the Web of Science, Scielo and Scopus in order to obtain the number of articles published, verify which countries research the most on the subject, the related keywords and the main references adopted. With this, we highlight the routes built within this field in a timeline, as well as the main countries that assume leadership positions in these surveys. From the distribution of key words, it was found that there was a variation on the studies of the ESC phenomenon, such as: diversification in the polymers used and concern with not only mechanical, but also morphological and structural aspects. The surveys carried out in this study show that the annual amount of publications on the ESC phenomenon worldwide shows a discrete linear growth in the period from 2000 to 2020, and that Brazil is one of the main countries that research the phenomenon together with the USA, China, Germany and Canada.

KEYWORDS: environmental stress cracking, polymer, Materials Science, bibliometric study.

1 | INTRODUÇÃO

Environmental stress cracking (ESC) tem sido reportado como uma das principais causas para diminuição da vida útil de produtos plásticos, causando danos que variam de fissuras superficiais à fratura frágil, mesmo em polímeros considerados de comportamento dúctil, como é o caso do policarbonato e do PET (TEÓFILO & RABELLO, 2015).

O fenômeno de *stress cracking* acontece quando se tem a ação conjunta de um fluido ativo (líquido ou vapor) com tensões mecânicas (internas ou externas), levando à falha do material. Sendo que, pequenas quantidades desse fluido já são o suficiente para o desenvolvimento do fenômeno (WRIGHT, 1996). Muitas das falhas por *stress cracking* envolvem contato do produto com fluidos como tintas, adesivos, agentes de limpeza, aerossóis, lubrificantes, óleos vegetais e até mesmo alimentos como manteiga e sorvete (TEÓFILO et al, 2009).

Sobre o mecanismo de ESC, acredita-se que o fluido atua (i) reduzindo a energia superficial para a formação de trincas ou (ii) causando plastificação localizada, que juntamente com a tensão mecânica, facilita o deslocamento molecular e a formação de microfibrilas, que posteriormente evoluem para trincas, ocasionando a falha do material (TEÓFILO & RABELLO, 2015).

A tensão que gera o fenômeno do *stress cracking*, geralmente deve ser tratativa, pois esse tipo de tensão faz com que ocorra desacomplamento entre as moléculas do

material. Tensões compressivas podem até ter uma magnitude suficiente para fraturar mecanicamente o material, mas não orientam as moléculas de forma que favoreça o *stress cracking*. Segundo Jansen (2004), estudos apontam que 25% das fraturas em polímeros são decorrentes do *stress cracking*. Assim, destaca-se como essencial uma análise dos trabalhos publicados sobre o assunto, de modo a avaliar quantitativamente o cenário mundial dessas pesquisas.

Para isso foi utilizada a bibliometria, que é uma ferramenta estatística que permite gerar diferentes indicadores, necessários para o planejamento, avaliação e gestão de conhecimento, principalmente em meios de comunicação científicos e tecnológicos, ao mesmo tempo contribuindo para organização e sistematização do conhecimento (GUEDES, 2005). Cunha (1985), expõe que bibliometria é um método de pesquisa que permite encontrar uma quantidade restrita de periódicos essenciais (denominados nucleares), nos quais estarão os artigos mais relevantes publicados sobre o assunto.

Nesse contexto, a principal contribuição desta pesquisa está em analisar as publicações dos últimos 21 anos sobre *stress cracking* na área dos materiais poliméricos, por meio das bases de dados *Web of Science*, *Scielo* e *Scopus*. Ao mesmo tempo busca-se avaliar o comportamento científico mundial nestas publicações, traçando um perfil que destaque as rotas construídas dentro deste campo em uma linha temporal, assim como os principais países e autores que assumem postos de liderança nestas pesquisas. Com esse perfil, pode-se direcionar novos trabalhos a partir dos polímeros ou aspectos já amplamente citados e discutidos nos artigos de análise.

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

A aquisição de dados bibliográficos foi realizada na base de dados da *Web of Science*, *Scielo* e *Scopus* em 01 de julho de 2021. A busca eletrônica foi limitada ao campo de tópicos, que incluiu o título, resumo e palavras-chave, o descritor utilizado foi “*stress cracking*” na categoria “*Polymer Science*”. O banco de dados *Scopus* não permitiu limitar a categoria da pesquisa para ciência dos polímeros, sendo usado o termo “*Materials Engineering*”. A delimitação desta, teve como objetivo evitar uma possível confusão com eventos de corrosão em outros tipos de materiais. A pesquisa compreendeu o período entre 2000 e 2020, detendo-se apenas a trabalhos do tipo artigos. Os resultados da pesquisa foram exportados como arquivos delimitados por tabulação e processado usando um programa de software bibliométrico, *VOSviewer* versão 1.6.16.

O software *VOSviewer* é uma ferramenta para criar, visualizar e explorar mapas com base em dados de rede. Diferentes aspectos da literatura podem ser enfatizados, como coautores, países, citações e palavras-chave. O software usa uma abordagem unificada baseada na matriz de co-ocorrência para o agrupamento de termos normalizados e uma medida de similaridade que calcula a força de associação entre os termos.

Durante a análise de citação com o software as palavras derivadas foram unidas a partir dos arquivos do dicionário de sinônimos. Foi definida uma co-ocorrência mínima para o caso dos autores, países, citações e palavras chaves. O gráfico das publicações por ano foi gerado pelo software *Origin*. O mapa de publicações por países foi construído a partir das Planilhas Google e editada pela plataforma Canva.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

Dentre os resultados da pesquisa está a quantidade de artigos publicados, encontrados em cada banco de dados, apresentados na Tabela 01. No SciELO não foi possível encontrar nenhuma publicação de artigos sobre o tema de interesse. Para o Scopus pode ser que a quantidade de publicações esteja levemente inflada porque não foi possível filtrar os resultados de forma a evitar um fenômeno que ocorre em materiais metálicos (a saber, o *stress corrosion cracking*), o qual possui palavras similares ao fenômeno avaliado no presente estudo. Com isso, seus dados não foram utilizados nas análises subsequentes. Os dados do *Web of Science* apresentaram os resultados mais coerentes com os parâmetros de busca estabelecidos, sendo, portanto, escolhidos para ilustrar as discussões dos tópicos que seguem.

Banco de dados	Quantidade de Publicações
<i>Web of Science</i>	165
<i>Scopus</i>	160*
<i>SciELO</i>	0

(*) Dados encontrados com um diferente filtro de categoria.

Tabela 01 - Publicações por Banco de Dados

3.1 Publicações Anuais

A Figura 01 ilustra a quantidade de publicações por ano no mundo e nos cinco países que mais publicaram sobre o tema. A quantidade de publicações mundial por ano (Figura 01.a) apresenta um crescimento linear discreto. Para os países que mais realizaram publicações nas últimas duas décadas, temos um crescimento quase contínuo para os Estados Unidos da América (EUA) (Figura 01.b) e Alemanha (Figura 01.d), e uma certa estabilidade ao longo das duas décadas para o Canadá (Figura 01.f). No caso da China (Figura 01.c), há um crescimento na quantidade de publicações e uma leve queda no final da segunda década. No caso do Brasil (Figura 01.e), ocorreu um pico de publicações no final da primeira década, e permaneceu praticamente estável no decorrer dos anos que se seguiram.

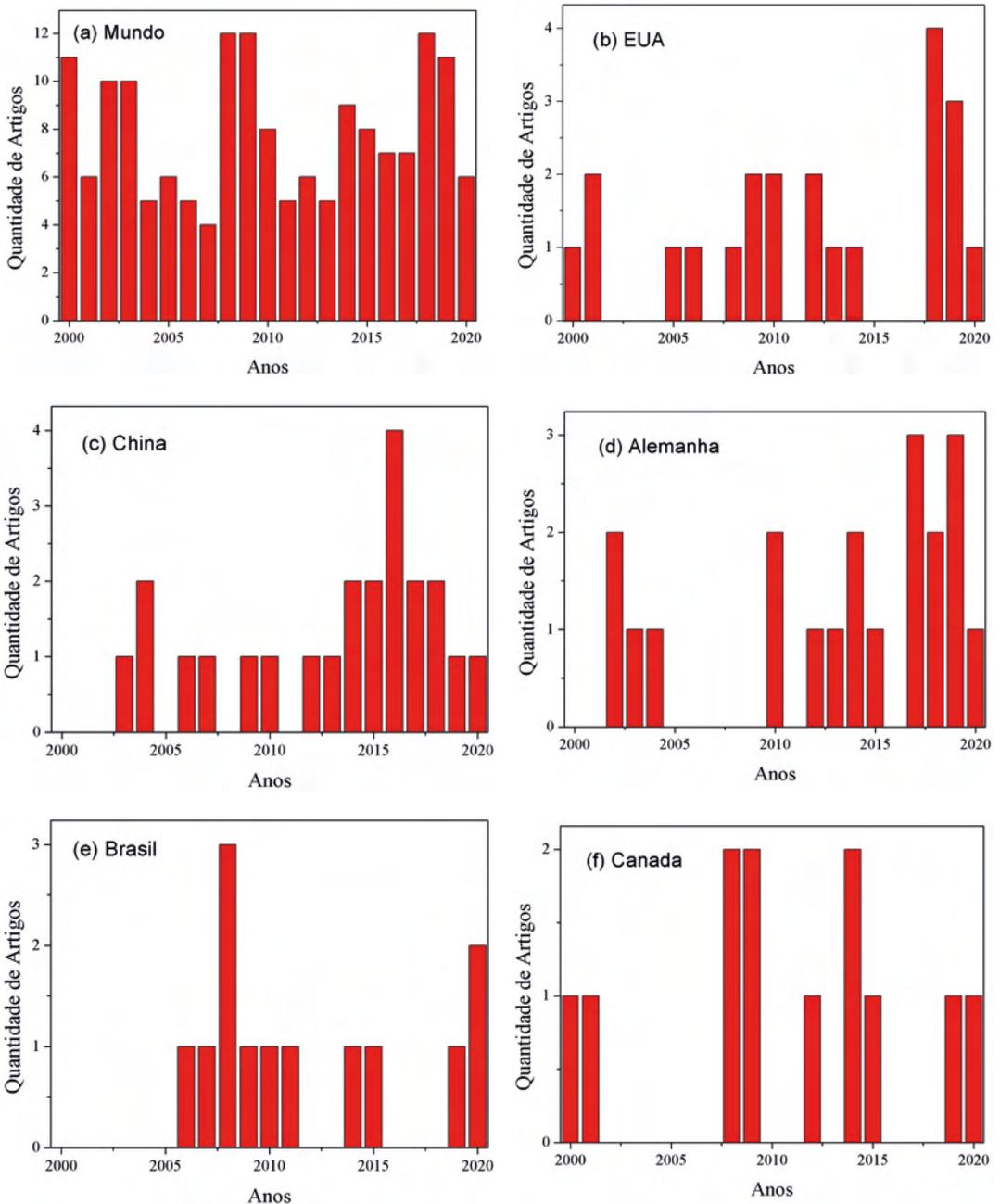


Figura 01 - Publicações de artigos sobre ESC por ano (a) no mundo, (b) nos Estados Unidos, (c) na China, (d) na Alemanha, (e) no Brasil e (f) no Canadá, com base no banco de dados do Web of Science.

3.2 Publicações por Países

A Figura 02 exibe a quantidade de publicações por países acima de duas publicações nos últimos 21 anos. Países identificados com cores mais claras são aqueles com menores números de trabalhos publicados sobre o tema, como é o caso da Espanha, Turquia e Áustria. Países com cores mais escuras apresentam os maiores números de publicações. Dentre estes destacam-se os Estados Unidos da América, China, Alemanha, Brasil e Canadá com 24, 23, 20, 13 e 13 trabalhos publicados, respectivamente, formando o ranking dos 5 países com mais publicações sobre Stress Cracking na área de Ciência dos Polímeros.

Ao fazer uma média de trabalhos publicados por ano durante os últimos 21 anos, percebe-se que o país com mais publicação de artigos científicos na área fica com uma média de apenas 1,1 artigos publicados anualmente. Ou seja, o país que mais publica sobre o assunto, gera em torno 1 artigo a cada ano. Analisando países como Áustria, que tem números bem menores, trata-se de 1 artigo científico sobre Stress Cracking a cada 10 anos e 6 meses. Países como Brasil e Canadá, que estão entre os cinco que mais publicam, produzem 1 a cada quase 2 anos, o que reforça a necessidade de mais trabalhos e discussões sobre o tema.

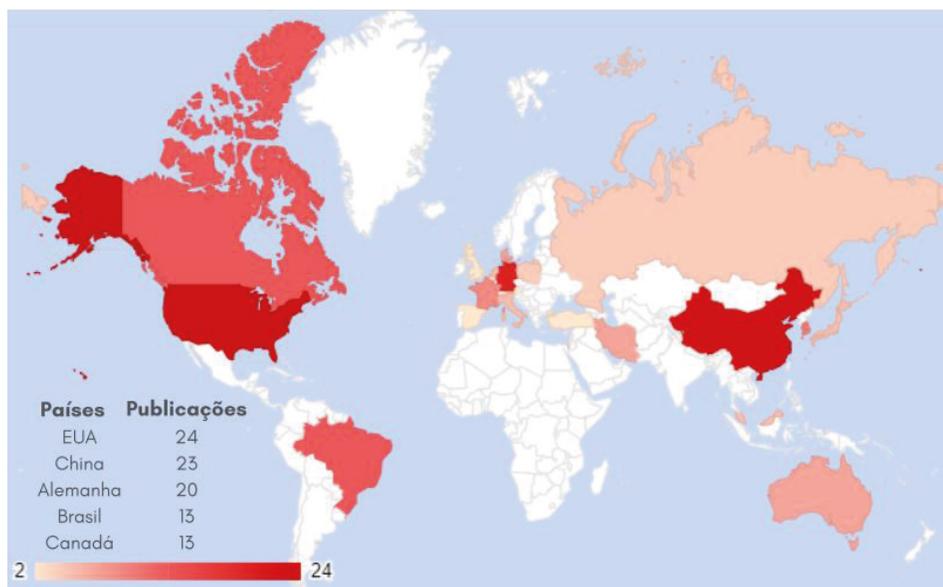


Figura 02 - Publicações de artigos sobre ESC por países. Destaque para os cinco países com mais publicações.

Segundo o relatório da Unesco (2010), países como EUA, Canadá e Alemanha, apresentaram em 2002 e 2007 investimento em pesquisa proporcional ao PIB (Produto

Interno Bruto) acima da média mundial (1,70%), com Brasil e China muito distantes desta marca. Em 2018, EUA (USA) e Alemanha continuam apresentando investimento acima da média mundial (1,79%), com respectivamente, 2,84% e 3,09%, e China em uma escalada vertiginosa, assume patamares próximos, com 2,19%. Para Brasil e Canadá seus valores ficam abaixo da média mundial, com 1,26% e 1,57%, respectivamente (UNESCO, 2021). Correlacionando número de publicações e proporção do PIB investido em pesquisa e desenvolvimento (P&D), nota-se que os países que assumem os 3 primeiros lugares no ranking de mais publicações são os mesmos que ao longo dos anos mais investiram parte de seu PIB para fomentar pesquisa. O caso especial é a China que apesar de seus baixos investimentos em 2002 e 2007, teve um grande crescimento a partir da segunda década.

Apesar desta ótima relação, não é apenas esta que deve ser levada em conta. Aspectos como demanda e produção de polímeros são fatores fundamentais para que haja ou não atenção a essa discussão nos respectivos países. De acordo com a *PlasticsEurope* (2020) o bloco comercial NAFTA (*North American Free Trade Agreement*), formado por Estados Unidos, México e Canadá, representa 19% da produção mundial de plástico em 2019, enquanto a Ásia é responsável por 51%, sendo destes, 31% contribuição direta da China. Os países da América Latina, fora México, representam 4% da produção mundial de plástico. Somam-se a esse grupo todos os países da América Latina incluindo o Brasil. Este último, mesmo sendo uma parcela muito pequena frente a outros países na produção mundial de plástico, ainda sim desponta com 13 publicações, tal como o Canadá, que tem contribuições superiores na produção de polímeros pelo NAFTA.

3.3 Correlação de Autores

A Tabela 02 apresenta os 5 autores com mais artigos publicados sobre *stress cracking* na área de ciência dos polímeros durante os anos de 2000 a 2020, segundo a *Web of Science*. Canadá ocupa os dois primeiros lugares com Penlidis e Polak tendo o total de 7 trabalhos cada e valor de h-index igual 35 e 21, respectivamente. O Brasil ocupa o terceiro lugar com Rabello, apresentando também 7 trabalhos publicados sobre o assunto, e H-index 18. Quarto e quinto lugar apresentam 4 trabalhos, sendo respectivamente, EUA com Hansen, H-index igual a 24, e China com Liu, alcançando o maior valor de H-index dentre os autores analisados, sendo 58. O h-index é uma ferramenta para avaliar individualmente: qualidade científica, regularidade de produção e previsão de desempenho científico, relacionando produtividade e impacto (THOMAZ et. al, 2011; HIRSCH, 2007; KULASEGARAH e FENTON, 2010).

Ranking por N° de Trabalhos	Autor	N° de Trabalhos	h-index	Países Associados
1°	Penlidis, Alexander	7	35	Canadá
2°	Polak, Maria Anna	7	21	Canadá
3°	Rabello, Marcelo	7	18	Brasil
4°	Hansen, Charles	4	24	EUA
5°	Liu, Chuntai	4	58	China

Tabela 02 - Ranking dos autores com maior número de trabalhos publicados sobre ESC no período de 2000 a 2020, segundo a base de dados Web of Science.

Através dos dados apresentados é possível notar uma relação inversa entre país associado dos autores com mais publicações e países com mais publicações (figura 02), ficando fora dessa correlação apenas a Alemanha, dado não haver nenhum autor associado ao país no ranking de 5.

3.4 Correlação de citações por trabalhos

Com o intuito de analisar as referências mais citadas pelos 165 trabalhos obtidos pela base de dados *Web Science* entre 2000 a 2020 e como eles se relacionam, foi construído pelo software *Vosviewer* uma análise de cocitações utilizando como unidade de análise as referências, gerando dessa forma uma rede com 22 referências que possuem no mínimo 10 correlações como ilustrado na Figura 03. Na imagem, o tamanho dos “nós” simbolizam a quantidade de citações, dessa maneira os “nós” com maior diâmetro representam as referências com maior número de citações e vice-versa. As colorações representam dois grupos: verde e vermelho, que são gerados pela incidência de referências que são citadas em conjunto nos artigos, ocorrendo uma maior correlação entre elas dentro desse espaço.

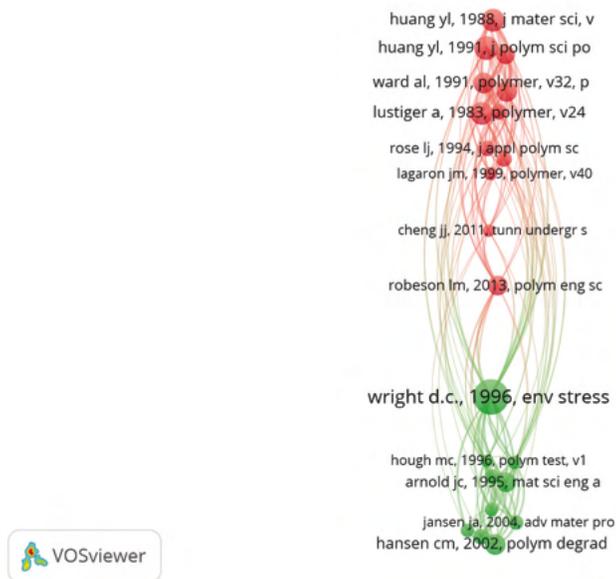


Figura 03 - Rede de correlação das referências mais citadas nos trabalhos entre 2000 a 2020, segundo o banco de dados *Web of Science*, gerado pelo *Vosviewer*.

A partir dos dados gerados pelo Vosviewer foi possível determinar a média de citações entre as 22 referências que possuíam as 10 correlações mínimas, sendo essa média de 14,59. Dessa maneira, as referências mais utilizadas foram determinadas tomando como critério possuir um número de citações superior à média. Tais referências estão indicadas na Tabela 3 e uma visão geral de seus conteúdos expostas a seguir.

Título	Autores	Nº de citações
Environmental Stress Cracking of Plastics	David Wright (1996)	28
Dependence of Slow Crack Growth in Polyethylene on Butyl Branch Density: morphology and Theory	Yan-Ling Huang and Norman Brown (1991)	19
The effect of molecular weight on slow crack growth in linear polyethylene homopolymers	Yan-Ling Huang and Norman Brown (1988)	18
Importance of tie molecules in preventing polyethylene fracture under long-term loading conditions	A. Lustiger and R. L. Markham (1983)	18
On predicting environmental stress cracking in polymers	Charles M. Hansen (2002)	17
Strain hardening modulus as a measure of environmental stress crack resistance of high density polyethylene	L. Kurelec et al., (2005)	17
The mechanism of slow crack growth in polyethylene by an environmental stress cracking agent	A. L. Ward et al., (1991)	17
The influence of liquid uptake on environmental stress cracking of glassy polymers	J.C. Arnold (1994)	16
Environmental Stress Cracking: A Review	Lloyd M. Robeson (2012)	16
Critical Review of the Molecular Topology of Semicrystalline Polymers: The Origin and Assessment of Intercrystalline Tie Molecules and Chain Entanglements	Roland Seguela (2005)	15

Tabela 03 - Referências com maior número de citações ordenadas de forma decrescente.

No livro de Wright (1996) foi explicado as causas do fenômeno Environmental stress cracking e suas implicações. Abordando os métodos de análise do fenômeno, os fatores que influenciam a sua ocorrência e dados sobre alguns polímeros específicos.

Os autores Huang & Brown (1991) propuseram uma teoria para avaliar o efeito que a baixa densidade da ramificação exerce sobre a taxa de crescimento da fissura. Dessa forma, dividiram sua pesquisa em duas etapas. Na primeira calculou-se o número de moléculas de ligação a partir da maior cadeia polimérica e na segunda parte utilizaram um microscópio eletrônico de varredura (MEV) para observar o surgimento da trinca e sua morfologia. O crescimento da fissura ocorreu sob condições de deformação plana por meio de ensaios de tração entalhada.

Huang & Brown (1988) realizaram uma análise que mediu a taxa de crescimento da trinca em polietileno em função do peso e densidade molecular das ramificações. Com o intuito de determinar o efeito da densidade de ramificações de butil utilizou-se um copolímero etileno-hexeno com o peso molecular próximo do homopolímero. O crescimento

foi observado em espécimes de tração entalhados sob condições de deformação plana e em função da tensão e da temperatura. O efeito do peso molecular foi determinado em homopolímeros.

Lustiger & Markham (1983) realizaram uma análise para examinar os aspectos práticos do fenômeno *environmental stress cracking* em tubos extrudados de polietileno de média densidade (PEMD). Com o intuito de descrever o modelo de fratura frágil e entender as diferenças entre as propriedades, utilizou-se microscópio eletrônico de varredura e microscópio eletrônico de transmissão para analisar as áreas de fratura do corpo de prova. Foi realizada também cromatografia de permeação em gel para exames morfológicos da parede interna do tubo.

Hansen (2002) realizou uma correlação do ESC com o gráfico de número RED (diferença de energia relativa), utilizando uma interação polímero solvente que foram determinadas a partir dos parâmetros de solubilidade de Hansen (HSP) versus parâmetro de tamanho molecular. Os gráficos foram feitos para um copolímero ciclo-olefínico, um policarbonato e um polivinilcloro. Este trabalho é uma extensão de estudos anteriores (Hansen CM, Just L; 2001), que apresentam as correlações do parâmetro de solubilidade particular de Hansen (HSP) para a solubilidade e ESC no Copolímero ciclo-olefínico (COC) Topas 6013 (Ticona), para 43 solventes sistematicamente escolhidos cobrindo uma ampla gama de HSP.

Kurelec et. al (2005) estudaram a resistência à propagação de trincas em diferentes tipos de homopolímero e copolímero de etileno e polietileno a partir de um ensaio de tração realizado a 80 °C. Dessa maneira, determinou-se que a resistência à propagação de trincas no polietileno é influenciada por *craxe*. Defendem os autores que, nesse caso, o material quando submetido a uma tensão de tração terá um aumento de resistência por alinhamento das microfibrilas, o que conseqüentemente irá reduzir a deformação, retardando a fratura.

Ward et al. (1991) utilizaram um copolímero de etileno-octeno, com intuito de avaliar os efeitos da tensão e da temperatura sobre o crescimento de fissuras nas condições ao ar e umedecido por Igepal. O polietileno investigado ao ar possui um comportamento de fissuração próximo a de uma resina usada em aplicações críticas como distribuição de gás natural.

Arnold (1994) realizou testes em dois polímeros em condições específicas para avaliar o fenômeno de ESC. Os sistemas trabalhados foram o policarbonato sob ação de etanol e um fenólico banhado em óleo e água. Ambos foram expostos a testes de tração com taxa de deformação constante e testes de fluência.

Robeson (2012) desenvolveu um artigo de revisão, realizando uma discussão sobre os mecanismos que causam ESC proposto na literatura, os métodos de testes comumente empregados e abordagens para reduzir a ocorrência do fenômeno.

Seguela (2005) aborda uma revisão sobre os mecanismos de nucleação das moléculas de ligação durante o estágio da cristalização e a avaliação experimental e teórica

de sua concentração. O objetivo deste artigo foi fazer um levantamento crítico desses estudos e propor algumas melhorias das deficiências ou lacunas das várias abordagens.

Analisando os trabalhos com maior número de citações, foi possível inferir que a maioria deles são publicações antigas, sendo a do Yan-Ling Huang e Norman Brown de 33 anos atrás. Dessa maneira, pode-se perceber que o ESC em polímeros é um assunto com pouca literatura, fazendo com que a maioria das pesquisas atuais acabem recorrendo a trabalhos antigos publicados.

3.5 Distribuição das Palavras Chaves

No intuito de descrever as rotas das pesquisas envolvendo o fenômeno *stress cracking*, foram analisadas em período de 7 em 7 anos, dentro dos últimos 21 anos (2000-2020), as palavras chaves mais recorrentes nos artigos publicados. Para tal, foram definidos como parâmetros a ocorrência mínima de 3 repetições, sendo realizada análise de co-ocorrência de todas as palavras chaves (contando com palavras chaves definidas pelos autores e as eleitas pela base de dados *web of science*). Os resultados estão ilustrados na Figura 04.

A Figura 04 ilustra o mapa de palavras-chaves, nesta observa-se que cada período apresenta quantidades distintas de palavras-chave representadas nas redes. Para os anos de 2000 a 2006 há 31 palavras-chave a partir de 3 ocorrências. Com as mesmas condições, os períodos de 2007 a 2013 e 2014 a 2020 apresentaram respectivamente 41 e 53 palavras-chave. Tal diferença tem relação direta com o aumento de publicações sobre o tema a partir do ano de 2007.

No período de 2000 a 2006 (figura 04.a), as palavras que mais ganham destaque são “*stress cracking*”, “*polymer*”, “*fracture*”, “*creep-behavior*”, “*stress cracking resistance*”, “*pvc*”, “*polycarbonate*”, “*polyethylene*” e “*pe*”. Logo é possível inferir que as pesquisas desse período se concentraram nos polímeros: Poli(cloreto de vinila) (PVC), Policarbonato, Polietileno e Poli(tereftalato de etileno) (PET).

morfológicas desses. Polietileno de alta densidade (HDPE) e poliestireno seguem como os polímeros mais estudados dentro do ESC, destacando-se também o policarbonato, polipropileno e os materiais compósitos.

4 | CONCLUSÕES

A partir da análise bibliométrica na base de dados *Web of Science* foi possível constatar que entre 2000 a 2020, 165 artigos foram publicados sobre o ESC em polímeros. Sendo que, a quantidade de publicações mundial por ano sobre ESC não apresentou uma tendência de aumento no número de artigos publicados a cada ano, e que os EUA, China, Alemanha, Brasil e Canadá figuram como os principais países que publicam sobre o fenômeno.

Os autores com maior número de artigos produzidos são Penlidis A. e Polak M.A. ambos do Canadá, Rabello M. do Brasil, Charles Hansen do EUA e Chuntai Liu da China. Os trabalhos mais citados entre os artigos obtidos pelo banco de dados são, em sua maioria, publicações antigas em que o conceito pode ser aplicado até hoje, sinalizando que existe pouca literatura sobre o assunto. Dessa forma, há necessidade de mais estudos em diferentes polímeros com diferentes funções estruturais e que estejam dentro de ambientes propícios ao stress cracking.

Constatou-se que os polímeros mais investigados nos últimos 21 anos foram: HDPE, poliestireno, PET, PVC, polipropileno e policarbonato. A partir da segunda década os estudos mostraram-se preocupados com aspectos não apenas mecânicos, mas também morfológicos e estruturais dos polímeros.

Por fim, esse trabalho tem o intuito de avaliar como ocorreu os estudos sobre o stress cracking nos últimos 21 anos, expondo a evolução das pesquisas, os países mais promissores na área, principais autores e referências mais utilizadas. Ademais, orientar as tomadas de decisões quanto a pesquisas futuras.

REFERÊNCIAS

ARNOLD, J. C. **The influence of liquid uptake on environmental stress cracking of glassy polymers**. *Materials Science and Engineering: A*, vol. 197, p. 119-124, 1995.

CUNHA, M. V. **Os periódicos em ciência da informação: uma análise bibliométrica**. *Ciência e Informação*, Brasília, vol. 14, p. 37-45, 1985.

GUEDES, V. L. S.; BORSCHIVER, S. **Bibliometria: uma ferramenta estatística para a gestão da informação e do conhecimento, em sistemas de informação, de comunicação e de avaliação científica e tecnológica**. In: Encontro Nacional da Ciência da Informação, 2005.

HANSEN, C. M.; JUST, Lisbeth. **Prediction of Environmental Stress Cracking in Plastics with Hansen Solubility Parameters**. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, vol. 40, 2000.

HANSEN, C. M. **On predicting environmental stress cracking in polymers.** Polymer Degradation and Stability, vol. 77, p. 43–53, 2002.

HIRSCH J. E. **Does the H index have predictive power?** Proc Natl Acad Sci USA. 2007.

HUANG, Y.-L.; BROWN, N. **The effect of molecular weight on slow crack growth in linear polyethylene homopolymers.** Journal of Materials Science, vol. 23, p. 3648–3655, 1988.

HUANG, Y.-L.; BROWN, N. **Dependence of slow crack growth in polyethylene on butyl branch density: Morphology and theory.** Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics, vol. 29, p. 129–137, 1991.

KULASEGARAH, J.; FENTON, J. E. **Comparison of the h index with standard bibliometric indicators to rank influential otolaryngologists in Europe and North America.** Eur Arch Otorhinolaryngol, 2010.

KURELEC, L.; TEEUWEN, M.; SCHOFFELEERS, H.; DEBLIECK, R **Strain hardening modulus as a measure of environmental stress crack resistance of high density polyethylene.** Polymer, vol. 46, p. 6369–6379, 2005.

LUSTIGER, A.; MARKHAM, R. L. **Importance of tie molecules in preventing polyethylene fracture under long-term loading conditions.** Polymer, 24(12), 1647–1654, 1983.

PLASTICSEUROPE. **Plastics – the Facts 2020: An analysis of European plastics production, demand and waste data.** 2020. Disponível em: <<https://www.plasticseurope.org/en/resources/publications/4312-plastics-facts-2020>> . Acesso em 03 de ago. 2021.

ROBESON, L. M. **Environmental stress cracking: A review.** Polymer Engineering & Science, vol. 53, p. 453–467, 2012.

SCIELO - Scientific Electronic Library Online. 2014. Disponível em: < <https://www.scielo.org/>>. Acesso em 31 jul. 2021.

SCOPUS. 2019. Disponível em: <<https://www-scopus.ez98.periodicos.capes.gov.br/search/form.uri?display=basic#basic>>. Acesso em 31 jul. 2021

SEQUELA, R. **Critical review of the molecular topology of semicrystalline polymers: The origin and assessment of intercrystalline tie molecules and chain entanglements.** Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics, vol. 43, p. 1729–1748, 2005.

TEÓFILO, E. T.; MELO, R. N.; SILVA, S. M. L.; RABELLO, M. S. **Stress Cracking e Ataque Químico do PET em Diferentes Agentes Químicos.** Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 19, nº 03, p. 202-211, 2009.

TEÓFILO, E. T.; RABELLO, M. S. **The use of acoustic emission technique in the failure analysis of PET by stress cracking.** Polymer Testing, vol. 45, p. 68-75, 2015.

THOMAZ, P. G.; ASSAD, R. S.; MOREIRA, L. F. P. **Uso do Fator de impacto e do índice H para avaliar pesquisadores e publicações.** Arquivos Brasileiros de Cardiologia [online], vol. 96, 2011.

UNESCO. **Relatório Unesco Sobre Ciência 2010: O atual status da ciência em torno do mundo.** Resumo Executivo, 2010. Disponível em: <<http://www.bibl.ita.br/UNESCOrelatorio.pdf>> . Acesso em 03 de ago. 2021.

UNESCO. **Relatório de ciências da UNESCO: a corrida contra o tempo por um desenvolvimento mais inteligente; resumo executivo e cenário brasileiro**, 2021. Disponível em: <https://unesdoc.unesco.org/ark:/48223/pf0000377250_por> . Acesso em 03 de ago. 2021.

WARD, A. L.; LU, X.; HUANG, Y.; BROWN, N. **The mechanism of slow crack growth in polyethylene by an environmental stress cracking agent.** Polymer, vol. 32, p. 2172–2178, 1991.

WEB OF SCIENCE. 2015. Disponível em: < https://apps-webofknowledge.ez98.periodicos.capes.gov.br/WOS_GeneralSearch_input.do?product=WOS&search_mode=GeneralSearch>. Acesso em 31 jul. 2021.

WRIGHT, D.C. **Environmental Stress Cracking of Plastics**, Rapra Technology Ltd, 1996.

CAPÍTULO 2

ESTUDO DA INFLUENCIA DA ADIÇÃO DO WC NANOESTRUTURADO NAS PROPRIÉDADES DO AÇO MA957

Data de aceite: 01/10/2021

Data de submissão: 18/07/2021

Kívia Fabiana Galvão de Araújo

Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais - UFRN
Natal – Rio Grande do Norte
<http://lattes.cnpq.br/7417492840221304>

Maria José Santos Lima

Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais - UFRN
Natal – Rio Grande do Norte
<http://lattes.cnpq.br/6128055245350646>

Fernando Erick Santos da Silva

Universidade Federal do Rio Grande do Norte
- UFRN
Natal – Rio Grande do Norte
<http://lattes.cnpq.br/9074860488805508>

Cléber da Silva Lourenço

Universidade Federal do Rio Grande do Norte
- UFRN
Natal – Rio Grande do Norte
<http://lattes.cnpq.br/2466694241417558>

Uilame Umbelino Gomes

Universidade Federal do Rio Grande do Norte
- UFRN
Natal – Rio Grande do Norte
<http://lattes.cnpq.br/9858094266525225>

RESUMO: O Aço MA957 é um aço inoxidável com bom desempenho em suas aplicações, porém exibe uma deficiência na dureza quando

comparado com aços de aplicações semelhantes. Isso pode ser resolvido através da adição de materiais de reforço, formando assim um material compósito. Desse modo, neste trabalho estudou-se o comportamento do Aço MA957 reforçado com WC nanoestruturado. Iniciando pela síntese do WC nanoestruturado e pela moagem do cavaco de Aço MA957. Em seguida estes pós foram misturados através da moagem de alta energia nas proporções de 5% e 10% em peso do reforço, sendo estes caracterizados por FRX, DRX e MEV. A análise de FRX, revelou que as amostras não foram contaminadas pelo processo de moagem. As análises de DRX mostraram que o WC foi obtido como tamanho de cristalito nanométrico e sem a presença de fases indesejadas. No MEV observa-se que houve uma boa dispersão e redução do tamanho médio das partículas do Aço MA957-WC. Após a compactação das amostras e sinterização em temperatura de 1450°C, os corpos-de-prova foram caracterizados através dos ensaios de MEV, densidade Arquimedes e microdureza Vickers. Apresentando uma boa densidade, porém a amostra reforçada com 5% de WC apresentou menor densidade (87%) e menor porosidade que a amostra reforçada com 10% de WC (93%). As análises MEV confirmaram a presença dos poros na estrutura do sinterizado. A microdureza para a amostra com 10% de WC (153,56 Hv) foi maior que a microdureza para a amostra com 5%. (144,44 Hv).

PALAVRAS - CHAVE: Aço MA957; WC nanoestruturado; Síntese; Compósito de Matriz Metálica.

STUDY OF THE INFLUENCE OF THE ADDITION OF NANOSTRUCTURED WC ON MA957 STEEL PROPERTIES

ABSTRACT: The MA957 steel is a stainless steel with good performance in its applications, but exhibits a deficiency in hardness when compared to steels of similar applications. This can be solved by adding reinforcing materials, thus forming a composite material. Thus, in this work, the behavior of steel MA957 reinforced with nanostructured WC was studied. Starting with the synthesis of the nanostructured WC and the grinding of the MA957 steel chip. Then these powders were mixed by high-energy grinding in proportions of 5% and 10% by weight of the reinforcement, these were characterized by FRX, DRX and MEV. FRX analysis revealed that the samples were not contaminated by the milling process. The XRD analysis showed that the WC was obtained as a nanometric crystallite size and without the presence of unwanted phases. In the SEM it is observed a good dispersion and reduction in the average particle size of Steel MA957-WC. After compaction of the samples and sintering at a temperature of 1450°C, the specimens were characterized using SEM, Archimedes density and Vickers microhardness tests. Presenting a good density, but the sample reinforced with 5% WC had lower density (87%) and lower porosity than the sample reinforced with 10% WC (93%). SEM analyzes confirmed the presence of pores in the sintered structure. The microhardness for the sample with 10% WC (153.56 Hv) was greater than the microhardness for the sample with 5%. (144.44 Hv).

KEYWORDS: MA957 steel; Nanostructured WC; Synthesis; Metallic Matrix Composite.

1 | INTRODUÇÃO

Estudos já realizados comprovam a melhoria das propriedades dos aços com a adição de partículas de óxidos ou carbeto dispersos na matriz metálica, pois estes atuam como mecanismo de impedimento do movimento das discordâncias que consequentemente evita a propagação de trincas e melhora a resistência à fluência e à fadiga (OLIVEIRA et al., 2015).

Os reforços particulados apresentam vantagens em comparação com as fibras contínuas, pois possuem menor custo de manufatura e possibilitam a utilização nos processos metalúrgicos convencionais, seguidos pelos processos de pós-processamento (OLIVEIRA et al., 2015). Assim, as propriedades do aço podem ser melhoradas de acordo com o tamanho de partículas, distribuição entre as fases, composição do material e microestrutura (SHON et al., 2007). Desse modo, carbeto de metais refratário como o WC nanoestruturados podem ser utilizados como reforços para os aços (OLIVEIRA et al., 2015).

A liga MA957 é um aço ferrítico fortalecido por Dispersão de Óxidos (ODS) (CUNNINGHAM et al., 2016) e tem como composição nominal de Fe, 14% em peso de Cr, 0,9% de Ti, 0,3% de Mo e 0,25% Y_2O_3 (MIAO et al., 2007; MILLER et al., 2004). É composta principalmente por nanopartículas coerentes finamente dispersas na matriz. As partículas com diâmetro superior a 5 nm são principalmente identificadas como partículas do tipo

pirocloro($Y_2Ti_2O_7$) (CUNNINGHAM et al., 2016; RIBIS; LOZANO-PEREZ, 2014), é também composta de grãos de ferrita em escala fina alongados na direção da extrusão, exibindo uma microestrutura uniforme de grãos alongados e algumas cavidades (MIAO et al., 2007).

No presente estudo, pós de composição nominal 90%p.Aço MA957 com 5%p.WC e 10%p.WC foram processados via moagem de alta energia por 10 horas e posteriormente processados por sinterização, visando avaliar seu potencial para aplicações em ferramentas de corte, brocas e micro brocas. A microestrutura e as propriedades mecânicas foram avaliadas usando técnicas avançadas de caracterização de materiais.

2 | METODOLOGIA

Para a preparação dos pós iniciais, o aço MA957 foi refinado por meio do moinho SPEX em agitação constante, por 16 minutos, usando jarra de WC, com carga (relação massa-bola) de 1:10, a seco. Seguido do peneiramento a 60 mesh (0,250 mm) de abertura.

O WC nanoestruturado, foi sintetizado de acordo com a metodologia indicada por (OLIVEIRA et al., 2015). Posteriormente, fez-se a mistura dos pós nas proporções de 5%p.WC e 10%p.WC no aço MA957, utilizando um moinho de alta energia, cadinho e esferas de metal duro. Sob rotação de 400 rpm, durante 10 horas, com uma proporção de massa de pó para massa de esferas de 1:20, utilizando a acetona como meio úmido.

Com o propósito de analisar a influência da etapa de moagem na morfologia deste pó, realizou-se uma mistura de forma manual em um almofariz de alumina com pistilo para a composição de 10% em peso de WC nanoestruturado.

Os pós de partida, assim como os pós já misturados foram caracterizados por XRF (SHIMADZU EDX-720), por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). O equipamento utilizado foi o FEG / ZEISS AURIGA (equipado com detector EDS), XRD (SHIMADZU XRD-6000, Cu-K α , a 30 kV e 30 mA, 2 ° .min⁻¹).

Foi utilizada 1 grama dos pós moídos, para cada amostra compactada, nas proporções de 5%p.WC e 10%p.WC, em uma matriz de 8 mm sob prensagem uniaxial a 400 MPa. Após isso, fez-se as medições dos corpos-de-prova (CPs) compactados (Tabela 1), para calcular as suas respectivas densidades.

A sinterização ocorreu em um forno acoplado ao dilatômetro a uma temperatura de 1450°C, seguida das medições (Tabela 1) e caracterizações por MEV equipado com detector de Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDS). O equipamento utilizado foi o FEG / ZEISS AURIGA (equipado com detector EDS). A densidade aparente e a porosidade aparente das amostras sinterizadas foram determinadas pelo princípio de Arquimedes usando água destilada como meio de imersão. A microdureza Vickers foi determinada em um microdureto digital PANTEC (modelo: MV2000A) sob carga de 100g por 15 segundos em 5 pontos distintos, sendo esses no centro e nas 4 bordas, com distância de 2 mm do centro.

Sinterização	Amostras	Diâmetro (mm)	Altura (mm)
Antes	Aço MA957-5%WC	8,24	4,26
	Aço MA957-10%WC	8,26	4,02
Após	Aço MA957-5%WC	7,36	3,89
	Aço MA957-10%WC	7,27	3,77

Tabela 1. Dimensões dos corpos de prova antes e após a sinterização (Autora).

Amostra	Peso submerso	Peso úmido	Peso seco
Aço MA957-5%WC	0,8113 g	0,9583 g	0,9533 g
Aço MA957-10%WC	0,8002 g	0,9303 g	0,9242 g

Tabela 2. Valores dos pesos das amostras em diferentes condições (Autora).

3 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Caracterização do WC

As análises de FRX e DRX indicaram que a síntese resultou em um WC puro e sem indícios de contaminação, apresentando 100% de W. Na Figura 1 são apresentados os padrões experimentais de DRX com apenas os picos característicos de WC identificados, observa-se também picos alargados e com baixa intensidade, fato que caracteriza a formação do WC nanoestruturado. Com isso, mostra-se a eficácia do processo de síntese adotado neste trabalho.

Através do software X-Pert HighScore Plus, as fases dos pós foram identificadas e o tamanho médio de cristalito foi calculado fazendo uso da equação de Scherrer, disponível no software. Para o cálculo do tamanho de cristalito foram utilizados os dados dos picos mais intensos (100), (101) e (110) do difratograma. Sendo assim possível encontrar uma carta padrão de DRX para o WC, codificada com a referência (NR:00-051-0939) na base de dados cristalográficos.

A análise confirmou a formação do WC de estrutura hexagonal e tamanho médio de cristalito de 15 nm.

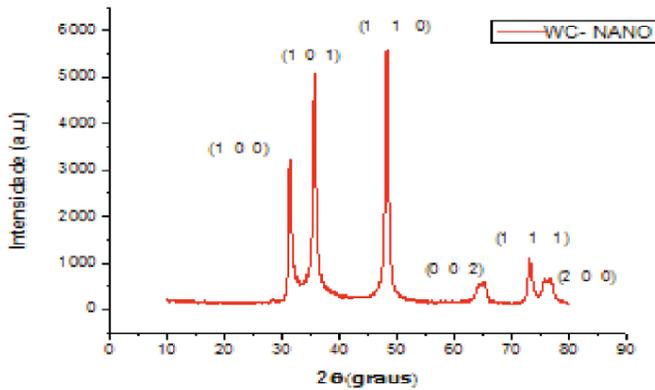


Figura 1. Difratograma de Raios-X do WC manométrico (Autora).

O MEV-FEG do WC, Figura 2 (a) e (b), apresentou para o produto resultante da carborredução uma morfologia, predominantemente, uniforme formada de pequenas e finas partículas, algumas interligadas e outras não. Partículas finas, normalmente na escala nanométrica, possuem grandes áreas superficiais e frequentemente, na tentativa de minimizar a superfície total ou a energia de interface do sistema, aglomeram-se formando partículas secundárias (EDELTEIN; CAMMARATA, 1996; FERREIRA; RANGEL, 2009), fato observado na Figura 2 (b).

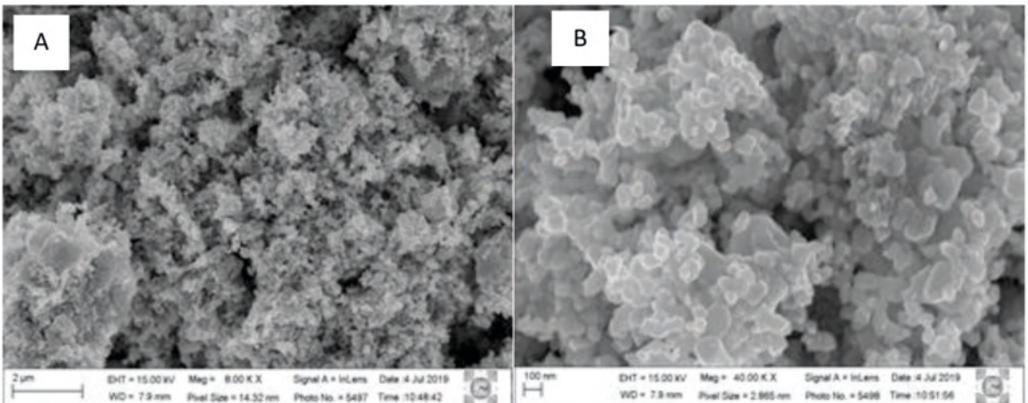


Figura 2. Micrografias via MEV do WC sintetizados com aumento de (a) 8.000x e (b) 40.000 x (Autora).

3.2 Caracterização do Aço MA957

A análise de FRX do aço indicou a seguinte composição: 84,031% Fe; 13,687% Cr; 0,995% Ti; 0,701% Mo; 0,307% Al; 0,206% Si; e 0,074 %Ni. Sendo esta equivalente à composição característica do Aço MA957, sem indicação de contaminantes.

Através da análise de DRX do aço MA957 (Figura 3), foi possível identificar os picos característicos do aço, através da carta padrão Fe-Cr (NR:00-034-0396), e o mesmo apresenta uma estrutura cristalina cúbica.

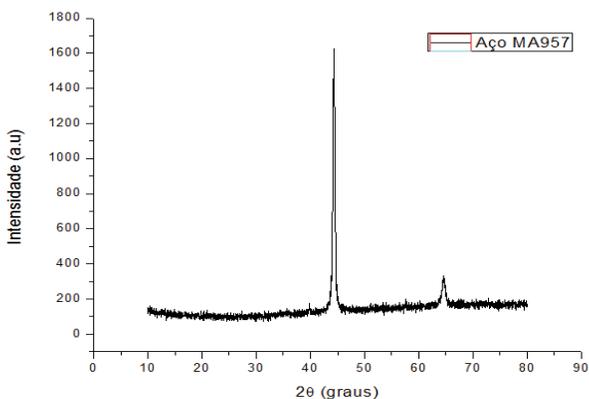


Figura 3. Difratograma de raio X do Aço MA957 (Autora).

As análises do MEV (Figura 4) revelaram a morfologia das partículas com tamanhos e formas variadas, confirmando a necessidade do refinamento do pó, este feito via MAE.

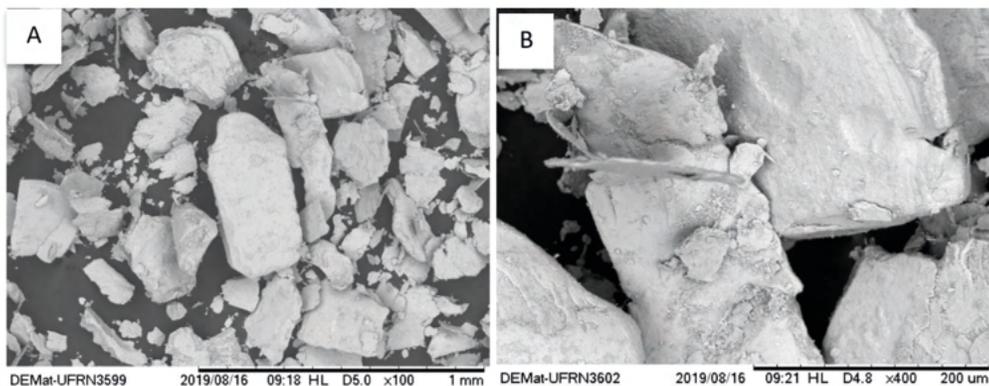


Figura 4. Micrografias via MEV do Aço MA957 com aumento de (a) 100 x e (b) 400 x (Autora).

3.3 Caracterização do CMM Aço MA957-WC

3.3.1 Aço MA957-10%WC misturado mecanicamente

A análise de MEV do Aço MA957-10%WC misturado mecanicamente (Figura 5) mostra que não apresenta mudanças significativas na morfologia, quando comparado com

o do pó inicial (Figura 4). Na Figura 5 (b), as partículas do WC apresentam-se de cor mais clara, estando estas sobre as superfícies das partículas do aço, e se apresentam com tamanho inferior às do aço.

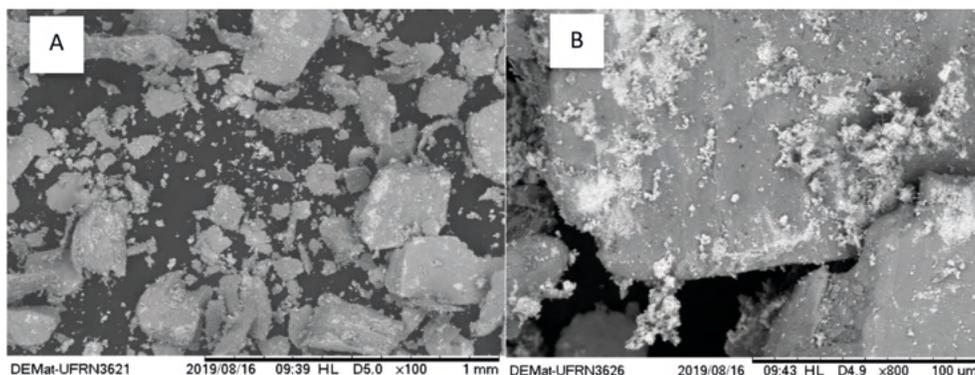


Figura 5. Micrografias Via MEV do Aço MA957-10%WC sem moagem com aumento de (a) 100 x e (b) 800 x (Autora).

3.3.2 Aço MA957-5%WC com moagem

A Figura 6 referente à micrografia do Aço MA957-5%WC submetido à MAE, mostra que houve o refinamento e a mudança na morfologia das partículas, em forma de placas, que é um indicativo de ocorrência de fragmentação das partículas do aço durante o processo de moagem dos pós. Nota-se, ainda na Figura 6 (b), a ocorrência da impregnação do WC sobre a superfície do aço.

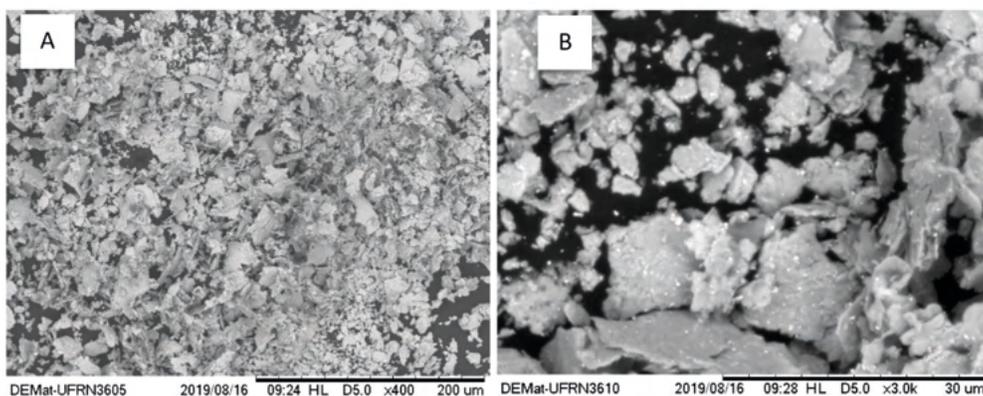


Figura 6. Micrografias via MEV do Aço MA957-5%WC com moagem com aumento de (a) 400 x e (b) 3000 x (Autora).

3.3.3 Aço MA957-10%WC com moagem

A Figura 7 apresenta a micrografia do Aço MA957-10%p.WC submetido à MAE, mostrando partículas em formas de placas, semelhante ao MA957-5%WC (Figura 6) não havendo, portanto, diferença significativa entre a morfologia e tamanho das partículas. Entretanto, a Figura 7 (b) revela uma maior quantidade de partículas de WC nas superfícies do aço, além de uma maior aglomeração, já esperada, devido a maior porcentagem de WC.

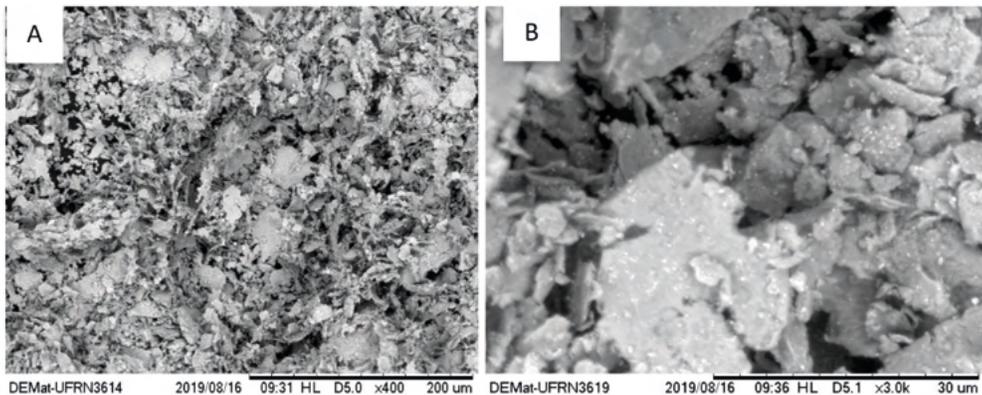


Figura 7. Micrografias via MEV do Aço MA957-10%WC com moagem (a) Aumento de 400 x (b) Aumento de 3000 x (Autora).

3.4 Fluorescência de Raio X

Na Tabela 3 estão expostos os resultados da análise de FRX das misturas nas proporções de 5%p.WC e 10%p.WC, indicando que não houve contaminação durante a moagem, e certificando as proporções de WC desejadas.

	Ferro (%)	Cromo (%)	Tungstênio (%)	Titânio (%)	Molibdênio (%)	Níquel (%)
Aço MA957-5%WC	79.070	15.203	3.812	0.976	0.867	0.071
Aço MA957-10%WC	78.217	12.744	7.409	0.886	0.659	0.084

Tabela 3. Resultados da Fluorescência de raio X para ambas as composições (autora).

3.5 Difratoograma de Raio X

A Figura 8, apresenta o difratograma do Aço MA957-5%WC, através dessa análise foi possível identificar os picos característicos das fases C, WC e do aço MA957, pelas respectivas cartas padrão NR:03-065-6212, NR:01-072-0097 e NR:03-065-7753. Apresentando estrutura cristalina Hexagonal (C e WC) e cúbica (aço MA957).

Já para o Aço MA957-10%WC (Figura 9) foi identificados apenas picos característicos das fases WC e aço MA957, pelas cartas padrão do WC (NR:01-073-0471) e do aço MA957 (NR:03-065-7753), apresentando estrutura cristalina hexagonal e cúbica, respectivamente.

Nota-se também uma maior intensidade nos picos de WC da Figura 9, que os da Figura 8, isso ocorre devido às quantidades distintas de WC nanoestruturado. Enquanto que os picos referentes ao Aço MA957 não apresentam uma diferença significativa na intensidade entre essas figuras, pois ambas foram submetidas ao mesmo tempo de moagem.

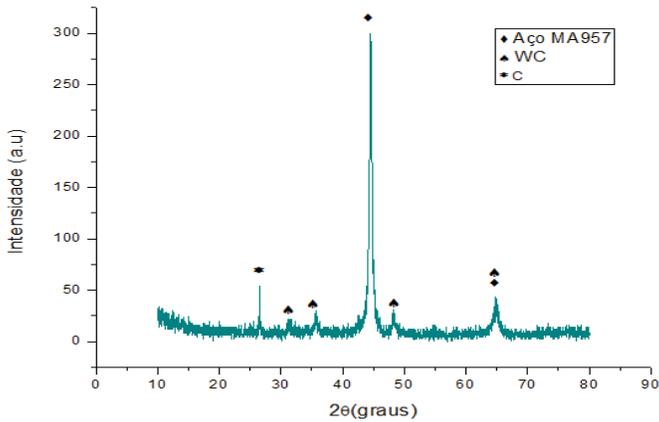


Figura 8. Difratoograma de raio X do Aço MA957-5%WC (autora).

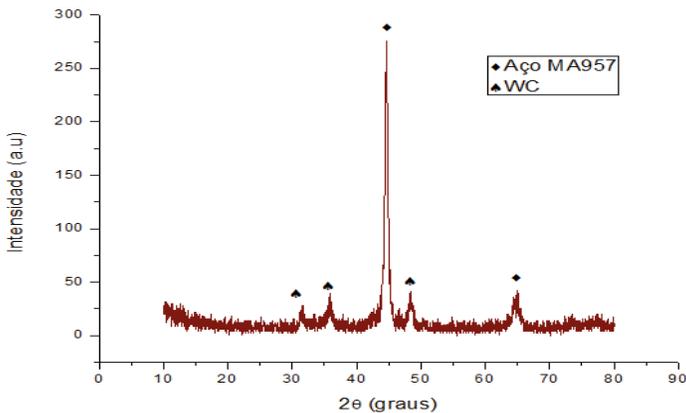


Figura 9. Difratoograma de raio X do Aço MA957-10%WC (autora).

3.6 Micrografia Eletrônica de Varredura (MEV)

As micrografias do Aço MA957-WC (Figuras 10 e 11) em ambas as proporções do reforço possibilita perceber uma considerável quantidade de poros.

Na Figura 11 (b) há contornos de grãos do aço em uma tonalidade mais clara, o que, acredita-se ser a concentração do WC neste local, pois não ocorreu o mesmo na amostra com 5% de WC (Figura 10), crê-se, portanto, que essa proporção é insuficiente para exibir tal comportamento. Ainda na Figura 11 (b), acredita-se que a fase mais escura corresponde à impregnação nos poros da solução de alumina, utilizada durante o processo de polimento da amostra. Entretanto, só é possível confirmar através da análise por MEV-EDS.

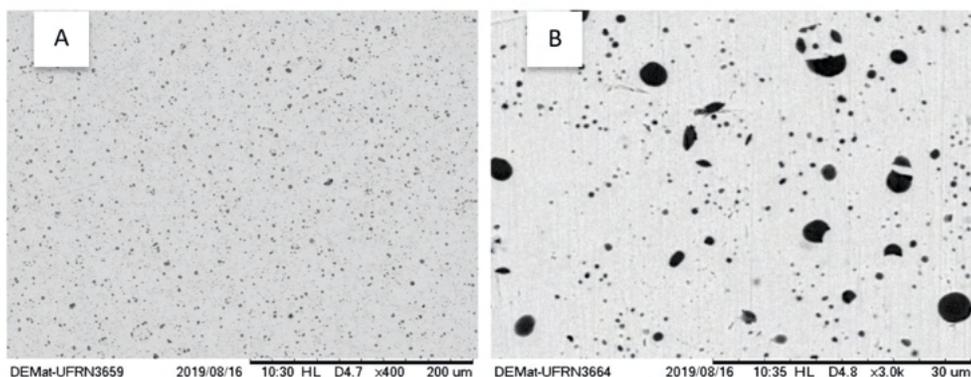


Figura 10. Micrografias via MEV do Aço MA957-5%WC com aumento de (a) 400 x (b) 3000 x (autora).

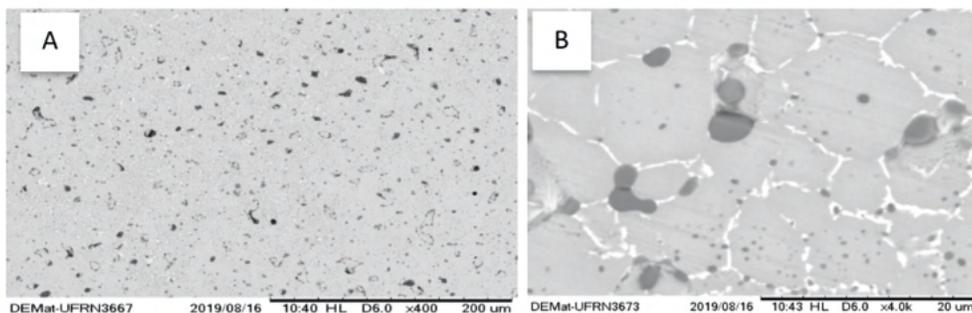


Figura 11. Micrografias via MEV do Aço MA957-10%WC com aumento de (a) 400x e (b) 4000x (autora).

3.7 Densidade

As densidades calculadas com base nos valores da Tabela 2 e a porosidade são apresentadas na Tabela 4. Esta indica, portanto, que o Aço MA957-10%WC possui uma maior quantidade de poros que o MA957-5%WC, justificado pela quantidade de WC, já que pós nanométricos tende a se aglomerar e formar poros em compactados (FERREIRA;

RANGEL, 2009; FERNANDES et al., 2014). Podendo também ser consequência do método de sinterização utilizado que difere de outros métodos com densidades próximas a 100% e alta redução dos poros.

O MA95710%WC exibe maior porcentagem de porosidade e maior densidade, isso porque o WC possui alta densidade teórica (15,63 g/cm³).

As densidades relativas obtidas para o Aço MA957-5%WC e Aço MA95710%WC foram respectivamente, 87% e 93%.

Amostra	Porosidade (%)	Densidade (g/cm ³)
Aço MA957-5%WC	3,4014	6,4850
Aço MA957-10%WC	4,6887	7,1038

Tabela 4. Resultados das densidades das amostras (autora).

3.8 Dureza

A Tabela 5 apresenta os valores de microdureza para o aço MA957 sem reforço e de ambas as composições do CMM. Com isso, observa-se que o valor da microdureza aumenta de forma diretamente proporcional ao aumento da quantidade de WC, o mesmo é notado nos valores da densidade (Tabela 4).

Amostra	Aço MA957	Aço MA957-5%WC	Aço MA957-10%WC
Microdureza (HV)	137,4	144,44	153,56

Tabela 5. Medidas de microdureza das amostras sinterizadas (autora).

4 | CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este trabalho, portanto, possibilitou perceber que a adição do WC nanoestruturado beneficia as propriedades mecânicas do aço MA957, mais precisamente a dureza, de maneira proporcional ao aumento do reforço. Assim como, mostrou que o refinamento dos pós de partida através da MAE e a sinterização de partículas em escala nanométrica são fundamentais para obter uma boa dispersão na matriz. Já que, a mistura mecânica não apresentou bons resultados de dispersão e refinamento. A partir disso, garante-se uma maior uniformidade das propriedades da peça, entretanto partículas com alta energia superficial tendem a se aglomerar, resultando em uma quantidade considerada de poros, podendo ser resolvido alterando a técnica de sinterização.

AGRADECIMENTOS

À CNPq; À CAPES e À UFRN.

REFERÊNCIAS

CUNNINGHAM, N.J. et al. **On nano-oxide coarsening kinetics in the nanostructured ferritic alloy MA957: A mechanism based predictive model.** Materials Science and Engineering: A, v.655, 8 February 2016, pages 355–362.

EDELSTEIN, A.S. E CAMMARATA, R. C., **Nanomaterials: synthesis, properties and applications,** Physics Publishing, London, 1996.

FERNANDES, C.M. et al. **Mechanical Characterization of WC-10% AISI 304 Cemented Carbides,** Materials Science & Engineering A, 618(2014) p. 629-636.

FERREIRA, H. S.; RANGEL, M. C. **Nanotecnologia: aspectos gerais e potencial de aplicação em catálise.** Química Nova, [s.l.], v. 32, n. 7, p.1860-1870, 2009. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0100-40422009000700033>.

MIAO, P. et al. **The microstructure and strength properties of MA957 nanostructured ferritic alloy joints produced by friction stir and electro-spark deposition welding.** Journal Of Nuclear Materials, [s.l.], v. 367-370, p.1197-1202, ago. 2007. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2007.03.232>.

MILLER, M. K et al. **Nanometer scale precipitation in ferritic MA/ODS alloy MA957.** Journal Of Nuclear Materials, [s.l.], v. 329-333, p.338-341, ago. 2004. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2004.04.085>.

OLIVEIRA, L. A. et al. **Metal Matrix Composites Added of Nanostructured Tantalum Carbide, Sintering Techniques of Materials,** Arunachalam Lakshmanan, IntechOpen, Abril, 2015. DOI: 10.5772/59187.

RIBIS, J.; **Lozano-Perez, S. Nano-cluster stability following neutron irradiation in MA957 oxide dispersion strengthened material.** Journal of Nuclear Materials, v. 444, Issues 1–3, January 2014, p. 314–322.

SHON, In-jin et al. **Sintering behavior and mechanical properties of WC–10Co, WC–10Ni and WC–10Fe hard materials produced by high-frequency induction heated sintering.** Ceramics International, [s.l.], v. 35, n. 1, p.339-344, jan. 2009. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2007.11.003>.

CARACTERIZAÇÃO DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA EM AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS E DEFORMADOS POR DIFERENTES PROCESSOS DA ÁREA NUCLEAR

Data de aceite: 01/10/2021

Jamil Martins Guimarães Júnior

Universidade de São Paulo

<http://lattes.cnpq.br/1339333723683530>

RESUMO: Combustíveis nucleares do tipo placa vêm sendo cada vez mais utilizados nos últimos anos, obtidos por meio de processos de laminação, os quais podem ser aplicados em propulsão naval ou neutrografias para ensaios não destrutíveis da indústria aeroespacial. Dessa forma, é necessário que aspectos relacionados ao encruamento e transformações de fases dos seus componentes sejam estudados e compreendidos. Neste trabalho, pesquisas com deformações plásticas de aços inoxidáveis AISI 304 e AISI 316 por meio de compressão e laminação foram realizadas, e caracterizações conduzidas por microscopia óptica, ferritoscopia e EBSD foram fundamentais para inferir que baixos níveis de redução na espessura dos aços promoveram elevada transformação da austenita para martensita ϵ , e que altos níveis de redução mostraram elevado alongamento dos grãos e as maiores frações de transformação martensítica (martensita α'). Deformações por laminação resultaram em níveis diferentes de transformação martensítica comparadas à compressão devido aos valores de EDE de cada material.

PALAVRAS - CHAVE: Laminação; Compressão; Combustível nuclear; Aços inoxidáveis; Austenita; Martensita; Textura; Ferritoscopia.

ABSTRACT: Nuclear plate-type fuels have been developed continuously during the last years, obtained by rolling process, which can be used for naval propulsion or neutron radiography for aerospace industry. Therefore, the work hardening and phase transformations of these steels must be understood. Investigations by compression and cold rolling (which deserves a special attention) in AISI 304 and AISI 316 stainless steels were performed and characterized by optical microscopy, ferritoscopy and EBSD data. Low rolled steels showed high transformation into ϵ -martensite, and high rolled levels showed high grain elongation and very high α' - martensite fractions. Compression deformation resulted in different α' - martensite transformation levels comparing to rolling process, which also depends on the materials Stacking Fault Energy (SFE).

KEYWORDS: Rolling; Compression; Nuclear fuel; Stainless steels; Austenite; Martensite; Texture; Ferritoscopy.

1 | INTRODUÇÃO

Esta pesquisa busca estudar a transformação da fase austenita em fase martensita em aços inoxidáveis AISI 304 e AISI 316 utilizados na área nuclear, e buscando o desenvolvimento de novas possibilidades de aplicação destes materiais em combustíveis nucleares. Dessa forma, busca-se compreender as transformações na microestrutura de dois aços inoxidáveis austeníticos de diferentes composições químicas.

A grande diferença entre os dois materiais

consiste nos índices dos elementos cromo, níquel e molibdênio, pelos quais é possível estimar o índice PRE (*Pitting Resistance Equivalent*) para ambos, que correspondem a 20,6 para o aço inoxidável austenítico AISI 304 e 27,9 para o aço inoxidável austenítico AISI 316, uma vez que o molibdênio é adicionado ao aço AISI 304 para aumentar a corrosão por *pitting*¹.

Análises magnéticas em materiais metálicos são de grande interesse, pois de acordo com a resposta a um campo magnético, é possível prever quais fases estão presentes, já que algumas fases são magnéticas e outras são paramagnéticas². Em um ferritoscópio, um campo magnético gerado por uma bobina interage com as fases magnéticas e as alterações no campo magnético geram uma voltagem proporcional à quantidade de fase magnética em uma segunda bobina³.

Para os aços inoxidáveis austeníticos estudados neste trabalho, serão de interesse as respostas dadas pela fase martensita α' (ferromagnética) e austenita (paramagnética).

2 | METODOLOGIA

A caracterização dos aços inoxidáveis AISI 304 e AISI 316 foi realizada antes da deformação por meio de dois processos mecânicos: laminação e compressão. Foram avaliadas amostras dos aços inoxidáveis laminados a 12%, 31%, 50%, 70%, 80% e 90% de redução. Mantendo-se a atenção para o valor do fator delta⁴, a deformação com redução de 90% apresentou-se próxima de um processo homogêneo, possuindo poucas variações no sentido da espessura.

Já os ensaios de compressão, foram aplicados em corpos de prova cilíndricos. Após solubilizados a 1050°C por 30 minutos, os cilindros com dimensões de 6,5 mm de diâmetro e 10,6 mm de altura foram submetidos à compressão uniaxial que resultou em amostras com 60% de redução na altura. Ou seja, os corpos de prova após o ensaio passaram a medir 4,25 mm de altura.

A técnica de ferritoscopia foi utilizada para este trabalho seguindo-se a norma ASTM A342⁵, com um limite de detecção de 0,1%, de forma a promover uma interação entre o equipamento e as componentes magnéticas da amostra.

A partir de análises de EDS, foi possível calcular a EDE dos materiais, uma vez que a EDE é dependente da composição química. Por intermédio da equação citada por Schramm e Reed⁶, por sua vez, foi possível calcular um valor experimental de EDE igual a 18,02 mJ/m² para o aço AISI 304 e de 50,07 mJ/m² para o aço AISI 316, em conformidade com os valores relatados por Murr⁷.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

Níveis baixos de laminação (próximos a 30% de redução) resultaram em grãos poligonais conforme observado nas primeiras imagens de microscopia óptica da Figura 1 para ambos os materiais. Já com 90% de redução da espessura, os grãos mostram-se quase que totalmente alinhados na direção de laminação, como observado nas duas últimas imagens. Isso porque a tensão utilizada durante o processamento provoca uma deformação inevitável no material, que responde à sollicitação com grandes rotações do reticulado, fragmentação da microestrutura e grande quantidade de heterogeneidades de deformação nos grãos sujeitos a este nível de deformação.

A seguir, são indicados os resultados de laminação obtidos por MO:

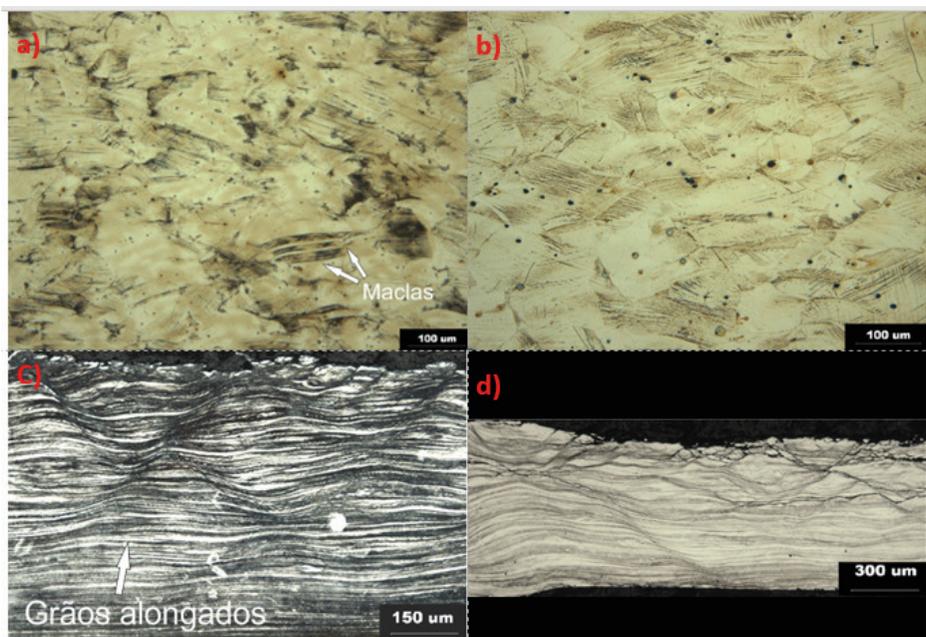


Figura 1 – Microestruturas dos aços: a) AISI 304 laminado com 31% de redução mostrando maclas no material. b) AISI 316 laminado com 31% de redução. c) AISI 304 com 90% de redução. d) AISI 316 com 90% de redução. Reagente Carpenter e direção de laminação horizontal.

Fonte: O AUTOR

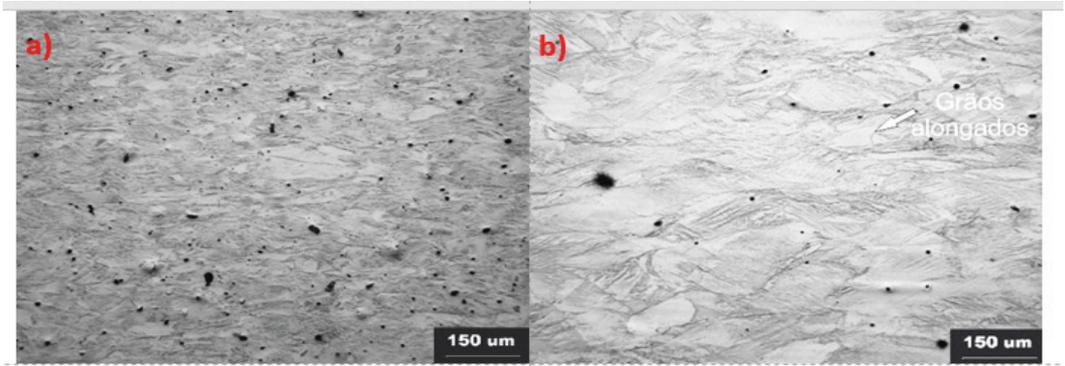


Figura 2 – Microestruturas dos aços: a) AISI 304 sujeito a compressão. b) AISI 316 sujeito a compressão. Reagente Carpenter e direção de compressão vertical.

Fonte: O AUTOR

Uma análise pela técnica de EBSD demonstrou quais texturas estão presentes nos grãos do material a partir de aspectos cristalográficos. Cada coloração encontrada nas imagens corresponde a uma direção cristalográfica, de forma que é possível verificar tais resultados apenas nas amostras com menor deformação, pois o equipamento não possibilita indexação de amostras com maiores níveis de deformação (algumas das regiões em verde nas Figuras 3, 4, 5 e 6).

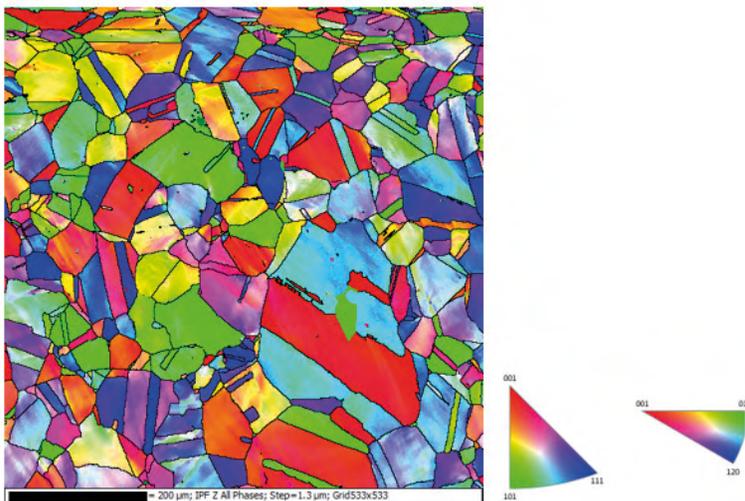


Figura 3 –À esquerda: mapa de orientações para o aço AISI 304 laminado com 12% de redução. À direita: triângulo unitário de referência de cores

Fonte: O AUTOR

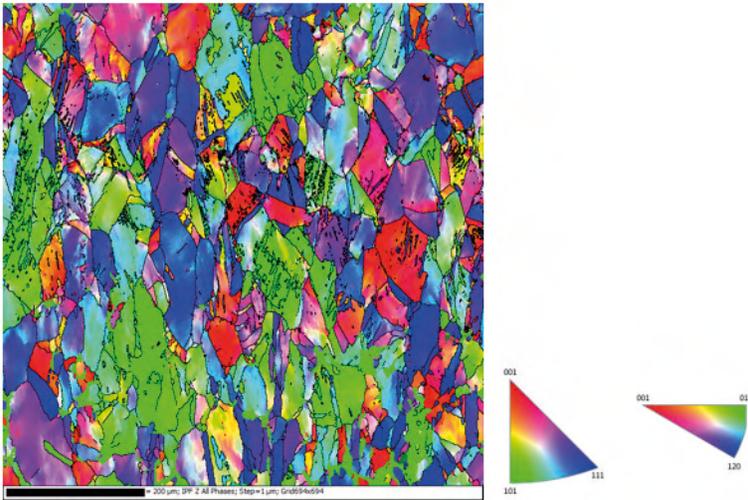


Figura 4 - À esquerda: mapa de orientações para o aço AISI 304 laminado com 31% de redução. À direita: triângulo unitário de referência de cores

Fonte: O AUTOR

Com maior nível de redução na laminação, as amostras apresentaram grande rotação dos grãos a fim de acomodar as deformações impostas no processamento, como mostrado nas Figuras 4 e 6.

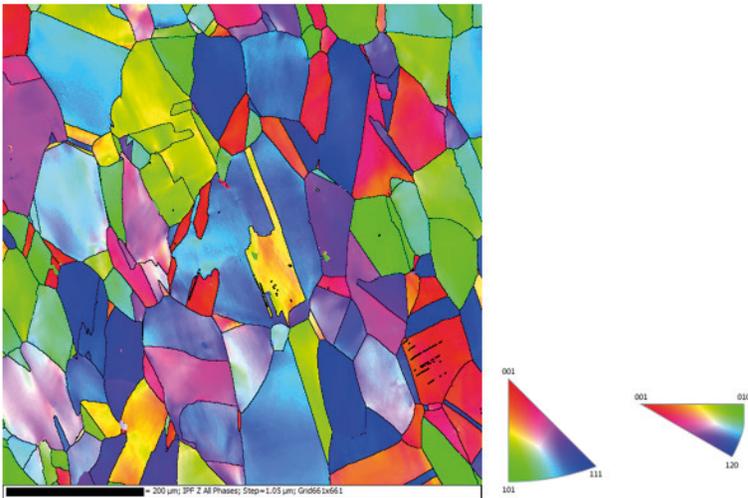


Figura 5 - À esquerda: mapa de orientações para o aço AISI 316 laminado com 12% de redução. À direita: triângulo unitário de referência de cores

Fonte: O AUTOR

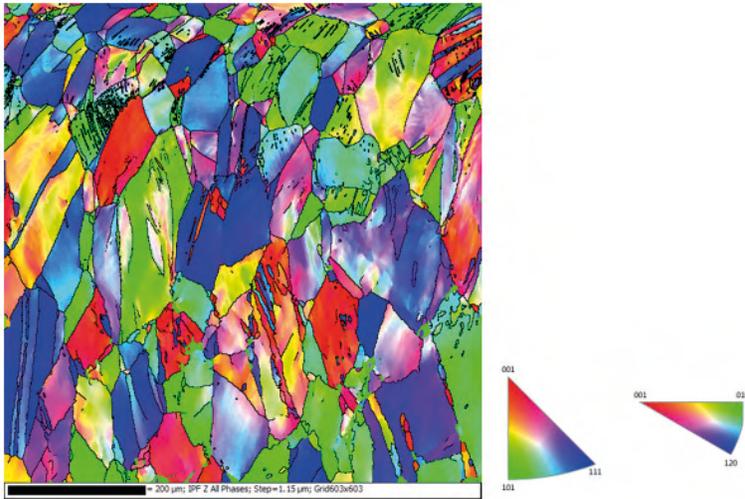


Figura 6 - À esquerda: mapa de orientações para o aço AISI 316 laminado com 31% de redução. À direita: triângulo unitário de referência de cores

Fonte: O AUTOR

É possível afirmar que o processo de laminação provocou em ambos os materiais: aumento no número de defeitos, aumento na fração de fase martensítica e rotação do reticulado cristalino.

A seguir, é apresentada uma tabela comparativa entre ambos os materiais relacionando-se os valores obtidos por ferritoscopia para todas as condições analisadas.

Condição	AISI 304		AISI 316	
	Fração magnética em volume (%)	Desvio padrão	Fração magnética em volume (%)	Desvio padrão
Comprimido	13,5	1,2	0,6	0,1
Laminado (12%)	1,1	0,3	0,1	0,1
Laminado (31%)	5,3	0,6	0,4	0,0
Laminado (50%)	11,7	0,4	2,7	0,2
Laminado (70%)	23,8	1,2	10,3	0,5
Laminado (80%)	28,5	1,4	15,4	0,7

Tabela 1 – Valores comparativos de fração magnética em volume para todas as condições

Fonte: O AUTOR

Enquanto que o aço AISI 304 teve um grande aumento na porcentagem de fase magnética durante a deformação por compressão, o AISI 316 não teve significativo aumento, o que caracteriza nenhuma ou desprezível formação de martensita α' .

4 | CONCLUSÕES

Durante o processamento por laminação, o aço inoxidável AISI 304 apresenta maior resistência, uma vez que sua EDE é mais baixa que a do AISI 316, facilitando o seu encruamento.

Ocorre elevado alongamento dos grãos a altos índices de redução por laminação, promovendo as maiores frações de martensita α' entre as duas condições de deformação, possibilitando prever microestrutura martensítica para a laminação de combustíveis nucleares de placas submetidas a altos valores de redução, utilizados na indústria aeroespacial.

Todos os processos de deformação promovem altos índices de transformação da austenita em martensita α' para o aço inoxidável AISI 304. Já o aço AISI 316 submetido à compressão não apresenta consideráveis frações deste constituinte.

Ambos os aços inoxidáveis austeníticos estudados apresentaram textura bastante variada após submetidos a laminação com baixos índices de redução.

Os aços inoxidáveis AISI 304 e AISI 316 apresentam frações maiores de transformação da austenita em martensita quando submetidos a altos níveis de redução por laminação do que quando submetidos a tensões de compressão.

Quando comprimido ou laminado, o aço AISI 316 apresenta por ferritoscopia menores frações de transformação martensítica do que o aço AISI 304.

REFERÊNCIAS

(1) (EDS.), J. K. L. L. C. H. S. K. H. L. **Stainless Steels: An Introduction and Their Recent Developments**. 2012.

(2) CAMERINI, Cesar G. et al. Ferrite content meter analysis for delta ferrite evaluation in superduplex stainless steel. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 7, n. 3, p. 366-370, 2018.

(3) ZHAO, X. et al. Recrystallization and Grain Growth of 316L Stainless Steel Wires. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 45, n. 8, p. 3446-3453, 2014. ISSN 1543-1940. Disponível em: < <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-014-2305-2> >.

- (4) ZIMMERMANN, A. J. D. O. **Encruamento, recristalização e textura cristalográfica de zircônio puro e da liga Zircaloy-4**. 2013. 99 páginas (Tese de Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo.
- (5) ASTM A342 / A342M-21, Standard Test Methods for Permeability of Weakly Magnetic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2021, www.astm.org.
- (6) SCHRAMM, R. E.; REED, R. P. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. **Metallurgical Transactions A**, v. 6, n. 7, p. 1345-1351, ISSN 1543-1940. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/BF02641927> >.
- (7) MURR, L. E. **Interfacial phenomena in metals and alloys**. United States: Addison-Wesley Publishing Company, 1975.

CAPÍTULO 4

TRÊS MÉTODOS PARA MELHORAR AS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE LIGAS DE ALUMÍNIO

Data de aceite: 01/10/2021

Juan José Arenas Romero

Instituto Politécnico Nacional
Escuela Superior de Ingeniería Mecánica y
Eléctrica U
Azcapotzalco, Academia de Ciencia de
Materiales
MÉXICO

Jesús García Lira

Instituto Politécnico Nacional
Escuela Superior de Ingeniería Mecánica y
Eléctrica U
Azcapotzalco, Academia de Ciencia de
Materiales,
MÉXICO

Martín Castillo Sánchez

Instituto Politécnico Nacional
Escuela Superior de Ingeniería Mecánica y
Eléctrica, U. Zacatenco
Academia de Mecánica,
MÉXICO

RESUMO: No presente trabalho, três métodos utilizados para modificar as propriedades mecânicas de algumas ligas de alumínio são analisados: tratamentos térmicos, deformação a frio e refinamento de grãos. A utilização desses métodos depende de vários fatores como: o processo de fabricação, a disponibilidade do material e a facilidade de aplicação do tratamento selecionado. Uma análise das propriedades que cada tratamento confere a certas ligas de alumínio

permite escolher o tratamento mais adequado para uma dada liga, de forma a ver as vantagens desse tratamento em termos de propriedades mecânicas. As técnicas necessárias para cada tratamento são analisadas.

PALAVRAS - CHAVE: Liga, Alumínio, Propriedades Mecânicas, Tratamentos Térmicos, Deformação a Frio.

THREE METHODS TO IMPROVE MECHANICAL PROPERTIES OF ALUMINUM ALLOYS

ABSTRACT: In the present work, three methods used to modify the mechanical properties of some aluminum alloys are analyzed: heat treatments, cold deformation and grain refinement. The use of these methods depends on various factors such as: the manufacturing process, the availability of the material and the ease of applying the selected treatment. An analysis of the properties that each treatment confers on certain aluminum alloys makes it possible to choose the most suitable treatment for a given alloy, in such a way that the advantages of said treatment in terms of mechanical properties can be seen. The techniques required for each treatment are analyzed.

KEYWORDS: Alloy, Aluminum, Mechanical Properties, Heat Treatments, Cold Deformation.

1 | INTRODUÇÃO

Dependendo dos tipos de tratamento usados para endurecer o alumínio, eles podem ser classificados em dois grupos:

a) Ligas não endurecíveis, com endurecimento por refino, e b) Ligas endurecíveis, com endurecimento estrutural. (Aluminum Association, 1988)

a) Ligas não endurecíveis com endurecimento por refino, são aquelas em que suas características mecânicas dependem das diferentes formas de laminação ou trefilação e recozimento intermediário ou final. Eles correspondem às famílias, 1000 (Alumínio Puro), 3000 (Alumínio - Manganês) e 5000 (Alumínio - Magnésio).

A acrimônia é o endurecimento obtido pela deformação plástica a frio, que produz um aumento nas características mecânicas e na dureza do material. Ocorre simultaneamente uma diminuição da sua capacidade de deformação e uma perda de maleabilidade. O endurecimento por trabalho é um fenômeno que ocorre em qualquer um dos métodos de deformação utilizados, tais como laminação, estiramento, dobra, martelamento, estiramento, entalhe ou semelhantes.

Durante a fase de recristalização, no momento do recozimento, o tamanho do grão tende a aumentar. Aumentar o tamanho do grão, acima de um valor de 100 microns, reduz a deformabilidade das ligas de alumínio.

Para as ligas da família 5000 (Alumínio - Magnésio), 5005, 5050, 5251, 5052, 5754, 5454, 5086, 5083 e 5056, os recozimentos costumam ser feitos na faixa entre 345° C e 380° C, com duração de 30 minutos a 120 minutos.

b) Ligas temperáveis com endurecimento estrutural, são aquelas cujas características mecânicas dependem de tratamentos térmicos, como a solubilização ou solução, têmpera e maturação natural ou artificial. As famílias 2000 (Alumínio-Cobre), 6000 (Alumínio - Magnésio - Silício) e 7000 (Alumínio-Zinco) pertencem a este grupo.

Essas ligas, com endurecimento estrutural, são obtidas de acordo com a sequência dos seguintes tratamentos térmicos:

- Colocando em solução.
- Têmpora.
- Maturação (natural ou artificial).

Em certos casos, podem ser completados com alongamento a frio em determinada fase do tratamento.

2 | INFLUÊNCIA DO MÉTODO DE FABRICAÇÃO E DA COMPOSIÇÃO DA LIGA, NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

O alumínio cristaliza na rede FCC e não sofre alterações alotrópicas, o que lhe confere alta plasticidade, embora as propriedades mecânicas variem amplamente dependendo dos elementos de liga e dos tratamentos termomecânicos a que foi submetido.

2.1 Propriedades Mecânicas

As propriedades mecânicas ou propriedades de resistência mecânica servem, na

maioria dos casos, como base para a aplicação de um material metálico, tendo em vista uma finalidade de aplicação específica.

- A dureza depende da composição da liga e do processo de fabricação.

- A resistência à tração aumenta com o aumento da porcentagem de elementos de liga. Os aumentos da resistência à tração também são obtidos por deformação a frio ou endurecimento por tratamento térmico. Diferentes elementos de liga agem de maneira muito diferente em termos de aumento de resistência.

Este aumento da resistência é perceptível de forma muito marcada pela deformação a frio. (Baker, TN)

- Resistência à compressão, flexão, corte e torção

- a) A resistência à compressão ou o limite de esmagamento é importante principalmente em peças sujeitas a compressão, como rolamentos de fricção.

- b) A resistência à flexão é levada em consideração para as ligas de ferro fundido, nos casos em que, ao realizar o ensaio de tração, não é possível determinar o limite elástico com precisão suficiente devido ao seu baixo valor.

- c) A resistência ao cisalhamento é importante para calcular a força necessária para o corte em certas aplicações. Não há valores padrão, geralmente está entre 55% e 80% da resistência à tração.

- d) A resistência à torção quase nunca é determinada. Se uma distribuição linear de tensões for considerada, ela pode ter um valor igual à resistência ao cisalhamento.

- Propriedades a temperaturas elevadas: à medida que a temperatura aumenta, a resistência à tração, o limite elástico e a dureza diminuem, enquanto o alongamento e a estenose à ruptura aumentam. O fator tempo desempenha um papel essencial na determinação dos valores de resistência para altas temperaturas.

Em temperaturas elevadas, podem ocorrer modificações permanentes na estrutura de materiais que foram submetidos a endurecimento por trabalho a frio. Isso ocasiona uma diminuição da resistência mecânica. (Sheppard T., 1988)

- Processos de fluência, em que o material pode sofrer deformações lentas em altas temperaturas, sob a ação de cargas em repouso, aumentando a velocidade de mudança de forma e tensão.

- Características de resistência a baixas temperaturas, o comportamento dos metais depende fundamentalmente da estrutura de sua rede cristalina. O alumínio, com sua rede FCC, tem a mesma estrutura dos aços cobre, níquel e austeníticos, por isso, em baixas temperaturas, as complicações (rápida diminuição da resiliência, entre outras) que ocorrem nos metais BCC, principalmente nos aços ferríticos.

- Resistência à fadiga, depende da composição, estado e processo de obtenção do material. A resistência à fadiga é aumentada através da formação de soluções cristalinas, deformação a frio e endurecimento.

Para a resistência à fadiga, deve-se levar em consideração o tipo de carga (tração,

compressão, flexão alternativa ou rotacional) e, principalmente, a relação de tensões. A resistência à fadiga também é influenciada pelas tensões máximas de tração ou efeitos de entalhe, a soldagem, as condições da superfície, o ambiente e a temperatura. (Polmear I.J., 1981)

- Mecânica da fratura, as trincas são devidas principalmente a contingências acidentais que intervêm quando a primeira trinca se origina e continuam nas fases iniciais de sua expansão.

Nos elementos de construção pressupõe-se que existam sempre fissuras de determinada dimensão e que sejam dimensionadas de forma a não ultrapassarem uma magnitude crítica, dentro de um período de vida previsto e, sobretudo, que não aumentem em uma forma instável. Além disso, a tensão de escoamento deve ser considerada como o método mais apropriado para determinar rachaduras por corrosão em materiais sob tensão.

Entre os valores usuais de resistência obtidos no ensaio de tração e a tenacidade à trinca, em geral não há dependência. Do ponto de vista qualitativo, a tenacidade à trinca diminui com o aumento da resistência à tração. O objetivo da análise dos materiais é desenvolvê-los para que tenham mais resistência e, ao mesmo tempo, maior tenacidade à quebra.

Para se obter uma melhor estrutura, são utilizados refinadores de grãos no alumínio fundido, pois isso reduz a formação de trincas ou fissuras, obtendo um material internamente saudável e com melhor tenacidade. (Smith, William F. 1999).

- Resistência ao desgaste ou abrasão dos materiais de alumínio, é particularmente baixa no atrito seco. Não existe relação entre dureza e resistência mecânica, por um lado, e abrasão, por outro.

As peças de alumínio, sujeitas ao atrito, apresentam um comportamento aceitável, evidenciado pelas inúmeras aplicações que possuem em rolamentos e pistões de atrito. Também deve ser mencionado que o desgaste pode ser drasticamente reduzido por um tratamento de superfície adequado.

31 INFLUÊNCIA DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS E MECÂNICOS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

- Por recozimento, em altas temperaturas, a acrimônia em metais deformados a frio é eliminada. O aumento da resistência, obtido com a deformação a frio, pode ser reduzido em maior ou menor grau. A eliminação total da acrimônia, até atingir o estado inicial, ocorre quando o recozimento é realizado em temperaturas acima do limite de recristalização. (Brooks C.R., 1982).

- Recozimento de amolecimento, utilizado para transformar materiais em um estado de baixíssima resistência e alto alongamento. É feito para facilitar o trabalho de modelagem ou para torná-lo possível. Nos materiais endurecidos a frio, o recozimento de amolecimento

consiste no recozimento de recristalização, levando em consideração o tamanho do grão, a duração do tratamento, o grau do grau de deformação a frio e os recozimentos intermediários.

- Normalizado, é utilizado para eliminar as tensões que podem surgir devido ao rápido resfriamento das peças, na fundição ou após o endurecimento por trabalho mecânico. Devido a essas tensões internas, podem ocorrer deformações nas peças.

A normalização deve ser realizada sempre antes da usinagem da peça ou, pelo menos, antes da última operação, pois está vinculada à deformação permanente.

- Recozimento de homogeneização total, pretende-se obter a eliminação das tensões inerentes ao produto fundido, o equilíbrio dos grãos segregados e a dissolução dos constituintes estruturais eutéticos, nas bordas dos mesmos. Além disso, frequentemente serve para atingir a desintegração regular de elementos dissolvidos em estado de supersaturação, especialmente Mn e Fe, que influenciam o comportamento de recristalização e a conformabilidade a quente. Finalmente, em ligas endurecíveis, é possível dissolver os elementos de liga que causam o endurecimento.

- O endurecimento por precipitação é o tratamento térmico mais importante aplicado às ligas de alumínio. Este tratamento aumenta notavelmente a resistência mecânica das ligas de alumínio endurecíveis por tratamento térmico. (ASM Handbook, Vol. 4. 1991).

4 | GRAU DE ENDURECIMENTO POR REFINAMENTO DE GRÃOS

Na década de 1950, a base científica atual para o refinamento de grãos foi descoberta e, na década de 1960, os aços foram intencionalmente projetados para tirar proveito desses princípios envolvidos. No entanto, os métodos de processamento para refinar o tamanho do grão já haviam sido desenvolvidos desde os primeiros anos do século XX. (Gladman, T.)

Petch e seus colaboradores foram os primeiros a relacionar o tamanho de grão ferrítico, L , com o ponto de escoamento e a resistência à ruptura, mostrando que o ponto de escoamento variou com o tamanho de grão a $L^{-1/2}$, em uma faixa de tamanho de grão ferrítico, entre 6 μm e 30 μm , de acordo com a seguinte equação:

$$\sigma_{\text{lys}} = \sigma_0 + k_y \cdot L^{-1/2} \quad \dots \text{ (Equação 1)}$$

σ_{lys} = Resistência a ceder

$L^{-1/2}$ = tamanho de grão.

σ_0 = a tensão de atrito da rede, é também a tensão de escoamento para o limite

$L \rightarrow \infty$.

k_y = A inclinação da linha também é conhecida como parâmetro de ancoragem dos deslocamentos, que representa a contribuição do endurecimento relativo devido às bordas

dos grãos.

No entanto, em alguns estudos anteriores de Petch e colegas, o tamanho de grão ferrítico usado foi chamado de diâmetro de grão. Portanto, a maioria dos estudos realizados desde então tem usado o intercepto linear médio como uma medida de tamanho ou diâmetro de grão.

Apesar desses vários erros de medição, um número significativo de estudos tem mostrado diferenças nos valores das constantes da equação de Hall - Petch, algumas delas apresentadas na Tabela 1.

Material	σ_0 / MPa	k_y / MPa	Referencia
Hierro sueco (punto de fluencia)	47.1	0.71	Cracknell, A y Perch, NJ
Hierro parcialmente descarburado (punto de fluencia)	45.1	0.31	Armstrong, R et al
Cobre	25.5	0.11	Feltham, P y Meakin, JD
Aluminio	15.7	0.07	Carreker, RP y Hibbard, WR
Cobre 70/30 (punto de fluencia)	45.1	0.31	Armstrong, R et al
Al-3-5%Mg	49.1	0.26	Phillips, VA et al; Johnston, TL, Davies, RG y Stoloff, NS
Zinc (0-005% deformación)	32.4	0.22	Armstrong, R et al
Magnesio (0-002% deformación)	6.9	0.28	Hauser, FE et al
Titanio (fluencia)	78.5	0.40	Guard, RW
Magnesio (texturas preferidas varias)	6.9-8.3	0.06-0.28	Wilson, DV y Chapman, JA

Tabla 1.- Constantes de Hall – Petch para alguns materiais

Alguns autores atribuíram essas diferenças aos vários métodos de medição de tamanho de grão.

Os resultados mostram que, para ligas não ferrosas, o aumento da resistência, em decorrência do refinamento dos grãos, é relativamente modesto, principalmente para cobre e alumínio. (Mondolfo L. F., 1976).

A conseqüência disso é que as mudanças no processo, que modificam o tamanho do grão, têm um efeito relativamente modesto no aumento da resistência, porém, contribui enormemente para a saúde das peças, devido a poros ou fissuras de encolhimento. Portanto, essas ligas devem recorrer a mecanismos de endurecimento adicionais para

umentar a resistência. Isso inclui deslocamento ou endurecimento por trabalho a frio e agregação de partículas para evitar movimento de deslocamento, endurecimento de partículas ou precipitação.

5 | CONCLUSÕES

De acordo com as análises realizadas com as diferentes ligas de alumínio estudadas, conclui-se que os melhores métodos para melhorar as propriedades mecânicas são o trabalho a frio e o tratamento térmico, nesta ordem. Porém, é pertinente considerar a alternativa de refinamento dos grãos no processo de fusão, com adição de ligas, quando o objetivo não é principalmente melhorar as propriedades mecânicas, mas buscar uma estrutura saudável na peça, livre de porosidades e fissuras de encolhimento.

Dependendo do tipo de liga, dentre as citadas neste estudo, seleciona-se o método mais adequado para a melhoria das propriedades mecânicas.

REFERÊNCIAS

American National Standard **Alloy and Temper Designation Systems for Aluminum**, Aluminum Association, Julho 1988.

ASM Handbook. **Heat Treating of Nonferrous Alloys**, Vol. 4. 1991

Baker, T.N, **Future Developments in Metals and Ceramics**, Institute of Materials.

Brooks C.R., **Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys**, American Society for Metals. 1982.

Gladman, T, **The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels**, Institute of Materials.

Mondolfo L. F., **Aluminum Alloys: Structure and Properties**, Butterworths, 1976.

Polmear I.J., Edward Arnold, **Metallurgy of the Light Metals**, (Light Alloys), 1981.

Sheppard T., **Press quenching of aluminum alloys**. Materials Science and Technology, Julho 1988, Vol 4.

Smith, William F. **Structure and Properties of Engineering Alloys**. 2nd. Ed. New York, Mc Graw Hill, 1991.

IMPACT OF ZINC CONCENTRATION AND PH IN THE ELECTROPLATING PROCESS IN AN ACID SULFATE-BASED SOLUTION

Data de aceite: 01/10/2021

Data de submissão: 09/07/2021

Gabriel Abelha Carrijo Gonçalves

State University of Santa Cruz
Ilhéus – Bahia
<http://lattes.cnpq.br/7024935986388318>

Pedro Manoel Silveira Campos

Federal University of Southern Bahia
Itabuna – Bahia
<http://lattes.cnpq.br/8881500083854185>

Tácia Costa Veloso

Federal University of Southern Bahia
Itabuna – Bahia
<http://lattes.cnpq.br/2420026949442774>

Vera Rosa Capelossi

State University of Santa Cruz
Ilhéus – Bahia
<http://lattes.cnpq.br/0713486577039303>

ABSTRACT: The steels have good mechanical properties and an interesting cost-benefit ratio, but they are highly susceptible to corrosion degradation. One of the largest used corrosion protection techniques is the metallic coatings, such as the electrodeposition of zinc ions on steel in a process known as electroplating. Many factors can affect the efficiency of the process, the deposit quality, and, consequently, the mechanical and corrosion resistance, such as zinc concentration, pH, temperature, and even the presence of contaminants in the electrolyte

bath. Therefore, this work evaluated the current efficiency and the morphological modifications by optical microscopy (OM) of the electroplated steel varying independently the zinc concentration and pH in an acid sulfate-based solution. No significant variation was observed at the current efficiency by increasing the zinc concentration or pH. The current efficiency in all conditions evaluated reached values over 90 %, which allows us to classify the process as efficient varying both operational conditions in the range studied. The sample electroplated at initial pH 2.5 presented the greatest homogeneity and regularity of the surface morphology by OM analysis. The lowest zinc concentration evaluated (40 g.L^{-1}) appeared to have greater roughness, while the others samples had similar morphology. Such behavior suggests that the increase in zinc concentration improved the homogeneity of the deposit until 50 g.L^{-1} , while pH 2.5 showed a better appearance. Therefore, under the conditions evaluated, we recommend the use of 50 g.L^{-1} at a pH of 2.5.

KEYWORDS: Metallic coating, Electroplating, Operational parameter, Current efficiency, Coating morphology.

IMPACTO DA CONCENTRAÇÃO DE ZINCO E PH NO PROCESSO DE ELETROGALVANIZAÇÃO ÁCIDA EM MEIO SULFATO

RESUMO: Apesar de suas boas propriedades mecânicas e sua relação custo-benefício, o aço apresenta grande susceptibilidade à degradação por meio da corrosão. Dentre as técnicas utilizadas para a proteção dessas estruturas, pode-se citar o emprego de revestimentos metálicos como

a eletrodeposição do zinco sobre o aço, em processo denominado eletrogalvanização. No entanto, o processo é bastante sensível a diversos fatores operacionais e de banho que podem afetar a eficiência do processo, a qualidade do depósito e, conseqüentemente, a resistência mecânica e à corrosão do material final, como a concentração de zinco, o pH, a temperatura e até mesmo a presença de contaminantes. Portanto, o presente trabalho avaliou a eficiência de corrente e as modificações morfológicas do revestimento por meio da Microscopia Ótica (MO) do aço eletrogalvanizado variando a concentração de zinco e o pH do eletrólito, independentemente, em meio ácido contendo sulfato. Não foi observada variação significativa nos valores de eficiência de corrente com o aumento tanto da concentração de zinco quanto com o aumento do pH do eletrólito. A eficiência de corrente em todas as condições avaliadas manteve-se superior a 90 %, permitindo a classificação do processo como sendo eficiente. A amostra eletrogalvanizada no pH 2,5 apresentou maior homogeneidade e regularidade na morfologia superficial do revestimento, conforme evidenciado pelas análises via MO. Enquanto que a menor concentração de zinco avaliada (40 g.L^{-1}) aparentou ter maior rugosidade, quando comparada com as demais amostras em outras concentrações. Este comportamento sugere que o aumento da concentração de zinco melhorou a homogeneidade do depósito até a concentração de 50 g.L^{-1} , enquanto o pH 2,5 apresentou melhor aspecto visual. Portanto, com base nas condições avaliadas, recomenda-se o uso de 50 g.L^{-1} de zinco e pH de 2,5.

PALAVRAS-CHAVE: Revestimento metálico, Eletrogalvanização, Parâmetros operacionais, Eficiência de corrente, Morfologia do revestimento.

1 | INTRODUCTION

Carbon steel is one of the most used metal alloys today due to its high cost/benefit ratio. They are mostly constituted of iron with small quantities of carbon located interstitially, as well as some impurities are also present, such as manganese. Despite their good mechanical and thermal conductivity properties, in general, carbon steels are susceptible to corrosion deterioration, which limits their use (ASKELAND; WRIGHT, 2016). Due to this characteristic and aiming to increase the useful lifetime of the material, many techniques are widely used to improve the corrosion resistance or even inhibit it at relatively low rates (SCHLESINGER; PAUNOVIC, 2010).

Although zinc has a more negative reduction potential than iron, they generally have a lower corrosion rate when compared to steel. Furthermore, as the corrosion rate of Zn is relatively low, the corrosion protection that this coating provides is considerably long. Such characteristics turn zinc a prominent candidate to be used as a metallic coating in the cathodic protection of steel (SCHLESINGER; PAUNOVIC, 2010).

The zinc coating has been used to protect against corrosion for over 170 years. Currently, several techniques can be used to protect metallic alloys that are zinc-based, such as thermal spraying or metallization, sherardization, and even the painting with zinc-enriched paint (SCHLESINGER; PAUNOVIC, 2010). However, most techniques used in the metallurgy are based on the hot-dip galvanization or the electrodeposition of zinc in a

process known as zinc electroplating (ALVARENGA; LINS, 2016; MAJUSTE et al., 2015).

Zinc electroplating is a process based on the reduction of the zinc ions present in the electrolyte on the substrate surface, which in this case is steel (MAJUSTE et al., 2015). The process is not spontaneous, so, the current is provided from an external power supply (ALVARENGA; LINS, 2016; SCHLESINGER; PAUNOVIC, 2010).

Until the 70s, most zinc electroplating processes consisted of cyanide-based baths. However, due to new regulations, this kind of bath has been gradually replaced by others with less toxicity. Currently, acid baths are particularly prominent owing to less electroplating time, good deposit quality, and higher process versatility. These baths are commonly employed in the coating of plates, tubes, and wires (SCHLESINGER; PAUNOVIC, 2010).

Several factors in the zinc electroplating process can affect negatively the current efficiency, the deposit quality, and, consequently, the mechanical and corrosion resistance of the material. As reported in the literature (KUL et al., 2020; ALMEIDA et al., 2019; PAN et al., 2013; SCOTT et al., 1988), the zinc concentration, pH, current density, and temperature for example impacted the process efficiency and the coating morphology, modifying the crystal structure and the geometry of the grains.

The metal ions are presented in the aquo-cation complex when dissolved in an aqueous solution, as the electroplating bath. The aquo-cations lose their solvation form when approaching the substrate surface and by a diffusion process, they migrate until a favorable site was found. Finally, they adsorb in the surface, incorporating into the metallic network after losing all binders (SHREIR; JARMAN; BURSTEIN, 2000). Then, the zinc deposits begin to grow epitaxially in layers over the substrate (NAKANO, 2009).

Therefore, this work aims to evaluate the current efficiency and surface morphology by optical microscopy (OM) of AISI 1008 steel electroplated in an acid sulfate-based solution varying the zinc concentration and pH independently.

2 | EXPERIMENTAL

An electrolytic cell was used for zinc electroplating. The electroplating system consisted of three plates (Figure 1), being one cathode (AISI 1008 carbon steel) between two anodes (lead). The samples were fixed with an anode/cathode distance of 10 mm and they had fixed dimensions of 50 x 70 mm². The current was supplied by an external power supply connected in series with a multimeter (Instrutherm, MD-700). This setup characterizes this process as galvanostatic electroplating.

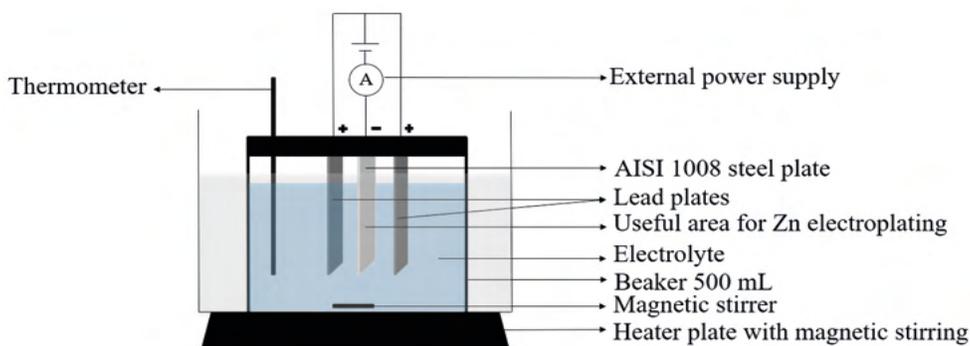


Figure 1 – Schematic representation of the electrolytic cell employed in the zinc electroplating process, consisting of a cathode (AISI 1008 steel plate), two anodes (lead plates), the electrolytic bath, and an external power supply (A).

The electrolyte consisted of H_2SO_4 and Na_2SO_4 (50 g.L^{-1}), varying the zinc concentration (40 g.L^{-1} , 50 g.L^{-1} , and 60 g.L^{-1}), and the initial pH (1.5, 2.5, and 3.5), as summarized in Table 1. The cell temperature was controlled by a water bath at $50 \text{ }^\circ\text{C}$ under magnetic stirring of 380 rpm.

	<i>Zinc concentration variation</i>	<i>pH variation</i>
Zn^{2+} (g.L^{-1})	40, 50, and 60	50
Na_2SO_4 (g.L^{-1})	50	50
pH	2.5	1.5, 2.5, and 3.5
Cathode	AISI 1008 carbon steel	AISI 1008 carbon steel
Anode	Lead plates	Lead plates
i (mA.cm^{-2})	30.5	30.5
T ($^\circ\text{C}$)	50	50
t (min)	20	20
Stirrer (rpm)	380	380

Table 1 – Operational parameters used in the zinc electroplating bath to each condition evaluated.

The sample surface was treated before the electroplating process (Figure 2). The sample primarily was completely immersed in acetone for 10 min in an ultrasonic bath (LS-3D, LimpSonic, 40 kHz/70W). Then, the sample was immersed in an alkaline degreaser (50 g.L^{-1} , 680 RM, Saloclean) under magnetic stirring of 380 rpm at $50 \text{ }^\circ\text{C}$ for 10 min, and finally,

the substrate was quickly dipped in H_2SO_4 (3 M) etching solution for 10 s.

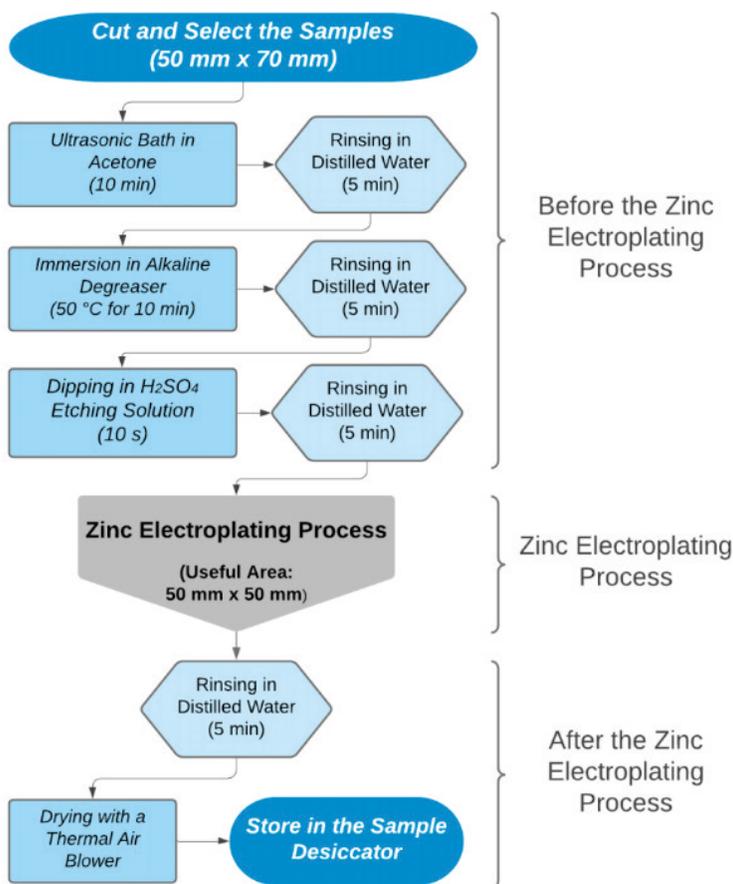


Figure 2 – Flowchart containing the step-by-step process to treat and store the samples.

After each washing step described, the samples were rinsed in distilled water for 5 min. At the end of the electroplated process, the samples were also rinsed in distilled water for 5 min and then dried immediately by thermal air blower.

The current efficiency, e_c , was calculated by Equation 1, where w_{EP} and w_T are respectively the electroplated zinc weight and the theoretical zinc weight. The w_T is determined by Faraday Electrolysis Law, where M is the zinc atomic weight ($65.38 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$); I is the current (A); t is the electroplating time (s); n is the zinc valency ($n = 2$); and F is the Faraday constant ($F = 96485.33 \text{ s}\cdot\text{A}\cdot\text{mol}^{-1}$).

$$e_c = \frac{w_{EP}}{w_T} \cdot 10^2 = \frac{w_{EP} \cdot n \cdot F}{M \cdot I \cdot t} \cdot 10^2 \quad \text{Equation 1}$$

The surface morphology analysis was performed through optical microscopy (S9, Leica).

3 | RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Current efficiency analysis

The process efficiencies were evaluated by the current efficiencies, e_c , which were calculated by Equation 1, and they are presented in Table 2. Varying both operational conditions in the range studied did not impact significantly the current efficiency when we analyze the standard deviation. The current efficiency in all conditions evaluated reached values over 90 %, which allows us to classify the process as efficient, as expected for processes carried out in an acid solution (SCHLESINGER; PAUNOVIC, 2010).

		$(e_c \pm \sigma_{e_c}) \%$
(Zn²⁺) g.L⁻¹	40	94 ± 1
	50	95 ± 1
	60	95 ± 2
pH	1.5	97 ± 2
	2.5	95 ± 1
	3.5	97 ± 3

Table 2 – Current efficiencies summarized for each condition evaluated by varying independently the zinc concentration and pH in the zinc electroplating process.

These results are consistent with those found in the literature by Scott et al. (1988). The authors observed by experimental tests that the current efficiency in an acid sulfate-based solution increases quickly by varying the zinc concentration between 20 g.L⁻¹ and 50 g.L⁻¹. However, they also observed a stagnant growth when zinc concentration reached values over 50 g.L⁻¹ (SCOTT et al., 1988).

On the other hand, pH mainly influences the conductivity of the electrolyte bath, which directly impacts the diffusion rates of the zinc ions on the cathode surface (SHREIR; JARMAN; BURSTEIN, 2000). As reported in the literature, as much lower is the pH, the greater will be both conductivity and mobility of the metals aquo-cations in the electrolyte bath. Such behavior, at first sight, would represent an increase in current efficiency (ALMEIDA et al., 2019).

The current efficiency, as already elucidated, refers to the ratio of how much a unit of current supplied to the system was effectively used to reduce the zinc ions on the cathode surface. However, the hydrogen evolution is a competitive reaction that occurs during the

zinc ions reduction. Thus, as the H^+ concentration increase by increasing the solution acidity, the equilibrium of the hydrogen evolution reaction is disturbed and compensates the effect of ions mobility (ALMEIDA et al., 2019; SCOTT et al., 1988; MACKINNON, 1985).

3.2 Surface morphology analysis

The coating properties (brightness, roughness, and corrosion resistance) are directly impacted by the zinc deposition (NAKANO, 2009). Thus, the variation in the zinc concentration promoted changes in the samples' visual appearance as shown in Figure 3, which in the highest zinc concentration evaluated presented darker deposits when compared to the others. Such modifications could be better visualized in the micrographs obtained via optical microscopy (OM), as shown in Figure 4.

A higher zinc concentration can impact the coating morphology and may reduce the operational costs of the process, once, operating at low zinc concentration in the electrolyte will imply to use a higher current density to obtain bright and homogeneously distributed deposits (MURALIDHARA; NAIK; VENKATESHA, 2006).

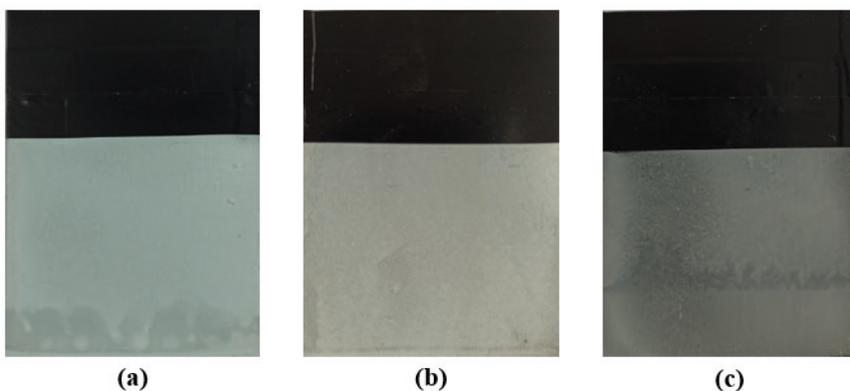


Figure 3 – Images without magnification of the samples after the electroplating process at 40 g.L⁻¹ (a), 50 g.L⁻¹ (b), and 60 g.L⁻¹ (c).

We noted through Figure 4a that the sample obtained at 40 g.L⁻¹ presented a higher roughness, while the other concentrations evaluated are morphologically similar. This suggests that the increase in the zinc concentration in the electrolyte is capable to promote a better coating homogeneity.

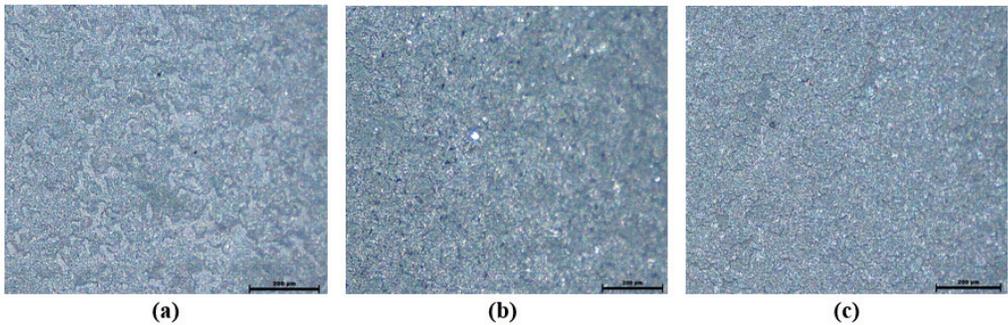


Figure 4 – Micrographs obtained by optical microscopy (OM) at 50x magnification of the samples after the electroplating process at 40 g.L⁻¹ (a), 50 g.L⁻¹ (b), and 60 g.L⁻¹ (c).

On the other hand, the variation of initial pH in the zinc electroplating process showed a slight modification in the coating by the sample's images obtained without magnification (Figure 5). However, such modifications can be easily visualized in optical microscopy (OM) micrographs shown in Figure 6.

The sample obtained in pH 1.5 presented rounded depressions as shown in Figure 6a with the apparent exposure of the substrate. The geometry of these rounded cavities suggests that the sample obtained in a low pH solution tends to favor the hydrogen evolution reaction. As result, bubbles are formed on the cathode surface (ALMEIDA et al., 2019; SCOTT et al., 1988), which may be adhered until their release towards the atmosphere.

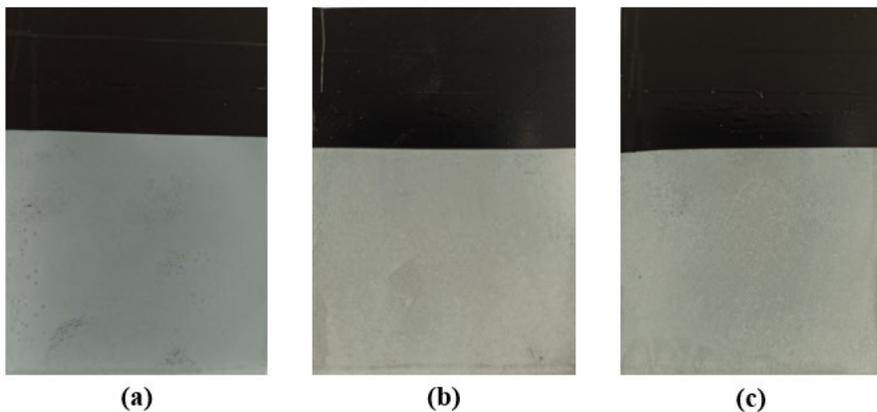


Figure 5 – Images without magnification of the samples after the electroplating process at pH = 1.5 (a), pH = 2.5 (b), and pH = 3.5 (c).

The sample obtained in pH 3.5 (Figure 6c) presented higher roughness when compared to that one obtained in pH 2.5 (Figure 6b) which appears to be more compact and with considerably less roughness. As reported in the literature, a higher irregular roughness

profile is a favorable scenario to promote corrosion deterioration (PENG et al., 2017; PARK; SZPUNAR, 1998).

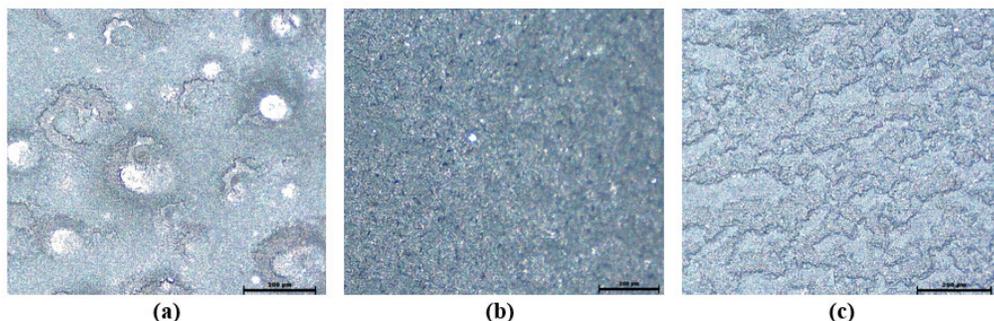


Figure 6 – Micrographs obtained by optical microscopy (OM) at 50x magnification of the samples after the electroplating process at pH = 1.5 (a), pH = 2.5 (b), and pH = 3.5 (c).

Therefore, under the conditions evaluated and through the results of the tests presented in this study, it is possible to note the best condition recommended is 50 g.L^{-1} at a pH of 2.5.

4 | CONCLUSION

The current efficiency was not significantly impacted by varying operational parameters in the range studied, reached values over 90 %, which classify the process as being efficient. The sample obtained at pH 1.5 possibly presented the substrate exposure due to a higher rate of the hydrogen evolution reaction, while the one obtained at pH 3.5 presented a higher roughness profile by OM analysis. The same was observed at the lowest zinc concentration (40 g.L^{-1}) that appeared to have greater roughness, while the others samples had similar morphology. Thus, increasing zinc concentration improved the homogeneity of the deposit until 50 g.L^{-1} , while pH 2.5 showed better performance. Therefore, under the conditions evaluated, the best zinc concentration and pH are 50 g.L^{-1} at a pH of 2.5, respectively.

ACKNOWLEDGEMENT

The authors would like to acknowledge to CAPES scholarship – Brazil [Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel (grant number: 88887.495176/2020-00)], and to PROPP/UESC (Pro-Rector of Research and Post-Graduation at State University of Santa Cruz) for the financial support; to Usiminas S.A. by the AISI 1008 carbon steel; to Nexa Resources S.A. by the zinc; to Klintex Industrial Resources by the alkaline degreaser; to the Center for Electron Microscopy of the State University of Santa Cruz (CME/UESC,

BA, BR) by the optical microscopy analysis; to the Environmental and Materials Laboratory and the State University of Santa Cruz (LAMMA/UESC, BA, BR) by the support, inputs, and equipment that made this work possible.

REFERENCES

ALMEIDA, M. D. DE J. et al. **Glycerol effect on the corrosion resistance and electrodeposition conditions in a zinc electroplating process.** *Materials Research*, v. 22, n. 4, 2019.

ALVARENGA, E. DE A.; LINS, V. DE F. C. **Atmospheric corrosion evaluation of electrogalvanized, hot-dip galvanized and galvanized interstitial free steels using accelerated field and cyclic tests.** *Surface and Coatings Technology*, v. 306, p. 428–438, 2016.

ASKELAND, D. R.; WRIGHT, W. J. **The Science and Engineering of Materials.** 7th. ed. Boston, USA: CENGAGE Learning, 2016.

KUL, M. et al. **Effect of Process Parameters on the Electrodeposition of Zinc on 1010 Steel: Central Composite Design Optimization.** *International Journal of Electrochemical Science*, v. 15, p. 9779–9795, out. 2020.

MAJUSTE, D. et al. **Role of organic reagents and impurity in zinc electrowinning.** *Hydrometallurgy*, v. 152, p. 190–198, 2015.

MACKINNON, D. J. **The effect of copper on zinc electrowinning from industrial acid sulphate electrolyte.** *Journal of Applied Electrochemistry*, v. 15, p. 953–960, 1985.

MURALIDHARA, H. B.; NAIK, Y. A.; VENKATESHA, T. V. **Effect of condensation product of glycyl-glycine and furfural on electrodeposition of zinc from sulphate bath.** *Bulletin of Materials Science*, v. 29, n. 5, p. 497–503, 2006.

NAKANO, H. **Effects of plating factors on morphology and appearance of electrogalvanized steel sheets.** *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, v. 19, n. 4, p. 835–841, 2009.

PAN, J. et al. **Zinc deposition and dissolution in sulfuric acid onto a graphite-resin composite electrode as the negative electrode reactions in acidic zinc-based redox flow batteries.** *Journal of Applied Electrochemistry*, v. 43, n. 5, p. 541–551, 2013.

PARK, H.; SZPUNAR, J. A. **The role of texture and morphology in optimizing the corrosion resistance of zinc-based electrogalvanized coatings.** *Corrosion Science*, v. 40, n. 4–5, p. 525–545, 1998.

PENG, S. et al. **Surface characteristics and corrosion resistance of spangle on hot-dip galvanized coating.** *Journal of Alloys and Compounds*, v. 728, p. 1002–1008, 2017.

SCHLESINGER, M.; PAUNOVIC, M. **Modern Electroplating.** 5th Ed ed. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2010.

SCOTT, A. C. et al. **Experimental determination of the factors affecting zinc electrowinning efficiency.** Journal of Applied Electrochemistry, v. 18, n. 1, p. 120–127, 1988.

SHREIR, L. L.; JARMAN, R. A.; BURSTEIN, G. T. **Corrosion: Metal/Environment Reactions.** 3rd ed ed. Oxford, UK: Butterworth-Heinemann, 2000.

Data de aceite: 01/10/2021

Marta Alves Marques

MBA Gestão da Qualidade e Engenharia de
Produção
Instituto de Pós-Graduação - IPOG
Fortaleza, CE

RESUMO: Este artigo é sobre a inspeção, através do ensaio visual, nas juntas soldadas, realizadas na construção de uma siderúrgica, no segmento de construção civil e mecânica 2013/2014. Qual a finalidade dessa inspeção e como analisar essas descontinuidades (defeitos na soldagem)? Envolvendo equipes especializadas com qualificações e dotado de experiência, contribuímos com análise crítica e técnica para avaliar, definir e corrigir, conforme os critérios de aceitação da norma vigente. O objetivo foi identificar as descontinuidades / defeitos, em todo trabalho de soldagem, realizado na fabricação de equipamentos e na construção do projeto, reduzindo custo, retrabalho e mantendo sempre a qualidade em cada peça construída. A equipe do controle de qualidade acompanhou passo a passo e treinou todos os líderes dos setores, apresentando as normas e procedimentos definidos no projeto. Foi feita pesquisa bibliográfica com foco no assunto, e através do monitoramento em campo. Com isso, foi identificado que treinando equipe especializada e monitorando as atividades, evitamos o retrabalho e a identificação precoce das descontinuidades /

defeitos. Porém, esse sistema é de fundamental importância para empresa, prevenindo problemas futuros. Conclui-se que a adoção das ferramentas da equipe do controle da qualidade, é fundamental nesse processo da construção da siderúrgica em todo canteiro da obra.

PALAVRAS - CHAVE: Ensaio visual; Qualidade; Soldagem.

ABSTRACT: This article is about the inspection, through visual testing, of welded joints, carried out in the construction of a steel mill, in the civil and mechanical construction segment 2013/2014. Which the purpose of this inspection and how to analyze these discontinuities (welding defects)? Involving specialized teams with qualifications and endowed with experience, they contribute with critical and technical analysis to assess, define and correct, according to the criteria of acceptance of the current standard. The objective was to identify discontinuities / defects, throughout welding work, carried out in the manufacture of equipment and in the construction of the project, reducing cost, rework and always maintaining the quality of each piece built. THE The quality control team followed step by step and trained all the leaders of the sectors, presenting the rules and procedures defined in the project. Research was carried out bibliography with a focus on the subject, and through field monitoring. With that, it was identified that by training a specialized team and monitoring activities, we avoid the rework and early identification of discontinuities / defects. However, this system is of fundamental importance for the company, preventing future problems. It is concluded that the adoption of the

quality control team's tools is fundamental in this process. of the construction of the steel plant on the entire construction site.

1 | INTRODUÇÃO

No atual cenário em que as exigências de qualidade estão se firmando, é de vital importância o desenvolvimento de alternativas que permitam de forma eficaz, avaliar a qualidade nas juntas soldadas. A aplicação do ensaio visual se constitui em uma estratégia interessante para monitorar os estados das mesmas. A inspeção por meio do EV (ensaio visual) é uma das mais antigas atividades nos setores industriais e o mais usado, pela sua simplicidade de realização e baixo custo operacional. Desta forma a utilização do ensaio visual na engenharia mecânica vem se tornando um tema de interesse em diversos países nos setores industriais. Na construção mecânica utilizando o ensaio visual, identificamos vários tipos de descontinuidades, através desse método. A utilização do ensaio depende da confiabilidade da aplicação dos métodos de conhecimento sobre aplicação. Sendo assim a engenharia mecânica e civil é um campo na qual a utilização desse ensaio vem sendo muito desenvolvido como ferramenta principal, auxiliando os profissionais envolvidos no controle da qualidade na soldagem. Através da utilização do ensaio visual permite-se a identificação de defeitos e descontinuidades.

Designa-se como defeito ou descontinuidade a qualquer interrupção da estrutura típica de uma junta soldada. A existência de descontinuidades em uma junta, não significa necessariamente que a mesma seja defeituosa. Esta condição depende de aplicação a que se destina o componente e é em geral caracterizado pela comparação das descontinuidades observadas ou propriedade medida com níveis estabelecidos em um código, projeto ou contato pertinente. Assim, considera-se uma junta soldada que contém defeitos quando esta apresenta descontinuidades ou propriedades que não atendam ao exigido pelas normas vigentes. Juntas defeituosas em geral, precisam ser reparadas ou mesmo substituídas.(MODENESI, 2001).

Conclui-se que, a utilização do ensaio visual, antes e depois da soldagem, de qualquer peça ou componente, é possível a detecção precoce dessas descontinuidades, evitando o retrabalho e garantindo qualidade na soldagem.

2 | DEFINIÇÃO DO ENSAIO VISUAL

Ensaio Visual é o método mais simples, o mais utilizado, em geral, precede qualquer outro tipo de ensaio. O método é usado na inspeção superficiais externas para o ajuste, dimensionamento do tamanho da junta e forma da descontinuidade e acabamento.

3 I FINALIDADES DO ENSAIO VISUAL

O Ensaio Visual é uma ferramenta para o controle da qualidade nos trabalhos de soldagem, realizado antes e após a qualquer atividade de soldagens dimensionais analisados. Para cada ensaio realizado é necessário a emissão de um relatório (anexo) aprovado e assinado por um profissional qualificado. Os principais itens verificados são os seguintes: valor do ângulo do bisel, valor do ângulo do chanfro, dimensão da face da raiz, dimensão da abertura da raiz, alinhamento das partes soldadas, corrosão, existência de elementos contaminantes (óleo, graxa, tinta e etc.), trincas, etc.

3.1 Inspeções antes da soldagem

Destina-se a verificar detecção da geometria da peça, em relação a especificação do procedimento de soldagem, antes do início do processo de soldagem.



Figura 1 – Exemplo de figura

Fonte: Dados produzidos pelo o autor (2013)

3.2 Inspeções após a soldagem

Deve-se detectar possíveis discontinuidades introduzidas durante a soldagem, que possam ser verificadas em caráter dimensional (poros superficiais, trincas, mordeduras) ou estrutural (Limita-se apenas discontinuidades na superfície, ex. Mordeduras, abertura de arco, trincas, sobreposição e poros).



Figura 2 – Exemplo de figura

Fonte: Dados produzidos pelo autor (2013)

4 | TIPOS DE DESCONTINUIDADES NAS JUNTAS SOLDADAS

Aplicável a todos os materiais e equipamentos; pode ser realizada em superfícies planas ou curvas e mesmo naquelas de difícil acesso; possível de ser realizado em peças ou equipamentos de geometria complexa; possibilidade de identificação rápida de discontinuidades. Segundo Coppen (2008), veremos as definições das discontinuidades superficiais, nas juntas soldadas.

4.1 Abertura de Arco

Imperfeição local da superfície do metal de base, caracterizada por uma ligeira adição ou perda de metal, resultante da abertura do arco elétrico.

4.2 Ângulo Excessivo de Reforço

Ângulo excessivo entre o plano da superfície do metal de base e o plano tangente ao reforço de solda, traçado a partir da margem da solda.

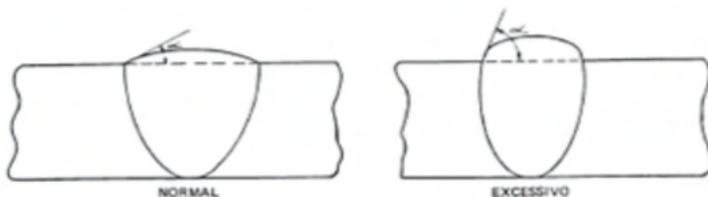


Figura 3 – Exemplo de discontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.3 Cavidade Alongada

Vazio não arredondado com a maior dimensão paralela ao eixo da solda podendo estar localizado:

- (a) na solda;
- (b) na raiz da solda.

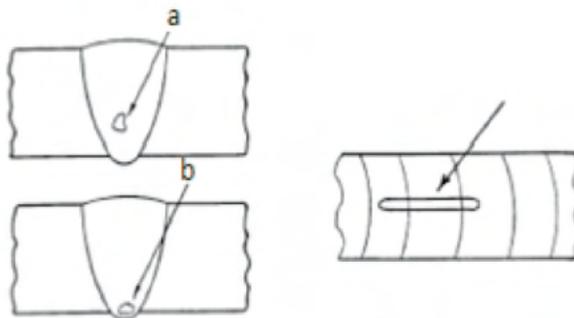


Figura 4 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.4 Concavidade

Reentrância na raiz da solda, podendo ser:

- (a) central, situada ao longo do centro do cordão;
- (b) lateral, situada nas laterais do cordão.

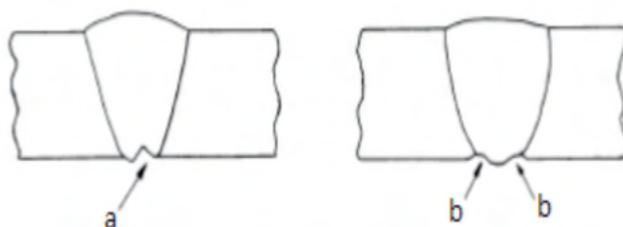


Figura 5 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.5 Concavidade Excessiva

Solda em ângulo com a face excessivamente côncava.

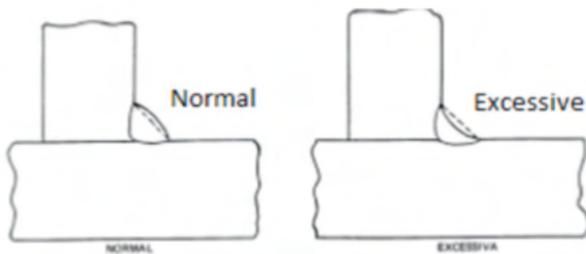


Figura 6 – Exemplo de descontinuidade na soldagem
 Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.6 Convexidade Excessiva

Solda em ângulo com a face excessivamente convexa.

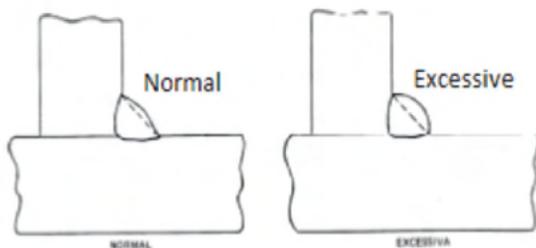


Figura 7 – Exemplo de descontinuidade na soldagem
 Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.7 Deformação angular

Distorção angular da junta soldada em relação à configuração de projeto, exceto para junta soldada de topo.

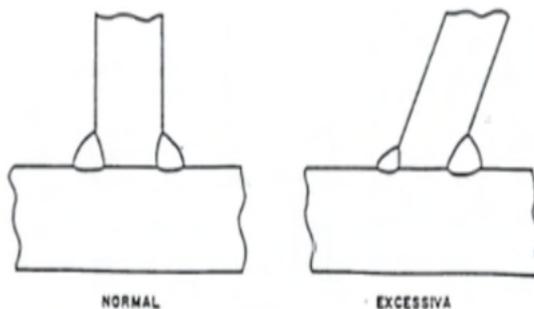


Figura 8 – Exemplo de descontinuidade na soldagem
 Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.8 Deposição Insuficiente

Insuficiência de metal na face da solda.

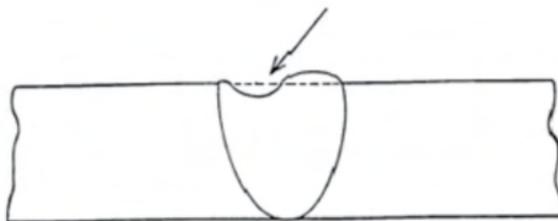


Figura 9 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.9 Desalinhamento

Junta soldada de topo, cujas superfícies das peças, embora paralelas, apresentam-se desalinhadas, excedendo à configuração de projeto.



Figura 10 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.10 Embicamento

Deformação angular de junta soldada de topo.



Figura 11– Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.11 Falta de fusão

Fusão incompleta entre a zona fundida e o metal de base, ou entre passes da zona fundida, podendo estar localizada:

(a) na zona de ligação;

- (b) entre os passes;
- (c) e (d) na raiz da solda.

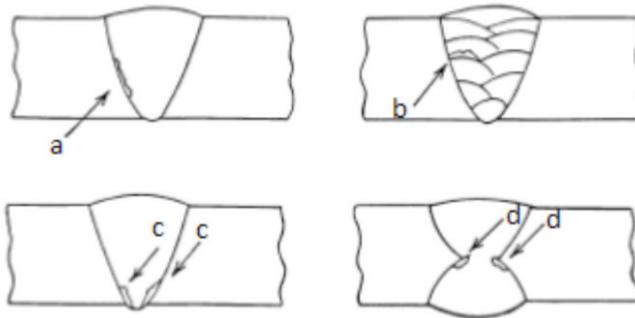


Figura 12 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.12 Falta de penetração

Insuficiência de metal na raiz da solda.

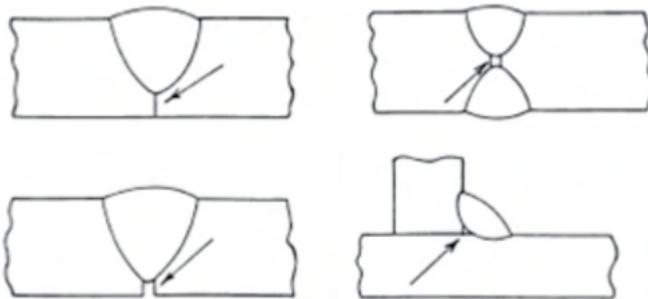


Figura 13 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.13 Inclusão de Escória

Material não metálico retido na zona fundida, podendo ser:

- (a) e (b) alinhada;
- (c) isolada;
- (d) agrupada.

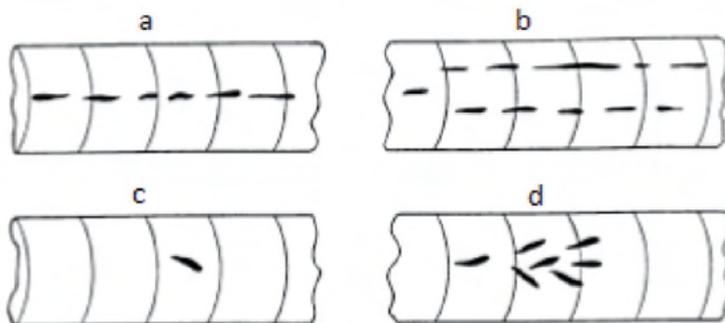


Figura 14 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.14 Inclusão metálica

Metal estranho retido na zona fundida.

4.15 Micro-trinca

Trinca com dimensões microscópicas.

4.16 Mordedura

Depressão sob a forma de entalhe, no metal de base acompanhando a margem da solda (a) e (b).

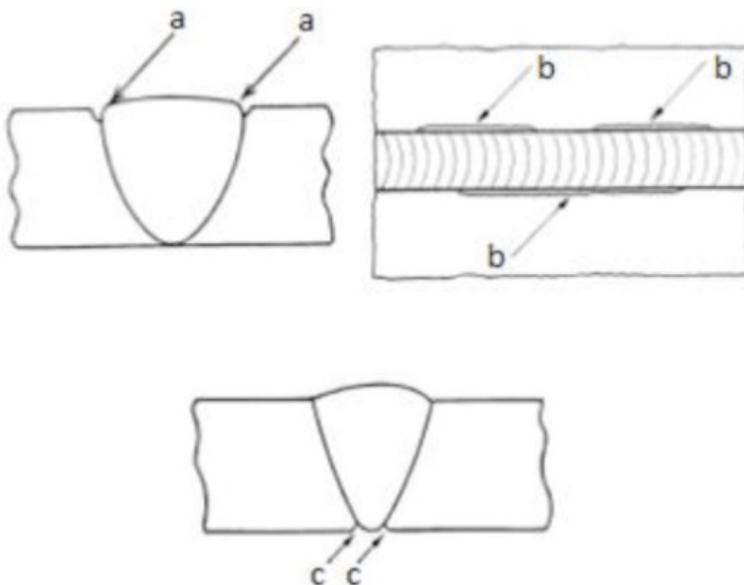


Figura 15 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.17 Mordedura na raiz

Mordedura localizada na margem da raiz da solda.

4.18 Penetração excessiva

Metal da zona fundida em excesso na raiz da solda.

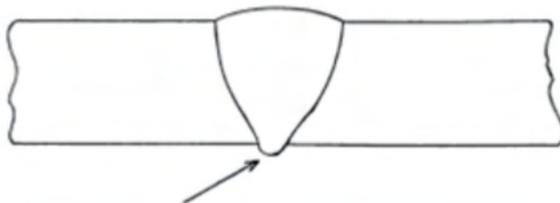


Figura 16 – Exemplo de descontinuidade na soldagem
Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.19 Perfuração

Furo na solda (a) ou penetração excessiva localizada (b) resultante da perfuração do banho de fusão durante a soldagem.

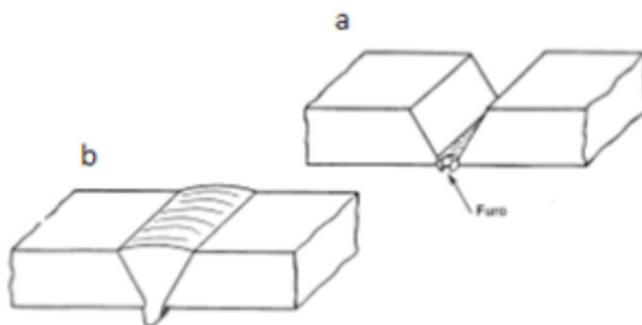


Figura 17 – Exemplo de descontinuidade na soldagem
Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.20 Poro

Vazio arredondado, isolado e interno à solda

4.21 Poro superficial

Poros que emergem à superfície da solda.

4.22 Porosidade

Conjunto de poros distribuídos de maneira uniforme, entretanto não alinhado.

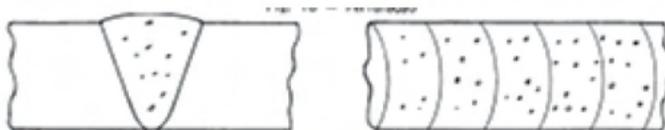


Figura 18 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.23 Porosidade agrupada

Conjunto de poros agrupados.



Figura 19 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.24 Porosidade alinhada

Conjunto de poros dispostos em linha, segundo uma direção paralela ao eixo longitudinal da solda.



Figura 20 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.25 Porosidade Vermiforme

Conjunto de poros alongados ou em forma de espinha de peixe situados na zona fundida.

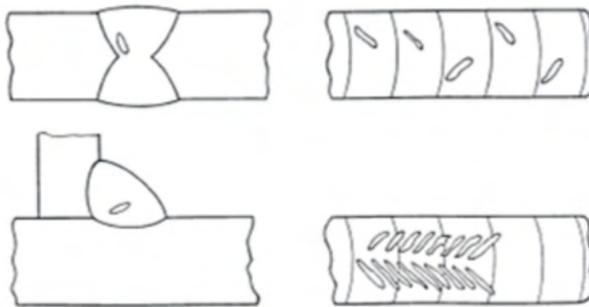


Figura 21– Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.26 Rechupe de Cratera

Falta de metal resultante da contração da zona fundida, localizada na cratera do cordão de solda.



Figura 22 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.27 Rechupe interdendrítico

Vazio alongado situado entre dendritas da zona fundida

4.28 Reforço excessivo

Excesso de metal da zona fundida, localizado na face da solda.

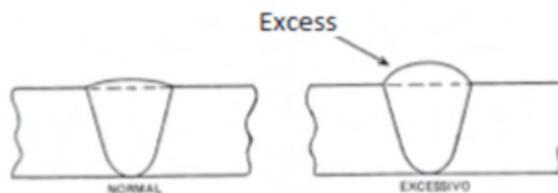


Figura 23 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.29 Respingos

Glóbulos de metal de adição transferidos durante a soldagem e aderidos à superfície do metal de base ou à zona fundida já solidificada.

4.30 Sobreposição

Excesso de metal da zona fundida sobreposto ao metal de base na margem da solda, sem estar fundido ao metal de base.

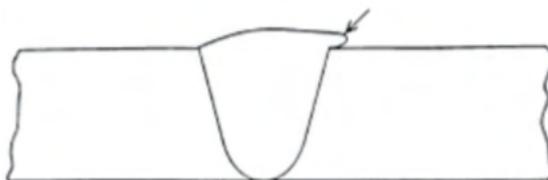


Figura 24 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.31 Solda em ângulo assimétrica

Solda em ângulo, cujas pernas são significativamente desiguais em desacordo com a configuração de projeto.

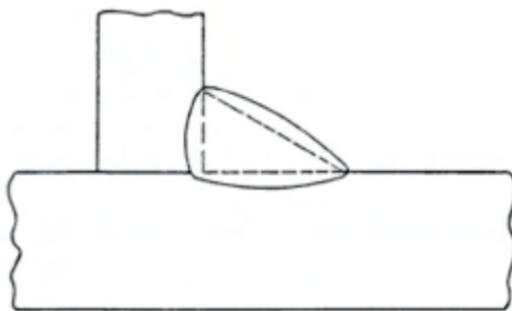


Figura 25 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.32 Trinca

Descontinuidade bidimensional produzida pela ruptura local do material.

4.33 Trinca de cratera

Trinca localizada na cratera do cordão de solda, podendo ser:

- (a) longitudinal;
- (b) transversal;
- (c) em estrela.

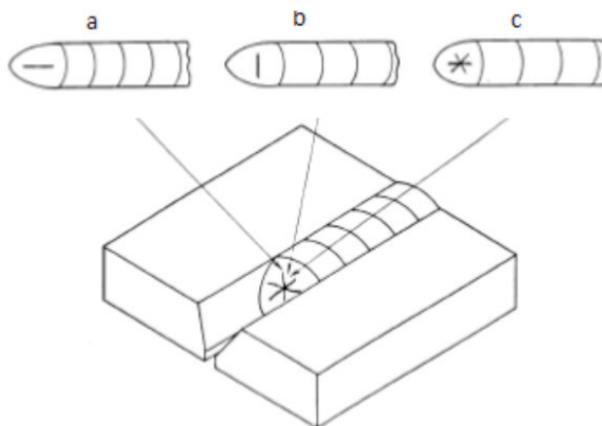


Figura 26 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.34 Trinca em estrela

Trinca irradiante de tamanho inferior à largura de um passe da solda considerada.

4.35 Trinca interlamelar

Trinca em forma de degraus, situados em planos paralelos à direção de laminação, localizada no metal de base, próxima à zona fundida.

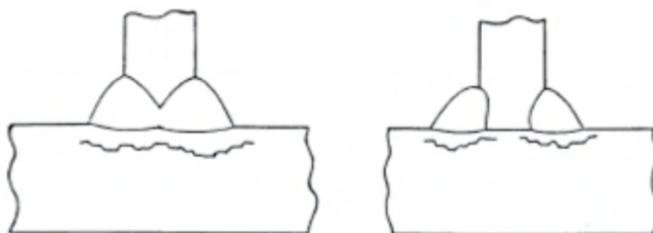


Figura 27 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.36 Trinca irradiante

Conjunto de trincas que partem de um mesmo ponto podendo estar localizada:

- (a) na zona fundida;
- (b) na zona afetada termicamente;
- (c) no metal de base.

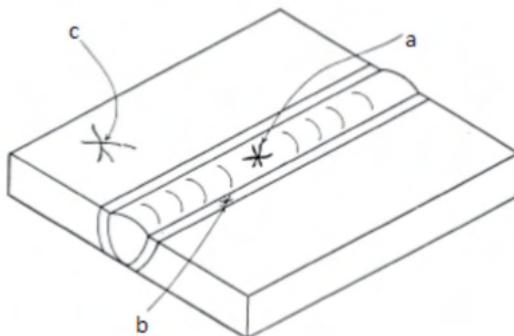


Figura 28 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.37 Trinca longitudinal

Trinca com direção aproximadamente paralela ao eixo longitudinal do cordão de solda, podendo estar localizada:

- (a) na zona fundida;
- (b) na zona de ligação;
- (c) na zona afetada termicamente;
- (d) no metal de base.

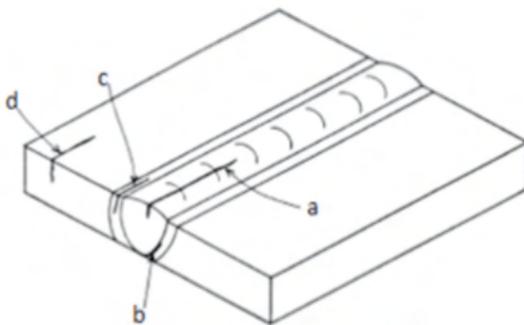


Figura 29 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.38 Trinca na margem

Trinca que se inicia na margem da solda, localizada geralmente na zona afetada termicamente.

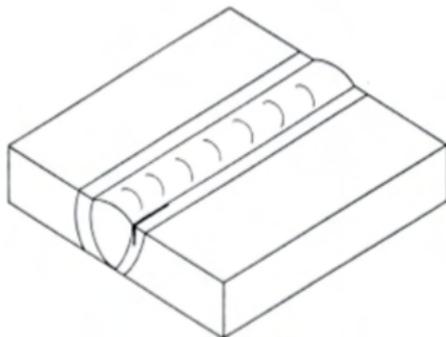


Figura 30 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.39 Trinca na raiz

Trinca que se inicia na raiz da solda, podendo estar localizada:

- (a) na zona fundida;
- (b) na zona afetada termicamente.

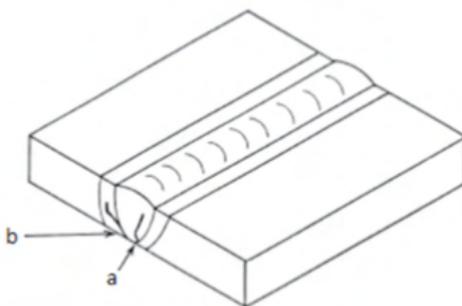


Figura 31 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.40 Trinca ramificada

Conjunto de trincas que partem de uma trinca podendo estar localizado:

- (a) na zona fundida;
- (b) na zona afetada termicamente;

(c) no metal de base.

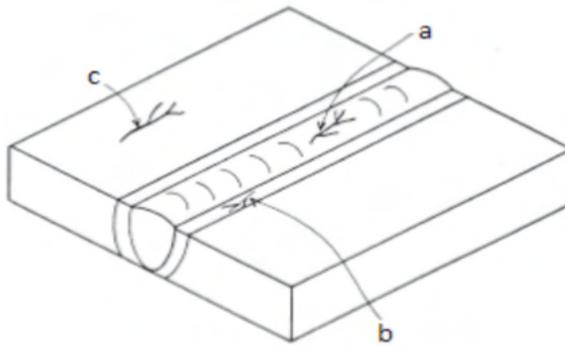


Figura 32 – Exemplo de descontinuidade na soldagem
Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.41 Trinca sob cordão

Trinca localizada na zona afetada termicamente não se estendendo à superfície da peça.

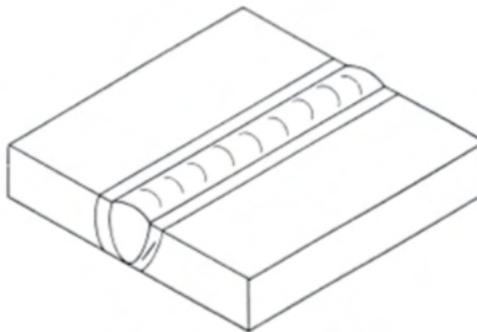


Figura 33 – Exemplo de descontinuidade na soldagem
Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

4.42 Trinca transversal

Trinca com direção aproximadamente perpendicular ao eixo longitudinal do cordão de solda, podendo estar localizada:

- (a) na zona fundida;
- (b) na zona afetada termicamente;
- (c) no metal de base

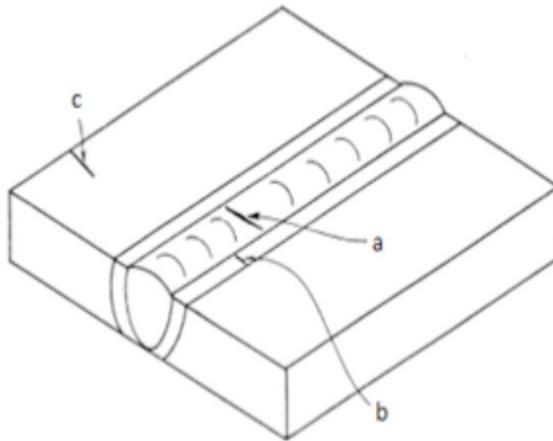


Figura 34 – Exemplo de descontinuidade na soldagem
 Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

5 | DESCONTINUIDADES DIMENSIONAIS

Na fabricação de qualquer peça ou componente, é necessário estar conforme os critérios de aceitação, caso contrário, será considerada defeituosa, sendo obrigatório fazer a correção. As descontinuidades Dimensionais são:

5.1 Distorções

Mudanças de forma da peça soldada, devido às deformações térmicas do material durante a soldagem (empenos).

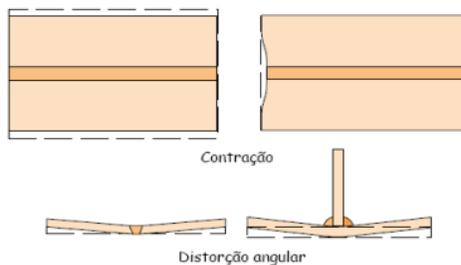


Figura 35 – Exemplo de descontinuidade na soldagem
 Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

5.2 Preparações incorretas da junta

Falha em produzir um chanfro que não é conforme com as dimensões especificadas no procedimento de soldagem.

5.3 Dimensões incorretas da solda

As dimensões de uma solda em desacordo com aquelas especificadas para atender a algum requisito (ex. nível de resistência mecânica adequado).

5.4 Perfis incorretos da solda

O perfil de uma solda é importante, pois variações geométricas bruscas agem como concentradores de tensão, facilitando o aparecimento de trincas, ou favorecendo o aprisionamento de escória.

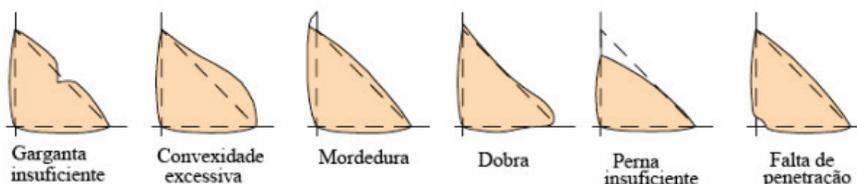


Figura 36 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

5.5 Formato incorreto da junta

O dimensionamento ou posicionamento inadequado das peças pode levar a problemas como desalinhamento em juntas de topo.

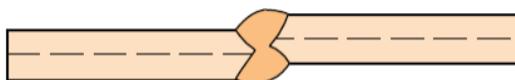


Figura 37 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: FBTS – Fundação de tecnologia da soldagem (2012)

6 | CRITÉRIO DE ACEITAÇÃO

São normas que definem as condições aceitáveis e inaceitáveis dos ensaios, baseado nas normas de projetos e nos critérios de aceitação. São considerados inaceitáveis:

6.1 Para junta de topo

Trinca, falta de fusão, falta de penetração, deposição insuficiente, poro isolado, porosidade agrupada, sobreposição, abertura de arco, respingo, desalinhamento superior

a 2 mm, embicamento ou pré-deformação superior a 5°, perfuração., indicado na tabela a seguir:

Specification table for height of face reinforcement and root penetration

Tabela de especificação da altura de reforço da face e da penetração da raiz

Nominal thickness of the base metal <i>Espessura nominal do metal de base</i>	Maximum Height <i>Altura máxima</i>
$e \leq 6,4\text{mm}$	1,6mm
$6,4\text{mm} < e \leq 12,7\text{mm}$	2,4mm
$12,7\text{mm} < e \leq 25,4\text{mm}$	4,0mm
$e > 25,4\text{mm}$	4,8mm

Tabela 1 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: file:///C:/Users/Miguel%20Angelo/Downloads/PR-050.pdf

6.2 Para junta em ângulo

Diferença entre pernas maior que 3,2mm, dimensões de pernas abaixo do valor mínimo indicado na tabela a seguir:

Specification table of legs difference

Tabela de especificação de diferença de pernas

Nominal thickness <i>Espessura nominal da alma</i>	Minimum leg value <i>Valor mínimo da perna</i>
$e \leq 9,5\text{mm}$	9,5mm
$9,5\text{mm} < e \leq 12,7\text{mm}$	12,5mm
$12,7\text{mm} < e < 15,9\text{mm}$	16,0mm
$e > 15,9\text{mm}$	22,0mm

Tabela 2 – Exemplo de descontinuidade na soldagem

Fonte: file:///C:/Users/Miguel%20Angelo/Downloads/PR-050.pdf

7 | CONCLUSÃO

Em conformidade com as exigências da equipe do controle da qualidade, foi definido um plano de ação que consiste basicamente de alguns pontos: treinamento, monitoramento, pessoal qualificado, controle e inspeção (inicial e final) das soldagens. Com isso, foi definido que para cada junta soldadas seriam baseadas nas normas de

projeto e nos critérios de aceitação, que definem o tipo de descontinuidade, que podem ser consideradas prejudiciais para utilização futura da junta. Desta forma, conclui-se que foi possível demonstrar que o controle da qualidade é uma ferramenta de gestão de processos uma vez que, definiu um plano de ação, a fim de prevenir ações corretivas para concertar tais defeitos e que, conseqüentemente, vão gerar gastos extras, os quais poderiam ser evitados tomando alguns cuidados.

REFERÊNCIAS

ABENDI, **PROCEDIMENTO DE END**, file:///C:/Users/Miguel%20Angelo/Downloads/PR-050.pdf, Acesso em: 05 de Junho de 2014.

COPPEN, César, **Ensaio Visual**: 2. Ed. São Paulo: Abendi; 2008 20011.

Fundação Brasileira de Tecnologia de Soldagem. **Inspetor de Soldagem**. Rio de Janeiro: 2012.

GIL, Antônio Carlos. **Como elaborar projetos de pesquisa**. 4. ed. São Paulo: Atlas S. A., 2002.

MARQUES, P. V.; MODENESI, P. J.; BRACARENSE, A. Q. **Soldagem- fundamentos e tecnologia**. 3. ed. Belo Horizonte: UFMG, 2009.

MODENESI, Paulo J. **Descontinuidade e Inspeção em Juntas de Solda**. Apostila. Belo Horizonte: UFMG 20011.

REVISTA: **Abendi**. São Paulo. Ed. 52 de junho. 2012.

REVISTA: **Abendi**. São Paulo. Ed. 56 de junho. 2013.

REVISTA: **Abendi**. São Paulo. Ed. 60 de fev. 2014.

ANEXO

	INSPECTION RECORD FOR COUPLING CHECK AND WELDING VISUAL TEST										
	Project Brazil CSP Steel Plant										
Pipe() Equipment(X) Estructure()	Plant name:	BLAST FURNACE				Report Nº:	CSP-BFSE-IRVT-0001				
	Equip / System Name:	HOT STOVE (shell of stove)				Page:	01 OF 01				
	Lighting Equipment:	NATURAL LIGHT				Date:	20/06/2013				
	Surface Condition:	CLEAN				Procedure/Rev. Nº:	CSP-1-ZZ-000-CZ711-00005				
DWG Nº / Equipment Nº / Line Nº	Joint	WPS	C.C	Welders ID				Inspection Date	V.T	Welding Process	Note
				Root 1	Fill 1	Root 2	Fill 2				
CSP-1-AD-412-EM131-00030	FW-22	P-WPS-029	A	012	027			20/06/2013	A	SMAW	
CSP-1-AD-412-EM131-00030	FW-23	P-WPS-029	A	012	027			20/06/2013	A	SMAW	
CSP-1-AD-412-EM131-00030	FW-24	P-WPS-029	A	012	027			20/06/2013	A	SMAW	
CSP-1-AD-412-EM131-00030	FW-25	P-WPS-029	A	012	027			20/06/2013	A	SMAW	
CSP-1-AD-412-EM131-00030	FW-26	P-WPS-029	A	017	031			20/06/2013	A	SMAW	
CSP-1-AD-412-EM131-00030	FW-27	P-WPS-029	A	017	031			20/06/2013	A	SMAW	
CSP-1-AD-412-EM131-00030	FW-28	P-WPS-029	A	017	031			20/06/2013	A	SMAW	
CSP-1-AD-412-EM131-00030	FW-29	P-WPS-029	A	017	031			20/06/2013	A	SMAW	
CSP-1-AD-412-EM131-00030	FW-30	P-WPS-029	A	017	031			20/06/2013	A	SMAW	
CSP-1-AD-412-EM131-00030	FW-31	P-WPS-029	A	006	016			20/06/2013	A	SMAW	
CSP-1-AD-412-EM131-00030	FW-32	P-WPS-029	A	006	016			20/06/2013	A	SMAW	
CSP-1-AD-412-EM131-00030	FW-33	P-WPS-029	A	006	016			20/06/2013	A	SMAW	
CSP-1-AD-412-EM131-00030	FW-34	P-WPS-029	A	006	016			20/06/2013	A	SMAW	
CSP-1-AD-412-EM131-00030	FW-35	P-WPS-029	A	006	016			20/06/2013	A	SMAW	
								General Note: C.C - Coupling Check V.T - Visual Test			
Inspected by:			Witnessed/Reviewed by:				Witnessed/Reviewed by:				
Date:			Date:				Date:				
Sub-Contractor			POSCO CE				PEC QA/QC				

ITP-IR-M-WD-002

RESÍDUOS ELETROELETRÔNICOS NO BRASIL: UMA ABORDAGEM SOBRE ARTIGOS CIENTÍFICOS E POLÍTICAS NACIONAIS NO ÚLTIMO QUINQUÊNIO

Data de aceite: 01/10/2021

Mariana Cordeiro Magalhães

Instituto Federal do Norte de Minas Gerais -
Minas Gerais - Montes Claros

Fernanda Nadier Cavalcanti Reis

Universidade Federal do Sul da Bahia - Bahia
- Itabuna

Peolla Paula Stein

Universidade Federal do Sul da Bahia - Bahia
- Itabuna

Tatiane Benvenuti

Universidade Estadual de Santa Cruz - Ilhéus

Tácia Costa Veloso

Universidade Federal do Sul da Bahia - Bahia
- Itabuna

RESUMO: O gerenciamento e processamento dos REEE é um desafio mundial devido à quantidade destes resíduos sendo gerados ao redor do mundo e a tendência é que essa quantidade aumente devido ao surgimento de novas tecnologias, associados à vida útil cada vez menor dos equipamentos eletroeletrônicos. No Brasil, somente no ano de 2019 foram somados 2143 kt de lixo eletrônico gerados, totalizando 10,2 kg per capita. Este trabalho correlaciona um levantamento bibliográfico de artigos científicos publicados em periódicos nacionais nos últimos cinco anos com as políticas governamentais de incentivo ao descarte correto de eletroeletrônicos

adotadas pelo Governo Brasileiro. Apesar da implementação de políticas nacionais para o gerenciamento de resíduos em níveis federais (PNRS, 2010) e locais, observa-se que ainda não existe uma operacionalização destas medidas e as rotas para explorar a reciclagem dos materiais presentes nos REEE permanecem pouco exploradas. A recuperação de materiais de resíduos da produção de eletroeletrônicos e de equipamentos após sua vida útil, nos canais de retorno previstos na legislação é de interesse, tanto do ponto de vista econômico, como ambiental e poderá refletir em diversos âmbitos. Ressalta-se ainda que as consequências do descaso e da má gestão do REEE não afetam apenas produtores e consumidores de EEE's, mas o planeta como um todo.

PALAVRAS - CHAVE: Mineração urbana, lixo eletrônico, REEE.

ABSTRACT: Management and processing of WEEE is a worldwide challenge due to the amount of this waste generated around the world and tendency for this quantity is increase as a result of emergence new technologies, associated with the ever shorter useful life of electronic equipment. In Brazil, in 2019, 2143 kt were generated electronic waste, totaling 10.2 kg per capita. This work correlates a bibliographic survey of scientific articles published in national journals in the last five years with government policies to encourage the correct disposal of electronics adopted by the Brazilian Government. Despite the implementation of national policies for waste management at federal (PNRS, 2010) and local levels, it is observed that there is still

no operationalization of these measures and as routes to explore the recycling of materials present in WEEE little explored remains. The recovery of waste materials from the production of electronics and equipment after their useful life, in the return channels results in the legislation is of interest, both from an economic and environmental point of view and can reflect in several areas. It is also noteworthy that the consequences of neglect and poor management of WEEE not only affect consumers of EEE's, but the planet as a whole.

KEYWORDS: Urban mining, electronic waste, WEEE.

1 | INTRODUÇÃO

Todos os produtos cujo funcionamento depende do uso de corrente elétrica ou de campos eletromagnéticos, são denominados equipamentos eletroeletrônicos (EEE). Eles podem ser divididos em quatro categorias amplas:

- i. Linha Branca: refrigeradores e congeladores, fogões, lavadoras de roupa e louça, secadoras, condicionadores de ar;
- ii. Linha Marrom: monitores e televisores de tubo, plasma, LCD e LED, aparelhos de DVD e VHS, equipamentos de áudio, filmadoras;
- iii. Linha Azul: batedeiras, liquidificadores, ferros elétricos, furadeiras, secadores de cabelo, espremedores de frutas, aspiradores de pó, cafeteiras;
- iv. Linha Verde: computadores desktop e laptops, acessórios de informática, tablets e telefones celulares.

Os produtos pós-consumo chegam ao final da vida útil, depois de esgotadas as possibilidades de atualização, reutilização ou reparo. Ou seja, são equipamentos quebrados, obsoletos ou que foram substituídos por outros mais modernos. A partir de então, estes produtos passaram a ser considerados resíduos de equipamentos eletroeletrônicos, conhecidos pela sigla REEE (Resíduos de Equipamentos Eletroeletrônicos) [1]. No Brasil, a geração de REEE tem aumentado significativamente, em um intervalo de cerca de cinco anos observou-se um aumento de 100% na quantidade de REEE gerados [2].

Considerando a importância da gestão adequada dos REEE e necessidade de recuperação de materiais a partir destes resíduos, este trabalho consiste em uma revisão crítica da literatura para compilar e atualizar as informações existentes sobre os REEE no Brasil, identificar as lacunas existentes e propor a direção de trabalhos futuros nesta área.

O objetivo principal deste trabalho é servir como suporte para estudantes, pesquisadores e empreendedores interessados em executar a logística reversa e/ou recuperar materiais a partir de REEE. Nesta perspectiva, o levantamento realizado expõe questões sobre os impactos ambientais causados pela geração crescente de REEE's e os problemas de saúde pública inerentes à toxicidade desses resíduos para os seres humanos. Ademais, aborda-se o histórico e a atual situação acerca da gestão deste tipo de resíduos no Brasil, bem como a obsolescência programada e o mau gerenciamento desses

produtos devido à falta de regulamentação e fiscalização adequada.

Considerando os fatos, justifica-se o trabalho proposto uma vez que o assunto em questão requer a atenção especial da sociedade como um todo, a fim de trazer à tona soluções efetivas para os problemas supracitados. As consequências do descaso e da má gestão, por exemplo, não afetam apenas produtores e consumidores de EEE's, mas todo o planeta, que comporta os resíduos contaminantes desses materiais, em especial, a fauna, a flora e a vida humana na terra.

2 | METODOLOGIA

Este trabalho foi fundamentado a partir de um levantamento bibliográfico de artigos científicos publicados em periódicos nacionais nos últimos cinco anos. Neste sentido, foram realizadas buscas sistemáticas em revistas indexadas pela plataforma Periódicos - Capes, com o intuito de encontrar artigos científicos relacionados à temática de gestão, gerenciamento e caracterização de REEE. Para alcançar este objetivo, a combinação dos termos “resíduo(s)” e “eletroeletrônico(s)” foi utilizada de modo a filtrar trabalhos pertinentes ao tópico desejado. É importante ressaltar que a escolha da plataforma supracitada se justifica em função da confiabilidade das bases de dados indexadas pela respectiva ferramenta.

Com a finalidade de aprimorar a análise do tema, serão discutidas as políticas governamentais de incentivo ao descarte correto de eletroeletrônicos adotadas pelo Governo Brasileiro nos últimos anos. Por este ângulo, dados abertos disponibilizados por órgãos públicos e estudos elaborados por organizações intergovernamentais serão utilizados para facilitar a identificação das principais adversidades inerentes à gestão e gerenciamento dos resíduos eletroeletrônicos no Brasil. De modo específico, serão apresentadas as diretrizes e estratégias da Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS), bem como sua correlação com os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) propostos pela Assembleia Geral das Nações Unidas. Como consequência deste estudo, serão discutidas a expectativa projetada e a realidade factual que o Brasil enfrenta, podendo, a partir disso, traçar um panorama geral para o tópico em questão.

3 | RESULTADOS OBTIDOS

A pesquisa pelo uso das palavras-chaves escolhidas resultou em 61 documentos nas bases de dados. Os tópicos de destaque relacionados à mineração urbana de REEE encontrados são sumarizados na Figura 1:

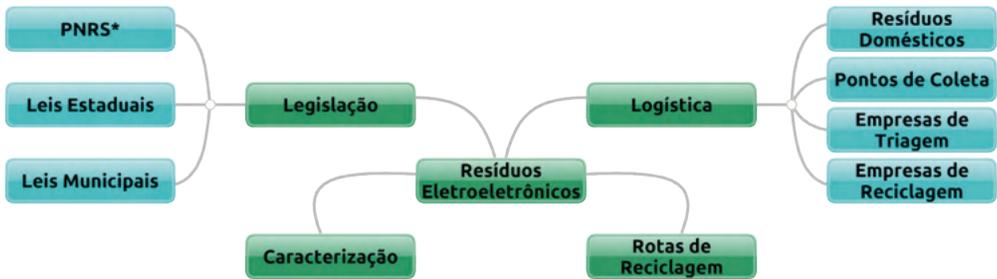


Figura 1: Mapa dos principais pontos abordados nos trabalhos encontrados.

Alguns dados encontrados podem ser destacados: somente no ano de 2019 foram somatizados 2143 kt de lixo eletrônico gerados pelo Brasil, totalizando 10,2 kg per capita. Além do mais, foram contabilizados apenas 0,14 kt de lixo eletrônico documentado para ser coletado e reciclado. Este fato evidencia a discrepância entre o número de resíduo eletrônico gerado e a quantidade de resíduo eletrônico coletado/reciclado [3].

Apesar dos desafios explicitados, o Brasil é um dos poucos países da América Latina que se preocupa com a gestão do lixo eletrônico e enfatiza a necessidade e importância dos sistemas de coleta formal propostos pela regulamentação. Segundo o relatório anual “The Global E-waste Monitor 2020”, disponibilizado pela ONU, na América Latina apenas Brasil e Chile estão estabelecendo bases para iniciar a implementação de uma estrutura regulatória formal para o lixo eletrônico [3]. Neste sentido, em 2019, o Brasil iniciou uma consulta pública com a finalidade de estabelecer uma proposta para destinação final ambientalmente adequada de produtos eletrônicos no âmbito doméstico. Como resultado, em fevereiro de 2020, foi publicado o Decreto Federal nº 10240, que tem como finalidade a estruturação, implementação e operacionalização de sistema de logística reversa de produtos eletroeletrônicos de uso doméstico e seus componentes [4,5].

A Agenda 2030 para o Desenvolvimento Sustentável consiste em 17 Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) e 169 metas, documentado na Assembleia Geral da ONU que aconteceu em setembro de 2015 em Nova York. As perspectivas de um futuro sustentável e várias formas de incentivo para transformar o mundo em um lugar melhor foram a pauta dessa reunião [6].

Com o intuito de assegurar formas de produção e consumo sustentáveis, o objetivo nº 12 apresenta uma tarefa desafiadora, porém indispensável para a manutenção dos recursos energéticos e naturais no planeta. Esse objetivo ampara uma gestão efetiva e transparente com promoção de informações reais que estimulem conscientização e compromisso, principalmente, nos consumidores para que adotem um estilo de vida mais coerente com padrões sustentáveis [7].

4 | ANÁLISE DOS RESULTADOS

No Brasil, a política nacional de resíduos sólidos, PNRS, foi instituída pela Lei Federal nº 12.305/2010, e regulamentada em dezembro de 2010 pelo decreto nº 7.404. Nesta, quando se trata de REEE, traz a necessidade de sistemas de logística reversa, uma vez que tais resíduos não devem ser descartados em aterros comuns [1].

Apesar da implementação de políticas nacionais para o gerenciamento de resíduos em níveis federais (PNRS, 2010) e locais, observa-se que ainda não existe uma operacionalização destas medidas e as rotas para explorar a reciclagem dos materiais presentes nos REEE permanecem pouco exploradas [2]. Portanto, não raro os REEE são destinados como “lixo comum” para aterros e lixões [8,9]. A problemática desta destinação está principalmente em dois fatores: (i) os equipamentos eletrônicos contêm materiais com características de toxicidade e periculosidade; (ii) a composição dos REEE inclui polímeros, cerâmicas e metais, ou seja, materiais com oportunidades econômicas de recuperação.

A composição dos REEE indica possibilidades de mineração urbana, uma vez que a concentração de metais de alto valor em sua estrutura é geralmente cerca de quatro ordens de grandeza maiores que nos corpos de minério virgem. A partir disso, as etapas do processo de recuperação são reduzidas em comparação com as rotas tradicionais da metalurgia para obtenção de metais a partir de seus minérios. Por esta perspectiva, é importante destacar que o Brasil possui um parque metalúrgico considerável e produz, a partir de minérios, grande parte dos metais encontrados nos REEE; contudo 89% das empresas de reciclagem nacionais atuam apenas no desmantelamento e triagem de REEE [8].

Os padrões de produção e consumo atuais que baseiam-se na cultura do desperdício e da obsolescência programada, não condiz com as metas e os ODS da Agenda 2030. De acordo com o cenário moderno, os propósitos da Declaração acordada na Assembléia da ONU são insustentáveis com o desenvolvimento e a produção exagerada dos EEE's no mundo [7].

5 | CONCLUSÕES

De forma geral, dados que envolvem a identificação das rotas utilizadas pelos REEE são difíceis de serem mensurados devido à variedade de equipamentos e às inúmeras destinações para estes materiais. Neste sentido, pesquisas com o propósito de coletar informações pertinentes acerca da gestão, caracterização e processamento dos resíduos eletroeletrônicos, que analisem o cenário brasileiro mais recente para esta conjuntura precisam ser elaboradas.

Este trabalho ressalta a escassez de estudos atualizados que busquem compreender a destinação dos REEE por parte do cidadão comum, assim como são poucas as pesquisas

que têm como finalidade a identificação do perfil de atuação de empresas no processo de recuperação dos REEE. Por fim, é notável a importância de se tratar questões como essa, de forma imediata e resoluta, visto as proporções que o mau gerenciamento do descarte dos REEE podem proporcionar para a sociedade como um todo.

REFERÊNCIAS

1. ABDI, A. B. d. D. I. (2013). *Logística Reversa de Equipamentos Eletroeletrônicos Análise de Viabilidade Técnica e Econômica*. Brasil.
2. Rodrigues, A.C., M.E.G. Boscov, and W.M.R. Günther, *Domestic flow of e-waste in São Paulo, Brazil: Characterization to support public policies*. Waste Management, 2020. **102**: p. 474-485.
3. Forti, V., Baldé, C.P., Kuehr, R., Bel, G. The Global E-waste Monitor 2020. Quantities, flows, and the circular economy potential. Organização das Nações Unidas. Disponível em: <<https://globalewaste.org/>> . Acesso em 25 set. 2020.
4. Oliveira, J.D., Selva, V., Pimentel, R.M.M., Santos, S. M. *Resíduos eletroeletrônicos: geração, impactos ambientais e gerenciamento*. 2017. Revista Brasileira de Geografia Física, Vol. 10, n.5, p.1655-1667. PRODEMA - UFPE, Recife - PE.
5. Brasil. *DECRETO Nº 10.240, DE 12 DE FEVEREIRO DE 2020*. Disponível em: <https://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2019-2022/2020/decreto/d10240.htm> . Acesso em 25 set. 2020.
6. Sustainable Development Goals. United Nations. Disponível em: <http://www.un.org/sustainabledevelopment/economicgrowth/> . Acesso em 25 set. 2020.
7. Plataforma AGENDA 2030. Disponível em: <http://www.agenda2030.com.br/ods/12/> . Acesso em 26 set. 2020.
8. Dias, P., et al., *Waste electric and electronic equipment (WEEE) management: A study on the Brazilian recycling routes*. Journal of Cleaner Production, 2018. **174**: p. 7-16.
9. Medeiros, N.M., *Caracterização e separação física de placas de circuito impresso de computadores obsoletos*, in *Centro de Tecnologia*. 2015, Universidade Federal do Rio Grande do Norte: Brasil. p. 80.

PRODUÇÃO DE JANELAS INTELIGENTES BASEADAS EM POLÍMEROS NATURAIS

Data de aceite: 01/10/2021

Data de submissão: 06/07/2021

Márcio Roberto da Silva Oliveira

Universidade Federal da Grande Dourados,
Faculdade de Ciências Exatas e Tecnologia –
FACET, Dourados – MS.
<http://lattes.cnpq.br/0813392572852313>

RESUMO: Janelas ou Vidros Inteligentes são dispositivos em janelas ou painéis com capacidade de manipular a transmissão, reflexão ou absorção de luz em função de uma tensão elétrica, luminosidade ou calor aplicados. Geralmente, os materiais destes dispositivos mudam, seletivamente, de translúcido para transparente, permitindo (des) bloquear a luz. As tecnologias das Janelas Inteligentes incluem cristais líquidos; materiais: eletrocromico, fotocromicos, termocromicos; partículas suspensas, entre outras. O objetivo desta apresentação é discutir o potencial de matrizes poliméricas naturais como o amido e a gelatina de origem animal para a produção do efeito eletrocromico, permitindo a construção de janelas inteligentes de baixíssimo custo. Aqui apresentarei experimentos referentes a manufatura de janelas inteligentes produzidas com bases em eletrólitos de amido e gelatina, nas quais foram inseridos íons de metais visando sua aplicação como eletrólito sólido de dispositivos eletrocromicos. Nos estudos foram utilizadas as técnicas de voltametria cíclica,

cronoamperometria, análise cromogênica, termogravimetria, termogravimetria derivada e calorimetria exploratória diferencial. Estes sistemas, baseado em sais de metais em meio de amido e gelatina, apresentaram elevada variação de absorbância e completa reversibilidade óptica. **PALAVRAS - CHAVE:** Eletrocromismo, Eletrodeposição reversível, Polímeros Naturais.

PRODUCTION OF SMART WINDOWS BASED ON NATURAL POLYMERS

ABSTRACT: Smart Windows or Smart Glasses are devices in windows or panels capable of manipulating the transmission, reflection or absorption of light as a function of an electrical voltage, luminosity or applied heat. Generally, the materials of these devices selectively change from translucent to transparent, allowing to (de)block light. Smart Window technologies include liquid crystals; materials: electrochromic, photochromic, thermochromic; suspended particles, among others. The objective of this work is to discuss the potential of natural polymeric matrices such as starch and gelatin of animal origin for the production of the electrochromic effect, allowing the construction of very low cost smart windows. Here I will present experiments related to the manufacture of smart windows produced with bases on starch and gelatin electrolytes, in which metal ions were inserted aiming their application as solid electrolyte of electrochromic devices. In the studies, the techniques of cyclic voltammetry, chronoamperometry, chromogenic analysis, thermogravimetry, derivative thermogravimetry and differential scanning calorimetry were used.

These systems, based on metal salts in starch and gelatin medium, showed a high absorbance variation and complete optical reversibility.

KEYWORDS: Electrochromism, Reversible Electrodeposition, Natural Polymers.

1 | INTRODUÇÃO

Dispositivos eletrocromáticos promissores vem sendo desenvolvidos recentemente com base na deposição–dissolução reversível de metais. Estes dispositivos contêm o material eletrocromático dissolvido no eletrólito e um filme fino de metal é formado sobre um substrato transparente (geralmente de ITO ou FTO) por passagem de corrente elétrica .

Usando a palavra-chave “reversible electrodeposition” foram encontradas 34 publicações no *Science Finder Scholar* em julho de 2021, como mostra a Figura 1.

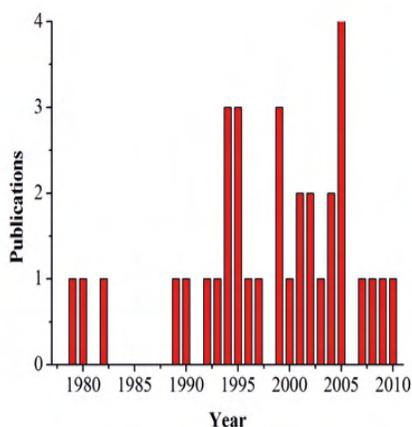


Figura 1. Evolução histórica de publicações na área de “eletrodeposição reversível”.

Nota-se que a partir da década de 90 o número de publicações na área aumentou consideravelmente.

Os materiais de eletrodeposição reversível efetuam uma mudança de cor através da deposição e/ou dissolução de filmes finos em um substrato condutor transparente. Isto acontece quando se aplica entre o vidro condutor e o contra-eletródo uma diferença de potencial suficiente para que aconteça a redução/oxidação do material eletrocromático. Exemplos destes materiais são o cobre, bismuto, chumbo, níquel, a prata e os viológenos .

Um dispositivo eletrocromático de eletrodeposição reversível é constituído, basicamente, por um par de eletrodos com o material eletrocromático dissolvido em um eletrólito encaixado entre eles, como mostra a Figura 2.

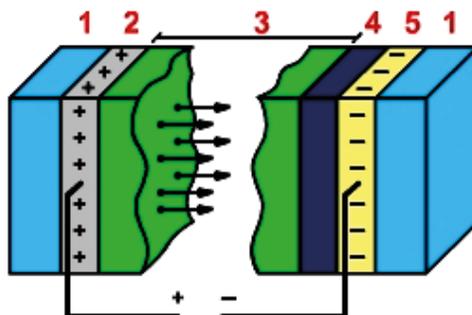


Figura 2. Representação esquemática de dispositivo para o sistema de eletrodeposição reversível: (1) vidro; (2) contra-eletródo; (3) eletrólito; (4) material eletrocromico eletrodeposto; (5) condutor transparente (ITO).

Algumas propriedades do eletrólito, tal como a sua resistência elétrica, têm grande interferência na eficiência do dispositivo. Quando usados em capacitores, baterias e dispositivos eletrocromicos, os eletrólitos poliméricos devem possuir boa condutividade iônica ($10^{-5} \text{ S.cm}^{-1}$) para que o processo de carga e descarga aconteça com a maior eficiência possível, ou seja, com o menor consumo de energia possível. Além disso, um eletrólito polimérico deve apresentar boa estabilidade mecânica, uma vez que ele também deve agir como separador e isolante entre o ânodo e cátodo. No caso dos dispositivos eletrocromicos o eletrólito também deve ser opticamente transparente.

2 | ELETRÓLITOS DE POLÍMEROS NATURAIS

Inspirados nas vantagens dos eletrólitos poliméricos em 2010 Oliveira e colaboradores obtiveram sucesso no desenvolvimento de um novo eletrólito sólido para aplicações em dispositivos eletrocromicos de eletrodeposição reversível. A base desta matriz é o PEO (poli-óxido de etileno), um meio gelificado no qual foi utilizada a prata como material eletrocromico. Nos trabalhos seguintes do grupo de estudo, resultados promissores foram obtido por meio da aplicação de metais como prata e cobre em polímeros naturais.

O cobre é um material que geralmente é utilizado apenas como aditivo em dispositivos eletrocromicos de eletrodeposição reversível. A utilização do cobre como material eletrocromico em dispositivos de inserção de íons foi estudada por Richardson et. al. Embora trata-se de um sistema de inserção de íons, estes autores propuseram um novo dispositivo eletrocromico por coloração catódica, o qual combina um estado metálico altamente reflexivo com um estado altamente transparente.

Além disso, o mesmo filme de Cu_2O transforma-se reversivelmente no óxido de cobre (II) preto quando ciclado em potenciais mais anódicos.

A partir destas propriedades os autores obtiveram em seus experimentos uma variação de transmitância de 85% (óxido de cobre) para 10% (cobre metálico), com uma

eficiência de coloração em torno de $32 \text{ cm}^2/\text{C}$. No entanto, a ciclabilidade do dispositivo foi relativamente pequena, isto é, entre 20 e 100 ciclos, uma vez que após alguns processos de deposição/dissolução acontece uma gradual degradação entre o filme e o contato elétrico devido à conversão de 65% do volume de Cu para Cu_2O .

Em um trabalho posterior verificou-se que o cobre metálico exibe uma elevada reflectância na região do infravermelho próximo (embora seja bem menos reflexivo em comprimentos de onda menores do que 600 nm) e que o Cu_2O apresenta baixa reflectância tanto na região do espectro de luz visível quanto do infravermelho próximo. Estas características transformam o par cobre-óxido de cobre (I) atrativo para utilização em aplicações arquitetônicas onde a alta reflectância no visível pode ser indesejável, mas onde a elevada modulação na reflectância e transmitância da luz infravermelha (com variação acima de 40%) podem conduzir a uma economia de energia significativa em locais equipados com condicionadores de ar. O tempo de resposta de escurecimento/clareamento deste dispositivo foi da ordem de 40s. Um valor adequado para uma aplicação arquitetônica, por exemplo. Já para uma aplicação em espelhos retrovisores ou televisores este tempo de resposta deveria ser melhorado consideravelmente.

Em 1991 B. Warszawski apresentou uma nova tecnologia baseada na eletrodeposição reversível de bismuto. Esta tecnologia é baseada em um processo eletroquímico e é capaz de produzir elevados contrastes de imagens através da deposição de um filme fino de bismuto, seguido pela oxidação dos íons de bismuto no sentido do filme para a solução.

Desde então vem sendo realizados inúmeros trabalhos utilizando este arranjo experimental, dos quais destacamos abaixo os principais:

Em 2003 um polímero derivado de uma proteína de origem animal (gelatina comercial incolor Oetker®) foi utilizado pela primeira vez na confecção de gel eletrolítico para aplicação em dispositivos eletrocromáticos. Esta gelatina foi escolhida para formar o sistema gelificado pela sua capacidade de preparar soluções transparentes com alta viscosidade, baixo custo (uma vez que é um material utilizado na indústria alimentícia) e ausência de toxicidade. A Figura 3 mostra um desenho esquemático do dispositivo desenvolvido para este estudo:

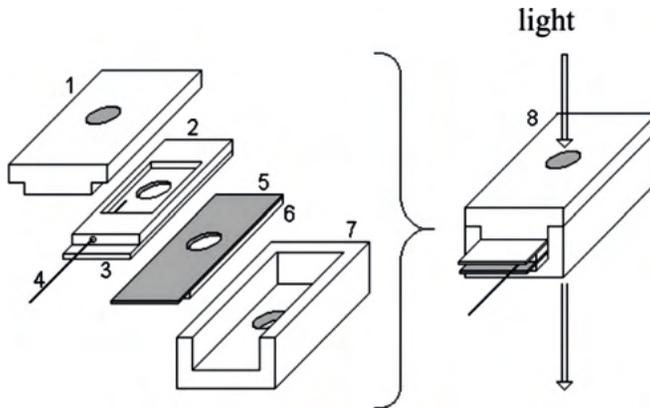


Figura 3. Basic design of electrochromic device: (1) Teflon lid; (2) Teflon spacer; (3) working electrode (ITO); (4) reference electrode (Ag/AgCl); (5) counter electrode (platinum sheet); (6) glass window; (7) Teflon box; (8) Assembled electrochromic device.

Neste trabalho verificou-se que o bismuto em meio gelificado não apresenta reversibilidade óptica, porém uma ampla variação de transmitância e reversibilidade óptica foi observada quando Cu^{2+} foi adicionado ao eletrólito. Em um estudo publicado recentemente este sistema apresentou aumento considerável na variação de transmitância e manutenção da completa reversibilidade óptica a partir de reações de entrecruzamento com glicerol e formaldeído com a vantagem de utilizar a mesma janela de potencial.

Na figura 4 é apresentado fotografias do dispositivo construído tendo duas placas de vidro revestidas com ITO e eletrólito no meio.



Figura 4: Coloração do dispositivo com o Gelatina e nos estados: Escuro e Claro.

Um estudo da condutividade iônica da gelatina com cobre foi realizado por, Alves em 2012, através de espectroscopia de impedância eletroquímica (ver figura 5). A microscopia eletrônica de varredura da gelatina indicou também uma morfologia superficial uniforme do eletrólito.

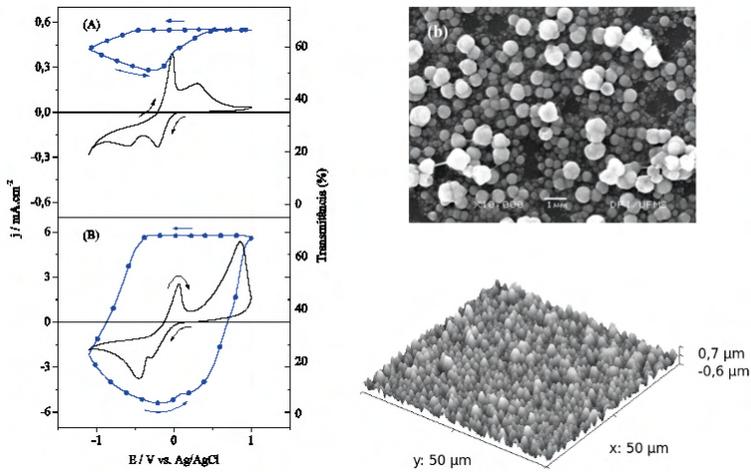


Figura 5: Voltamograma, MEV e AFM do Sistema Electrocrômico Cobre-Gelatina.

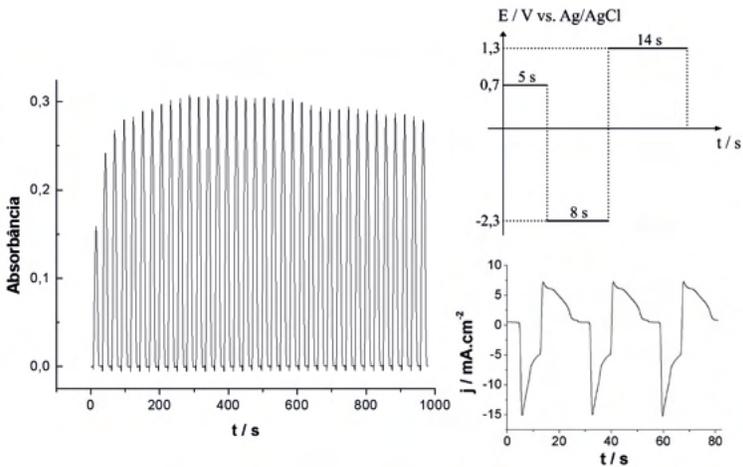


Figura 6: (a) Variação de absorvância medida simultaneamente com a cronoamperometria do eletrólito Cu50; (b) rampas de potencial utilizadas; (c) respostas da densidade de corrente em função do tempo para os três últimos ciclos.

Variação de absorvância, isto é o grau de escurecimento e clareamento do dispositivo é melhor apreciado pela experimento de cronoamperometria, como no caso da figura 6, mostra uma sequencia de acionamento de desligamento do dispositivo. A figura 6 apresenta também o perfil de acionamento elétrico pelo diagrama de rampas de potencial utilizadas além da densidades de corrente correspondente ao volume de energia necessário para realizar os ciclos. Mostra que, é necessário uma tensão elétrica relativamente baixa para

produzir o acionamento desse tipo de dispositivo.

Um dispositivo electrocrômico com base em amido foi preparado com sucesso por Guerreiro F. Costa em 2006 com a seguinte configuração: vidro/FTO/ NiOx(1C) / amido-KOH/CeO2-TiO2(1C)/FTO/vidro.

Para a preparação do eletrólito à base de amido, foi utilizado hidróxido de potássio contendo NiOx como material electrocrômico, CeO2-TiO2 como contra-eletrodo e um eletrólito na forma de gel composto por amido e KOH. O dispositivo se apresentou bastante robusto com ciclos de 3000 ou mais apresetou uma variação na transmitância de aproximadamente 24% em 550 nm.

A melhor concentração do plastificantes para se obter maior condutividade iônica dos filmes com amido foi obtido para o filme com 25% de glicerina e 35% de KOH, $4,92 \times 10^{-5} \text{ S.cm}^{-1}$ a 30°C . Os espectros de transmissão obtidos para os filmes de amido, glicerol e hidróxido de potássio, mostraram que estes possuem uma transparência satisfatória na região do visível, aproximadamente 50%.

Esses resultados mostram que esses filmes possivelmente poderão ser usados em dispositivos electrocrômicos contendo NiOx como electrocromo como pode ser verificado pela curva de transmissão em figura 7.

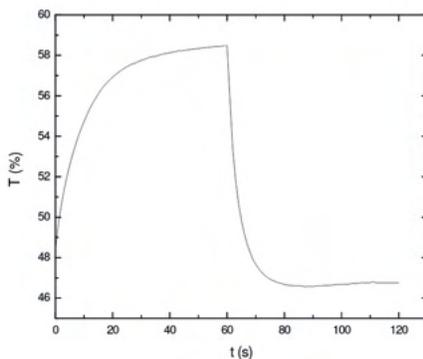


Figura 7: Transmitância em função do tempo para $\lambda = 550 \text{ nm}$ do dispositivo contendo amido.

Além desses, dentre os vários tipos de eletrólitos sólidos poliméricos encontram-se os materiais baseados em precursores polissacarídicos, como os derivados de celulose, amido, quitosana e borracha natural.

De forma geral, polímeros naturais, como é o caso de polissacarídeos, possuem na sua estrutura átomos com pares de elétrons livres, no caso oxigênio, que possibilitam a interação com alguns sais inorgânicos o que os tornam candidatos promissores para aplicação em materiais de preenchimento de dispositivos e baterias.

Em resumo, a obtenção de um eletrólito polimérico natural do estado sólido (gelificado) é alcançado com amido ou gelatina de modo eficaz. A facilita a montagem e o

baixo custo são importantes atrativos para essas aplicações e, principalmente, a produção de materiais menos agressivos ao meio ambiente.

REFERÊNCIAS

1. de Oliveira, S.C., R.M. Torresi, and S.I.C. de Torresi, *A view of tendencies and perspectives in electrochromism: Searching for new materials and more simple designs*. *Química Nova*, 2000. **23**(1): p. 79-87.
2. Ziegler, J.P. and B.M. Howard, *Applications of reversible electrodeposition electrochromic devices*. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 1995. **39**(2-4): p. 317-331.
3. Ziegler, J.P., *Status of reversible electrodeposition electrochromic devices*. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 1999. **56**(3-4): p. 477-493.
4. Mantell, J. and S. Zaromb, *Inert Electrode Behavior of Tin Oxide-Coated Glass on Repeated Plating-Depositing Cycling in Concentrated NaI-AgI Solutions*. *Journal of The Electrochemical Society*, 1962. **109**(10): p. 992-993.
5. Zaromb, S., *Theory and Design Principles of the Reversible Electroplating Light Modulator*. *Journal of The Electrochemical Society*, 1962. **109**(10): p. 903-912.
6. Zaromb, S., *Geometric Requirements for Uniform Current Densities at Surface-Conductive Insulators or Resistive Electrodes*. *Journal of The Electrochemical Society*, 1962. **109**(10): p. 912-918.
7. Camlibel, I., et al., *An experimental display structure based on reversible electrodeposition*. *Applied Physics Letters*, 1978. **33**(9): p. 793-794.
8. Stocker, H.J., et al., *An SEM Study of the Nature of the Electrochemical Deposit in Reversible Electrodeposition Displays*. *Journal of The Electrochemical Society*, 1981. **128**(4): p. 746-748.
9. Itaya, K., I. Uchida, and V.D. Neff, *Electrochemistry of polynuclear transition metal cyanides: Prussian blue and its analogues*. *Accounts of Chemical Research*, 1986. **19**(6): p. 162-168.
10. Kulesza, P.J. and Z. Galus, *Polynuclear transition metal hexacyanoferrate films: In-situ electrochemical determination of their composition*. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 1989. **267**(1-2): p. 117-127.
11. Carriere, D., et al., *A reversible inorganic electrochromic solution system*. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 2000. **62**(4): p. 431-439.
12. Laik, B., D. Carrière, and J.-M. Tarascon, *Reversible electrochromic system based on aqueous solution containing silver*. *Electrochimica Acta*, 2001. **46**(13-14): p. 2203-2209.
13. Junior, A.M., H.P.M.d. Oliveira, and M.H. Gehlen, *Preparation of silver nanoprisms using poly(N-vinyl-2-pyrrolidone) as a colloid-stabilizing agent and the effect of silver nanoparticles on the photophysical properties of cationic dyes*. *Photochemical and Photobiological Sciences*, 2003. **2**: p. 921-925.

14. Oliveira, M.R.S., et al., *KI effects on the reversible electrodeposition of silver on poly(ethylene oxide) for application in electrochromic devices*. *Electrochimica Acta*, 2010. **55**: p. 3756–3765.
15. MacCallum, J.R. and C.A. Vincent, *Polymer electrolyte reviews*. Vol. 1. 1987, London: Elsevier Applied Science. 351.
16. Chen, H.-W., et al., *Solid-state electrolyte nanocomposites based on poly(ethylene oxide), poly(oxypropylene) diamine, mineral clay and lithium perchlorate*. *Polymer*, 2002. **43**(18): p. 5011-5016.
17. Kuo, S.-W., C.-L. Lin, and F.-C. Chang, *Phase Behavior and Hydrogen Bonding in Ternary Polymer Blends of Phenolic Resin/Poly(ethylene oxide)/Poly(ϵ -caprolactone)*. *Macromolecules*, 2001. **35**(1): p. 278-285.
18. Murata, K., S. Izuchi, and Y. Yoshihisa, *An overview of the research and development of solid polymer electrolyte batteries*. *Electrochimica Acta*, 2000. **45**(8-9): p. 1501-1508.
19. Dai, Y., et al., *Electrical, thermal and NMR investigation of composite solid electrolytes based on PEO, Lil and high surface area inorganic oxides* *Electrochimica Acta*, 1998. **43**(10-11): p. 1557-1561.
20. Chintapalli, S. and R. Frech, *Effect of Plasticizers on Ionic Association and Conductivity in the (PEO)₉LiCF₃SO₃ System*. *Macromolecules*, 1996. **29**(10): p. 3499-3506.
21. Li, J. and I.M. Khan, *Highly conductive solid polymer electrolytes prepared by blending high molecular weight poly(ethylene oxide), poly(2- or 4-vinylpyridine), and lithium perchlorate*. *Macromolecules*, 1993. **26**(17): p. 4544–4550.
22. Poinsignon, C., *Polymer electrolytes*. *Materials Science and Engineering: B*, 1989. **3**(1-2): p. 31-37.
23. Berthier, C., et al., *Microscopic investigation of ionic conductivity in alkali metal salts-poly(ethylene oxide) adducts*. *Solid State Ionics*, 1983. **11**(1): p. 91-95.
24. Richardson, T.J., J.L. Slack, and M.D. Rubin, *Electrochromism in copper oxide thin films*. *Electrochimica Acta*, 2001. **46**(13-14): p. 2281-2284.
25. Richardson, T.J., *New electrochromic mirror systems*. *Solid State Ionics*, 2003. **165**(1-4): p. 305-308.
26. Herlem, M., et al., *Liquid ammoniates: nonaqueous electrolytes for electrochromism*. *Electrochimica Acta*, 2001. **46**: p. 2967–2973.
27. Warszawski, B., *Material for light modulation and manufacturing processes*. 1991, Alpine Polyvision, Inc. (Hackensack, NJ): United States.
28. Warszawski, B., *Light Modulating Cell*. 1990, Alpine Polyvision, Inc.: United States.
29. Howard, B.M. and J.P. Ziegler, *Optical properties of reversible electrodeposition electrochromic materials*. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 1995. **39**(2-4): p. 309-316.
30. Torresi, S.I.C.d. and I.A. Carlos, *Optical characterization of bismuth reversible electrodeposition*. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 1996. **414**(1): p. 11-16.

31. de Oliveira, S.C., et al., *An organic aqueous gel as electrolyte for application in electrochromic devices based in bismuth electrodeposition*. Journal of the Electrochemical Society, 2003. **150**(11): p. E578-E582.
32. de Oliveira, S.C., et al., *Improvement of thermal stability of an organic-aqueous gel electrolyte for bismuth electrodeposition devices*. Solar Energy Materials and Solar Cells, 2005. **85**(4): p. 489-497.
33. Vieira, D.F., C.O. Avellaneda, and A. Pawlicka, *Conductivity study of a gelatin-based polymer electrolyte*. Electrochimica Acta, 2007. **53**(4): p. 1404-1408.
34. Imamura, A., et al., *Bi-based electrochromic cell with mediator for white/black imaging*. Solar Energy Materials & Solar Cells, 2009. **93**(12): p. 2079–2082.
35. Nakashima, M., et al., *Bismuth Electrochromic Device with High Paper-Like Quality and High Performances*. Applied Materials and Interfaces, 2010. **2**(5): p. 1471–1482.
36. Mascaro, L.H., E.K. Kaibara, and L.O. Bulhoes, *An electrochromic system based on the reversible electrodeposition of lead*. Journal of the Electrochemical Society, 1997. **144**(10): p. L273-L274.
37. Bulhoes, L.O.S. and L.H. Mascaro, *Electrochemical nucleation of lead and copper on indium-tin oxide electrodes*. Journal of Solid State Electrochemistry, 2004. **8**(4): p. 238-243.
38. Avellaneda, C.O., et al., *Electrodeposition of lead on ITO electrode: influence of copper as an additive*. Electrochimica Acta, 2005. **50**(6): p. 1317-1321.

BENEFÍCIOS NA UTILIZAÇÃO DE TUBOS DE PAPELÃO ESTRUTURAL COMO SISTEMA CONSTRUTIVO

Data de aceite: 01/10/2021

Data de submissão: 06/07/2021

Gabriela Santos Pereira Lopes de Barros

Universidade de São Caetano do Sul, curso de pós graduação em engenharia civil – sistemas construtivos.
São Paulo – SP

RESUMO: Este artigo apresenta os resultados de uma pesquisa bibliográfica sobre os benefícios na utilização de tubos de papelão estrutural como sistema construtivo. Tendo-se em vista a necessidade de controlar a quantidade de resíduos que a construção civil gera, o presente estudo torna-se necessário na busca de uma opção para mitigação de tal problema. Buscou-se discutir as aplicações desse elemento como uma alternativa para integrar o sistema construtivo das edificações, concluindo-se que há diversas vantagens da utilização desse material.

PALAVRAS - CHAVE: Tubos de Papelão, Construção sustentável, Papelão na Arquitetura.

BENEFITS OF USING CARDBOARD TUBES STRUCTURES AS A CONSTRUCTIVE SYSTEM

ABSTRACT: This article shows the results of a bibliographic research about the benefits of using cardboard tubes structures as a building system. Due to the need to control the amount of waste generated by the construction sector, this current study becomes a necessity in the search of an

option to mitigate this issue. It has been sought to discuss the applications of this element as an alternative to integrate building systems, leading to the conclusion that there are several advantages of this material usage.

KEYWORDS: Cardboard Tubes, Sustainable Construction, Cardboard in Architecture.

1 | INTRODUÇÃO

Tendo em vista a necessidade de controlar a quantidade de resíduos que a construção civil gera, foi realizada uma pesquisa bibliográfica, a fim de verificar se havia benefícios na utilização de tubos de papelão estrutural como sistema construtivo.

O objetivo geral do estudo foi discutir as aplicações desse elemento como um material alternativo para integrar o sistema construtivo das edificações. Para que este objetivo fosse alcançado, foi necessário analisar quando e onde os tubos de papelão estrutural podem ser utilizados; identificar vantagens, desvantagens e os impactos da utilização desse elemento e sintetizar parâmetros para direcionar projetos que pretendem utilizar esse material como sistema construtivo.

2 | APLICAÇÕES DOS TUBOS DE PAPELÃO ESTRUTURAL

De acordo com Ayan (2009), as culturas egípcia e japonesa foram as primeiras a utilizar o papel como material construtivo. Até o segundo

século antes de Cristo (a.C.), os egípcios haviam desenvolvido o papiro, e por volta do século IX a.C., os japoneses o utilizavam como elemento para portas de correr e paredes deslizantes.

Esse mesmo autor afirma que, no século XIX, na França, o papel começou a ser utilizado na produção de móveis e, posteriormente, no revestimento das paredes, servindo como elemento decorativo. Em 1856, o papel ondulado – papelão - foi utilizado por empresários britânicos na produção de chapéus, servindo como estrutura para o objeto. Os mesmos empresários obtiveram mais tarde, a patente para a utilização do papelão como embalagens de artigos frágeis. As novas utilizações levaram à criação da primeira máquina de ondulação contínua, em 1895.

Ele afirma ainda que, durante a primeira Guerra Mundial, o papel estava sendo utilizado na elaboração dos componentes de aviões e tanques. Por meio de uma combinação de folhas de celulose com amido ou outro adesivo similar, o papel era moldado e servia como um substituto das chapas de alumínio das asas de aviões. Neste momento, foi descoberto um dos problemas do papel com relação a questões de expansão e encolhimento. Quando comparado às chapas de alumínio, o papel demonstrava maior tendência para expandir e encolher, principalmente quando exposto à umidade.

Ainda de acordo com Ayan (2009), em 1920, nos Estados Unidos, o papel começou a ser usado como isolante elétrico. Os laminados de celulose foram introduzidos na indústria, e começaram a aplicar resinas no papel para criar proteção contra a umidade e outros agentes químicos. Após o desenvolvimento das resinas, o papel como elemento construtivo se difundiu.

A fabricação é simples, explica McQuaid, começa com a polpa saturada em água, logo se corta em tiras e se coloca para saturar com cola. Em seguida são passadas em um espiral em uma barra metálica que quando retirado, no final, cria um espaço interno oco. Pode ser fabricado em diferentes diâmetros, espessuras e comprimentos, dependendo do uso. Reciclados, criam um ciclo sem fim de reuso. (CAMPOS, 2008, p. 1).

Na área da arquitetura, conforme Salado; Sichieri (2006), a maior contribuição veio do arquiteto japonês Shigeru Ban. O mesmo começou a utilizar tubos de papelão em suas obras em 1986 para a mostra de Alvar Aalto, em Tóquio. No início, utilizava-os com tratamento contra o fogo e a água, e formava apenas divisórias internas.



Figura 1 – Mostra de Alvar Aalto
(WALTERS, 2018, *online*)

Esses autores afirmam que, o arquiteto utilizou esse sistema como painéis de vedação externos, em conjunto com a estrutura metálica do salão construído para comemorar o aniversário da cidade de Odawara, em 1990, no Japão. Essa foi a primeira construção temporária feita com tubos de papelão. Foram utilizados 330 tubos com diâmetro de 55 centímetros e 12 tubos com diâmetro de 120 centímetros na vedação externa.

Ainda segundo Salado; Sichiari (2006), em 1989, o arquiteto Shigeru Ban iniciou a construção de um caramanchão composto por tubos de papelão autoportantes. Foi a primeira construção arquitetônica em que esse material passou a ter função estrutural. Para isso, o arquiteto realizou ensaios em laboratório, a fim de determinar as características do material. Identificou que os tubos de papelão resistem a 10 Mega Pascal (MPa), quando submetidos à compressão e a 15 MPa, à flexão. À medida que a complexidade estrutural dos projetos mudava, novos testes eram elaborados para garantir a integridade da construção específica.

Após seis meses que o caramanchão havia sido construído, a estrutura foi desmontada para testes. Apesar de ter ficado totalmente exposta a intempéries, sua resistência aumentou por conta do endurecimento da cola utilizada no seu processo de fabricação. Depois do sucesso desse protótipo, o arquiteto obteve aprovação oficial das autoridades competentes do Japão para construir sua casa, em 1995, utilizando o mesmo sistema estrutural. A construção é permanente e foi envolta em paredes de vidro para garantir a resistência contra às ações das chuvas e da neve.



Figura 2 – Casa do arquiteto Shigeru Ban
(GALILEU, 2018, *online*)

De acordo com AD EDITORIAL TEAM (2014), utilizando a mesma tecnologia, o referido arquiteto construiu abrigos emergenciais em alguns países, após desastres naturais, como o Japão, Turquia, China, África e Índia.

Uma escola temporária também foi construída após um terremoto que ocorreu na cidade de Ya'na, Sichuan, na China, em abril de 2013. A cidade foi danificada e a edificação que servia como escola ficou inabitável. Então, o arquiteto projetou uma escola temporária, com capacidade para atender às crianças daquela região. As dimensões da base são de 6 por 21 metros, com estrutura composta por tubos de papelão, vínculos de madeira, cantoneiras metálicas e cabos de aço.

O formato tubular do papelão tornou possível criar um vão livre no interior do edifício, sem pilares. A construção foi realizada com a ajuda de voluntários, da população local e de estudantes do curso de arte e *design* de Kyoto, liderados pelo arquiteto Shigeru Ban.



Figura 3 – Escola temporária na China
(SHIGERU BAN ARCHITECTS, 2018a, *online*)

De acordo com Ban (2018), na exposição Hannover de 2000 na Alemanha, o mesmo foi convidado a projetar um pavilhão de papel reciclável, pois o tema da exposição estava relacionado a questões ambientais. O projeto foi desenvolvido em parceria com o arquiteto Frei Otto.

Segundo Salado (2006), foi uma das estruturas mais complexas construída com tubos de papelão. Os tubos de papelão foram entrelaçados com função estrutural, e os materiais especificados precisavam atender ao tema da feira de desenvolvimento sustentável. Era necessário que a construção pudesse ser o máximo possível reciclada e ou reutilizada. Para a cobertura foi desenvolvida uma membrana sem PVC a fim de não liberar dióxidos quando queimada.

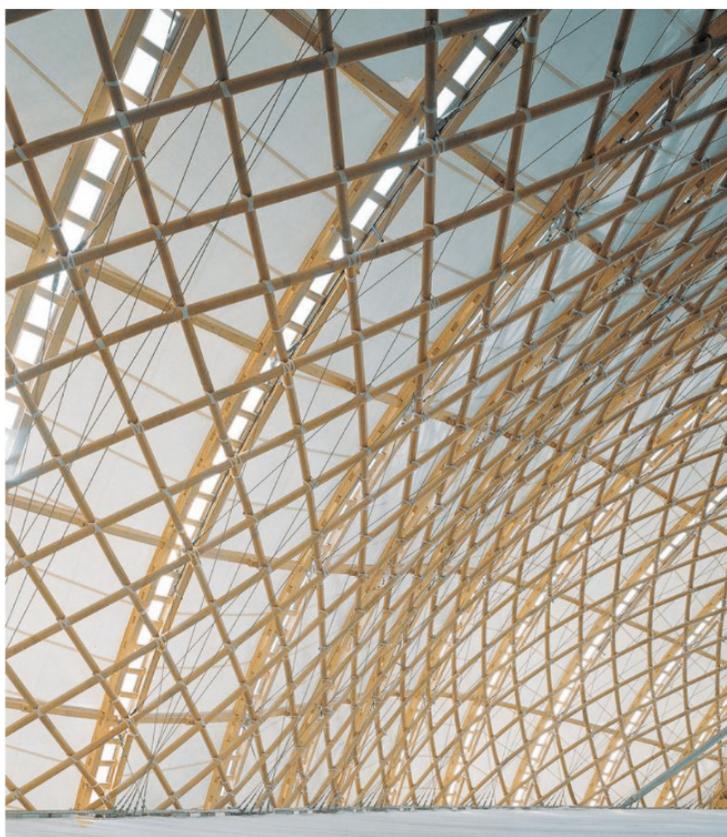


Figura 4 – Pavilhão do Japão na exposição Hannover – Alemanha, 2000
(MILAZZO, 2018, *online*)

3 | VANTAGENS, DESVANTAGENS E IMPACTOS NA UTILIZAÇÃO DO PAPELÃO ESTRUTURAL COMO SISTEMA CONSTRUTIVO

De acordo com Edwards (2005), a construção civil, em geral contribui com a destruição das reservas florestais devido à necessidade de seu abastecimento. É responsável pelo consumo de 60% de recursos naturais, 50% da energia, 50% da água, e 80% do solo cultivável, todos em contextos mundiais, tornando-se uma atividade bastante antagônica ao desenvolvimento sustentável.

Segundo Barros (2015), o ciclo de vida do papelão condiz com metabolismo circular proposto por Richard Rogers para as cidades, rumo ao desenvolvimento sustentável. Isso porque, apesar de todos os processos gerarem resíduos, no caso do papelão, os mesmos podem ser reutilizados ou reciclados, o que reduz a necessidade de consumo de novos recursos naturais e a quantidade de resíduos.

Segundo Ban (2018), por se tratar de um material pré-fabricado, o papelão pode ser facilmente impermeabilizado, e também é possível torná-lo à prova de fogo. Além disso, quando a edificação é demolida, seus resíduos podem ser reciclados. Ou, ao invés de demolir, é possível desmontar a edificação para remontar onde necessário.

Silva et al (2017) analisaram o protótipo construído pela engenheira Gerusa Salado, em 2011. Esse protótipo é constituído de painéis verticais de vedação de tubos de papelão com 2,4 metros de altura, vínculos de madeira compensada e fundação do tipo radier superficial com dimensões de 3,5 por 3,5 metros e 15 centímetros de altura. A cobertura foi feita com estrutura de madeira e telhas de fibras vegetais recicladas. A fixação das peças foi realizada por meio de barras roscadas de 8 milímetros, a fim de proporcionar resistência às cargas horizontais.

Baseados em Associação Brasileira de Normas Técnicas (2013), concluíram que o protótipo apresentou condições satisfatórias para vedações com ou sem função estrutural, e não satisfatório, com relação à estanqueidade e permeabilidade, quando exposto a intempéries, sendo necessário empregar novas soluções de impermeabilização no conjunto. Duas pessoas levaram 17,8 horas para realizar a montagem do protótipo.



Figura 5 – Protótipo de tubos de papelão
(CASA FEITA..., 2018, *online*)

Esta construção experimental está exposta há 70 dias e, diante das tempestades que aconteceram recentemente aqui no interior de São Paulo, podemos afirmar que ela se mostrou bastante eficaz. No entanto, diante dos desastres que aconteceram no Rio, essa estrutura não oferece ainda a garantia de resistência, uma vez que nem o concreto armado ofereceu. [...] Em relação ao fogo, ela [Gerusa Salado] alerta que o material ainda precisa ser avaliado em relação ao tempo que o papelão pode levar para ser incinerado e se o fogo pode se extinguir sozinho. Os testes são realizados em laboratório e seguem normas técnicas nacionais e/ou internacionais.- Sabemos que todos os materiais de construção são passíveis ao fogo, mas neste caso, precisamos averiguar se o tempo de propagação de um incêndio acidental possibilita que os usuários desocupem a edificação - diz Gerusa. (CASA FEITA..., 2018, *online*).

Conforme Buck, 1997 apud Campos (2018), os estudos das obras realizadas por Shigeru Ban permitiram que fosse detectada boa capacidade de isolamento térmico e acústico.

4 | PARÂMETROS PARA DIRECIONAMENTO DE PROJETOS COM TUBOS DE PAPELÃO ESTRUTURAL

De acordo com AD EDITORIAL TEAM (2014), em Daanbantayan, Cebu, Filipinas, depois da devastação do tufão Haiyan em novembro de 2013, alguns abrigos temporários foram construídos. Neste projeto, o papelão foi incorporado, a fim de facilitar o processo de montagem. Por ser simples, a execução pôde ser feita pelos próprios moradores do local e estudantes da Universidade de San Carlos de Cebu. O processo facilitado também

impactou num período de construção mais curto. As fundações foram compostas por caixas de cerveja cheias de sacos de areia e os painéis de piso feitos com madeira de coco e madeira compensada. Nas vedações, foram utilizadas folhas de bambu tecidas e a estrutura era de tubos de papelão. O telhado foi feito com folhas de palmeiras sobre uma lona de plástico.



Figuras 6 e 7 – Abrigo temporário nas Filipinas e processo construtivo
(SHIGERU BAN ARCHITECTS, 2018b, *online*)

AD EDITORIAL TEAM (2014), em Kobe, no Japão, relata que foi construída uma igreja temporária de papelão por voluntários, cujo templo foi destruído por um terremoto em 1995. Os materiais foram doados por empresas locais e a construção foi concluída em apenas cinco semanas, com o auxílio de 160 voluntários. A base possui dimensões de 10 por 15 metros, vedação autoportante de tubos de papelão e chapas de policarbonato. Dentro dessa área, foram utilizados 58 tubos de papelão com 25 milímetros de diâmetro, 148 milímetros de espessura e 5 metros de altura, colocados em um formato elíptico. A construção foi desmontada em junho de 2005 e todos os materiais foram enviados para uma cidade em Taiwan, onde a igreja foi remontada e passou a ser uma construção permanente.



Figura 8 – Igreja de papel no Japão
(SHIGERU BAN ARCHITECTS, 2018c, *online*)

Segundo esse mesmo autor, em Bhuj, na Índia, foi utilizado o entulho de edifícios destruídos para a fundação de abrigos, ao invés de caixas de cerveja, pois estas não puderam ser encontradas nessa região. A fundação foi revestida com camadas de barro. Para a estrutura do telhado, foram utilizadas vigas de bambu. Uma esteira de cana foi tecida e colocada sobre a estrutura do telhado, seguida por uma lona de plástico transparente para proteger contra a chuva, e em seguida, outra esteira de cana. A ventilação foi fornecida através dos pequenos buracos nas esteiras verticais. Essa ventilação também permitiu cozinhar no interior do abrigo, com o benefício adicional de repelir mosquitos com a fumaça.



Figura 9 – Casa de papel na Índia
(SHIGERU BAN ARCHITECTS, 2018d, *online*)

Ainda de acordo com AD EDITORIAL TEAM (2014), em Kobe, no Japão, também foram construídas casas de papelão com a fundação de caixas de cerveja preenchidas

com sacos de areia. A vedação é constituída por tubos de papelão com 4 milímetros de espessura e 106 milímetros de diâmetro. A cobertura foi instalada com tecidos. O custo estimado dos materiais para uma unidade de 52 metros quadrados está abaixo de U\$ 2.000, com unidades desmontáveis e recicláveis.



Figura 10 – Casa de papel no Japão
(SHIGERU BAN ARCHITECTS, 2018e, *online*)

5 | CONCLUSÕES

Há diversos benefícios na utilização de tubos de papelão estrutural como sistema construtivo, pois o papelão é fácil de ser encontrado, seu processo de reciclagem é muito simples e não gera resíduos tóxicos. Isto garante a sustentabilidade da construção em todas as etapas do ciclo.

Ele apresenta condições estruturais para construções íntegras, sendo essas permanentes ou temporárias. Como o processo de instalação se dá através de encaixes e vínculos, torna-se fácil a desmontagem e remontagem, se houver necessidade de remanejamento. Além disto, por permitir uma instalação simples e rápida, não é necessário que a mão de obra seja especializada.

É um material leve e, portanto, não exige fundações muito robustas, diminuindo o tempo da construção e, conseqüentemente, seu custo, o que também facilita seu transporte e armazenamento. O formato tubular oferece a possibilidade de embutir os sistemas de hidráulica e elétrica, além de otimizar a resistência térmica e acústica, em função da parede de ar dentro do tubo. E, por questões de segurança, como se trata de um pré-fabricado, é possível torná-lo impermeável e ignífugo.

São sugeridos novos estudos nessa área pois, apesar do grande potencial que o material apresenta, no Brasil ainda não há normas específicas que o regulamentem para a construção civil.

REFERÊNCIAS

AD EDITORIAL TEAM. The humanitarian works of Shigeru Ban. **ArchDaily**. 2014. Disponível em: <https://www.archdaily.com/489255/the-humanitarian-works-of-shigeru-ban?ad_medium=gallery>. Acesso em: 17 nov. 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15575**. Desempenho de edificações habitacionais. [Rio de Janeiro], 2013.

AYAN, Özlem. **Cardboard in architectural technology and structural engineering**: a conceptual approach to cardboard buildings in architecture. 2009. Dissertação (Doutorado em Ciências) – Programa de Doutorado em Ciências, ETH Zurich.

BAN, Shigeru. Abrigos de emergência feitos de papel. 2013. Filme. Disponível em: <https://www.ted.com/talks/shigeru_ban_emergency_shelters_made_from_paper?language=pt-br>. Acesso em: 1 dez. 2018.

BARROS, Gabriela Santos Pereira Lopes de. **Aplicações de papelão como sistema construtivo em áreas de vulnerabilidade na cidade de São Paulo**. 2015. Dissertação (Bacharel em Arquitetura e Urbanismo) - Universidade Cidade de São Paulo, São Paulo.

CAMPOS, Bruna Caroline Pinto. **Shigeru Ban e sua contribuição para a arquitetura efêmera**. 2009. Disponível em: <<http://www.vitruvius.com.br/revistas/read/arquitextos/10.115/5>>. Acesso em: 6 out. 2018.

EDWARDS, Brian. **O guia básico para a sustentabilidade**. 2. ed. Barcelona: Gustavo Gili, 2005.

CASA FEITA..., 2018, **O Globo**, [Rio de Janeiro]. Disponível em: <<https://oglobo.globo.com/economia/imoveis/casa-feita-com-tubos-de-papelao-em-fase-de-estudos-pode-ser-alternativa-na-construcao-civil-2837203>>. Acesso em: 30 nov. 2018.

GALILEU. Arquiteto que constrói casas de papelão para desabrigados ganha prêmio Pritzker. Disponível em: <<https://revistagalileu.globo.com/Tecnologia/Inovacao/noticia/2014/03/arquiteto-que-construi-casas-de-papelao-para-desabrigados-ganha-premio-pritzker.html>>. Acesso em: 30 nov. 2018.

MILAZZO, Marco. **Pavilhão do Japão para a exposição Hannover – Alemanha**, 2000. Disponível em: <<https://br.pinterest.com/pin/496310821408141833/?lp=true>>. Acesso em: 18 nov. 2018.

SALADO, Gerusa de Cássia; SICHIERI, Edivaldo Paulo. A arquitetura em tubos de papelão de Shigeru Ban. **AE Ensaios**. Rio de Janeiro: UFRJ, v. 1, n. 2, p. 1-16, out. 2006.

SALADO, Gerusa de Cássia. **Construindo com tubos de papelão**: um estudo da tecnologia desenvolvida por Shigeru Ban. Dissertação (Mestrado em Arquitetura e Urbanismo) – Programa de Pós-Graduação em Arquitetura e Urbanismo, Universidade de São Paulo, São Paulo. 2006.

SHIGERU BAN ARCHITECTS. 2014. **Paper nursery school. Cidade Ya'an, Sichuan, China**. Disponível em: <http://www.shigerubanarchitects.com/works/2014_PaperNurserySchool_Yaan/index.html>. Acesso em: 17 nov. 2018a.

SHIGERU BAN ARCHITECTS. 2014. **Paper temporary shelter. Cebu, Filipinas.** Disponível em: <[http://www.shigerubanarchitects.com/works/2014_Paper Emergency Shelter-Philippines/index.html](http://www.shigerubanarchitects.com/works/2014_Paper_Emergency_Shelter-Philippines/index.html)>. Acesso em: 17 nov. 2018b.

SHIGERU BAN ARCHITECTS. 1995. **Paper church. Kobe, Japão.** Disponível em: <http://www.shigerubanarchitects.com/works/1995_paper-church/index.html>. Acesso em: 17 nov. 2018c.

SHIGERU BAN ARCHITECTS. 2001. **Paper log house. Bhuj, Índia.** Disponível em: <http://www.shigerubanarchitects.com/works/2001_paper-log-house-india/index.html>. Acesso em: 17 nov. 2018d.

SHIGERU BAN ARCHITECTS. 1995. **Paper log house. Kobe, Japão.** Disponível em: <http://www.shigerubanarchitects.com/works/1995_paper-log-house-kobe/index.html>. Acesso em: 17 nov. 2018e.

SILVA, Jéssica Santos da et al. Uso de tubos de papelão em vedações verticais. **Cadernos de graduação: ciências exatas e tecnológicas.** Maceió: UNIT- AL, v. 4, n. 2, p. 229-238, nov. 2017.

WALTERS, Helen. Buildings made from cardboard tubes: A gallery of Shigeru Ban architecture. **TEDBlog.** 2013. Disponível em: <<https://blog.ted.com/buildings-made-from-cardboard-tubes-a-gallery-of-shigeru-ban-architecture/>>. Acesso em: 29 nov. 2018.

ADIÇÃO DE BORRACHA DE PNEUS ORIUNDA DE CAPEAMENTO NO CONCRETO ESTRUTURAL – UMA AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

Data de aceite: 01/10/2021

Myrelle Pinheiro e Silva

Acadêmico de Engenharia Civil; Centro
Universitário Tocantinense Presidente Antônio
Carlos – UNITPAC; Araguaína – TO

Maria Letícia Ferreira da Silva

Acadêmico de Engenharia Civil; Centro
Universitário Tocantinense Presidente Antônio
Carlos – UNITPAC; Araguaína – TO

Daniele Gomes Carvalho

Doutora em Engenharia de Materiais; Centro
Universitário Tocantinense Presidente Antônio
Carlos – UNITPAC; Araguaína – TO

RESUMO: O grande volume de resíduos descartados provenientes da alta demanda de volume de materiais inutilizáveis no fim da sua vida útil, como os pneus, onde, vêm acarretando diversos fatores decorrentes de doenças de insetos provocando a dengue, febre amarela, malária, dentre outras doenças, que podem comprometer a vida da população, a saúde pública e o meio ambiente. Com isso, surgiu estudos, que possibilitam utilizar a borracha como um material sustentável, que é o exemplo do concreto sustentável, no qual visa a sustentabilidade e a redução dos impactos ambientais, que são constantemente ativos devido aos descartes de materiais em locais inapropriados. Assim, o presente trabalho tem por objetivo averiguar as propriedades mecânicas e

o desempenho técnico do concreto executado a partir da adição do resíduo de borracha de pneu, analisando então, sua viabilidade econômica, trabalhabilidade, resistência e as características adquiridas a partir dos ensaios de compressão axial e módulo de elasticidade realizados no laboratório e que foram submetidos a 7, 14, 21 e 28 dias de cura. Sendo assim, o traço do concreto é determinado perante as especificações do método ABCP (Associação Brasileira de Cimento Portland), adquirindo-se o valor do traço referente à 1:1,93:2,69:0,48, cujo valor de f_{ck} para confeccionar os corpos de prova é de 25 MPa. Através dos resultados verifica-se que o concreto com adição de resíduo de pneu de borracha obteve uma redução em sua resistência em comparação ao concreto de referência, o que pode ser devido a fraca aderência da fibra na matriz cimentícia.

PALAVRAS - CHAVE: Borracha, concreto, resíduos, sustentável.

ADDITION OF TIRE RUBBER FROM CAPING IN STRUCTURAL CONCRETE - AN EVALUATION OF MECHANICAL PROPERTIES

ABSTRACT: The large volume of discarded waste arising from the high volume demand of unusable materials at the end of their useful life, such as tires, where they have been causing several factors resulting from insect diseases causing dengue, yellow fever, malaria, among other diseases, that can compromise the lives of the population, public health and the environment. With this, studies emerged, which make it possible to use rubber as a sustainable

material, which is the example of sustainable concrete, which aims at sustainability and the reduction of environmental impacts, which are constantly active due to the disposal of materials in inappropriate places. Thus, this work aims to investigate the mechanical properties and technical performance of concrete executed from the addition of tire rubber waste, then analyzing its economic feasibility, workability, strength and the characteristics acquired from the compression tests axial and elastic modulus performed in the laboratory and submitted to 7, 14, 21 and 28 days of cure. Thus, the mix of concrete is determined according to the specifications of the ABCP (Brazilian Association of Portland Cement) method, acquiring the value of the mix referring to 1:1.93:2.69:0.48, whose value is f_{ck} to make the specimens is 25 MPa. Through the results, it is verified that the concrete with the addition of rubber tire residue obtained a reduction in its strength compared to the reference concrete, which may be due to the weak adhesion of the fiber in the cement matrix.

KEYWORDS: Rubber, concrete, waste, sustainable.

1 | INTRODUÇÃO

O concreto é um material presente na construção civil desde a revolução industrial ocorrida no século XVIII, o mesmo vem se destacando ao decorrer dos anos, devido ao seu grande crescimento e desenvolvimento tecnológico, onde seus componentes são formados pela água, areia, brita e cimento. Além disso, o concreto quando misturado a outros tipos de aditivos, ganham nomenclaturas cujo é chamado de dosagem e formam uma liga que será capaz de ser moldada, adquirindo diversas formas e aplicações diferentes (COUTO, et al., 2013).

Considerado como um elemento imprescindível para a construção civil, o concreto possui influência tanto na arquitetura moderna quanto no desenvolvimento da engenharia, uma vez que possibilita a melhoria na qualidade das obras e a redução consequentemente dos custos. Por outro lado, existe uma grande necessidade de utilização de materiais sustentáveis, devido ao grande volume de resíduos gerados anualmente, que sejam passíveis de reutilização e benéficos tanto diretamente como indiretamente para a construção civil (BRASILEIRO; MATOS, 2015).

A sociedade atual, contempla um sério problema com a grande demanda de lixos descartados incorretamente, a partir disso, surgiu o termo designado 'desenvolvimento sustentável', tornando-se conhecida por sua performance em várias áreas econômicas, no qual, a população vem enfatizando de forma consciente sobre quão a preservação ambiental é significativamente importante. Os impactos ambientais por sua vez, são ainda mais constantes no meio ambiente, gerando ainda mais necessidade de mudanças em meio ao presente modelo de desenvolvimento. (LIRA; CÂNDIDO, 2013).

No Brasil, no ano de 2016, ocorreu o descarte de cerca de 510.450 toneladas de pneus. Por outro lado, a Reciclanip fez a coleta e destinou em torno de 457.533 pneus, com o objetivo de reduzir o impacto gerado (RECICLANIP, 2018), no entanto é um número

relativamente pequeno em comparação ao número de descartes que vem acontecendo anualmente.

O resíduo de borracha de pneu, é um componente que pode ser utilizado na adição do concreto sendo capaz de produzir um concreto sustentável. Dentre diversos resíduos existentes, a borracha de pneu possui a possibilidade de ser reaproveitada e aplicada em ciclovias, calçadas, e até mesmo pavimentos asfálticos, em que é empregada principalmente no intuito de minimizar os impactos sanitários e ambientais. (SANTOS, 2018).

Dessa forma, o presente trabalho tem por objetivo produzir um concreto com adição de 3% de fibra de borracha de pneu, avaliando por meio de ensaios laboratoriais sua resistência à compressão, módulo de elasticidade, massa específica, abatimento do tronco de cone (slump test) e por fim, sua viabilidade técnica e econômica. Com a pretensão de obtenção de resultados satisfatórios, que viabilizem o meio ambiente e a sustentabilidade do concreto.

2 | REFERENCIAL TEÓRICO

O material de construção mais consumido no mundo depois da água é o concreto (HELENE; ANDRADE, 2017), composto por cimento, areia, brita e água, no qual deve possuir plasticidade suficiente para que sejam realizadas todas as operações, desde o manuseio e transporte até a sua disposição nas formas de concretagem, devendo adquirir coesão e resistência ao longo dos dias (ALMEIDA, 2002).

2.1 Cimento

Em todo o país existem oito tipos de cimento Portland normalizados, cada qual classificado de acordo com seu modo de fabricação, campo de aplicação e peso específico (ALMEIDA, 2002), normatizados conforme seu subtipo e sua resistência (ISAIA, 2011). A tabela 1 mostra os tipos de cimentos conforme a ABNT NBR 16697:2018.

Tipos de cimento portland	Designação normalizada	Sigla	Classe de resistência
Comum	Cimento Portland comum CPI-S	CPI	25, 32 ou 40
	Comum Portland composto com escória granulada de alto-forno	CP II-E	
Composto	Comum Portland composto com material pozolânico	CP II-Z	25, 32 ou 40
	Comum Portland composto com material carbonático	CP II-F	

Alto forno	Cimento portland de alto forno	CP III	25, 32 ou 40
Pozolânico	Cimento Portland pozolânico	CP IV	25, 32 ou 40
Alta resistência inicial	Cimento Portland de alta resistência inicial	CP V	ARI
Branco	Cimento Portland branco	Estrutural	CPB 25, 32 ou 40
		Não estrutural	-

Tabela 1: Tipos de cimento portland normalizados

Fonte: ABNT NBR 16697:2018

Os cimentos se diferenciam com base no percentual de sulfatos de clínquer, de cálcio e de outras adições, como o fíler calcário e a escória por exemplo, que são adicionados no processamento de moagem do cimento (ISAIA, 2011). Como pode ser observado na tabela 2.

Tipos de cimento portland	Clínquer + sulfatos de cálcio	Escória granulada de alto-forno	Mat. Pozolânico	Mat. carbonático
Comum	95 - 100		0 - 5	
	90 - 94	0	0	6 - 10
Composto	51 - 94	6 - 34	0	0 - 15
	71 - 94	0	6 - 14	0 - 15
	75 - 89	0	0	11 - 25
Alto forno	25 - 65	35 - 75	0	0 - 10
Pozolânico	45 - 85	0	15 - 50	0 - 10
Alta resistência inicial	90 - 100	0	0	0 - 10
Branco	75 - 100	-	-	0 - 25
	50 - 74	-	-	26 - 50

Tabela 2: Limites da composição do cimento Portland

Fonte: ABNT NBR 16697:2018

2.2 Água

A água é um elemento de grande importância, assim ela não pode conter impurezas, para que não interfira na pega do aglomerante hidráulico e na resistência do concreto. Pois a água que contém resíduos ao ser adicionada no concreto provocará o surgimento de manchas situadas em sua face (NEVILLE; BROOKS, 2013).

Além de possuir uma grande influência na trabalhabilidade e na resistência do concreto, a água também possui um papel muito importante nos seguintes fatores: hidratação, fluência, pega, aparecimento de manchas na superfície, ataque químico, reação álcali-agregado, corrosão das armaduras, carbonatação, cavitação, entre outros (NEVILLE, 2016).

2.3 Agregados

Os agregados são oriundos de material sintético ou natural, na maioria das vezes inerte, no qual é composto normalmente nas argamassas e concretos. Esse material é formado a partir de sua origem natural, extraídos perante processos simples, bem como, através de processos industriais, podendo ser também de origem artificial, adquiridos de subprodutos, ou matérias primas naturais. (JÚNIOR, 2014).

Um requisito exigido da norma NBR 7211:2019 é que os agregados precisam ser constituídos por grãos cujos minerais têm de ser duros, estáveis, limpos e duráveis para que não haja nenhuma interferência de substâncias da natureza, que venham a afetar diretamente no endurecimento do cimento, a hidratação, a durabilidade do mesmo, e assim comprometer o aspecto visual externo do concreto. Além disso, a classificação dos agregados é determinada a partir da sua granulometria, sendo então capaz de definir que o mesmo é identificado a partir da norma NBR 7211:2019 como agregado miúdo e agregado graúdo.

2.3.1 Agregado graúdos

O agregado graúdo por sua vez, são fornecidos de acordo com a sua granulometria, em que, seus grãos devem passar pela peneira com abertura de malha de 75 mm e encontram-se retidos na peneira de abertura de malha de 4,75 mm, em ensaio efetuado com base na norma ABNT NBR NM 248, com peneiras determinadas a partir da ABNT NBR NM ISO 3310-1.

De acordo com Epusp (2012 apud SOARES 2017), o agregado graúdo empregado e utilizado na construção civil é nomeado popularmente como pedra brita (Figura 1), cujo o mesmo possui dependência na sua composição da rocha-mãe, que, conforme afirma Neto (2011) deverá ser britada em dimensões pré-definidas em locais designados de pedreiras.

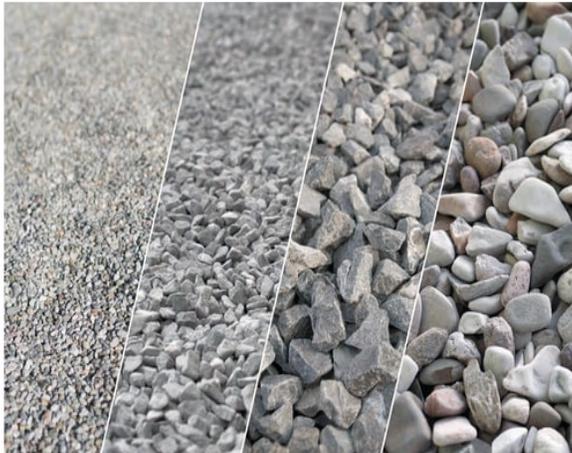


Figura 1: Pedras britadas

Fonte: Construindo Casas, 2021

2.3.2 Agregados miúdos

Segundo Epusp (2012 apud SOARES 2017), o agregado miúdo aplicado na construção civil é chamado de areia, que provém geralmente de rios, praias, dunas, de escória ou de cava. Além do mais, é possível afirmar que o agregado miúdo é definido a partir dos critérios da norma NBR 7211:2019, onde, são descritos como grãos passante na peneira com abertura de malha de 4,75 mm, situam-se retidos na peneira com abertura de malha de 150 μm , em relação ao ensaio que é executado em consenso com a norma ABNT NBR NM 248, cujo peneiras são definidas através da norma ABNT NBR NM ISO 3310-1.

Os agregados miúdos, são classificados em três tipos distintos, sendo eles, areias finas, grossas e médias (Figura 2). A areia como é conhecida, é usualmente empregada na construção civil como matéria prima na produção de concretos e argamassas, podendo encontrá-las na forma natural, ou artificial, possuindo formas granulométricas entre 0,15 e 4,8 mm e massa específica normal ($1000 \text{ kg/m}^3 < \gamma < 2000 \text{ kg/m}^3$) (SILVA, 2012).



Figura 2: Tipos de Areia

Fonte: Educa Civil, 2021

2.4 Propriedades Mecânicas

Com relação às propriedades mecânicas do concreto, têm-se por destaque a resistência à compressão axial e diametral, resistência à tração e o módulo de elasticidade, todas determinadas através de ensaios realizados em laboratórios, executados para controle de qualidade e cumprimento das especificações (PINHEIRO; MUZARDO; SANTOS, 2004).

2.4.1 Resistência à compressão

Uma característica essencial e de grande valia para o concreto é a resistência à compressão simples, pois têm como objetivo trabalhar não apenas a compressão, mas contribuir significativamente do mesmo modo com outros parâmetros físicos que são passíveis de comparação na prática com a resistência à compressão do concreto (ANDOLFATO, 2002).

Além disso, a resistência à compressão é determinada através de ensaios de corpos de prova que são realizados em laboratório, de acordo com as normas da ABNT NBR 5738:2016 e ABNT NBR 5739:2018 utilizadas tanto para moldagem, como para compressão e cura de corpos de prova de concreto.

2.4.2 Resistência à tração

A resistência à tração, assim como a resistência à compressão, possui um valor convencional, uma vez que se origina do tipo de solicitação, do formato do corpo de prova, de suas dimensões e principalmente da aderência dos grãos de agregados com a argamassa. Ademais, é de grande importância o conhecimento sobre o valor que agrega, uma vez que possui um papel relevante em diversos aspectos como a aderência, fissuração,

deformação, esforço cortante, entre outros (GUTFREIND; AURICH, 2009).

Conforme afirma GIUGLIANO (2014) os elementos de concreto, como os pavimentos por exemplo, por retratar melhor algumas particularidades, como a limpeza do agregado e a resistência à tração, são prováveis então, que o conhecimento sobre essa resistência seja mais notório do que em relação a resistência à compressão.

Além disso, todos os ensaios de resistência à tração devem ser realizados conforme as especificações da ABNT NBR 12142:2010.

2.5 A Utilização do Concreto Na Construção Civil

Um dos materiais de construção mais consumidos no mundo, é o concreto, que é popularmente confeccionado pela mistura de cimento Portland, brita (agregado graúdo), areia (agregado miúdo) e a água, onde seu consumo, estima-se em torno de 19 bilhões de toneladas métricas ao ano (MEHTA; MONTEIRO, 2014). Apesar disso, Baretta e Piovesan (2019), afirmam que atualmente o setor da construção civil vêm crescendo e inovando a partir de novas descobertas e tecnologias.

A Engenharia é uma área amplamente explorada ao longo do tempo, com isso, vários métodos estão sendo impostos, embora ocorra lentamente, ainda assim, a construção civil necessita exclusivamente de diversos tipos de concreto para diferentes fins (SILVA et al, 2016). Contudo, o ramo da construção civil abrange a utilização do concreto em edificações, estradas, residências de baixo a alto padrão, pontes, prédios, sistemas de drenagens, obras de saneamento e elementos estruturais, dentre outros.

O concreto pode ser utilizado na confecção de blocos de concreto estrutural (Figura 3), possuindo funções essenciais na construção, como na alvenaria estrutural (muros ou paredes), além de ser um grande benefício em relação a otimização de tempo e materiais. De acordo com Santos (2018), esse material está atualmente presente desde os tempos antigos até hoje em dia, em todo e qualquer tipo de obras de edificação e infraestrutura, no que diz respeito às inovações que vêm crescendo abundantemente, juntamente com as tecnologias inseridas neste elemento, apresentando então, um aumento da sua vida útil, de sua durabilidade e redução da mão de obra, dentre outros aspectos consideráveis.



Figura 3: Blocos de Concreto
Fonte: TATU PREMOLDADOS, 2021

As telhas de concreto são outro tipo de elementos que são fabricados oriundos do concreto, os mesmos podem constituir formas retangulares e apresentar um perfil normalmente ondulado, sendo possível aplicá-las em coberturas, como mostra na figura 4. A sua composição contém uma mistura de cimento, areia (agregado miúdo) e água, tendo potencial de abranger aditivos, como pigmentos de cores coloridas ou naturais, fazendo-se presente na massa ou através da aplicação em uma camada superficial. (DAMASCENO et al, 2015).

Segundo os autores Valcarenghi e Piovesan (2011), Peixoto et al. (2010) e John e Thomas (1994), as telhas de concreto destacam-se devido exibir uma boa resistência mecânica, durabilidade, apresentar um manuseio de maior facilidade, dispor de uma variedade de cores, são resistentes quanto se trata de ações intempéricas, percorrem de peças capazes de complementar o acabamento necessário do telhado, e apontam obter um baixo índice de absorção de água. Em contrapartida, apresentam também desvantagens, tais como, alta porosidade, elevado peso e necessidade extrema de limpeza anual decorrente do seu pressuroso umedecimento.



Figura 4: Telhas de Concreto

Fonte: Lajoteiro, 2021

2.6 Borracha de Pneu

2.6.1 *Composição do Pneumático*

A composição da borracha de pneu natural e sintética é derivada a partir de processos e matérias primas, como petróleo, negro de fumo, cordonéis de alo, cabos de aço ou náilon, elementos que contém composições químicas tal como enxofre, substância no qual provoca a vulcanização que é um item importante para a fabricação, gerando assim um pneu (ANIP, 2018).

Entretanto, a denominação de pneu ou pneumático, dar-se-á por um tubo de borracha repleto de ar e adaptado ao aro da roda do veículo, admitindo-se que a tração do veículo absorve os choques junto ao solo, acerca do tráfego do veículo. É inviável a possibilidade de substituição do pneu, ou até mesmo supor que outro dispositivo seja capaz de ser equivalente ao pneumático (ANDRIETTA, 2011).

Hoje em dia, a aplicação da borracha de pneu vem se ampliando cada vez mais, trazendo consigo vários estudos sobre esse material que está sendo habitualmente utilizado no setor da construção civil a fim de analisar mais precisamente os benefícios da borracha e suas possíveis aplicações em obras. De acordo com Santos (2018), esse elemento pode ser aplicado em revestimentos de pavimentação, além de ser reaproveitado reduzindo os impactos ambientais como agregado, empregados na elaboração de calçados, rodovias, estradas e peças estruturais pré-moldadas, dentre outros.

Segundo Júnior (2014) o resíduo de borracha de pneu, apresenta características de flexibilidade e elástico/plásticas. Ao incorporar a fibra de borracha de pneu como um composto e adicioná-lo a fragilidade do concreto, em níveis conciliáveis com os agregados

miúdos (areia), e ao concreto de cimento Portland convencional, proporcionará aspectos melhores de material dúctil por exemplo, minimizando o surgimento de patologias como trincas, causadas pela retração da massa de concreto, e outro fator considerável são as variações térmicas, e a exibição das altas radiações solares.

2.6.2 Adição da Borracha de Pneu no Concreto

Ao decorrer do grande progresso no meio da construção civil, o concreto foi classificado como um dos materiais mais utilizados pela sociedade, devido essa alta demanda, vários estudos estão sendo desenvolvidos para a ampliação de novos métodos tecnológicos, para aplicação do aproveitamento de resíduos na construção civil, que são geralmente descartados de maneira incorreta, como por exemplo o resíduo de borracha de pneu. Assim, pesquisas visam otimizar tempo e materiais já aplicados, a fim de empregar atos sustentáveis no concreto, buscando permanecer ou até aumentar a durabilidade das estruturas, minimizando os riscos, ruídos na obra e preservando o meio ambiente. (VIEIRA, 2017).

Segundo Vieira (2014), os resíduos de borracha de pneu contribuem de forma positiva para obter materiais ecologicamente sustentáveis. O concreto com adição de fibras borracha de pneu é uma nova alternativa que possui a capacidade de estar incorporando esse elemento na composição do mesmo, gerando dessa maneira, um novo e diferente material, que vem evoluindo em todos os ramos, desde o econômico ao sustentável.

Com base nos estudos realizados de Kamimura (2002 apud BOAVENTURA, 2011), os pneus, após passar pelo processo de trituração, podem ser empregados na construção como substituto em relação aos convencionais, apresentando então, as seguintes vantagens em obras de engenharia: melhoria das propriedades de drenagem, diminuição da densidade das peças e aprimoramento da isolamento térmica e acústica.

Quanto aos estudos de Accetti e Pinheiro (2000, apud FREITAS, 2007), a inserção de resíduos de borracha ao concreto, de acordo com os autores, se manifestam como barreiras ao surgimento das fissuras. A análise feita, permitiu observar que ao decorrer do endurecimento da pasta, as fibras detectam as microfissuras e inibem sua progressão, impossibilitando assim, um aparecimento prematuro.

2.7 Principais Impactos Ambientais

No Brasil são fabricados mais de 70 milhões de pneus por ano (CEMPRE, 2020) e descartados cerca de 450 mil toneladas, geralmente em rios, lagos, margens públicas, aterros e até mesmo em terrenos baldios (figura 5), o que acaba provocando uma série de problemas ambientais (SEST SENAT, 2021).



Figura 5: Pneus abandonados de forma inadequada

Fonte: Arteblog, 2017

Os pneus são componentes de difícil eliminação e não são biodegradáveis e apesar de não serem considerados perigosos, sua queima acaba gerando substâncias tóxicas e cancerígenas e quando lançados em rios acabam provocando inundações e transtornos à população (BNDES, 2007). Além de gerar vários problemas ambientais, os pneus acarretam uma série de impasses sanitários e socioeconômicos, uma vez que servem de abrigo (figura 6) para mosquitos vetores de doenças, como por exemplo, a dengue e a febre amarela (MIRANDA, 2006).



Figura 6: Pneus abandonados no rio Piracicaba

Fonte: G1 – Globo, 2018

Dessa forma, surge então a necessidade do descarte correto desse material, assim, foi deliberada a Resolução CONAMA nº 416 de 2009, que estipula que os fabricantes e os importadores de pneus novos, cujo peso unitário seja superior a 2 kg (dois quilos), sejam obrigados a coletar e dar a devida destinação aos pneus inservíveis presentes em todo o território brasileiro.

Além disso, os destinadores precisarão comprovar regularmente no CTF (Cadastro Técnico Federal) do IBAMA, em um período de até um ano a destinação devida dos pneus inservíveis, devidamente licenciados pelo órgão ambiental competente (CONAMA, 2009).

3 | MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização deste estudo, foi necessário a utilização dos seguintes materiais: Cimento Portland II F-32, a areia popularmente conhecida no ramo da construção como agregado miúdo, brita 0 e 1 normalmente chamado de agregado graúdo, o resíduo de borracha de pneu como adição e a água. Os materiais foram fornecidos pelo laboratório, exceto a fibra de borracha.

O resíduo de borracha de pneu utilizado, foi adquirido decorrente do processo de recauchutagem, em uma empresa situada na cidade de Araguaína, no estado do Tocantins. O pneu, devido ao seu longo processo de decomposição, possui fins de diversos modos, sendo um deles o método de trituração (Figura 7) e reciclagem, onde, possibilita a utilização do mesmo em vários meios, como na construção civil e no presente trabalho com o intuito de estudar e averiguar o seu desempenho mecânico.



Figura 7: Borracha de pneu reciclada

Fonte: Utep, 2021

No princípio, as operações devem ser executadas em laboratório, onde, será desempenhada atividades como a lavagem de todos os materiais envolvidos (areia, brita 0 e 1), logo após esse procedimento, os materiais são colocados em uma estufa em uma

temperatura aproximadamente de 105°, por um período de 24 horas, com o objetivo de obstruir todo tipo de impureza nos resíduos, mantendo-os limpos e eficazes para os próximos passos. Em seguida, esses elementos serão sujeitos aos ensaios de massa específica, massa unitária, massa específica aparente, ensaio granulométrico, absorção de água, determinação da dosagem de concreto, o “slump test” ou seja ensaio de abatimento do tronco de cone e resistência à compressão do concreto.

O ensaio de massa específica é executado seguindo os procedimentos conforme descrito na norma ABNT NBR NM 16916:2021. Para executar o teste do agregado miúdo em laboratório, separou-se uma quantidade moderada de areia e água, onde foi possível estimar o valor da massa específica através do frasco chapman. É fundamental que agite o agregado no frasco para impedir o aparecimento de bolhas que possam interferir no resultado.

A borracha de pneu, quando transformada em resíduos para análise não possui uma norma específica. Sendo assim, no presente trabalho, o resíduo de borracha de pneu, aderiu a norma DNER-ME 194/98 como base para ensaios de massa específica, no qual, foi designada 50 g de fibras de borracha sem está úmida, e em substituição ao álcool, aplicou-se uma quantidade de querosene de 375 ml com o apoio do frasco chapman. Posteriormente a separação dos devidos materiais, poderá dar início ao procedimento, aplicando os elementos no frasco e logo em seguida, agitando-o para retirar as bolhas de ar existentes. Desempenhada a atividade, é necessário fazer a leitura do frasco com a finalidade de obter valores capazes de calcular a massa específica do material.

Para o ensaio de massa específica, absorção de água e massa específica aparente da brita 0 e 1 (agregado graúdo) ser efetuado, obteve-se como auxílio à norma ABNT NBR NM 53 (2009). Com a finalidade de realizar o ensaio em laboratório, a amostra será usufruída depois do peneiramento, lavagem e secagem na estufa por 24 horas, como foi dito anteriormente, e deixe-o esfriar naturalmente fora da estufa cerca de 3 horas. Posto isso, o material terá de ser pesado e então fará a submersão em água em temperatura ambiente. Passado um longo intervalo de 24 horas, a amostra percorrerá pelo processo de evacuação de água, onde será lavada e enxugada em uma bancada. O teste consiste em submergir a amostra em água, colocando-a num cesto de arame e, pesando o mesmo em água, permitindo determinar através de cálculos os valores de massa específica, absorção de água e massa específica aparente.

Com base na norma ABNT NBR NM 45 (2006), é possível efetuar o ensaio de massa unitária para as amostras de brita 0 e brita 1, areia média, e para a borracha de pneu. Inicialmente, deve-se determinar as dimensões, fazer a identificação da massa do recipiente, e separar os materiais a serem utilizados. O teste em si foi produzido por meio de um reservatório, no qual deverá ser preenchido até o topo, porém, não é necessário que o material seja compactado, mas sim, que haja a regularização da superfície que excede o volume com o auxílio de uma régua. Em sequência, é calculado e pesado a massa unitária

adquirida, aplicando o mesmo processo no mínimo três vezes, no intuito de alcançar um resultado mais preciso e satisfatório dos ensaios realizados.

Para adquirir a granulometria dos agregados graúdos e miúdos e da fibra de borracha de pneu, segue como base as especificações propostas na norma ABNT NBR NM 248 (2003), no qual, são capazes de verificar as dimensões das partículas dos materiais a serem analisados e apresentar as características que prevalecem na composição do mesmo. Após a coleta de amostra, o teste é realizado conforme os processos preliminares já citados anteriormente, com isso, as amostras serão submetidas a uma sequência de peneiras previamente limpas, para a executar o peneiramento. Dessa forma, possibilitará determinar qual o material retido e o material passante para identificar as dimensões granulométricas dos mesmos.

O ensaio “slump test” como é popularmente conhecido, possui a definição técnica de ensaio de abatimento do tronco do cone, seguido pelas especificações preestabelecidas na norma ABNT NBR NM 16889 (2020), com o intuito de determinar a trabalhabilidade do concreto. A execução do teste é realizada de acordo com a mistura entre a areia (agregado miúdo), brita 0 e 1 (agregado graúdo), água e o resíduo de borracha de pneu, onde as amostras são previamente pesadas, dando início então à homogeneização de todos componentes em uma betoneira. Os equipamentos utilizados como auxílio para a efetivação desse teste são um molde, uma haste de adensamento e uma placa de base. Dito isso, a operação é feita com base na compactação do concreto em moldes cilíndricos com três camadas distribuídas, de 25 golpes, posteriormente, a fôrma do cone é removida, analisando qual o abatimento adquirido, e se o mesmo alcançará uma consistência satisfatória ao que é exigido.

Tendo em vista, que o ensaio de slump test possibilita averiguar a consistência do concreto, o mesmo teste e mistura, também possibilita auxiliar no adensamento do concreto em 20 corpos de prova, que serão moldados a partir de duas camadas de 15 golpes, antecipando esse processo untando-os com desmoldante, com o propósito de facilitar, a retirada após a secagem. Ao decorrer de um período de 24 horas, os corpos de prova são mantidos em um local aberto, levando-os em seguida para uma câmara úmida. É de suma importância que os mesmos sejam mantidos em confinamento na câmara úmida, respeitando as exigências da norma e conseqüentemente o tempo de cura estabelecido.

A determinação da dosagem do concreto é realizada utilizando os critérios do método ABCP (Associação Brasileira de Cimento Portland). Perante as normas da ABCP, é possível obter um estudo mais preciso do fcd, do abatimento e desvio padrão (Sd) a fim de corresponder aos respectivos componentes que devem compor o concreto, além de estabelecer a quantidade de água de amassamento necessária, a relação água/cimento (a/c), a partir de tabelas, quadros e cálculos de suma importância para o desenvolvimento do traço. Dessa forma, encontra-se a medida primordial da massa de cimento, do agregado miúdo, agregado graúdo, da água e por fim, a quantidade de fibra de borracha de pneu que

será consumida.

Além disso, a escolha do fator água/cimento é relacionado diretamente com os critérios obtidos por meio da curva de Abrams, dependendo precisamente da resistência à compressão que necessita alcançar. Para a quantidade de água que deve conter no concreto, em primeira instância, a granulometria tem de ser analisada em consenso com a forma dos grãos, logo após, o consumo de cimento precisará ser estimado, decorrente da relação água/cimento e do consumo de água. Tratando-se do consumo de agregados, será realizado a mistura dos componentes do teor ótimo do agregado miúdo e graúdo, correspondente ao volume de agregado compactado seco por metro cúbico de concreto. Calcula-se assim, o traço do concreto, onde, baseia-se pela massa em relação ao valor unitário do cimento.

Segundo Andolfato (2002), uma das propriedades mecânicas de grande relevância para o desempenho do concreto é a resistência à compressão, tanto por razões firmadas do mesmo trabalho de modo fundamental, como também por apresentar características que concedem relações empíricas que admite ofertar outros parâmetros físicos. Sendo assim, poderá ser realizado o teste de resistência à compressão, onde os materiais deverão ser retirados da câmara úmida e estarem devidamente secos.

Para estabelecer os respectivos valores da resistência à compressão do concreto, o ensaio será executado conforme a norma ABNT NBR 5739 (2018). O método a ser praticado necessitará de uma prensa hidráulica de compressão que ajudará a ter conhecimento dos resultados, que após os rompimentos dos corpos de prova, em uma faixa de 7, 14, 21 e 28 dias de cura, será possível analisar as informações e determinar se o experimento alcançou ou não as exigências do projeto.

4 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Massa específica e massa unitária

Em laboratório foram realizados os ensaios e coletadas as informações que são de extrema importância para determinação da massa unitária e massa específica dos agregados graúdos (brita) e miúdo (areia), do cimento e do resíduo de borracha de pneu. Assim, através desses dados coletados (tabela 3) foi possível verificar se os mesmos atendem às exigências especificadas por norma.

Material	Massa Específica (g/cm ³)	Massa Unitária (g/cm ³)
Areia grossa	2,67	1,52
Borracha de pneu	1,19	0,58
Brita 1	2,91	1,65

Brita 0	2,78	1,45
Brita 1 + Brita 0	2,7	1,53
Cimento	3	1,2

Tabela 3 - Resultados obtidos dos ensaios realizados em laboratórios da massa específica e massa unitária

Fonte: Autor, 2021

Como pode ser observado na tabela 3, os valores encontrados em laboratório estão de acordo com os vistos em referências estudadas e atendem às exigências impostas por normas.

4.2 Granulometria

A partir do ensaio granulométrico realizado de acordo com a ABNT NBR NM 248 (2003), foi possível verificar as dimensões dos agregados graúdos, miúdos e do resíduo de borracha (figura 8).

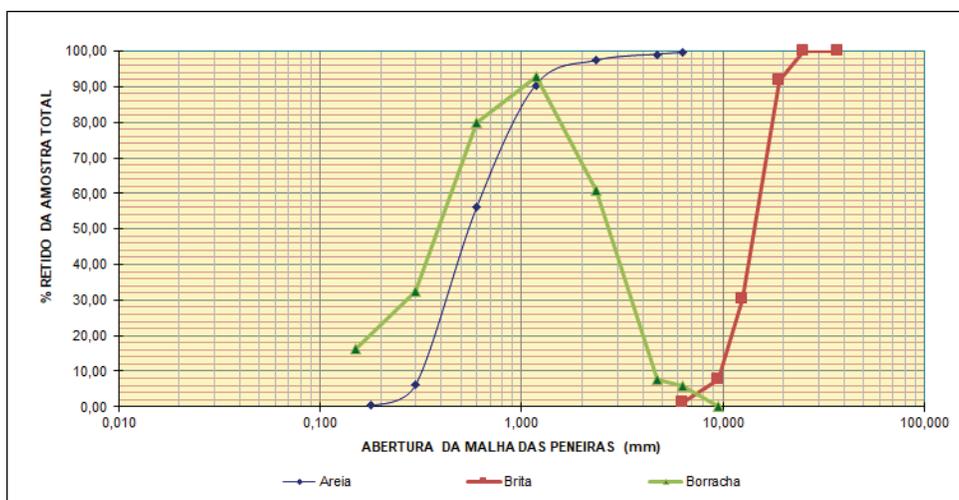


Figura 8: Granulometria do agregado graúdo (brita), agregado miúdo (areia) e do resíduo de borracha

Fonte: Autor, 2021

Assim, por meio da análise da curva granulométrica (figura 8) da areia, percebe-se que a mesma está localizada na zona ótima, segundo a ABNT NBR 7211:2019, por possuir o módulo de finura de 2,51, sendo classificada então como areia média. Já a borracha por possuir módulo de finura de 3,612, encontra-se dessa forma, dentro do limite dos valores descobertos na literatura, alcançados por Fazzan (2011), que variam entre 3,81 à 3,14 (Silva Júnior, 2014). E por fim, a brita 1 mostra uma boa graduação com diâmetro máximo de 25 mm.

4.3 Determinação do traço

Através das tabelas e equações situadas na norma da ABCP (Associação Brasileira de Cimento Portland), calcula-se então a relação água/cimento, de acordo com a Curva de Abrams e, o desvio padrão, cujo valor adotado foi de 5,5. Posteriormente define-se então os materiais, os resíduos de borracha e suas respectivas caracterizações. Além disso, foi estabelecido o consumo de cada insumo, determinando assim, o traço do concreto, onde, tem-se como referência a resistência mínima de 25 MPa. Com isso, foi alcançado um traço referência como relata na equação 1, no qual, são valores correspondentes a proporção de cimento, dos agregados e da água de amassamento que compõem o concreto:

$$1:1,93:2,69:0,48$$

eq. 1

A análise do concreto é um estudo fundamental, sendo assim, foi designado a rodagem de 3 traços distintos, onde foi necessário rodar um traço de referência, ou seja, sem a adição de fibras de borracha de pneu, outro contendo 3% de adição de resíduo de borracha sem saturação, e o último traço contendo o mesmo percentual de borracha, entretanto, com saturação. Tendo em vista os dados propostos, foram então confeccionados 20 corpos de provas de dimensões 10x20 cm para cada traço.

4.4 Trabalhabilidade

Para verificar a fluidez do concreto é necessário realizar o ensaio de tronco cone (slump test), analisando assim, sua trabalhabilidade e seu adensamento. A tabela 4 mostra os valores encontrados no ensaio.

Traço	Abatimento em cm
Adição de 3%	2
Adição de 3% Saturada	4,25
Referência	4,8

Tabela 4 - Resultados obtidos dos abatimentos realizados

Fonte: Autor, 2021

Com os valores obtidos (tabela 4) através dos ensaios realizados, observou-se que o concreto com adição de borracha teve uma perda de trabalhabilidade (figuras 9 e 10), conforme visto em literatura, principalmente o concreto insaturado (figura 9), realizado sem adição de borracha saturada, por outro lado ocorreu um aumento em sua resistência, uma vez que a borracha retém parte da água da mistura.



Figura 9: Concreto insaturado com abatimento de 2 cm

Fonte: Autor, 2021



Figura 10: Concreto saturado com abatimento de 4,25 cm

Fonte: Autor, 2021

4.5 Determinação das propriedades mecânicas do concreto

4.5.1 *Compressão axial*

Foram realizados os rompimentos por compressão axial (figura 11) e os resultados são apresentados na figura 12, onde verifica-se que o concreto insaturado obteve maior

resistência, com 23,18 MPa, em comparação ao concreto saturado que alcançou 20,43 MPa, no entanto, o concreto saturado teve melhor trabalhabilidade, mas ambos apresentaram uma resistência inferior ao concreto de referência, que obteve um valor de 29,69 MPa.



Figura 11: Rompimentos dos corpos de prova por compressão axial

Fonte: Autor, 2021

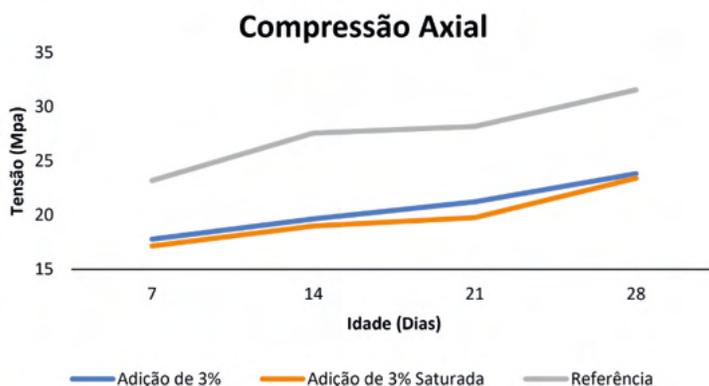


Figura 12: Resultados dos rompimentos dos corpos de prova por compressão axial

Fonte: Autor, 2021

Esse baixo valor de resistência se deve a baixa aderência entre a matriz cimentícia e a fibra de borracha de pneu, devido não ter ocorrido nenhum tratamento prévio nesses resíduos de borracha, podendo então, ser utilizado apenas na construção de elementos que não necessitem de altas resistências.

4.5.2 Módulo de Elasticidade

Os ensaios de módulos de elasticidade (figura 13), processo capaz de verificar a relação entre a tensão e deformação dos corpos de prova, foram realizados em laboratório e os resultados são apresentados na figura 14, onde é possível verificar que o concreto que conseguiu suportar maior tensão ao final dos 28 dias foi o concreto insaturado, que obteve 33,07 GPa, sendo justificado pela distribuição da carga na fibra da matriz, por ser distribuída de maneira aleatória no concreto.



Figura 13: Módulo de elasticidade

Fonte: Autor (2021)

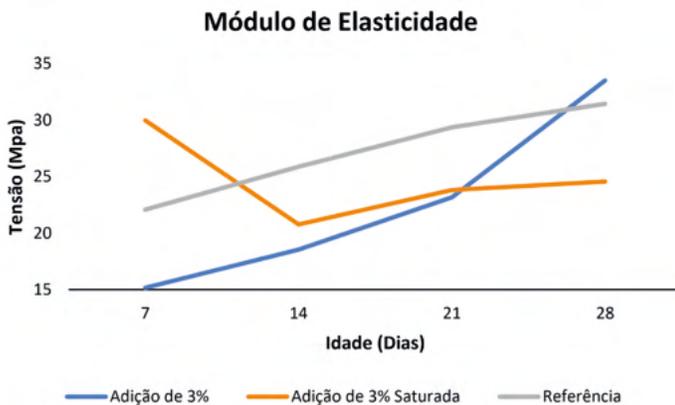


Figura 14: Resultados do módulo de elasticidade

Fonte: Autor (2021)

51 CONCLUSÃO

O concreto sustentável com adição de resíduos de borracha de pneu é um novo método utilizado na construção civil em prol da sustentabilidade e meio ambiente, que vêm sendo desenvolvida, em busca de redução dos impactos ambientais, da poluição atmosférica e dos descartes de resíduos de maneira inadequada, que acarretam não só problemas ambientais, mas também, problemas sanitários e socioeconômicos. Dessa forma, realizou-se um estudo em relação ao concreto de referência, e a combinação do concreto com adição do resíduo borracha de pneu saturado e insaturado.

Assim, esse estudo verificou a viabilidade de utilização de resíduos de borracha de pneus no concreto com fins estruturais, objetivando resultados satisfatórios de trabalhabilidade, resistência e viabilidade econômica, com a finalidade de contribuir com o desenvolvimento sustentável e aprimoramento do estudo do concreto com adição de resíduos.

Com base nas informações e dados coletados dos ensaios, verificou-se que o concreto com adição de borracha insaturada, apesar de apresentar menor trabalhabilidade, obteve um aumento em sua resistência em relação ao resíduo saturado, no entanto, sua resistência ainda assim foi inferior à do concreto de referência.

Em contrapartida, ao analisar o módulo de elasticidade do concreto insaturado, verificou-se que essa inserção foi benéfica por trazer melhorias no módulo de elasticidade, em comparação ao concreto com adição de resíduo de borracha saturada.

Conclui-se, que o estudo realizado com adição de resíduos de borracha de pneu, apresentou boa performance para aplicação na construção civil em setores que não necessitam de uma elevada resistência. Logo, é recomendado que as fibras de borracha sejam aplicadas em obras e construções para fins não estruturais, como é o caso de calçadas, meios-fios, estradas, obras de pavimentação, muros de contenção, bancos de assento, para melhor isolamento térmico, ciclovias, dentre diversos outros fatores, e além disso, é benéfico para o meio ambiente e a natureza.

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, Luiz. **Concreto: Aula 14**. Documento eletrônico. Disponível em: <<http://www.fec.unicamp.br/~almeida/au405/Concreto.pdf>>. Acesso em 15 mar. 2021.

ANDOLFATO, R. P. Controle tecnológico básico do concreto. **Nepae - Núcleo de ensino e pesquisa da alvenaria estrutural**. Documento eletrônico. Disponível em: <<https://www.feis.unesp.br/Home/departamentos/engenhariacivil/nepae/control-tecnologico-basico-do-concreto.pdf>>. Acesso em: 05 abr. 2021.

ANDRIETTA, A.J. Pneus e meio ambiente: **Um grande problema requer uma grande solução**. Disponível em: <<http://www.reciclarepreciso.hpg.ig.com.br/recipneus>>. Acesso em: 26 de junho de 2021.

ANIP - ASSOCIAÇÃO NACIONAL DA INDÚSTRIA DE PNEUMÁTICOS. **A Fabricação do Pneu**. São Paulo, 2018. Disponível em: <<https://www.anip.org.br/fabricacao/>>. Acesso em: 03 de Jul. de 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND - ABCP. **Guia Básico de utilização do cimento Portland**. 7. ed. São Paulo:[s.n.], 2002. 28 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12142** - Concreto – Determinação da resistência à tração na flexão de corpos de prova prismáticos, Rio de Janeiro, 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16697** - Cimento Portland - Requisitos, Rio de Janeiro, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5738** - Concreto — Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova, Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5739** - Concreto - Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos, Rio de Janeiro, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7211** - Agregados para concreto – Especificação. Rio de Janeiro, 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 16889** - Concreto – Determinação da consistência pelo abatimento do tronco de cone. Rio de Janeiro. 2020.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 16916** - Agregado miúdo - Determinação da densidade e da absorção de água, Rio de Janeiro, 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 248** - Agregados – Determinação da composição granulométrica, Rio de Janeiro, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 45** - Agregados – Determinação da massa unitária e do volume de vazios, Rio de Janeiro, 2006.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 53** - Agregado graúdo – Determinação de massa específica, massa específica aparente e absorção de água, Rio de Janeiro, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM ISO 3310-1** - Peneiras de ensaio - Requisitos técnicos e verificação. Parte 1: Peneiras de ensaio com tela de tecido metálico (ISO 3310-1, IDT). Rio de Janeiro, 2010.

BANCO NACIONAL DE DESENVOLVIMENTO – BNDES. Panorama da indústria de pneus no Brasil: ciclo de investimentos, novos competidores e a questão do descarte de pneus inservíveis. **Setorial**, Rio de Janeiro, n. 25, 2007. P. 170-130.

BARETTA, Carolina; PIOVESAN, Angela Zamboni. Análise comparativa entre o uso de concreto convencional e auto adensável em peças pré-moldadas de concreto armado. **Conhecimento em Construção**, v. 6, 22 ago. 2019., p. 7-20.

BOAVENTURA, Márcio C. **Avaliação da resistência à compressão de concretos produzidos com resíduos de pneus.** Feira de Santana/BA, 2011. Monografia ao curso de Engenharia Civil, Universidade Estadual de Feira de Santana.

Brasil. Conselho Nacional do Meio Ambiente. - "Resolução nº 416, 20 de setembro de 2009", IBAMA, Brasília (2009). Disponível em: <<http://www.ipaam.am.gov.br/wp-content/uploads/2021/01/Conama-416-Destina%C3%A7%C3%A3o-de-pneus.pdf>>. Acesso em: 25 jun. 2021.

BRASILEIRO, L.L.; MATOS, J.M.E. Revisão bibliográfica: reutilização de resíduos da construção e demolição na indústria da construção civil. **SciELO**, p. 181-185, 2015.

CEMPRE – COMPROMISSO EMPRESARIAL PARA RECICLAGEM. **Taxas de reciclagem.** São Paulo, 2020. Disponível em: <<http://cempre.org.br/artigo-publicacao/ficha-tecnica/id/7/pneus>>. Acesso em: 19 de mar. de 2021.

COUTO, J. et al. O concreto como material de construção. **Cadernos de graduação - ciências exatas e tecnológicas.** SERGIPE, v. 1, n.17, p.49-58, out. 2013.

DAMASCENO, Flavio A. et al. Propriedades físicas, mecânicas e térmicas de telhas de concreto fabricadas com adição de diferentes materiais isolantes. **Reveng**, Viçosa - MG, nº 5,V.23, Out. 2015, p. 406-417.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE ESTRADAS DE RODAGEM. **DNER – ME 194/98** – Agregados - determinação da massa específica de agregados miúdos por meio do frasco Chapman, Rio de Janeiro, 1998.

FREITAS, C. **Estudo do desempenho mecânico de concreto com adição de partículas de borracha para aplicação como material de reparo em superfícies hidráulicas.** Curitiba, 2007. 136 p. Dissertação de Mestrado em Construção Civil. Universidade Federal do Paraná, 2007.

GIUGLIANO, Eduardo. **Propriedades e características dos materiais concreto e aço.** Documento eletrônico. Disponível em: <https://www.politecnica.pucrs.br/professores/giugliani/ARQUITETURA_-_Sistemas_Estruturais_II/01_Propriedade_e_Caracteristica_dos_Materiais.pdf>. Acesso em: 25 abr. 2021.

GUTFREIND, H.; AURICH, M. **Concreto armado 1.** Documento eletrônico. Disponível em: <<https://pt.scribd.com/document/382784548/Apostila-Concreto-Armado-I-pdf>>. Acesso em: 06 abr. 2021.

HELENE, P.; ANDRADE, T. Concreto de Cimento Portland. In: INO, A. et al. **Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais.** 3. ed. Revisada e Atualizada. São Paulo: Ibracon, Geraldo C. Isaia, 2017. Capítulo 29, p 905-944.

ISAIA, G. C. **Concreto: ciência e tecnologia.** São Paulo: Ibracon, 2011. p. 1968.

JOHN, F.; THOMAS, S.W.F. Concrete roof tile. Patente dos EUA USD348317 S, 28 de junho de 1994.

JÚNIOR, Francisco, A. S. **Avaliação do efeito da adição de resíduo de borracha de pneu e brita calcária na formulação de compósitos cimentícios**. Natal, RN, 2014. 184 p. Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Centro de Ciências Exatas e da Terra. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais.

LIRA, W. S.; CÂNDIDO, G. A. Gestão sustentável dos recursos naturais: uma abordagem participativa. **EDUEPB**. Campina Grande, 2013, 326p.

METHA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **CONCRETO: Microestrutura, Propriedades e Materiais**. 2. ed. São Paulo: IBRACON, 2014. p. 782.

MIRANDA, Marcos Paulo de Souza. Pneumáticos inservíveis e proteção do meio ambiente: problemas e soluções. **Revista Jus Navigandi**, ISSN 1518-4862, Teresina, n° 1092, jun. 2006.

NETO, B. B. P.; OLIVEIRA, D. R. C. RAMOS, D. Efeitos do tipo, tamanho e teor de agregado graúdo no módulo de deformação do concreto de alta resistência. **Revista Matéria**, v. 16, n. 2, p. 690 – 702, 2011.

NEVILLE A. M.; BROOKS, J. J. **Tecnologia do concreto**. 2. ed. Porto Alegre: Bookman, 2013, 448p.

NEVILLE, A. M. **Propriedades do Concreto**. Tradução: Ruy A. Cremonimi. 5.ed. Porto Alegre: Bookman, 2016.

PEIXOTO, R.A.F.; TINOCO, I.F.F.; SARAZ, J.O. ; PAULA, M.O. ; GATES, R. Elaboración y evaluación de tejas de concreto en arcilla expandida para uso como coberturas de estructuras pecuarias. **Revista Facultad Nacional de Agronomía**, v.65, n.2, p.5651-5660, Medellín, 2010.

PINHEIRO L. M; MUZARDO C. D; SANTOS S. P. Fundamentos do concreto e projetos de edifícios. **USP – EESC – Departamento de Engenharia de Estruturas**. Documento eletrônico. Disponível em: <http://coral.ufsm.br/decc/ECC1006/Downloads/Apost_EESC_USP_Libanio.pdf>. Acesso em 02 mar. 2021.

RECICLANIP. **Indústria nacional de pneus ultrapassa meta de destinação do Ibama**. São Paulo, 2018. Disponível em: < <https://www.reciclanip.org.br/noticia/industria-nacional-de-pneus-ultrapassa-meta-de-destinacao-do-ibama/>>. Acesso em 18 de junho de 2021.

SANTOS, Aline da Rocha. et al. Desenvolvimento E Caracterização De Blocos De Concreto Translúcido. **Revista Científica UMC**. Mogi das Cruzes – SP, v. 2, n. 1, p.1-15, outubro de 2018.

SANTOS, Rebeca M. **Sugestões de aplicação Concreto Borracha em obras civis**. Boa Vista RR, 2018, 91 p. TCC (Bacharel em Engenharia Civil) - na Universidade Federal de Roraima.

SEST Senat. Documento eletrônico. Disponível em: <<https://www.sestsenat.org.br/imprensa/noticia/cerca-de-450-mil-toneladas-de-pneus-sao-descartados-por-ano-no-brasil>>. Acesso em 22 jan. 2021.

SILVA JÚNIOR, Francisco Alves da. **Avaliação do efeito da adição de resíduos de borracha de pneu e brita calcária na formulação de compósitos cimentícios**. Natal, 2014. 184 p. Tese (Doutorado), Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

SILVA, Anna Jacqueline Santos; et al. Desenvolvimento de concreto colorido de alta resistência por meio do uso de pigmentos, cura térmica e pó de quartzo. **Revista Brasileira de Iniciação Científica**. São Luís, v. 3, n. 3, p. 27-35, v abr./jun. 2016.

SILVA, Gustavo, A. **Diagnóstico do setor de agregados para construção civil na região metropolitana de Natal - RN**. Recife, 2012. 193 p. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral.

SOARES, F. D. N. **Desempenho Mecânico e Durabilidade de concretos com uso de resíduos da construção civil (RCC) na substituição parcial dos agregados graúdo e miúdo**. Ijuí, 2017, 94 p. Trabalho de conclusão de curso de engenharia civil da Universidade Regional do Noroeste do estado do Rio Grande do Sul.

VALCARENGHI, C.; PIOVESAN, A.Z. **Análise das propriedades físicas e mecânicas nas telhas de concreto fabricadas na cidade de Herval d'Oeste**. Unoesc & Ciência – ACET, v.2, n.1, p.19-30, Joaçaba, SC, 2011.

VIEIRA, Ana. P. N. B. **Viabilidade técnica da fabricação de compósito utilizando fibra de pneu na fabricação de blocos intertravados**. Natal, RN, 2014. 83 p. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Programa de pós-graduação em Engenharia Mecânica.

VIEIRA, S. P. **Propriedades do concreto autoadensável com diferentes tipos de adições**. Brasília, DF, 2017. 126 p. Dissertação (Mestrado em Estruturas e Construção Civil), Publicação E.DM-06A/17, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília.

CAPÍTULO 11

AVALIAÇÃO DA BORRACHA NATURAL EPOXIDADA COMO UM POSSÍVEL MATERIAL AUTORREPARÁVEL

Data de aceite: 01/10/2021

Data de submissão: 06/08/2021

Duane da Silva Moraes

Universidade do Vale do Rio dos Sinos –
Unisinos
São Leopoldo – RS
<http://lattes.cnpq.br/8535434625876752>

Helena Mesquita Biz

Universidade do Vale do Rio dos Sinos –
Unisinos
São Leopoldo – RS
<http://lattes.cnpq.br/4704815684618680>

Tatiana Louise Avila de Campos Rocha

Universidade do Vale do Rio dos Sinos –
Unisinos
São Leopoldo – RS
<http://lattes.cnpq.br/9378565098589680>

Cristiane Krause Santin

Universidade do Vale do Rio dos Sinos –
Unisinos
São Leopoldo – RS
<http://lattes.cnpq.br/8668574495269159>

RESUMO: O termo “*self-healing*” pode ser definido como a capacidade de um material em reparar danos automaticamente, associados à sua estrutura química e interações. Nesse contexto, a estrutura da Borracha Natural Epoxidada, que contém grupos epóxi extremamente reativos, os quais promovem interações por ligações de hidrogênio, torna esse polímero um possível

material autorreparável. Neste trabalho, uma amostra de ENR contendo 50% molar de grupos epóxi (ENR50) foi caracterizada pelas análises de ATR-FTIR e TGA. O processo de reticulação da ENR50 com Peróxido de Dicumila, Trialilcianurato e Óxido de Zinco foi estudado. As amostras foram caracterizadas em termos de sua densidade de reticulação, expansão em solvente e massa molar média das cadeias reticuladas por meio do Teste de Inchamento em Tolueno. O comportamento da autorreparação foi avaliado qualitativamente e classificado por indicadores de nível criados neste trabalho. Observou-se o potencial da ENR50 como um material autorreparável, porém, fatores como o agente de reticulação, porcentagem e condições do processo de reticulação devem ser monitorados e pré-estabelecidos.

PALAVRAS - CHAVE: DCP. ENR50. Reticulação com peróxido. Autorreparação.

EVALUATION OF EPOXIDIZED NATURAL RUBBER AS A POSSIBLE SELF-HEALING MATERIAL

ABSTRACT: The term “self-healing” can be defined as the ability of a material to automatically repair damage associated with its chemical structure and interactions. In this context, the structure of Epoxidized Natural Rubber, which contains extremely reactive epoxy groups, which promote interactions by hydrogen bonds, makes this polymer a possible self-repairable material. In this work, an ENR sample containing 50% molar epoxy groups (ENR50) was characterized by ATR-FTIR and TGA analyses. The crosslinking process of ENR50 with Dicumyl Peroxide,

Triallylcyanurate and Zinc Oxide was studied. The samples were characterized in terms of their crosslinking density, solvent expansion and average molar mass of the crosslinked chains using the Toluene Swelling Test. The self-repair behavior was qualitatively evaluated and classified by level indicators created in this work. The potential of ENR50 as a self-repairing material was observed, however, factors such as the crosslinking agent, percentage and conditions of the crosslinking process must be monitored and pre-established.

KEYWORDS: DCP. ENR50. Peroxide crosslinking. Self-healing.

1 | INTRODUÇÃO

Inspirado na capacidade de autorreparação dos sistemas biológicos, o desenvolvimento de materiais com essa mesma capacidade tem sido objeto de estudo de diversas pesquisas científicas. Na natureza, o mecanismo de autorreparação pode ocorrer em moléculas simples, como por exemplo, o reparo do DNA, bem como em nível microscópico, como a fusão de ossos quebrados e a cura de lesões em vasos sanguíneos (HAGER *et al.*, 2010).

Os materiais de autorreparação incluem um grupo grande e em desenvolvimento de materiais capazes de reparar sua estrutura química e propriedades mecânicas de forma autônoma ou com estímulo externo. Esses materiais são classificados em dois grupos principais: não autônomos, que requerem intervenções externas, como calor ou luz, para ativar sua característica de autorreparação, e autônomos, em que o dano atua como estímulo para que o processo de cura inicie (HAGER *et al.*, 2010). O mecanismo de autorreparação também pode ser dividido em intrínseco, que se baseia na ligação reversível dinâmica, incluindo ligações covalentes e interações intermoleculares, que compõem o material, ou extrínseco quando são adicionados à matriz, em geral polimérica, microrecipientes que abrigam o agente autorreparável (ZHANG *et al.*, 2017). As capacidades dos materiais autorreparáveis consistem não apenas em estender a vida útil do produto, mas também aumentar a confiabilidade de seu uso e reduzir o desperdício de recursos (ZHANG *et al.*, 2017).

As interações intermoleculares das ligações de hidrogênio são utilizadas para construir compostos autorreparáveis através de redes supramoleculares, uma vez que essas ligações são mais fracas do que as presentes na rede e, portanto, serão rompidas quando ocorrer algum dano no material e se reformarão devido ao seu caráter dinâmico (HERBST *et al.*, 2013; URDL *et al.*, 2017). Phadke *et al.* (2012) propuseram que o autorreparo poderia ser alcançado incluindo na rede polimérica, cadeias hidrocarbônicas laterais contendo grupos funcionais polares, os quais mediarão as ligações de hidrogênio através de duas partes da cadeia. Chen *et al.* (2012) estudaram a produção de um elastômero termoplástico multifásico combinando rigidez e cura espontânea, utilizando um esqueleto de Poliestireno como a fase dura e Poliacrilamida como a fase macia, uma vez que o grupo funcional amida secundária apresenta dupla funcionalidade de doar e receber elétrons. A Borracha Natural

(NR) é um biopolímero, composto por unidades de isopreno (C_5H_8)_n unidas entre si através de uma configuração poli(cis-1,4-isopreno), além de outros componentes, como proteínas, minerais, carboidratos e lipídios (VAN BEILEN & POIRIER, 2007; RIPPEL & GALEMBECK, 2009). Quando a Borracha Natural reage com o Ácido Performico (produzido *in situ* pela reação entre o Peróxido de Hidrogênio e o Ácido Fórmico), obtém-se a Borracha Natural Epoxidada (ENR) (SANTIN *et al.*, 2012; GNECCO *et al.*, 1996; GAN & NG, 1986).

Os grupos epóxi altamente reativos presentes na estrutura química da ENR tornam esse polímero um possível material autorreparável. Rahman *et al.* (2013) avaliaram a característica autorreparadora de amostras de borracha natural epoxidada com dois níveis de epoxidação: 25 e 50% (molar), ENR25 e ENR50 respectivamente, e compararam o comportamento encontrado com o da borracha não funcionalizada, poli(cis-1,4-isopreno) (PISP). Os autores observaram a autorreparação de danos balísticos em corpos de prova produzidos com ENR50 e misturas de ENR50/PISP, contendo pelo menos 25% (em massa) de ENR50. Fatores como a mobilidade das cadeias macromoleculares, o nível de epoxidação e a presença de porções polares originadas da abertura do anel epóxi desempenham um papel significativo no autorreparo do dano balístico (RAHMAN *et al.*, 2013). Para evitar o fluxo de cadeias poliméricas durante o manuseio dos elastômeros é necessário promover a formação de uma estrutura em rede tridimensional no material, as quais são chamadas de reticulações.

O objetivo deste trabalho é verificar o potencial de autorreparação de uma amostra de Borracha Natural Epoxidada contendo 50% molar de grupos epóxidos (ENR50). Foram realizados estudos sobre os processos de autorreparação, bem como sobre o tipo de agente e as condições ideais do processo de reticulação, a fim de se obter um material elastomérico e autorreparável. Além disso, o processo de reticulação da ENR50 via peróxidos, apresentado na Figura 1, e a relação entre o nível de reticulação e a capacidade de autorreparação do elastômero foram avaliados.

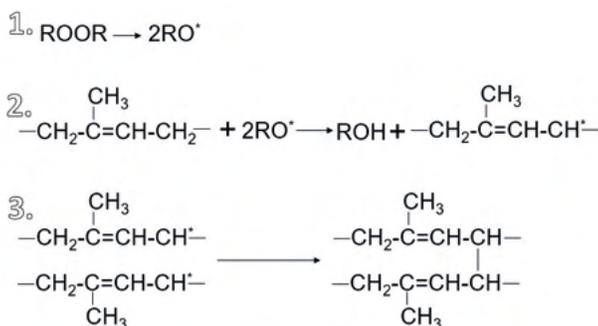


Figura 1. Processo de reticulação da Borracha Natural via peróxido. (KRUZELÁK *et al.*, 2014)

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

A amostra de Borracha Natural Epoxidada foi fornecida pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul, contendo 50% (molar) de grupos epóxidos, denominada ENR50. Para a reticulação da ENR50, Peróxido de Dicumila (DCP) purificado foi usado como agente de reticulação, Trialilcianurato (Rhenogran TAC-50) com pureza de 40 a 60% (m/m), adquirido da Rhein Chemie, foi usado como coagente de reticulação, e Óxido de Zinco comercial foi usado como ativador da reação. Metanol P.A. e Tolueno P.A. adquiridos da empresa Neon, e Diclorometano P.A. adquirido da Synth foram usados como solventes, sem qualquer purificação prévia.

2.2 Reticulação da ENR50

A ENR50 foi reticulada com Peróxido de Dicumila purificado (RAHMAN *et al.*, 2013), por meio de dois procedimentos experimentais descritos a seguir.

2.2.1 Procedimento Experimental 1

Inicialmente, a amostra de ENR50 foi solubilizada em Tolueno P.A., na proporção de 15 mL de solvente/g de polímero (NETO, 1999), sob agitação e aquecimento a 60 °C. Em seguida, DCP, previamente dissolvido em Diclorometano, foi adicionado ao sistema e a temperatura alterada para 100 °C para a evaporação do solvente. O sistema foi transferido para placas de petri e seco em estufa a 60 °C. Para a confecção dos corpos de prova, as amostras foram prensadas em Prensa Hidráulica, marca FKL e modelo XP30, sob aquecimento e com aplicação de 200 kN de força, conforme descrito na Tabela 1. Após o tempo de prensagem, as amostras foram resfriadas a 60 °C também sob aplicação de força. A massa de peróxido adicionada à borracha foi variada em 0,5 e 1,5% da massa do elastômero inserido no procedimento.

2.2.2 Procedimento Experimental 2

O uso de coagentes durante o processo de reticulação de elastômeros, principalmente quando é utilizado peróxido como agente reticulante, reduz a ocorrência de reações indesejadas que competem pelos radicais peróxidos e prejudicam a reticulação do elastômero (FAGUNDES, 2011). Dessa forma, uma segunda rota experimental foi desenvolvida, incluindo no processo, além do Peróxido de Dicumila (DCP), o Trialilcianurato (TAC) como coagente de reticulação e o Óxido de Zinco como ativador da reação. Assim, após a solubilização completa da amostra de ENR50 em Tolueno P.A., conforme descrito no procedimento experimental 1, foram adicionados ao sistema, o DCP, o Óxido de Zinco e o TAC previamente dissolvidos em Diclorometano. O sistema foi transferido para placas de petri, mantido em temperatura ambiente para evaporação do solvente por 24 horas e, por

fim, seco em estufa a 60 °C. A confecção dos corpos de prova seguiu o mesmo processo experimental descrito anteriormente e as condições de prensagem estão discriminadas na Tabela 1.

Identificação	Reagentes			Condições de Prensagem ^c		
	DCP (%)	ZnO (%)	TAC50 (%) ^a	T (°C)	Δt (min)	Molde
Amostra 1	0,5	-	-	180	12 ^b	Circular ^c
Amostra 2	1,5	-	-	180	12 ^b	
Amostra 3	0,5	-	-	150	15	Retangular ^d
Amostra 4	1,5	-	-	150	15	
Amostra 5_a	0,5	-	-	160	20	
Amostra 5_b					40	
Amostra 5_c					60	
Amostra 6_a	1,5	-	-	160	40	
Amostra 6_b					60	
Amostra 7_a	0,5	0,625	0.25	160	20	
Amostra 7_b					40	
Amostra 8_a	1,5	1,875	0.75	160	20	
Amostra 8_b					40	

a) Pureza do reagente igual 50%.

b) Após 2 minutos de prensagem, a amostra foi retirada do equipamento e ajustada no molde para, então, ser submetida a mais 10 minutos de aquecimento.

c) Dimensões: 12 mm de diâmetro e 2 mm de espessura.

d) Dimensões: 50 mm de comprimento, 15 mm de largura e 4 mm de espessura.

Tabela 1. Formulações e condições de prensagem.

2.3 Caracterização

A amostra ENR50 foi inicialmente caracterizada através das análises de ATR-FTIR e TGA, e as amostras reticuladas foram submetidas ao Teste de Inchamento e ao Ensaio de Autorreparação.

2.3.1 Espectroscopia no infravermelho por transformada de fourier com reflexão total atenuada (ATR-FTIR)

A análise de FTIR foi realizada em um espectrômetro da empresa Agilent Technologies modelo Cary 630, com o acessório ATR, dispensando a preparação prévia das amostras, e cristal de Selênio e Zinco. As condições utilizadas foram: 32 varreduras, resolução de 16 cm⁻¹ e a faixa de absorção compreendendo a região entre 650 cm⁻¹ e 4000 cm⁻¹.

2.3.2 Termogravimetria (TGA)

A análise de TGA foi realizada em um analisador térmico simultâneo PerkinElmer, modelo STA8000. O programa de aquecimento utilizado foi de 25 °C a 820 °C, com velocidade de aquecimento de 10 °C/ min, sob atmosfera inerte de N₂.

2.3.3 Teste de inchamento

A eficiência do procedimento de reticulação para as amostras 1 a 8 foi avaliada por meio do Teste de Inchamento, seguindo a Norma Americana D6814-02 (ASTM, 2018). Inicialmente, foi determinado a massa inicial das amostras e, posteriormente, elas foram submersas em Tolueno, mantidas por 24 horas em temperatura ambiente. Em seguida, o excesso de solvente foi retirado da superfície das amostras e pesou-se a amostra inchada (peso final). Por fim, as amostras foram secas em estufa a 70 °C durante 16 h. A amostra ENR50 não reticulada também foi analisada, a fim de utilizá-la como amostra branco neste teste.

As massas inicial e final foram registradas para calcular o grau de inchamento (α) de acordo com a Equação 01 (JORGE *et al.*, 2009), a densidade de reticulação (v_e) através da Equação 02 (ASTM, 2018), e a massa molar média das cadeias reticuladas (M_c), de acordo com Teoria de Flory-Rehner, definida pela Equação 05.

$$\alpha (\%) = \frac{(W_f - W_i)}{W_i} \times 100 \quad (1)$$

$$v_e = \frac{-[\ln(1 - V_r) + V_r + x_1 V_r^2]}{[V_1(V_r^{1/3} - V_r)/2]} \quad (2)$$

Onde:

W_f = massa da amostra após inchamento;

W_i = massa da amostra inicial;

v_e = número efetivo de cadeias reticuladas por unidade de volume;

x_1 = parâmetro de interação polímero-solvente;

V_1 = volume molar do solvente;

V_r = fração volumétrica de polímero em uma rede inchada em equilíbrio com o solvente puro, calculada conforme a Equação 03.

$$V_r = \frac{\left(\frac{M_{\text{borracha seca}}}{\rho_{\text{borracha}}}\right)}{\left(\frac{M_{\text{borracha seca}}}{\rho_{\text{borracha}}}\right) + \left(\frac{M_{\text{solvente absorvido}}}{\rho_{\text{solvente}}}\right)} \quad (3)$$

A massa de solvente absorvido pela amostra foi calculada pela diferença entre a massa inicial da borracha (W_i) e a massa da borracha inchada (W_f). A densidade do solvente foi obtida da Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos (FISPQ) do fabricante e a densidade da borracha seca, por sua vez, foi determinada conforme

indicado na Norma D6814-02 (ASTM, 2018) e calculada a partir da Equação 4, mostrada abaixo.

$$\rho_{borracha} (g/cm^3) = \frac{0,7913xA}{(A-B)} \quad (4)$$

$$MC = \frac{V_1 \rho_{borracha} \left(V_r^{1/3} - \frac{V_r}{2} \right)}{-[\ln(1-V_r) + V_r + x_1 V_r^2]} \quad (5)$$

Onde:

A = massa do corpo de prova medida no ar (g);

B = massa da amostra medida em metanol (g)..

2.3.4 ENSAIO DE AUTORREPARAÇÃO

A capacidade de autorreparação da ENR50 foi avaliada por meio de um teste qualitativo (SANDER, 2018). Os corpos de prova obtidos das amostras 1 a 8 e da ENR50 não reticulada foram cortados em duas partes distintas, reconectados após cerca de 30 segundos e acondicionados dessa forma a 25 e 60 °C, durante 2 e 24 horas. Após passado o período de tempo estipulado, os corpos de prova foram fotografados, enquanto eram tracionados manualmente e horizontalmente pelas pontas. Para melhor interpretar o nível de autorreparação na interface de cada uma das amostras, foram criados indicadores que classificam a autorreparação em quatro níveis:

- **Nível 0** – O corpo de prova não se autorreparou;
- **Nível 1** – Algumas regiões da interface entre as partes foram autorreparadas;
- **Nível 2** – As interfaces se autorrepararam, mas se romperam após tracionadas;
- **Nível 3** – As interfaces se autorrepararam e se romperam, mesmo tracionadas.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 ATR-FTIR

A Figura 2 apresenta a análise ATR-FTIR da amostra ENR50, com suas respectivas atribuições.

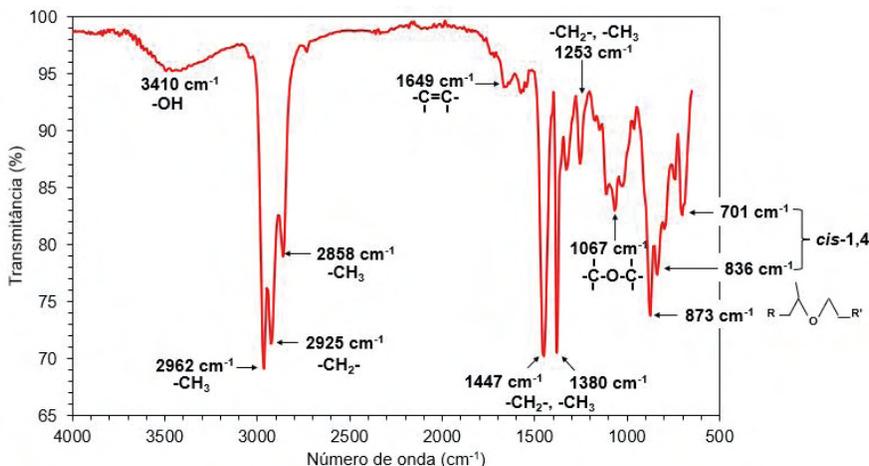


Figura 2. Espectro de ATR-FTIR da ENR50

A configuração do isômero *cis* pode ser vista na região em 836 e 701 cm^{-1} . A banda em 1067 cm^{-1} é característica das vibrações do grupo éster e em 873 cm^{-1} , dos grupos *cis-epóxi*. A deformação axial da ligação dupla entre carbonos de alquenos não-conjugados produz uma deformação fraca em 1649 cm^{-1} . As bandas em 1447, 1380 e 1253 cm^{-1} podem ser atribuídas aos grupos $-\text{CH}_2-$ e $-\text{CH}_3$ e à flexão C-H. Enquanto, as absorções em 2858, 2925 e 2962 cm^{-1} correspondem à deformação axial da ligação entre carbono e hidrogênio dos alcanos. Por fim, a existência de uma banda fraca em 3410 cm^{-1} , região característica do grupo $-\text{OH}$, pode estar relacionada à ocorrência de reações de abertura do anel epóxi (reações secundárias) (SANTIN *et al.*, 2012; SILVERSTEIN *et al.*, 2012; YAHYA *et al.*, 2011).

3.2 Termogravimetria (TGA)

A Figura 3 mostra o termograma da análise de TGA da ENR50.

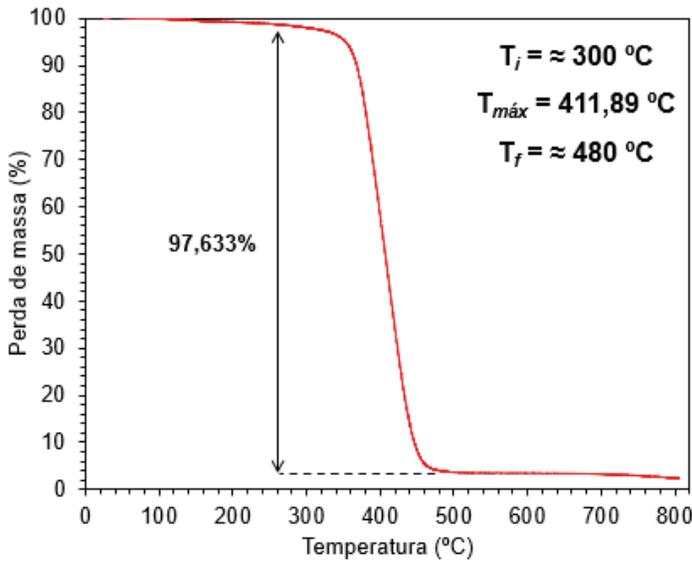


Figura 3. Termograma TGA da ENR50

É possível identificar a presença de apenas uma etapa de degradação de massa, característica da Borracha Natural Epoxidada e pode-se inferir que a massa residual após aquecimento a 500 °C (aproximadamente 2,4%) deve-se à presença de aditivos na amostra de ENR50 avaliada. O comportamento apresentado para a amostra de ENR50 estudada neste trabalho é semelhante ao de amostras utilizadas em outros estudos (ALWAAN & HASSAN, 2014; HAMZAH *et al.*, 2016; SILVA, 2012).

3.3 Condições de Prensagem

A Figura 4 apresenta um compilado de imagens dos corpos de prova de ENR50 após o procedimento de prensagem.

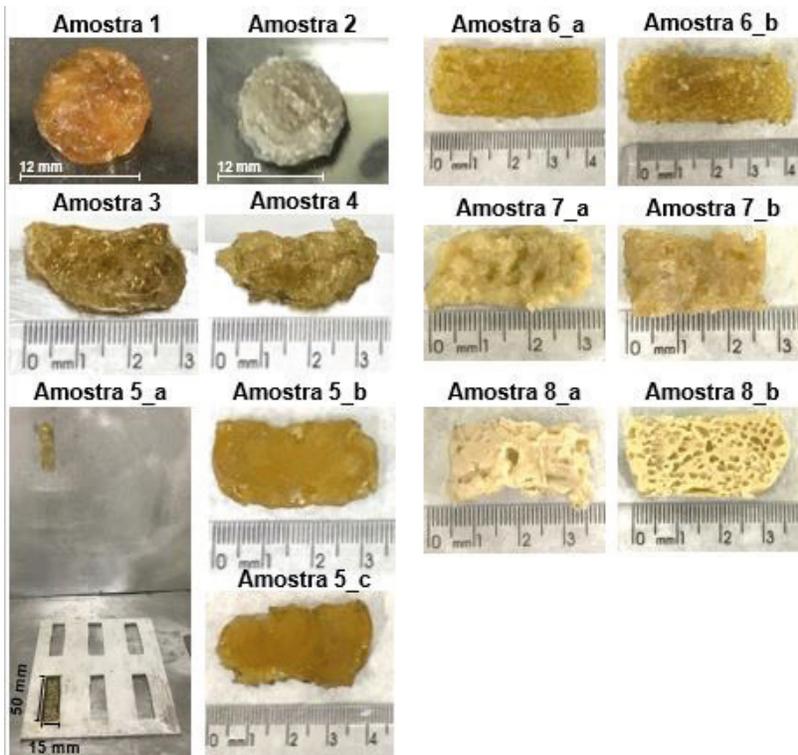


Figura 4. Registro fotográfico corpos de prova após a prensagem

É possível observar que a Amostra 1 apresentou uma coloração alaranjada, mostrando que a temperatura de cura foi excessiva e um tempo maior promoveria a degradação da amostra. A coloração da Amostra 2 deve-se à ocorrência de desprendimentos de material da chapa e do molde de alumínio utilizados, sendo por esse motivo que, a partir desse teste, foram utilizadas chapas de aço e um novo molde retangular. As Amostras 3, 4 e 5_a não apresentaram a forma retangular adequada, devido ao baixo grau de reticulação existente nestas amostras, o que não permite a correta conformação do corpo de prova. Porém, a coloração das amostras mostrou que a temperatura de 160 °C é a mais indicada para o processo de prensagem da ENR50 (RAHMAN *et al.*, 2013; YAHYA *et al.*, 2011).

As Amostras 5_b, 5_c, 6_a e 6_b foram obtidas após um tempo maior de prensagem (20 e 40 min), o que favoreceu a formação de um corpo de prova mais uniforme e com o formato retangular o mais próximo do desejado. Por fim, é possível evidenciar uma mudança de coloração nas Amostras 7 e 8 em comparação às amostras curadas apenas com DCP, provavelmente devido à presença de Óxido de Zinco.

3.4 Teste de Inchamento

A Figura 5 mostra o teste de inchamento das amostras de ENR50.



Figura 5. Teste de Inchamento das amostras de ENR50

Durante o contato de um polímero reticulado com um solvente termodinamicamente compatível, as moléculas do solvente penetram na rede polimérica e promovem seu inchamento, sem quebrar os pontos de reticulação. Em contrapartida, se o polímero não estiver devidamente reticulado, ele se dissolverá novamente no solvente. Por meio da Figura 5, é possível identificar que as Amostras 3, 4, 5_a e 7_a, além da amostra de ENR50, foram novamente solubilizadas no solvente e/ou sofreram deformação de seu formato original, gerando uma consistência de gel e indicando que as amostras não foram efetivamente reticuladas (TAKESHITA, 2010).

Os parâmetros α , ν_e e M_c foram determinados apenas para as amostras efetivamente reticuladas, conforme apresentado pela Tabela 2. Para calcular ν_e e M_c , o valor de 0,376 foi usado para o parâmetro x_1 , que descreve a interação entre a ENR com 48% molar de grupos epóxi curada com DCP, e Tolueno (GELLING *et al.*, 1991), como uma aproximação para a ENR50.

Identificação	$\rho_{borracha}$ (g/cm ³)	V_r	v_e	M_c (g/mol)	α (%)
Amostra 1	35,0295	0,0024	1,05x10 ⁻⁰⁷	6,75x10 ⁰⁸	805,33
Amostra 2	20,7802	0,0067	5,89x10 ⁻⁰⁷	7,18x10 ⁰⁷	557,57
Amostra 5_b	48,0935	0,0025	1,10x10 ⁻⁰⁷	8,84x10 ⁰⁸	571,45
Amostra 5_c	30,3737	0,0037	2,12x10 ⁻⁰⁷	2,89x10 ⁰⁸	672,94
Amostra 6_a	64,6513	0,0014	4,31x10 ⁻⁰⁸	3,02x10 ⁰⁹	835,87
Amostra 6_b	62,2010	0,0014	4,00x10 ⁻⁰⁸	3,13x10 ⁰⁹	868,34
Amostra 7_b	86,6114	0,0011	2,71x10 ⁻⁰⁸	6,42x10 ⁰⁹	743,78
Amostra 8_a	59,9709	0,0015	4,63x10 ⁻⁰⁸	2,61x10 ⁰⁹	868,43
Amostra 8_b	65,3086	0,0016	5,49x10 ⁻⁰⁸	2,40x10 ⁰⁹	704,22

Tabela 2. Grau de inchamento, densidade de reticulação e massa molar média das cadeias reticuladas dos corpos de prova de ENR50

Quanto maior a quantidade de peróxido adicionada ao processo de cura, mais eficiente é a reticulação das cadeias poliméricas, criando ligações mais fortes e numerosas, dificultando conseqüentemente a elasticidade do material, o que gera um menor grau de inchamento, como pode-se observar pelos resultados das Amostras 1 e 2.

Entre as Amostras 5_b e 6_a, e as Amostras 5_c e 6_b, foi observado comportamento oposto, uma vez que algumas porções das Amostras 5_b e 5_c permaneceram aderidas à superfície do vidro durante sua transferência para as vidrarias de pesagem do laboratório ou foram solubilizados no solvente .

Entre as Amostras 7_b e 8_b, foi observado o mesmo comportamento identificado para as Amostras 1 e 2, sendo verificado que a Amostra 8_b, prensada por mais tempo ($\Delta t = 40$ min), apresentou um grau de inchamento menor que a Amostra 8_a ($\Delta t = 20$ min), mostrando que quanto maior o tempo de prensagem, maior o número de reticulações formadas na cadeia polimérica.

Quanto menor for a densidade de reticulação, menor será o número de pontos reticulados na cadeia polimérica e maior será a cadeia reticular, ou seja, quanto maior for o valor de α , maior será o grau de inchamento (ROCHA, 2003; SANTIN, 2001), como pode ser visto entre as Amostras 1 e 2, e entre as Amostras 7_b e 8_b, que diferem pela massa de DCP adicionada à reação de reticulação do elastômero, sob a mesma temperatura e o mesmo tempo de prensagem.

Por fim, pode-se observar que as Amostras 6_a e 6_b apresentam maior α do que as Amostras 8_a e 8_b, embora ambas as amostras tenham sido reticuladas com 1,5% (m/m) de DCP, devido à inclusão do TAC e ZnO no meio reacional das Amostras 8_a e 8_b, que ajudaram nas reações de reticulação.

3.5 Ensaio de Autorreparação

A Figura 6 mostra as imagens obtidas durante o ensaio de autorreparação dos corpos de prova de ENR50 e a Tabela 3 apresenta a classificação das amostras com base

em seu nível de autorreparação.



Figura 6. Ensaio de Autorreparação das amostras de ENR50

Como pode ser visto na Figura 6 e nos resultados da Tabela 3, apenas a Amostra 3 apresentou a característica de um material autorreparável nos quatro testes, seguida pela amostra de ENR50 não curada que foi totalmente autorreparada quando aquecida e, por fim, as Amostras 4, 5_b e 7_a que desenvolveram a autorreparação quando aquecidas e mantidas em contato por 24 horas.

Além disso, é possível verificar que o nível de autorreparação das Amostras 2, 4,

5_b, 5_c, 6_a, 6_b, 7_a e ENR50 não curada aumentou com o tempo de contato e com o aquecimento (SANDER & FERREIRA, 2018). As amostras 1, 3, 5_a, 7_b e 8_a apresentaram o mesmo nível de autorreparação nos quatro testes realizados, demonstrando que para essas formulações, o tempo de contato e as temperaturas testadas não influenciaram o processo de reparo do polímero.

Identificação	T=25 °C		T=60 °C	
	$\Delta t=2$ h	$\Delta t=24$ h	$\Delta t=2$ h	$\Delta t=24$ h
Amostra 1	2	2	2	2
Amostra 2	0	0	0	1
Amostra 3	3	3	3	3
Amostra 4	2	2	2	3
Amostra 5_a	1	1	1	1
Amostra 5_b	1	1	2	3
Amostra 5_c	1	2	2	2
Amostra 6_a	0	0	0	1
Amostra 6_b	0	0	0	1
Amostra 7_a	1	1	2	3
Amostra 7_b	1	1	1	1
Amostra 8_a	1	1	1	1
Amostra 8_b	1	0	0	0
ENR50	1	1	3	3

Tabela 3. Nível de autorreparação das amostras de ENR50

A capacidade de autorreparo das amostras de ENR50 avaliadas neste trabalho pode ser atribuída à reversibilidade dos grupos funcionais presentes na estrutura química do elastômero: ligações éster do grupo epóxi e os grupos hidroxila identificados na análise de ATR-FTIR (Figura 2), que são capazes de formar ligações de hidrogênio entre as cadeias, sendo facilmente quebradas e reconstituídas quando em contato, com ou sem aquecimento (SANDER & FERREIRA, 2018).

A partir da comparação entre a Figura 5 e a Tabela 3, as amostras de ENR50 cujo processo de reticulação não foi bem-sucedido foram aquelas que apresentam o maior nível de autorreparação, com exceção da Amostra 5_b, comprovando que quando as cadeias poliméricas da ENR50 estão reticuladas, observa-se uma diminuição na característica e eficiência autorreparadora, devido à formação de um arranjo tridimensional e à redução da mobilidade da cadeia polimérica.

Por fim, pode-se inferir que, entre todos os testes realizados neste estudo, a

Amostra 5_b apresentou os melhores resultados em termos de níveis de reticulação e autorreparação.

4 | CONCLUSÃO

No presente estudo, uma amostra de ENR50 foi avaliada quanto às suas características químicas e seu potencial como um material autorreparável. Com base nos resultados apresentados acima, pode-se concluir que é possível realizar a reticulação da ENR50 com o uso do Peróxido de Dicumila como agente de cura, sendo que ao incluir coagentes (Triálilcianurato) e ativadores (Óxido de Zinco) à reação, o processo é aperfeiçoado e são obtidos corpos de prova com formato mais definido e mais resistentes à deformação. A amostra de ENR50 avaliada neste trabalho apresentou um comportamento autorreparável não autônomo, uma vez que só atingiu seu nível máximo de autorreparação quando aquecida. O mecanismo de autorreparação da ENR50 pode ser atribuída à reversibilidade de grupos epóxi altamente reativos presentes na estrutura química do elastômero, tornando-o um polímero intrinsecamente autorreparável.

REFERÊNCIAS

ALWAAN, I. M.; HASSAN, A. Pyrolysis, Kinetic and Kinetic Model Study of Epoxidized Natural Rubber. **Progress in Rubber, Plastics and Recycling Technology**, vol. 30, nº 3, p. 153-168, 2014.

ASTM – American Society for Testing Materials. **ASTM D6814-02 – Standard Test Method for Determination of Percent Devulcanization of Crumb Rubber Based on Crosslink Density**. In: Annual Book of ASTM Standards, 2018.

CHEN, Yulin; KUSHNER, Aaron M.; WILLIAMS, Gregory A.; GUAN, Zhibin. Multiphase design of autonomic self-healing thermoplastic elastomers. **Nature Chemistry**, vol. 4, p. 467-472, 2012.

FAGUNDES, Enio César Machado. **Elastômero termoplástico vulcanizado a base de PA/NBR**. 2011. 136 f. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

GAN, L.; NG, S. Kinetic studies of the performic acid epoxidation of natural rubber latex stabilized by cationic surfactant. **European Polymer Journal**, vol. 22(7), p. 573-576, 1986.

GELLING, I. R.; TINKER, A. J.; RAHMAN, H. B. A. Solubility parameters of Epoxidised Natural Rubber. **Journal of Natural Rubber Research**, vol. 6, nº 1, p. 20-29, 1991.

GNECCO, S.; POOLEY, A.; KRAUSE, M. Epoxidation of low-molecular-weight *Euphorbia lactiflua* natural rubber with “in situ” formed performic acid. **Polymer Bulletin**, vol 37, p. 609-615, 1996.

HAGER, Martin D.; GREIL, Peter; LEYENS, Christoph; VAN DER ZWAAG, Sybrand; SCHUBERT, Ulrich S. Self-Healing Materials. **Advanced Materials**, vol. 22, p. 5424- 5430, 2010.

HAMZAH, Rosniza; BAKAR, Mohamad Abu; DAHHAM, Omar Sabbar; ZULKEPLI, Nik Noriman; DAHHAM, Saad Sabbae. A structural study of epoxidized natural rubber (ENR-50) ring opening under mild acidic condition. **Journal of Applied Polymer Science**, p. 1-13, 2016.

HERBST, Florian; DÖHLER, Diana; MICHAEL, Philipp; BINDER, Wolfgang H. Self- Healing Polymers via Supramolecular Forces. **Macromolecular Rapid Communications**, nº 34, p. 203-220, 2013.

JORGE, Rosane M.; FERREIRA, Marcos T.; PICCIANI, Paulo H.; GOMES, Ailton S.; NUNES, Regina C. R. Caracterização Físico-Mecânica de Filmes de Borracha Natural Epoxidada Curáveis em Temperatura Ambiente. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, vol. 19, nº 4, p. 329-335, 2009.

KRUZELÁK, Ján; SÝKORA, Richard; HUDEC, Ivan. Peroxide vulcanization of natural rubber. Part I: effect of temperature and peroxide concentration. **Journal of Polymer Engineering**, vol. 34, nº 7, p. 617-624, 2014.

NETO, César Pedrini. **Epoxidação de Borrachas SBR: obtenção e avaliação de propriedades**. 1999. 127 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 1999.

PHADKE, Ameya; ZHANG, Chao; ARMAN, Bedri; HSU, Cheng-Chih; MASHELKAR, Raghunath A.; LELE, Ashish K.; TAUBER, Michael J.; ARYA, Gaurav; VARGHESE, Shyni. Rapid self-healing hydrogels. **PNAS**, vol. 109, n. 12, p. 4383-4388, 2012.

RAHMAN, Md Arifur; SARTORE, Luciana; BIGNOTTI, Fabio; DI LANDRO, Luca. Autonomic Self-Healing in Epoxidized Natural Rubber. **ACS – Applied Materials & Interfaces**, vol. 5, p. 1494-1502, 2013.

RIPPEL, Márcia M.; GALEMBECK, Fernando. Nanostructures and Adhesion in Natural Rubber: New Era for a Classic. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, vol. 20, nº 6, p. 1024-1030, 2009.

ROCHA, Tatiana Louise Ávila de Campos Rocha. **Influência da Modificação Química de Polidienos sobre suas Propriedades Finais**. 2003. 141 f. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais (PGCIMAT), Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Porto Alegre, 2003.

SANDER, Marcela Mantese. **Desenvolvimento de um compósito semicondutor com matriz elastomérica de fonte renovável, propriedades de autorreparação e biocompatível**. 2018. 85 f. Tese (Doutorado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Porto Alegre, 2018

SANTIN, Cristiane Krause. **Obtenção e propriedades de borrachas de polibutadieno epoxidado**. 2001. 152 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Curso de Pós-Graduação, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Porto Alegre, 2001.

SANTIN, Cristiane K.; PINTO, Gisele de C.; JACOBI, Marly Maldaner. Epoxidação “in situ” aplicada ao látex da borracha natural. **Polímeros**, vol. 22, nº 2, p. 139-199, 2012.

SILVA, André Luís dos Santos. **Influência do processo de incorporação de argila sobre as propriedades de vulcanizados de borracha natural e borracha natural epoxidada**. 2012. 131 f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Ciências dos Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Porto Alegre, 2012.

SILVERSTEIN, Robert M.; WEBSTER, Francis X.; KIEMLE, David J. **Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos**. 7ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

TAKESHITA E. V. **Inchamento de borrachas vulcanizadas sob a ação de solventes orgânicos** (Doctoral Dissertation). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis. 2010.

URDL, Katharina; KANDELBAUER, Andreas; KERN, Wolfgang; MULLER, Uwe; THEBAULT, Marion; ZIKULNIG-RUSCH, Edith. Self-healing of densely crosslinked thermoset polymers – a critical review. **Progress in Organic Coatings**, vol. 104, p. 232-249, 2017.

VAN BEILEN, Jan B.; POIRIER, Yves. Establishment of new crops for the production of natural rubber. **TRENDS in Biotechnology**, vol. 25, n° 11, p. 522-529, 2007.

YAHYA, Y. S. Rohana; AZURA, A. R.; AHMAD, Z. Effect of Curing Systems on Thermal Degradation Behavior of Natural Rubber (SMR CV 60). **Journal of Physical Science**, vol. 22, n. 2, p. 1-25, 2011.

ZHANG, Qiang; LIU, Libin; PAN, Chenguang; LI, Dong. Review of recent achievements in self-healing conductive materials and their applications. **Journal of Materials Science**, vol. 53, p. 27-46, 2017.

LAJOTAS DE PISO TÁTIL PREPARADAS COM ADIÇÃO DE *FLAKES* DE POLIESTIRENO RECICLADO COMO AGREGADO MIÚDO EM ARGAMASSA

Data de aceite: 01/10/2021

Debora Scopel

Depto. Química- Universidade de Caxias do Sul

Mateus Vosgnach

Depto. Química- Universidade de Caxias do Sul

Vinicio Ceconello

Depto. Química- Universidade de Caxias do Sul

Ana Maria Coulon Grisa

Depto. Química- Universidade de Caxias do Sul

Edson L. Francischetti

Depto. Materiais- Instituto de Ciência e Tecnologia RS-IFRS/ Farroupilha- RS/ Brasil

Mara Zeni Andrade

Depto. Química- Universidade de Caxias do Sul, Depto. Materiais- Instituto de Ciência e Tecnologia RS-IFRS/ Farroupilha- RS/ Brasil

RESUMO: Nos dias atuais, é necessário e busca-se cada vez mais empregar métodos sustentáveis para a construção civil minimizando impactos ambientais e reutilizando materiais recicláveis para o mesmo, visando preservar os recursos naturais não renováveis agrupando com a diminuição de custos e ampliando a utilização em conforto humano. O emprego de *flakes* de poliestireno (PS) pós-consumo em lajotas de

piso tátil, visa diminuir o consumo de agregado miúdo e, devido ao descarte inapropriado dos copos descartáveis de café, ajuda a diminuir seu volume colaborando na produção dos pisos. Neste artigo, são comparadas as propriedades entre uma argamassa convencional e mistura com a adição dos *flakes* pós-consumo, visando o aumento da resistência em lajotas tátil. Foram realizados ensaios de compressão axial e resistência à tração na flexão. As lajotas apresentaram incorporação de ar na mistura fixando a relação água/ cimento. Nos traços com maior teor de *flakes*, devido a menor quantidade de areia, e menor quantidade de água na mistura, havendo maior ganho de resistência.

PALAVRAS - CHAVE: Argamassa, poliestireno, lajota piso tátil, sustentabilidade, conforto humano.

TACTILE FLOOR SLABS PREPARED WITH THE ADDITION OF RECYCLED POLYSTYRENE FLAKES AS A SMALL AGGREGATE IN MORTAR

ABSTRACT: Nowadays, it is necessary and increasingly seeks to employ sustainable methods for civil construction, minimizing environmental impacts and reusing recyclable materials for it, in order to preserve non-renewable natural resources by reducing costs and expanding their use in comfort human. The use of post-consumer polystyrene (PS) flakes in tactile floor tiles aims to reduce the consumption of fine aggregate and, due to the inappropriate disposal of disposable coffee cups, it helps to reduce their volume by collaborating in the production of the floors. In this

article, the properties between a conventional mortar and a mixture with the addition of post-consumer flakes are compared, aiming at increasing the strength of tactile tiles. Tests of axial compression and tensile strength in flexion were performed. The slabs showed incorporation of air in the mixture, fixing the water/cement ratio. In the mixes with higher flakes content, due to less sand and less water in the mixture, there was greater strength gain.

KEYWORDS: Mortar, polystyrene, tactile tile, sustainability, human comfort.

INTRODUÇÃO

Atualmente está sendo dada ênfase à preservação e conservação do meio ambiente como forma de garantir o desenvolvimento sustentável. O crescimento ininterrupto do uso de materiais plásticos, nos últimos anos, tem causado preocupações pela má disposição dos mesmos no meio ambiente (Wang & Meyer, 2012). Na produção de materiais descartáveis como copos, bandejas de alimentos e sacolas plásticas são utilizadas como matéria prima poliestireno (PS), pois o mesmo apresenta boa resistência mecânica, térmica, elétrica e baixa densidade (Motta et al., 2016).

A construção civil é um grande consumidor de produtos cujo impacto ambiental pode ser minimizado pela reciclagem e uso de materiais poliméricos (Yu & Kang, 2009; Aguiar & John, 2010).

Nesse trabalho foram realizados ensaios de compressão axial e tração na flexão para lajotas de piso tátil, executadas a partir de argamassa com teores de substituição de PS no lugar da areia média. A adição do poliestireno (PS) em argamassa tem como principal característica alterar suas propriedades, tanto no estado fresco quanto no endurecido. Sendo termoplástico, o material possui boa resistência térmica, mecânica e elétrica, tendo baixa densidade. Segundo normas ABNT NBR 9050 e 16537 a sinalização tátil no piso é considerada um recurso complementar para prover segurança, orientação e mobilidade as pessoas, principalmente àquelas com deficiência visual ou surdo-cegueira.

Ao acatar os preceitos do desenho universal, o projetista está beneficiando e atendendo às necessidades de pessoas de todas as idades e capacidades. O piso tátil ou sinalização de concreto para calçamentos direcionais com textura e cor em destaque para acessibilidade deve oferecer fácil compreensão para pessoas com deficiência visual ou que possuam baixo índice de visão.

METODOLOGIA

A argamassa das lajotas de piso tátil foi produzida com cimento CP IV-32, areia média, *flakes* de PS e água. Os *flakes* de PS foram obtidos de copos de café coletados, lavados e moídos em aglutinador e utilizados em substituição em volume da areia média nos teores de 25, 50 e 75% das peneiras com abertura de 4,8 a 0,6, comparados a uma argamassa referência, ou seja, com 0% de teor de substituição. Portanto não foram utilizadas peneiras

abaixo devido ao comportamento elastomérico do polímero. O traço utilizado foi 1:3, a relação água cimento foi variada a fim de atingir o índice de consistência determinado de 26 ± 2 cm. A caracterização dos materiais foi feita através da análise granulométrica dos materiais seguindo as diretrizes da norma NBR 7211:2009, do ensaio de massa específica segundo a NBR NM 45:2006 e da massa unitária conforme NBR 977:1967. Para a moldagem segundo a NBR 13276:2002 foram utilizados corpos de prova de dimensões 4 x 4 x 16 cm, como método de adensamento utilizou-se a mesa de consistência. Aos 7 e 28 dias foram realizados os ensaios de compressão axial e tração na flexão, conforme a norma NBR 13279:2005.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para composição do traço foi necessário o conhecimento das características dos materiais, a tabela 1 apresenta os resultados obtidos através dos ensaios de massa específica e massa unitária da areia média e do OS, também, para o cimento CPIV-32 foi encontrada uma massa específica de $2,83 \text{ g.cm}^{-3}$ e módulo de finura de 0,12%, segundo ABNT NBR 11579:2012.

Material	Massa Unitária (kg.m^{-3})	Massa Específica (g.cm^{-3})
Areia média	1547,43	2,62
Flakes PS	182,18	1,096

Tabela 1 – Caracterização dos materiais

Para o ensaio de granulometria do agregado foram obtidos os resultados apresentados na Tabela 2, dessa forma, foram obtidos para a areia média um módulo com finura de 1,53 e diâmetro máximo de 1,2 mm.

Peneiras (abertura em mm)	Massa retida da amostra (g)	% retido	% retido acumulado
4,8	0,47	0,09	0,09
2,4	3,69	0,74	0,83
1,2	17,71	3,55	4,38
0,6	40,98	8,21	12,59
0,3	159,71	31,99	44,58
0,15	228,09	45,69	90,27
Fundo	48,58	9,73	100,00

Tabela 2 - Granulometria da areia média

Foram utilizados 82 g para a realização do ensaio pois, essa quantidade de PS possui o mesmo volume que 500 g de areia, o que seria necessário para a realização do ensaio segundo a norma NBR 7181. Na substituição em volume da areia pelo PS, foram usadas as granulometrias de 0,6 a 4,8 mm, pois houve limitação dos equipamentos para moagem dos grãos abaixo de 0,6 mm, sendo eles muito ineficientes.

GRANULOMETRIA – (82 g)				
Peneiras (abertura em mm)	Massa retida da amostra (g)	% retido	% retido acum.	Curva
9,5	0	0	0,00	100,00
6,3	0	0	0,00	99,90
4,75	1,5	1,83	1,83	99,72
2,36	20,32	24,79	26,62	98,61
1,18	34,69	42,32	68,93	68,93
0,6	24,33	29,68	98,61	26,62
0,3	0,91	1,11	99,72	1,83
0,15	0,15	0,18	99,90	0,00
Fundo	0,08	0,10	100,00	0,00
Total	81,98	100	-	-

Tabela 3 - Resultado do Ensaio de Granulometria

Na tabela a seguir, encontram-se as quantidades substituídas em cada teor de PS em volume.

Peneiras	25% (massa)	50% (massa)	75% (g)
4,8	0,09	0,18	0,27
2,4	0,69	1,39	2,08
1,2	3,33	6,66	9,99
0,6	7,71	15,41	23,12

Tabela 4 – Teor de *flakes* de PS

Após moldagem dos corpos de prova de diferentes teores foi realizado ensaio de mesa de consistência dos mesmos, os resultados encontram-se na tabela a seguir.

TRAÇO	Índice de Consistência (mm)
Referência	275
25%	271,7
50%	280
75%	275

Tabela 5 - Resultados do ensaio de mesa de *índice de consistência*



Figura 1 - Ensaio de Índice de Consistência



Figura 2 - Ensaio de Índice de Consistência após os golpes (NBR 7181)

Após 24 horas os corpos de prova foram desmoldados. Durante o processo de desmoldagem, observou-se bolhas na mistura.



Figura 3- Amostra de lajota após cura de 28 dias em solução de cal.

Após, submetidos à cura submersa em água com cal hidráulica, aos 7 dias e 28 dias, realizaram-se os ensaios de compressão axial e tração na flexão conforme a norma NBR 13279:2005.

Na Fig.5 são apresentamos os dados da compressão axial (tensão X % incorporação) para os corpos de prova curados nos banhos de cal por 7 e 28 dias.

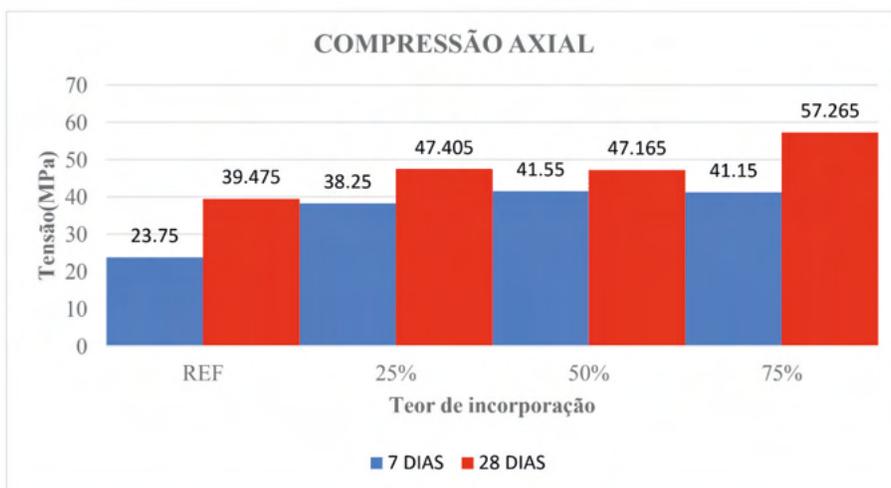


FIGURA 4- Ensaio de compressão axial dos corpos de prova após 7 e 28 dias em processo de cura (NBR 13279:2005).



Figura 5 - Corpo de prova após rompimento do ensaio de compressão axial

Na Fig. 6 são apresentados os dados do ensaio de tração na flexão conforme norma NBR 13279:2005 após cura de 7 e 28 dias.

Na Fig.7 pode ser observado o corpo de prova ensaiado após cura com tração na flexão e pode-se observar a homogeneidade do material.

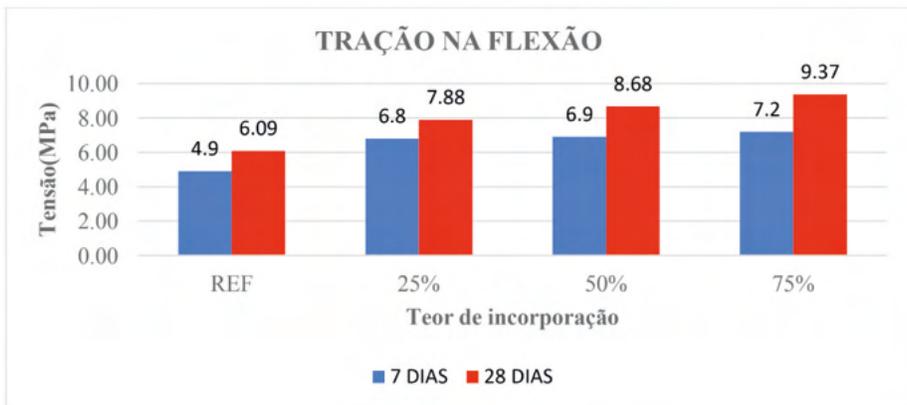


Figura. 6 - Dados do ensaio de tração na flexão (NBR 13279:2005) após cura de 7 e 28 dias.



Figura 7 - Corpo de prova após rompimento pelo ensaio de tração na flexão.

É possível observar que há homogeneidade do compósito, pois não ocorreu exsudação dos *flakes* de poliestireno mesmo sendo um material com menor densidade.

CONCLUSÃO

Como nesse estudo o único parâmetro fixado foi o índice de consistência e o traço da argamassa, a relação água/cimento variou conforme o teor de substituição de areia por PS. Nos traços com maior teor de PS, devido a menor quantidade de areia, utilizou-se menor quantidade de água na mistura para alcançar o mesmo índice, o que ocasionou um maior ganho de resistência. Serão realizados testes com a utilização de aditivos superplastificantes para que se possa fixar a relação água/cimento, e obter altas resistências. As lajetas também apresentaram incorporação de ar na mistura por tanto, fixando a relação água cimento e melhorando o processo de moldagem espera-se que evite o surgimento de bolhas no compósito.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao IFRS e A UCS. As agencias de fomento que proporcionaram apoio as bolsas de IC e ITI. Ao CNPq e FAPERGS pela cooperação ao projeto.

REFERÊNCIAS

Wang R.; Meyer C. Performance of cement mortar made with recycled high impact polystyrene. **Cement & Concrete Composites**, 2012, 34, 975–981.

Motta L.; Vieira J. G.; Omena T.H.; Faria F.; Rodrigues Filho G.; Assunção R. M. N. Mortar modified with sulfonated polystyrene produced from waste plastic cups. **Rev. Ibracon Estrut. Mater**, 2016,9 (5).

Yu C-J, Kang J. Environmental impact of acoustic materials in residential buildings. **Building and Environment**; 2009 .44.,2166–2175.

Aguiar F.M; John P.S. Measuring the ecoefficiency of cement use. **Cement and Concrete Composites** ,2010,32, 555–562.

Menegotto, A. N.; Nunes M. F. O. Avaliação de material com resíduos de EVA na redução do ruído de impacto em pisos. In anais **XXIII Encontro da Sociedade Brasileira de Acústica**, 2010, Salvador.

CONAMA- Conselho Nacional do Meio Ambiente (1999) Resolução N° 258, de 26 de agosto de 1999. Ministério do Meio Ambiente, Governo Federal, Brasil.

Scobar R. L. Concreto leve estrutural: Substituição do agregado graúdo convencional por argila expandida. **Dissertação**, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campo Mourão, 2016

Choi Y. W.; Moon D. J.; Kim Y. J.; Lachemi, M. Characteristics of mortar and concrete containing fine aggregate manufactured from recycled waste polyethylene terephthalate bottles. **Constr Build Mater**, 2009, 23, 2829-2835.

Naik T. R.; Singh S.S.; Huber, C. O.; Brodersen, B. S. Use of post-consumer waste plastics in cement-based composites. **Cement and concrete research**, 1996, 26, 1489 – 1492.

Mello, A. L. Utilização de resíduos de PEAD como alternativa aos agregados naturais em argamassa. 172p. Dissertação (Mestrado), **Engenharia Ambiental Urbana**, Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2011

Omena T. H.; Leila Motta A. C. Argamassa Modificada com poliestireno: Refleões e prespectivas para o uso no patrimônio histórico. **4º Congr. de Argamassas e ETICS** , 2012, Coimbra, Portugal Universidade de Coimbra, APFAC / Tecons.

Associação Brasileira de Normas Técnicas- ABNT NBR 9050/2020 - Acessibilidade a edificações, mobiliário, espaços e equipamentos urbanos.

_____ ABNT NBR 16537:2016 - Acessibilidade — Sinalização tátil no piso — Diretrizes para elaboração de projetos e instalação.

_____ ABNT 7181:2016 – Análise Granulométrica. Rio de Janeiro

_____ ABNT NBR NM 45:2016 - Agregados Determinação da massa unitária e do volume de vazios. Rio de Janeiro.

_____ ABNT NBR 9776 -1987 Agregados – Determinação da massa específica Chapman. Rio de Janeiro.

_____ ABNT NBR 9778 - 2005 Argamassa e concreto endurecidos. Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro.

_____ ABNT NBR 13276:2005 – Índice de Consistência. . Rio de Janeiro.

_____ ABNT NBR 13279:2005 - Argamassa Para Assentamento e Revestimento - Determinação Da Resistência à Tração Na Flexão e Compressão. Rio de Janeiro.

_____ ABNT NBR NM 52:2003 - Agregado miúdo - Determinação da massa específica e massa específica aparente. Rio de Janeiro.

_____ ABNT NBR NM 721:83 - Agregado para concreto. Rio de Janeiro.

Carasek H.; Araújo R. C.; Cascudo O. Angelim R. Parâmetros da areia que influenciam a consistência e a densidade de massa das argamassas de revestimento. **Matéria**, 2016,.1(3).

Carvalho, P. E. F.; Cintra, C.; Carasek H. Argamassas com fibras de celulose provenientes de embalagens de cimento e de cal. In: **ENTAC 2012**. Anais..., 2012.

Isaia G. (Editor) Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais. Materiais de construção. Componentes de construção. **IBRACON** Instituto Brasileiro do Concreto, 2017, São Paulo..

Mansur, A. A. P. Mecanismos Físico-Químicos de Aderência na Interface Argamassa Modificada com Polímeros/Cerâmica de Revestimento. 2007. Tese de **Doutorado**. Universidade Federal de Minas Gerais, UFMG, Belo Horizonte. Disponível: http://www.bibliotecadigital.ufmg.br/dspace/bitstream/handle/1843/MAPO7_RCP68/alexandra_ancelmo_mansur.pdf?sequence=1. Acesso 12 de abril de 2021.

Ohama, Y. Aditivos à base de polímero. **Cement and Concrete Composites**, 1988,.20,189-21.

Assunção R M. N; Royer B.; Oliveira J. S; Rodrigues Filho G.; Motta, L. A. C. Síntese, Caracterização e Aplicação do Poli (estireno-sulfonato) de sódio produzido a partir de copos de poliestireno como um aditivo em concreto. **Journal of Applied Polymer Science**, 2005, 96, 1534-1538.]

Royer B.; Assunção R. M. N; Rodrigues Filho G.; Motta L.A.C. Efeito da aplicação do poliestireno sulfonado como aditivo em argamassas e concretos de cimento Portland CPV32. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, 2005,15, .63-67.

ADSORCIÓN DE XANTATO ISOPROPILICO DE SODIO EN LA GALENA

Data de aceite: 01/10/2021

Claudia Veronica Reyes Guzman

Investigadora de la Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia, Monclova, Coahuila

Leonor Muñoz Ramírez

Colaboradores en el proyecto: Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia, Monclova, Coahuila

Sergio García Villarreal

Colaboradores en el proyecto: Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia, Monclova, Coahuila

Gloria Guadalupe Treviño Vera

Colaboradores en el proyecto: Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia, Monclova, Coahuila

Aglae Davalos Sánchez

Colaboradores en el proyecto: Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia, Monclova, Coahuila

Gema Trinidad Ramos Escobedo

Colaboradores en el proyecto: Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia, Monclova, Coahuila

Manuel García Yregoi

Colaboradores en el proyecto: Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia, Monclova, Coahuila

Evelyn Rodríguez Reyna

Colaboradores en el proyecto: Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia, Monclova, Coahuila

Samuel Chacón de la Rosa

Universidad Autónoma de Coahuila, Centro de Investigación en Geociencias Aplicadas Nueva Rosita, Coahuila, México

Luis Rey García Canales

Exalumno de la carrera IQMM

RESUMEN: En la actualidad muchos trabajos se han realizado en referencia al importante rol del xantato en procesos de flotación. El proceso de flotación, en la separación de minerales a partir de sus respectivas menas, es un proceso industrial muy importante, que aprovecha las propiedades hidrófobas e hidrófilas de la superficie de las partículas minerales para concentrar el mineral de interés. En los procesos de flotación no solo basta cumplir las normas ambientales aplicables, que suelen ser muy restringidas y no ayudan a prevenir posibles impactos ambientales, puesto que no existe una metodología de control de xantatos en efluentes mineros; por lo tanto el objetivo de la presente investigación es adsorber el xantato residual del proceso de flotación, en la superficie de galena con la finalidad de prevenir, controlar y minimizar los posibles efectos negativos que puede causar su interacción con el medio ambiente y la salud humana. Para ello se prepararon distintas muestras, en las cuales se realizó adsorción con Xantato Isopropilico de Sodio (Z-11) a distintas concentraciones, sobre la

superficie de la galena. Con el propósito de cuantificar la adsorción de xantato en la superficie de la galena, se analizaron estas muestras por medio de técnicas de caracterización, XPS, Espectroscopia Raman y UV-Vis.

PALABRAS CLAVE: Adsorción, Desorción, Xantato isopropílico de sodio (XIPNa), Galena.

INTRODUCCION

a) Generalidades de la Galena

La galena es un mineral que pertenece al grupo de los sulfuros (sulfuro de plomo), donde el 86,6% de su volumen es de plomo y el 13.4% es de azufre, tiene su génesis en filones hidrotermales asociados principalmente a la pirita, calcopirita y esfalerita, se emplea para la extracción de plomo y mena de plata. La presencia de caras curvas en la galena se debe a que la plata interrumpe la estructura cristalina o también que se muestre escisiones escamosas. Otra impureza que se puede hallar en este mineral es el bismuto que también genera un cambio en la exfoliación, pues presenta una escisión octaédrica.

Además, se pueden encontrar pequeñas cantidades de zinc, antimonio, cobre, bismuto y cadmio. El selenio puede sustituir al azufre y forma una serie completa SPb-SePb.

La forma más usual con la que se presenta este mineral es cubica, pero también se los halla en octaedros truncados al cubo y rara vez dodecaedros y triquisoctaedros.

Muchos estudiosos aseguran que la palabra galena proviene del vocablo “galene” que se traduce como plomo. El término fue muy empleado por Plinio para hacer referencia a las minas de plomo. Otras investigaciones han sugerido que los egipcios también emplearon la galena para fines cosméticos. Al parecer, se la aplicaban en los ojos, para protegerlos de la luz solar y el polvo, y en el cuerpo para repeler a los insectos.

Las minas de galena comenzaron a explotarse hace cientos de años en la ciudad de Cartagena, incrementando de esta forma la violencia de las batallas cartagineses frente a los romanos. Con el paso de los siglos, éstos últimos continuaron las excavaciones hasta que finalmente pasó a formar parte de las propiedades de Roma.

La Galena es un mineral primario. La mayoría de los minerales de plomo, como la cerusita y la anglesita, son minerales secundarios se forman a partir de galena. Las impurezas en la estructura de galena, como la plata y el bismuto, pueden cambiar las propiedades de escisión de galena. Los especímenes de galena pueden deslustrarse cuando se exponen al aire, perdiendo su brillo. Los especímenes recién cortados exhiben un fuerte brillo metálico, pero con el tiempo el brillo se vuelve más opaco, aunque todavía metálico. El deslustre se puede eliminar frotando la muestra con agua y jabón suave.

La galena se encuentra de forma cristalina o maciza. Se halla tanto en rocas metamórficas como en depósitos volcánicos de sulfuros, en los últimos a menudo acompañado por minerales de cobre. Los yacimientos de galena casi siempre tienen un

origen de tipo magmático hidrotermal, formándose por consolidación de los residuos del magma que quedan después de la formación de rocas como los granitos y las pegmatitas; en estos casos, el mineral aparece asociado a argentita, cuarzo y fluorita. También se puede presentar en ambientes sedimentarios; yacimientos que derivan de la concentración del mineral, originalmente diseminado en las rocas; con este tipo de génesis se relacionan los grandes yacimientos de galena que aparecen en las calizas y dolomías, en los que es típica la asociación con esfalerita (sulfuro de zinc).

Galena tiene una composición química de PbS . Eso significa que contiene la misma cantidad de iones de plomo y sulfuro. Los iones están dispuestos en un patrón cúbico que se repite en todas las direcciones. Esta estructura es lo que hace que los cristales de galena tengan una forma cúbica y hace que la galena se rompa en tres direcciones en ángulo recto.

El nombre se deriva del latín galena, un nombre originalmente dado al mineral de plomo.

La galena es un mineral muy importante porque sirve como mineral para la mayor parte de la producción mundial de plomo. También es un mineral importante de plata.

- El uso número uno del plomo en la actualidad es en las baterías de plomo-ácido que se utilizan para arrancar automóviles. La batería de un automóvil típica contiene aproximadamente veinte libras de plomo y debe reemplazarse cada cuatro o cinco años. Hay miles de millones de estas baterías solo en los Estados Unidos. Las baterías de plomo-ácido también se utilizan como fuentes de alimentación de reserva para redes informáticas, instalaciones de comunicación y otros sistemas críticos. El plomo también es uno de los metales utilizados en los sistemas de almacenamiento de energía asociados con la generación de energía y los vehículos híbridos. También se utilizó en los primeros dispositivos de radio.
- Mena de plata.
- Se utiliza gran cantidad de plomo para pantallas de protección con sustancias radiactivas como el uranio.
- El plomo metálico se emplea para obtener blanco de plomo
- Se emplea en la fabricación de láminas, tuberías y perdigones.

Son diversos los lugares en el mundo donde el hombre ha puesto su atención y labor para la extracción de este mineral. Algunos de ellos son: Checoslovaquia, Inglaterra, las montañas del Harz, Australia, Estados Unidos, Perú e Irlanda.

Además, en España están los yacimientos de La Carolina y Linares, de donde se sacan considerables proporciones de la galena argentífera. También en España, se consigue galena en Ciudad Real (Almería), así como en Murcia y Lérica.

b) Flotacion con Xantatos

La flotación es un proceso que involucra el estudio de las propiedades de las interfases. Una de las formas de caracterizar una interfase es por la medida de la adsorción. La adsorción puede definirse como la concentración de una entidad química (iones y moléculas) en una interfase. La adsorción generalmente se expresa en moles o moléculas de adsorbido por área de interfase. Es un fenómeno espontáneo y exotérmico. Es común la clasificación de la adsorción, con base en la naturaleza de la interacción adsorbido/adsorbente, en adsorción física (fisisorción) y adsorción química (quimisorción).

El uso principal de xantatos de los metales alcalinos, sodio y potasio, es como coleccionistas de minerales. Este uso fue introducido por Keller en 1925. El xantato etílico de sodio también fue utilizado en el extranjero como un herbicida defoliante, y como un aditivo. En el caucho para proteger contra los gases atmosféricos, especialmente el oxígeno y el ozono. En Australia, xantato etílico de sodio ha sido utilizado ampliamente en la industria minera por más de 30 años.

Los xantatos son compuestos orgánicos obtenidos en reactores por reacción de bisulfuro de carbono, la soda o potasa cáustica y un determinado alcohol; el cual, le otorga las propiedades colectoras en el circuito de flotación para los minerales metálicos y poli metálicos. Estos compuestos se caracterizan por liberar un olor a azufre y son utilizados en muchas industrias, siendo su principal aplicación en la industria minera como colector para la flotación de minerales sulfurados, estos se adhieren a la superficie de los minerales y por acción del aire logran flotar y concentrar variedades de especies minerales bajo condiciones controladas de pH y otros agentes químicos. No son empleados en circuitos muy ácidos, porque tienden a descomponerse. Todos los Xantatos son solubles en agua, usualmente se alimentan como soluciones en concentraciones del 5 al 20 % en peso.

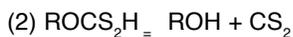
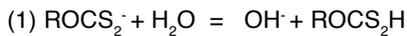
En los procesos de flotación no solo basta cumplir las normas ambientales aplicables, que son muy restringidas y no ayudan a prevenir posibles impactos ambientales, puesto que no existe una metodología de control de xantatos en efluentes mineros; por lo tanto el motivo de la presente investigación es implementar la adsorción del xantato residual del proceso de flotación en la superficie de galena con el objetivo de prevenir, controlar y minimizar los posibles efectos negativos que puede causar su interacción con el medio ambiente. Los residuos de xantatos se presentan en los efluentes líquidos que ingresan a los ríos, este compuesto orgánico se obtiene a partir de bisulfuro de carbono, alcohol y un álcali; liberan olor a azufre, pueden variar su color desde blanco a amarillo, son solubles en agua, y afectan la salud humana, su aplicabilidad principal es en la industria minera para la flotación de minerales.

En las plantas minero-metalúrgicas, el agua derivada de procesos industriales contiene compuestos orgánicos residuales que pueden afectar a la operaciones de flotación que se reciclan. El agua del proceso contiene no sólo los productos de flotación, sino

también productos de otras operaciones de la planta, tales como filtración y sedimentación. Los compuestos orgánicos que se utilizan en estas operaciones se encuentran a concentraciones variables, lo que significa que el agua de proceso recirculada tiene características variables en términos de sustancias orgánicas y productos de degradación. El uso de agua reciclada tiene efectos significativos en la selectividad de flotación, porque esta agua contiene muchos compuestos disueltos, tanto inorgánicos como orgánicos, que alteran radicalmente la química del sistema (Rao, 1989).

Los xantatos son, por mucho, los reactivos más utilizados, y son los reactivos primarios utilizados en sulfuros como colector (Pearse, 2005). Uno factor significativo que conduce a resultados no deseados en la flotación selectiva de minerales de sulfuro, es el xantato residual en el agua de reciclaje.

Según (Oliveira Jr., 2011), hay dos reacciones de degradación de las asociadas con el ion xantato en un pH ácido: la hidrólisis del xantato (ROCS_2^-), que produce ácido xántico (ROCS_2H), y la descomposición del ácido xántico:



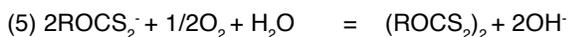
Las reacciones (1) y (2) explican porque el xantato no es un colector eficiente en un medio ácido. Además, la reacción (2) se considera que es irreversible, ya que se produce a una velocidad muy alta.

En medio alcalino, la hidrólisis del xantato se puede producir de acuerdo con la reacción (3):



Y el tritricarbonato (CS_3^{2-}) se puede descomponer en CS_2 y S^{2-} .

Los xantos también son susceptibles a la oxidación atmosférica, y las reacciones asociada con esta oxidación son las reacciones (4) y (5):



Algunos de los productos formados, en particular los dixantogenos $(\text{ROCS}_2)_2$, poseen diferentes propiedades de colección, para un número de minerales de sulfuro, y estos productos son conocidos por ser no selectivos. Por esta razón, no se utilizan a menudo como colectores en flotación ya que afectarían negativamente la selectividad (Rao, 1989).

Aunque los xantatos tienen una alta especificidad para una superficie dada del mineral, y se utilizan en dosis relativamente bajas, las concentraciones en exceso que no han reaccionado terminan en los efluentes de las plantas concentradoras (Chockalingam E., 2003). Actualmente, los reactivos de flotación orgánicos, se eliminan de las aguas residuales de flotación de mineral por métodos físico-químicos, incluyendo la coagulación floculación, adsorción física y la oxidación química (Cheng H., 2012). Sin embargo; muchas veces estos métodos son deficientes e insuficientes, lo cual hace necesario la implementación de una nueva forma de eliminarlos.

El enfoque de este trabajo, es adsorber en la galena, el xantato que no reacciona durante el proceso de flotacion.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

La galena (PbS) empleada en este trabajo fue purificada, empleandose solo los cristales de esta. Esta galena fue puesta en contacto con soluciones de xantato. Las soluciones del colector, fueron preparadas con disoluciones ionizantes de Cloruro de Potasio (KCl) a las que se adiciono xantato isopropilico de sodio (z-11) en concentraciones de $3 \cdot 10^{-6}$ y $5 \cdot 10^{-6}$. Posteriormente las muestras de galena en las soluciones de xantato fueron agitadas durante 30 minutos a un pH de 9.

El siguiente proceso que se realizo fue la caracterizacion de estas muestras por via de UV-Vis, Espectroscopia Raman y XPS. Cabe mencionar que la caracterizacion por UV-Vis se empleo solo para identificar el pico caracteristico del xantato a 301nm el cual nos indico la presencia del mismo en la solucion.

La caracterizacion por Raman y XPS se realizo con las muestras secas y se analizo resultados en base a literaturas. Despues de esto se calentaron a 60°C las muestras de galena acondicionada con xantato durante 1 hora para desorber de la galena el xantato. Finalmente se cuantifico el solido (galena) con xps.

RESULTADOS Y DISCUSION

El espectro Raman del Z-11 adsorbido en la superficie de la galena se muestra en la figura 1. Se puede observar los distintos picos en los que se presenta el Z-11, el cual fue adsorbido en la superficie de galena. El rango en el cual fueron analizadas las muestras fue desde 100 hasta 3500 cm^{-1} .

Los picos caracteristicos del Z-11 aparecen entre las siguientes frecuencias 650, 1020, 1450-1500, y entre $2800\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$

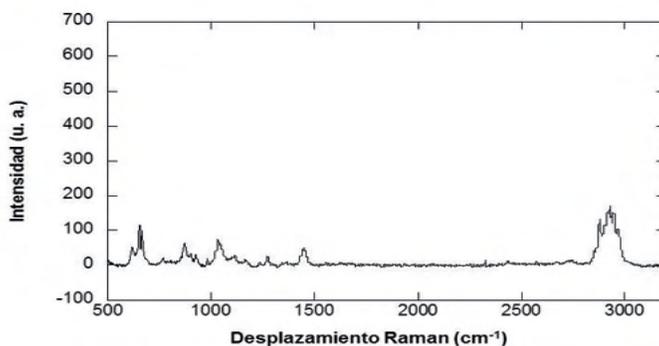


Figura 1. Espectro Raman del Z-11 adsorbido en la superficie de la galena.

Otra técnica de caracterización que también se llevó a cabo fue la Espectroscopia de Fotoelectrones emitidos por Rayos X (XPS), con la cual se analizó la adsorción de xantato en galena. Los espectros de la galena con mayor cantidad de xantato adsorbido, fueron analizados y comparados con la literatura correspondiente.

En base a estudios de Z-11 que se han publicado anteriormente, según (K. C. Pillai, 1983), podemos comparar que, los resultados obtenidos en los espectros de galena, mismos a los que no se realizó deconvoluciones ya que se comparó con la literatura, muestran los picos característicos de la presencia de xantato en su superficie, los cuales producen corrimientos de los picos de la galena.

En la figura 2 se muestra el espectro del carbono (C) del nivel 1s en el cual se pueden observar 3 diferentes picos correspondientes a distintos compuestos enlazados con carbono. Para este espectro se define que existen 3 átomos de carbono químicamente no equivalentes localizados a 284.9, 286.3 y 288.1 eV. Por este motivo podemos asumir que estos enlaces son correspondientes a enlaces xantato-galena.

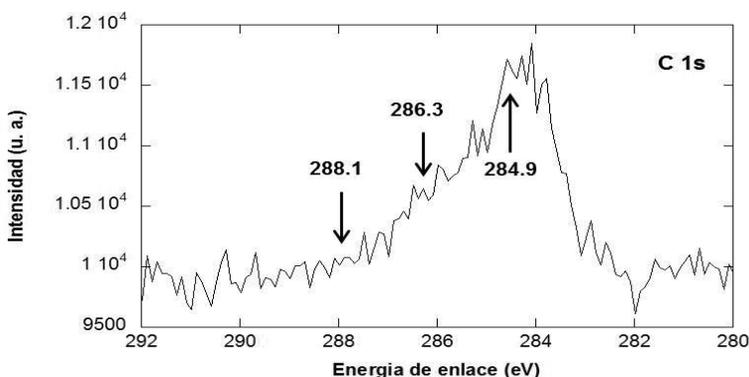


Figura 2. Espectro de galena (seca): nivel 1s del C.

El espectro del Oxígeno del z-11 adsorbido en galena, muestra dos picos con una relación de intensidad de 2.6: 1. La energía de enlace correspondiente a estos picos es de 531.0 y 532.8 eV, ilustrado en la figura 3. La evidencia que existe sobre estos picos se atribuye a la formación de enlaces C-O-C correspondientes al z-11 adsorbido (R.A. Pollak, 1975) y a alguna otra forma de oxígeno ligado al agua.

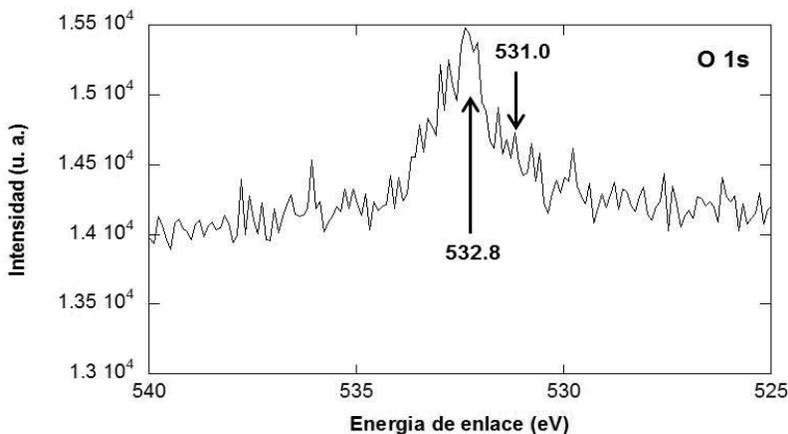


Figura 3. Espectro de galena (seca): nivel 1s del O

El Pb nivel 4f muestra dos picos, separados por 5.0 eV. Los valores de energía de enlace 136.6 y 141.6 eV se encuentran presentes en PbS, aunque también pueden estar presentes en PbO desde el nivel $4f_{7/2}$ y su energía de enlace es muy cercana a la del PbS. La ausencia de un nivel Pb $4f_{7/2}$ permite concluir que el $PbSO_4$ no está presente en la superficie (OS. Zingg, 1992). Los picos Pb 4f se muestran en la figura 4.

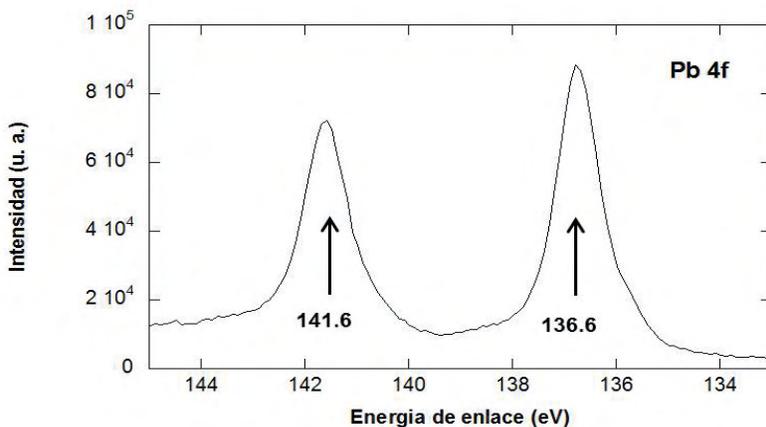


Figura 4. Espectro de galena (seca): nivel 4f del Pb

La figura 5 muestra que los picos del nivel 2p del S de la galena aparecen dos veces. Los picos presentan una relación de 2:1 y se encuentran a 160.4 y 161.7. Como no se muestra ningún pico a 169 eV esto indica que no existe la presencia de SO_4^{2-} que pudiese estar ligando con la galena.

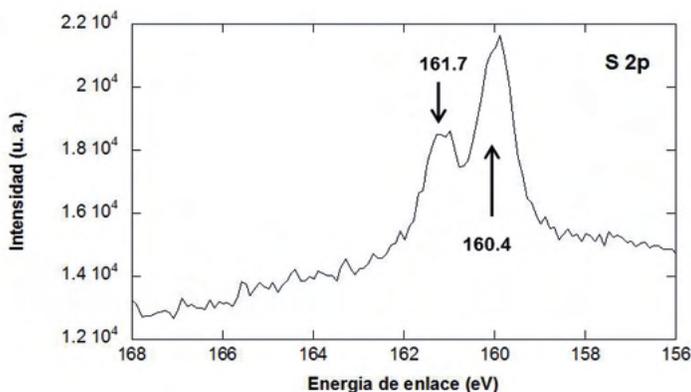


Figura 5. Espectro de galena (seca): nivel 2p del S.

Posteriormente en la caracterización de espectroscopia uv-visible se desarrollo cada experimento y se le practico un barrido a una longitud de onda de 200 a 400 nm, dando como resultado, fue una recristalizacion del xantato como se muestra en las Figuras 6 mostrandose dos bandas maximas a 224 y 301, en 224 se cuantifica una especie llamada dixantogeno, a 301 se cuantifica el xantato, en nuestra investigacion se cree que se formo la especie dixantogeno por la ayuda de la galena ya que una cantidad de xantato fue adsorbida por esta y la siguiente banda fue producto de la descomposicion u oxidacion del xantato en la superficie.

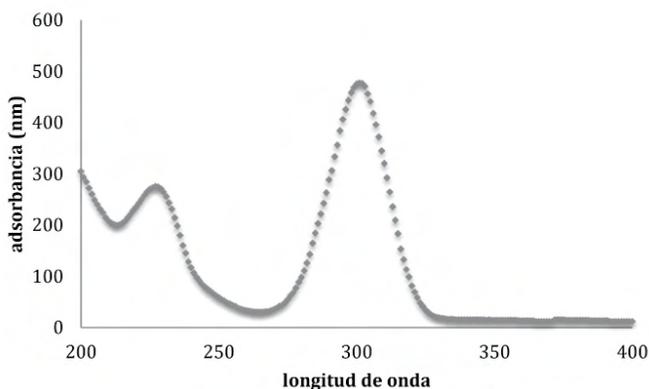


Figura 6.- Xantato isopropilico de sodio (z-11) a 301 nm y dixantogeno a 224 nm

CONCLUSIONES

La espectroscopia uv-visible demostró la efectividad de la adsorción del xantato. asi mismo, se encontró que se desarrolla un sub producto del xantato, conocido como

dixantógeno, esto como producto de descomposición o de oxidación al contacto con la galena

Con la espectroscopía Raman a las cuales fueron sometidas las muestras secas del galena, se compararon las gráficas iniciales y posteriores al proceso, confirmando la presencia del xantato y demostrando una adsorción exitosa.

De los espectros obtenidos por XPS determinamos que el xantato se adsorbió en la superficie de la galena. El xantato residual presente en los procesos de flotación, puede ser removido utilizando la galena como adsorbente del mismo, esta técnica desplaza otro tipo de técnicas las cuales descomponen el xantato, ya que, para aplicar tecnologías encargadas de la descomposición química, se requiere gran consumo de energía reflejado en elevados costos de operación.

El empleo de galena como adsorbente beneficia sustancialmente, debido a que el xantato puede ser desorbido y retornado nuevamente al proceso aplicando una ligera purificación del mismo.

REFERÊNCIAS

Bolin N. J., C. S. L., Martin C.J. A surface study of a Boliden ore by ToF-LIMS. *International Journal of Mineral Processing*. 1997.

Cheng H., L. H., Huo H., Dong, Y. Xue, Q. Cao L. Continuous removal of ore flotation reagents by an anaerobic-aerobic biological filter. *Bioresource Technology*, 255–261. 2012.

Chockalingam E., S. S., Natarajan K.A. Studies on biodegradation of organic flotation collectors using *Bacillus polymyxa*. *Hydrometallurgy*. 2003.

Gerardo Cifuentes Molina, C. H. C., Marco Antônio Siqueira Rodrigues, Andréa Moura Bernardes. Sodium isopropyl xanthate degradation by advanced oxidation processes. *Minerals Engineering*. 2013.

Howe, T. M., Pope, M.I. The quantitative determination of flotation agents adsorbed on mineral powders, using differential thermal analysis. *Powder Technology*. 1970/1971.

K. C. Pillai, V. Y. Y., J.OM. Bockris. XPS studies of Xanthate adsorption on galena surfaces. *Applications of surface Science*. 1983.

Miettinen, M., Ste'n, P., Bckman, S., Leppinen, J., Aaltonen, J. Determination of chemicals bound to mineral surfaces in flotation processes. *Minerals Engineering*, 245–254. 2000.

Oliveira Jr., G. G. M. Desenvolvimento de uma rota de processo de dessulfurização de rejeitos de um minério aurífero sulfetado. 71. 2011.

OS. Zingg, D. M. H. Phys. Chem. 1992.

Pearse, M. J. An overview of the use of chemical reagents in mineral processing. *Minerals Engineering*. 2005.

Piantadosi C., S. R. S. C. Statistical comparison of hydrophobic and hydrophilic species on galena and pyrite particles in flotation concentrate and tails from ToF-SIMS evidence. *Minerals Engineering*, 1377–1394. 2002.

Pugh, R. J., Husby, K. Quantitative determination of collector adsorbed on fluorite, galena and quartz particles by selective oxidation surface analysis. *International Journal of Mineral Processing*. 1986.

R.A. Pollak, C. H. B. *Appl. Phys.* 1975.

Rao, S. R., Finch, J.A. A review of water reuse in flotation. *Minerals Engineering*. 1989.

ADSORCIÓN DE CIANURO EN CARBÓN ACTIVADO DE CASCARA DE TAMARINDO

Data de aceite: 01/10/2021

Claudia Veronica Reyes Guzmán

Investigadora de la Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia Monclova, Coahuila
ORCID 0000-0001-5470-0510

Leonor Muñoz Ramírez

Colaboradores en el proyecto: Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia Monclova, Coahuila

Sergio García Villarreal

Colaboradores en el proyecto: Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia Monclova, Coahuila

Gloria Guadalupe Treviño Vera

Colaboradores en el proyecto: Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia Monclova, Coahuila

Aglae Davalos Sánchez

Colaboradores en el proyecto: Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia Monclova, Coahuila

Gema Trinidad Ramos Escobedo

Colaboradores en el proyecto: Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia Monclova, Coahuila

María Gloria Rosales Sosa

Colaboradores en el proyecto: Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia Monclova, Coahuila

Evelyn Rodríguez Reyna

Colaboradores en el proyecto: Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Metalurgia Monclova, Coahuila

Samuel Chacón de la Rosa

Universidad Autónoma de Coahuila, Centro de Investigación en Geociencias Aplicadas Independencia, Nueva Rosita, Coahuila, México

Luis Enrique Barajas Castillo

Egresado de la carrera IQMM

RESUMEN; El carbón activado (AC) se ha demostrado ser un adsorbente eficaz para la eliminación de una amplia variedad de contaminantes orgánicos e inorgánicos de medios acuosos o gaseosos. Es ampliamente utilizado debido a su excepcional superficie (rangos de 500 a 1500 m² g⁻¹). Mientras que la eficacia de ACs para actuar como adsorbentes para una amplia gama de contaminantes está bien documentada, la investigación sobre la modificación de AC está ganando importancia debido a la necesidad de desarrollar la afinidad del AC de determinados contaminantes para facilitar su eliminación del agua. El uso de estos materiales como adsorbentes de contaminantes inorgánicos y orgánicos del agua es debido a su versatilidad única resultante de su área de superficie alta, estructura porosa, de alta capacidad de adsorción, y la naturaleza química de la superficie, que puede ser modificado adecuadamente por los tratamientos físicos y químicos para mejorar la extensión de un proceso de adsorción dado. En nuestra investigación la elaboración del carbón

activado de cáscara de tamarindo fue un factor determinante en el trabajo, pues se realizó de forma exitosa y cumplió todas las normas utilizadas por la American Society for Testing and Materials Standards (ASTM) para la determinación de la calidad en sus aplicaciones. Esto permitió una correcta adsorción del cianuro en la experimentación realizada. En otra de las caracterizaciones, realizada por la técnica de espectroscopia fotoelectrónica de rayos x (XPS), fue posible encontrar los principales grupos funcionales del carbón activado de cascara de tamarindo que interactúan con el cianuro. Estos fueron en su mayoría grupos carbonil y carboxil. Con la espectroscopia FTIR a las cuales fueron sometidas las muestras secas del carbón activado, se compararon las gráficas iniciales y posteriores al proceso, confirmando la presencia del cianuro y demostrando una adsorción exitosa del contaminante químico residual.

PALABRAS CLAVES: cianuro, tamarindo, cascara.

INTRODUCCION

Los procesos industriales de extracción y recuperación de oro por cianuración generan grandes volúmenes de soluciones y efluentes con cianuro; estos procesos son principalmente la lixiviación en montones y la lixiviación en tanques agitados, seguidos de la recuperación de oro por el proceso Merrill-Crowe o el proceso de carbón en pulpa. El proceso de cianuración consiste generalmente en la disolución de oro mediante la formación de complejos estables con cianuro.

Los efectos ambientales de la descarga de efluentes líquidos de la industria minero-metalúrgica se observan en el deterioro de los parámetros fisicoquímicos relacionados con la calidad del agua. El problema aumenta con la toxicidad de estos elementos. Es por ello que la descarga de efluentes se somete a estándares o límites regulados por una norma ambiental, en el caso de México, la NOM-001-ECOL-1996. Con el fin de disminuir las descargas de contaminantes al ambiente se aplican diversas tecnologías que a su vez permiten aprovechar y reutilizar estos materiales en los mismos procesos industriales que los generan. Algunos de los tratamientos más importantes industrialmente, aplicados tanto para destruir o remover el cianuro y complejos metálicos como para su recuperación, se describen brevemente a continuación.

Investigaciones recientes sobre la adsorción de iones de metales pesados u tóxicos en aguas residuales, realizadas a nivel mundial, revelan la capacidad de adsorción de diferentes biomasa residuales como la corteza del árbol del pirul, la cáscara de tamarindo, cáscara de plátano (*Musa paradisiaca*), cáscara de limón (*Cítricos limonum*), cáscara de naranja (*Cítricos sinensis*), hoja de maíz, cáscara de maní, quitosano [25], desechos de tallo de uva, entre otros. Otro tipo de biosorbentes muy usados en la actualidad son microorganismos, como las algas, hongos y levaduras.

El fenómeno de adsorción se puede ver afectado de manera positiva o negativa, por ciertas variables como la temperatura, pH, tamaño de partículas o simplemente por la

presencia de otros iones. Estos parámetros pueden aumentar o disminuir la captación de los iones metálicos.

La bioadsorción es un proceso fisicoquímico que incluye los fenómenos de adsorción y absorción de moléculas e iones. Este método poco convencional busca principalmente la remoción de metales pesados en aguas residuales provenientes del sector industrial, usando como sorbente diferentes materiales de origen biológico (vivo o muerto), tales como: algas, hongos, bacterias, cáscaras de frutas, productos agrícolas y algunos tipos de biopolímeros. Estos materiales son de bajo costo y se encuentran en gran abundancia en la naturaleza, además, su transformación a biosorbente no es un proceso costoso. El proceso de bioadsorción involucra una fase sólida (biomasa) y una fase líquida (agua) que contiene disueltos la sustancia de interés que será adsorbida (en este caso, los iones de los metales pesados). Para que el proceso de bioadsorción se pueda realizar con éxito, debe existir una gran afinidad entre los grupos funcionales de la biomasa y el contaminante, ya que este último debe ser atraído hacia el sólido y enlazado por diferentes mecanismos.

Los carbones activados quizás son el primer material utilizado por el hombre y su uso data probablemente desde el mismo momento en que se comienza a utilizar el fuego; dado que los trozos de madera carbonizada que quedarían en algunas hogueras pueden considerarse un carbón vegetal rudimentario. El carbón vegetal se usa no solo de uso doméstico sino también industrial, especialmente en los países en vías de desarrollo

Son dos las características fundamentales en las que se basan las aplicaciones del carbón activado: elevada capacidad de eliminación de sustancias y baja selectividad de retención.

La elevada capacidad de eliminación de sustancias se debe a la alta superficie interna que posee. La porosidad y distribución de tamaño de poros juegan un papel importante. En general, los microporos le confieren la elevada superficie y capacidad de retención, mientras que los mesoporos y macroporos son necesarios para retener moléculas de gran tamaño, como pueden ser colorantes o coloides, y favorecer el acceso y la rápida difusión de las moléculas a la superficie interna del sólido.

Por otra parte, el carbón activado tiene escasa especificidad ante un proceso de retención, es un adsorbente “universal”. No obstante, por su naturaleza apolar y por el tipo de fuerzas implicadas en el proceso de adsorción, retendrá preferentemente moléculas apolares y de alto volumen molecular hidrocarburos, fenoles, colorantes, mientras que sustancias como nitrógeno, oxígeno y agua prácticamente no son retenidas por el carbón a temperatura ambiente. De ahí que más de 190.000 toneladas al año de las 375.000 producidas se destinen a la eliminación de contaminantes procedentes de sectores muy variados, tanto en fase gaseosa (sulfuro de hidrógeno, dióxido de azufre, óxidos de nitrógeno, vapores de gasolinas...) como líquida (aguas potables, industriales y residuales, tintorerías...).

El tamarindo se encuentra presente en 4 continentes y es cultivado en 54 países;

es nativo de 18 naciones y se encuentra naturalizado en 36.

El tamarindo se encuentra en 21 entidades federativas, tanto en forma silvestre como en cultivo, principalmente en las costas del Pacífico y del Golfo de México. La superficie sembrada en 2009 fue de 8599.43 hectáreas, con una producción de 38,390.07 toneladas. La importancia de México a nivel mundial es relativamente pequeña (31,795 toneladas) comparada con las 105,000 hectáreas sembradas en Tailandia, o con la producción de India de 300,000 toneladas producidas en 2005

El tamarindo generalmente comienza a producir fruta entre los 7 y los 10 años de edad (reproducción por semilla), por reproducción vegetativa produce los 3 o 4 años y la producción de vainas se estabiliza alrededor de los 15 años, su fruto es una vaina indehiscente (permanece cerrada cuando madura), oblonga o lineal algo comprimida lateralmente y comúnmente curvada con una capa externa (epicarpio), café canela o café grisáceo, al madurar su capa crustácea seca y escamosa es quebradiza pudiendo persistir las vainas en el árbol por varios meses.

Los productos derivados del tamarindo tienen una gran diversidad de aplicaciones, su madera es utilizada en el medio rural para la fabricación de implementos de labranza, utensilios de cocina, leña, carbón vegetal, por sus propiedades culinarias se usa extensamente en la cocina, así como en la obtención de dulces y bebidas refrescantes, además teniendo en cuenta que la cáscara de tamarindo es un producto de desecho y de bajo costo, está puede ser empleada para remover metales contaminantes

La elección del biosorbente en estudio, se llevó a cabo bajo investigación de factibilidad considerando que fuera abundante en la naturaleza, que su costo fuera mínimo y que se encontrara de manera abundante en nuestro país. Por lo tanto, se eligió como biosorbente la *Tamarindus Indica* (cáscara de tamarindo).

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Molienda de muestras para cascara de tamarindo.

Primeramente se tomaron muestras de cascara de tamarindo, con un peso total de 10g c/u fue molida durante 30min, 1hora, 1.5horas y 2 horas a una velocidad de 20 rpm, para observar cual era el mejor tiempo de molienda, con 0.5 horas de reposo por cada hora de trabajo. Esta experimentación fue realizada con la intención de encontrar el mejor tiempo de molienda.

Los componentes y las bolas de acero se cargaron a un vial de acero inoxidable, la molienda se realizó en un molino Restch para producir polvo de las diferentes muestras a tratar, el peso total de la muestra fue 10g.

En el proceso de molienda mecánica, fue necesario considerar 0.5 horas de reposo, por cada hora de trabajo, lo cual, fue debido al calentamiento del motor del molino. Una vez obtenida una gran cantidad de polvo del producto de las moliendas mecánicas, este se

guardó en viales de vidrio con tapa para evitar cualquier contaminación.



Figura 1 Molino Restch.

Adsorción de cianuro en carbón activado de cascara de tamarindo

a.- Se procedió a hacer una molienda a los carbones en un molino a 20 rpm durante 30min, 1 hora.

b.- Se procedió a preparar agua desionizada, ajustando el pH a 12.

c.- Después de ajustar el agua desionizada con un pH 12, se procedió a preparar mezclas con CN. En un vaso de precipitado de 250 ml con 100ppm de CN.



Figura 2 Adsorción de cianuro con carbón.

Los experimentos de adsorción de cianuro con carbón activado de cascara de tamarindo se llevaron a cabo en un vaso de precipitado de 600 ml donde contenía 250 ml de cianuro grado reactivo y agua desionizada, ajustando el pH a 12 con una solución de NaOH como se muestra la Figura 2. El sistema se mantuvo en agitación constante durante todo el experimento. El avance del proceso se monitoreo continuamente mediante el cambio de la concentración del cianuro. La agitación se reguló con agitador magnético colocado dentro del vaso de precipitado y accionado por medio de una parrilla de agitación magnética; el cianuro extraído del proceso, se determinó con titulación de nitrato de plata, de acuerdo con el método APHA-AWWA 4500-CN D.

RESULTADOS Y DISCUSION

Caracterización del carbón activado antes de la adsorción.

Las normas de la American Society for Testing and Materials Standards (ASTM) establecen pruebas estándar necesarias para establecer la calidad del carbón obtenido, entre ellas están: el porcentaje de humedad, materia volátil, cenizas, carbón fijo, y la resistencia a la abrasión. Para la caracterización de la estructura porosa del carbón activado, se suelen utilizar algunas técnicas sencillas como el índice de yodo ya que los carbones son productos de muy alta capacidad para retener contaminantes de diversos fluidos. En la Tabla I se muestra la caracterización del carbón activado después del tratamiento físico.

Datos técnicos	Valor	Norma que cumple
Número de yodo	700 mg L/g	ASTM D-4607
Dureza	90 Adimensional	ASTM D-3802
Cenizas totales	8%	ASTM D-2866
Densidad aparente	0.55 g/cm ³	ASTM D-2854
Humedad total	4% Máx.	ASTM D-2867
Azufre	0.187	D 4239-05
Poder calorífico	6836.3	D 5865-4

Tabla I. Análisis del carbón

El área superficial de los carbones usados en la investigación están en el rango típico de los carbones activados de 500 a 1500 m²/g por esta razón se considera con el potencial adecuado para usarlo como adsorbente o bien como precursor de adsorbentes modificados y aplicarlo a la remoción de contaminantes orgánicos o inorgánicos disueltos en medios acuosos.

En la Figura 3 se muestra un barrido completo de la muestra de carbón activado elaborado con cascara de tamarindo utilizada en la molienda de 1 hora a 100 ppm de cianuro, se puede observar los picos característicos de O1S (525-545) y C1S (280-295).

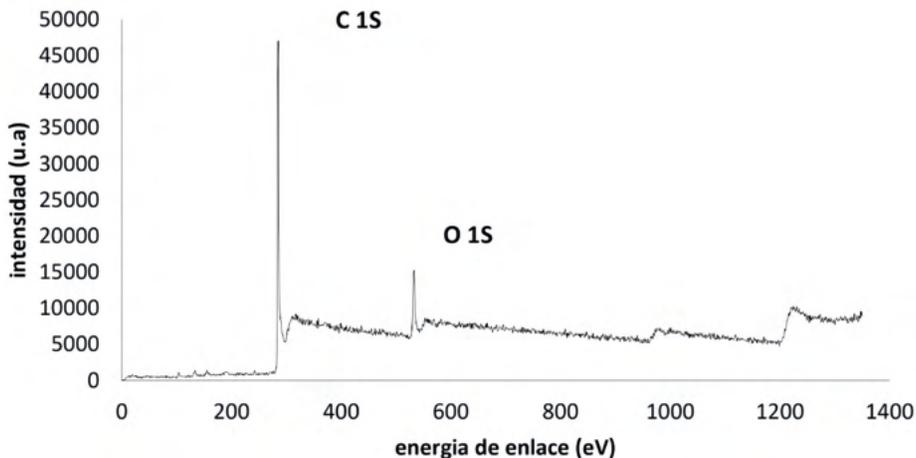


Figura 3 Carbón activado de cascara de tamarindo con una molienda de 1 hora para la adsorción de cianuro a 100 ppm.

Se realizó una deconvolucion de la Figura anterior para C1S dando como resultado la siguiente Figura 4, se observan los picos de diferentes grupos funcionales en los cuales se encuentra enlazado el cianuro al carbón. El pico presente a 288.7 eV, es el pico característico del carbón. Junto a este pico aparecen otros dos pequeños, los cuales son distintos grupos funcionales del carbón, que se encuentran interactuando con el cianuro:

- (1) a 288.7 eV tenemos (-C=N, -N=C-O-, COOC-).
- (2) a 289.3 eV (-COOH) acido carboxilo.
- (3) a 291.0 eV tenemos quinona carbonilo (C=O).

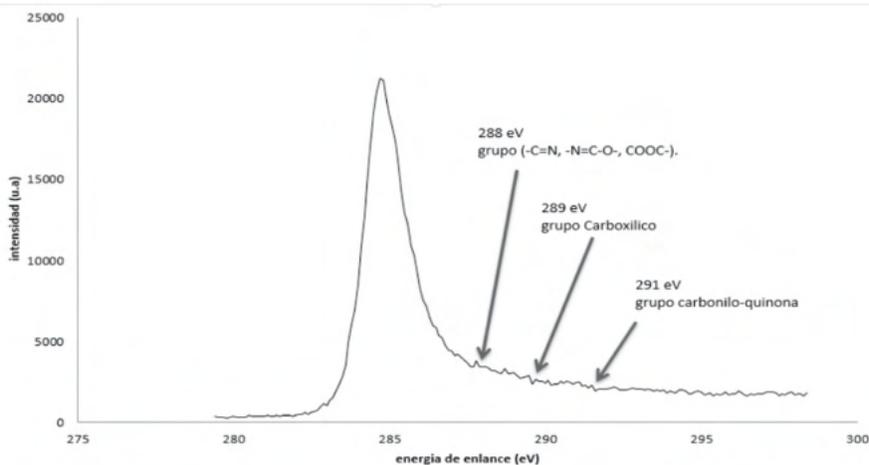


Figura 4 Espectro de la muestra de carbón cascara de tamarindo C1s, 100 ppm de cianuro.

En la espectroscopia infrarroja por transformadas de Fourier en las muestras de tamarindo podemos notar la presencia de los grupos funcionales encargados de la adsorción de cianuro en la superficie de este

El pico ubicado a una longitud de 899 cm^{-1} puede atribuirse a una extensión del enlace tipo C-C. (Kaur, Kumar, & Sharma, 2010). La señal que se encuentra entre 2856 y 2925 cm^{-1} (2898 cm^{-1}) se debe a la absorción simétrica del enlace C-H (Mishra & Sen, 2011). La banda en 1674 cm^{-1} de baja absorción indica la presencia de C=C y el pico en 2135 cm^{-1} puede deberse a la presencia de enlace C-C.

La banda en 1745 cm^{-1} se debe a la presencia de C=O, el pico en 1417 cm^{-1} C-N así como el pico en 3500 cm^{-1} y 3400 cm^{-1} puede deberse a la presencia de N-H o grupos hidroxilo. La señal en 2250 cm^{-1} puede deberse a la presencia de R-C≡N (Silverstein, Webster, & Kiemle, 2005).

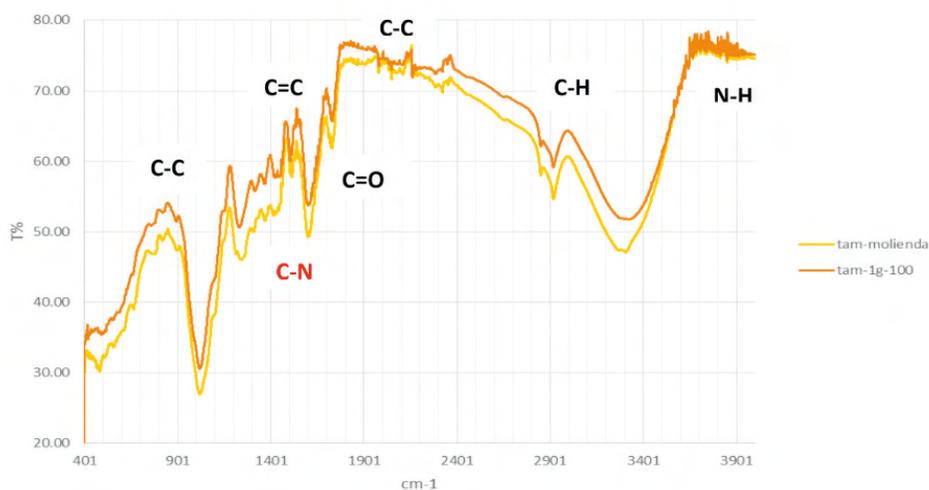


Figura 5 Espectro FTIR de carbón activado de cascara de tamarindo

Con la utilización del método APHA-AWWA 4500 CN-D en la adsorción de cianuro en la superficie de la cascara de tamarindo muestra la adsorción de cianuro en el carbón activado después del proceso mecánico, con tres distintas concentraciones de cianuro, a 1 hora de adsorción, esto da como resultado, un incremento en la cantidad de cianuro removido por adsorción en el carbón cascara de tamarindo, en la gráfica muestra una comparación entre un carbón sin tratamiento mecánico (a) y con tratamiento mecánico (b), la figura muestra que al practicarse el proceso mecánico al carbón activado, a los 20 minutos hay un incremento de adsorción debido a que el carbón presenta un efecto catalítico, el mecanismo de adsorción es un intercambio de iones entre los grupos funcionales de la superficie del carbón, como se muestra en la siguiente reacción:

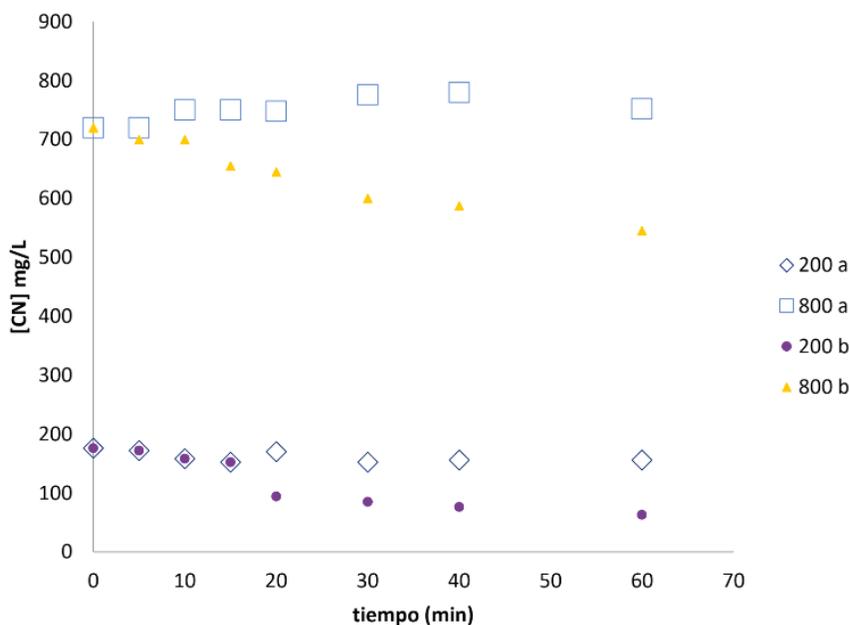


Figura 6. Mostra duas concentrações de cianuro com 2 gr de cct, los incisos (a) es antes del proceso mecánico y el inciso (b) después del proceso mecánico.

CONCLUSIONES

En la elaboración del carbón activado de cáscara de tamarindo fue un factor determinante en el trabajo, pues se realizó de forma exitosa y cumplió todas las normas utilizadas por la American Society for Testing and Materials Standards (ASTM) para la determinación de la calidad en sus aplicaciones. Esto permitió una correcta adsorción del cianuro en la experimentación realizada.

La técnica implementada APHA-AWWA 4500 CN-D para determinación de cianuro se utilizó para analizar el cianuro libre que se encontraba en solución conforme transcurría las cinéticas de adsorción empleando carbón activado elaborado a partir de cascara de tamarindo, lo cual demostró que es una técnica eficiente en dichas cinéticas.

Por la técnica de espectroscopia fotoelectrónica de rayos x (XPS), fue posible encontrar los principales grupos funcionales del carbón activado de cascara de tamarindo que interactúan con el cianuro. Estos fueron en su mayoría grupos carbonil y carboxil.

Con la espectroscopia FTIR a las cuales fueron sometidas las muestras secas del carbón activado, se compararon las gráficas iniciales y posteriores al proceso, confirmando la presencia de cianuro y demostrando una adsorción exitosa del contaminante químico residual, además de los grupos funcionales como carboxil, carbonil, grupos O-H presentes

REFERÊNCIAS

Abdelnour A, Vincent Escalant Jean (1994). Conceptos Básicos Del cultivo de Tejidos Vegetales. Editorial CEE. Disponible en: <https://books.google.com.mx/books?id=T9QOQAIAAJ&pg=PP8&dq=cultivo+de+tejidos+in+vitro&hl=es&sa=X&ved=0CDAQ6AEwAmoVChMIqbDNza-kyAIVQdWACH2ebA->

Aceves, L.A et al (2008). Estudio para determinar zonas de alta potencialidad del cultivo del tamarindo (*Tamarindus indica* L.) en el estado de Tabasco. SAGARPA. Consultado en línea: [http://www.innovacion.gob.sv/inventa/attachments/article/2611/tamarindo\[1\].pdf](http://www.innovacion.gob.sv/inventa/attachments/article/2611/tamarindo[1].pdf)

Chinou, I (2008) Primary, secondary metabolites, and their biological activity. En: Waksmundzka-Hajnos M, Sherma J, Kowalska T (Eds) Thin layer chromatography in phytochemistry, pp. 59-76. CRS Press, Boca Raton

Figuerola, R., Tamayo, J., González, S., Moreno, G., Vargas, L. (2011). Actividad antioxidante de antocianinas presentes en cáscara de pitahaya (*Hylocereus undatus*). Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha, vol. 12, núm. 1, pp. 44-50 Asociación Iberoamericana de Tecnología Postcosecha, S.C. Hermosillo, México

Fowler M. W. (1987). Products from plant cells. Basic Biotechnology. Academic Press, M., London, England. pag. 525-544.

Garcia, JA (2013) Establecimiento de un Sistema de Regeneración *in vitro* de Cempaxúchitl (*Tagetes erecta*) Vía Organogénesis Indirecta. Facultad de Química, Universidad Autónoma de Querétaro.

CAPÍTULO 15

DESENVOLVIMENTO DE MEMBRANAS DE QUITOSANA/GELATINA/FÁRMACO PARA REGENERAÇÃO DA SUPERFÍCIE OCULAR

Data de aceite: 01/10/2021

Data de submissão: 01/07/2021

Amanda Eliza Goulart Gadelha

Universidade Federal de Campina Grande,
Departamento de Eng. de Materiais
Campina Grande – Paraíba
<http://lattes.cnpq.br/2248197573947008>

Wladýmjr Jéfferson Bacalhau Sousa

Universidade Federal de Campina Grande,
Departamento de Eng. de Materiais
Campina Grande – Paraíba
<http://lattes.cnpq.br/3417672972335953>

Albaniza Alves Tavares

Universidade Federal de Campina Grande,
Departamento de Eng. de Materiais
Campina Grande – Paraíba
<http://lattes.cnpq.br/8402851333688638>

Rossembérg Cardoso Barbosa

Universidade Federal de Campina Grande,
Departamento de Eng. de Materiais
Campina Grande – Paraíba
<http://lattes.cnpq.br/3078704003282914>

Maria Dennise Medeiros Macêdo

Universidade Federal de Campina Grande,
Departamento de Eng. de Materiais
Campina Grande – Paraíba
<http://lattes.cnpq.br/0673893064169215>

Thiago Cajú Pedrosa

Universidade Federal de Campina Grande,
Departamento de Eng. de Materiais
Campina Grande – Paraíba
<http://lattes.cnpq.br/8026728908346962>

Ana Caroline Santana de Azevedo

Universidade Federal de Campina Grande,
Departamento de Engenharia de Materiais
Campina Grande – Paraíba
<http://lattes.cnpq.br/6546166552613217>

Fernando Melo Gadelha

Universidade Federal de Campina Grande,
Departamento de Eng. de Materiais
Campina Grande – Paraíba
<http://lattes.cnpq.br/1526180312318472>

Kleilton Oliveira Santos

Universidade Federal de Campina Grande,
Departamento de Eng. de Materiais
Campina Grande – Paraíba
<http://lattes.cnpq.br/1623226300047893>

Marcus Vinícius Lia Fook

Universidade Federal de Campina Grande,
Departamento de Eng. de Materiais
Campina Grande – Paraíba
<http://lattes.cnpq.br/4149843752530120>

RESUMO: A superfície ocular é formada pelas estruturas que revestem o globo ocular, pálpebra e filme lacrimal, com função de manter a integridade corneana e conjuntival, além de proteger o globo dos traumas mecânico, tóxico e infeccioso. Várias patologias podem acometer a superfície ocular, como por exemplo doenças provenientes da exposição solar. Nesse contexto, percebe-se uma intensificação na busca por biomateriais que possibilitem uma opção de tratamento cirúrgico eficaz, que diminua os efeitos colaterais durante a terapia. Diante dessa perspectiva, este trabalho tem como

objetivo desenvolver membranas poliméricas a base de quitosana/gelatina/ciprofloxacino e prednisolona para regeneração da superfície ocular. As membranas foram preparadas pelo método de evaporação de solvente, onde a quitosana a 2 % m/v foi dissolvida em solução de ácido acético 1% (v/v), com agitação mecânica constante a temperatura ambiente (25 °C) por 2 horas, posteriormente foi incorporada a gelatina na concentração de 3% m/m e os fármacos ciprofloxacino e prednisolona. As membranas foram caracterizadas por Microscopia Ótica (MO), Resistência a Tração, Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Grau de Intumescimento. Nos resultados evidenciou-se as interações entre os fármacos e matriz. Observou-se maior estabilidade térmica nas membranas incorporadas com os fármacos. Mecanicamente as membranas foram influenciadas pela incorporação do fármaco, pelo aumento da tensão máxima de ruptura e com o ensaio de intumescimento, permitiram estimar o processo de degradação da matriz. Diante do exposto, conclui-se que as membranas de quitosana/gelatina/ciprofloxacina e prednisolona apresentam potencial para serem utilizadas como auxiliar terapêutico nos defeitos da superfície ocular.

PALAVRAS - CHAVE: Superfície ocular, biomateriais, biopolímeros, fármaco.

DEVELOPMENT OF CHITOSAN MEMBRANES / GELATIN / DRUG FOR EYE SURFACE REGENERATION

ABSTRACT: The ocular surface is formed by the structures that cover the eyeball, eyelid and tear film, with the purpose of maintaining corneal and conjunctival integrity, in addition to protecting the globe from mechanical, toxic and infectious trauma. Several pathologies can affect the ocular surface, such as diseases resulting from sun exposure. In this context, there is an intensification in the search for biomaterials that enable an effective surgical treatment option, which reduces side effects during therapy. Given this perspective, this work aims to develop polymeric membranes based on chitosan/gelatin/ciprofloxacin and prednisolone for regeneration of the ocular surface. The membranes were prepared by the solvent evaporation method, where chitosan at 2% m/v was dissolved in a 1% (v/v) acetic acid solution, with constant mechanical stirring at room temperature (25°C) for 2 hours, later, gelatin was incorporated at a concentration of 3% m/m and the drugs ciprofloxacin and prednisolone. The membranes were characterized by Optical Microscopy (OM), Tensile Strength, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Differential Scanning Calorimetry (DSC), Degree of Swelling. The results showed the interactions between the drugs and the matrix. Greater thermal stability was observed in the membranes incorporated with the drugs. Membranes were mechanically influenced by the incorporation of the drug, by the increase of the maximum rupture tension and with the swelling test, allowed to estimate the degradation process of the matrix. Given the above, it is concluded that chitosan/gelatin/ciprofloxacin and prednisolone membranes have potential to be used as a therapeutic aid in ocular surface defects.

KEYWORDS: Ocular surface, biomaterials, biopolymers, drug.

1 | INTRODUÇÃO

Anatomicamente, a superfície ocular é composta pelo epitélio da conjuntiva bulbar

e palpebral, epitélio da córnea, limbo corneoescleral e o filme lacrimal. É através desta superfície que ocorre a proteção anatômica, imunológica e fisiológica (Lee e Mannis, 2015).

Várias patologias podem acometer a superfície ocular e dentre elas o pterígio. Outras doenças oculares relacionadas a exposição solar apresentam uma incidência elevada nos consultórios médicos, em diferentes países. Na Austrália, estima-se que 60.000 consultas oftalmológicas anuais são direcionadas para o tratamento cirúrgico do pterígio, equivalente a 8,3 milhões de dólares australiano (Coroneo e Chui, 2015). Nos EUA, a incidência das neoplasias da superfície ocular é de aproximadamente 0.03 em cada 100.000 indivíduos (Woreta e Karp, 2015).

Existe a incidência de casos tumorais, queimaduras e doenças degenerativas nos quais o tratamento pode ser realizado com aplicação de membrana amniótica, que é uma membrana retirada da placenta humana. Entretanto, a mesma é de difícil obtenção, pois precisa de vários testes sorológicos para descartar doenças infectocontagiosas, elevando o seu custo, além do Brasil ter poucos bancos de olhos, de difícil acesso e disponibilidade.

Diante dessa problemática, existe uma busca por biomateriais que possibilitem uma outra opção de tratamento eficaz, que diminuam os efeitos colaterais, as taxas de recidivas, além de promover uma melhor cicatrização, redução da dor e uma matriz para adesão celular. O desenvolvimento de novos materiais ou adequação dos já existentes, dentro deste contexto, é dirigido por produtos que possam não só aumentar e/ou manter a qualidade de vida das pessoas, mas também reduzam os custos do atendimento médico, seja pela redução de complicações ou diminuição da necessidade de revisões (Klein, Fredel e Wendhausen, 2017).

A partir da necessidade de regeneração, reparo e crescimento de tecido em áreas afetadas por lesões ou doenças surgem os biomateriais. Esses possibilitam a formação de novos tecidos para serem incorporados no sistema biológico e utilizados para reparar, repor e induzir crescimentos de tecidos naturais. Como destaque temos a quitosana (Ratner, 2013).

Segundo Lourenço (2006), a quitosana apresenta propriedades interessantes para a utilização na área da saúde, pois, comparada a muitos outros polímeros naturais, ela tem a vantagem de possuir carga positiva, o que confere à mesma, propriedade de mucoadesividade. A adição de gelatina na composição de membranas de quitosana tem aumentado as características umectante, adesividade das mesmas e biodegradação (Silva, 2013).

Devido a necessidade de novos tratamentos que venham proporcionar suporte biosintético e melhoria da sintomatologia de doenças da superfície ocular como o pterígio, tumores e queimaduras ou traumas oftalmológicos, onde não é possível utilizar tecido ocular do próprio paciente, este trabalho tem como objetivo desenvolver membranas de quitosana/gelatina/ ciprofloxacino e prednisolona com características adequadas para utilização na regeneração da superfície ocular.

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Ácido Acético, hidróxido de sódio, quitosana (Massa molar de 260Kda e 90% de grau de desacetilação), gelatina tipo A, Ciprofloxacino e Prednisolona.

2.2 Metodologia

2.2.1 Preparação das membranas

Para se obter a solução de quitosana/gelatina, foi incorporada a gelatina nas diferentes concentrações de 1 %, 3 % e 5 % (m/m) na solução de quitosana a 2 % (m/v) sob agitação mecânica constante por 30 minutos até se obter a homogeneidade do sistema.

Para se obter a solução de quitosana/gelatina e ciprofloxacina, foi incorporada à solução de quitosana/gelatina o fármaco na dose de 5 mg/ml de ciprofloxacino (com base na bula fornecida pela ANVISA 2016), sob agitação mecânica constante por 30 minutos até se obter a homogeneidade do sistema.

Para se obter a solução de quitosana/gelatina e prednisolona, foi incorporado à solução de quitosana/gelatina o fármaco na dose de 0,6 mg/ml de prednisolona (com base na bula fornecida pela ANVISA 2016), sob agitação mecânica constante por 30 minutos até se obter a homogeneidade do sistema.

Para se obter a solução de quitosana/gelatina/ciprofloxacino/prednisolona, foram incorporados à solução de quitosana/gelatina os fármacos, 5 mg/ml de ciprofloxacino e 0,6 mg/ml de prednisolona, sob agitação mecânica constante por 30 minutos até se obter a homogeneidade do sistema. Para todas as soluções, posteriormente a sua obtenção, foi vertido 10ml das mesmas em placas de Petri de 5,5 cm de diâmetro. A secagem das membranas foi realizada usando-se a técnica de evaporação de solvente, em estufa com temperatura 40 °C por 24 horas. Na Tabela 1, se encontra a codificação das amostras.

CODIFICAÇÃO DAS AMOSTRAS	
M	Membrana de quitosana a partir de uma solução de 2 % e Gelatina 3 %
MC	Membrana de quitosana a partir de uma solução de 2% e Gelatina 3 % e ciprofloxacino
MP	Membrana de quitosana a partir de uma solução de 2 % e Gelatina 3 % e prednisolona
MCP	Membrana de quitosana a partir de uma solução de 2 % e Gelatina 3 % ciprofloxacino e prednisolona

Tabela 1 – Codificação das amostras.

2.3 Caracterizações

2.3.1 Microscopia Ótica (MO)

A Microscopia Ótica (MO) foi empregada com o objetivo de avaliar a morfologia e os aspectos macroscópicos das membranas obtidas. O equipamento utilizado foi um Microscópio Óptico Hirox de reflexão e transmissão com acessórios 2D e variação de 20X a 2000X de aumento, acoplado a uma estação de análise de imagens.

2.3.2 Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

As amostras foram submetidas a técnica de espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), em temperatura ambiente, o equipamento utilizado foi o Spectrum 400 da Perkin Elmer. A técnica FTIR foi realizada para identificar as bandas características dos grupos funcionais presentes nas amostras, utilizando a faixa de varredura de 4000 a 650 cm^{-1} .

2.3.3 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A análise por DSC foi utilizada para identificar as fases de transição das membranas assim como as modificações na estrutura cristalina das amostras que foram confeccionadas. Foi utilizado o equipamento DSC Q20 (TA Instruments) operando por atmosfera de nitrogênio.

2.3.4 Resistência à Tração

O ensaio de tensão-deformação tem como objetivo fornecer uma indicação da resistência, como também da tenacidade do material em teste. O ensaio de resistência a tração foi realizado utilizando-se a Máquina Universal Instron, modelo 3366, tendo como base a norma ASTM D 3039/D 3039M-08. Neste ensaio, foram utilizados cinco corpos de prova para cada amostra com dimensão média de 5 cm, submetidos a um esforço crescente na direção axial do corpo de prova, levando-o a sua ruptura, utilizando uma célula de carga 500 N, taxa de 50mm/min.

2.3.5 Grau de Intumescimento

Este ensaio foi realizado com o objetivo de avaliar o grau de intumescimento das amostras obtidas. As mesmas foram inicialmente pesadas e mantidas em solução de soro fisiológico por 24 h. Em seguida foram retiradas da solução, colocadas sobre papel filtro para retirar o excesso de solução e pesadas em balança digital. O grau de intumescimento de cada amostra no tempo t , foi calculado de acordo com a Equação 1. Todas as amostras

passaram por medições antes e após o intumescimento para verificar o quanto o sistema irá aumentar de tamanho.

$$GI = \frac{WT - Wo}{Wo} \times 100 \quad \text{Equação 1}$$

Onde: Wt: é o peso da amostra no tempo t; Wo: é o peso inicial da amostra.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Microscopia Ótica (MO)

Na microscopia ótica das membranas com fármaco (MP, MC e MPC) (Figura 1) são observadas áreas com depressões e pontos ao longo da superfície das mesmas, o que pode estar associado a áreas de concentração do fármaco.



Figura 1 – Imagens de microscopia ótica das membranas com magnificação de 150x.

Pode-se perceber que não houve alteração superficial notória entre as amostras. As membranas aparentam homogeneidade, com riscas presentes em algumas superfícies analisadas devido às marcas provenientes do suporte de poliestireno no qual a solução de quitosana/gelatina/fármaco foi vertida para secagem. Rabello, (2017) observou na microscopia ótica de membranas de gelatina uma superfície homogênea com a presença de falhas, provenientes provavelmente do processo de obtenção das amostras.

3.2 Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A Figura 2a ilustra as bandas características da membrana de quitosana sem fármaco, onde observou-se em $3400 - 3200 \text{ cm}^{-1}$ a banda referente ao estiramento O-H, resultante da associação polimérica da quitosana, na banda 2870 cm^{-1} deformação axial de C-H de alifáticos, em 1630 e 1580 cm^{-1} nota-se vibrações nos grupamentos C=O de amidas N-substituídas e deformação angular simétrica no plano de NH_2 , na região de 1420 cm^{-1} deformação angular em CH_2 adjacente a carbonila, em 1370 cm^{-1} deformação angular em CH_3 , na região de 1030 cm^{-1} observa-se vibrações referente ao grupamento da estrutura

sacarídea C-O-C. Segundo Cardoso (2012), a banda em torno de 3379 cm^{-1} é referente ao estiramento axial de OH, sobreposta à banda de estiramento N-H. A banda em 2893 cm^{-1} é atribuída ao estiramento assimétrico do grupo C-H. A banda em 1652 cm^{-1} está associada à deformação axial C=O da amida primária. A banda em 1587 cm^{-1} é referente à deformação vibracional do grupo amina protonado (NH_3^+). A banda em 1375 cm^{-1} pode ser atribuída à deformação axial -CN de grupos amina. A banda intensa em 1050 cm^{-1} está associada ao estiramento C-O-C dos anéis piranosídicos. Esses resultados estão de acordo com os encontrados, corroborando os achados nessa pesquisa.

Observa-se na Figura 2b o resultado da análise de FTIR da amostra de quitosana com ciprofloxacino. De maneira geral o espectro não apresentou mudanças significativas, apenas uma leve redução nas bandas 1630 e 1580 cm^{-1} referente as vibrações nos grupamentos C=O de amidas N-substituídas e deformação angular simétrica no plano de NH_2 , sugerindo assim uma possível interação do grupamento COOH do fármaco nesses grupos característicos da quitosana. Santos (2015) ressalta que o acoplamento do ácido carboxílico nos grupos amina da quitosana, com a formação da ligação amida pode ser confirmado pela visualização da diminuição da intensidade do pico em 1580 cm^{-1} referente a deformação da ligação N-H das aminas primárias. Essas interações podem ser entendidas pela substituição do grupo OH dos ácidos carboxílicos com o grupo NH_2 de amidas, sendo assim chamados de compostos derivados do ácido carboxílico.

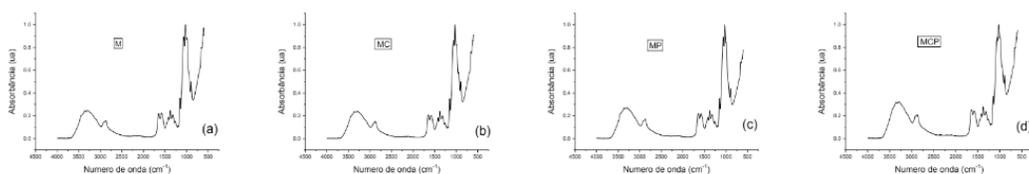


Figura 2 – FTIR das membranas obtidas sem e com fármaco.

A Figura 2c ilustra o resultado de FTIR referente a membrana de quitosana com prednisolona. A partir dos resultados observou-se um aumento na intensidade da banda 3300 cm^{-1} referente ao estiramento axial O-H, possivelmente devido ao incremento e maior disponibilidade de grupos OH na matriz de quitosana, por meio da introdução de prednisolona na mesma. Esse acréscimo é justificado pela maior quantidade de grupos OH na estrutura química da prednisolona, possibilitando assim esse incremento na intensidade da banda. Segundo Soares (2012), quando estudou a associação de quitosana com PEG, deslocamentos de banda na região $3400 - 3200\text{ cm}^{-1}$ apresentam-se devido às ligações de hidrogênio intermoleculares formadas entre os grupos OH do PEG e da quitosana.

Nas membranas de quitosana com ciprofloxacino e prednisolona (Figura 2d) observou-se aumento na intensidade dos grupos em $3400 - 3200\text{ cm}^{-1}$ referente ao

estiramento O-H, na banda 2870 cm^{-1} , 1630 e 1580 cm^{-1} referente a deformação axial de C-H de alifáticos, C=O de amidas N-substituídas e deformação angular simétrica no plano de NH_2 e, nas regiões 1420 cm^{-1} e 1370 cm^{-1} deformação angular em CH_2 adjacente a carbonila e em CH_3 .

Resultados semelhantes utilizando outro fármaco foram encontrados por Araújo e colaboradores (2017) quando os mesmos estudaram a associação de gelatina e etonogestrel em membranas de quitosana, onde observou-se um aumento na intensidade nas bandas 3290 , 1540 e 1410 cm^{-1} , corroborando assim os achados nessa pesquisa.

3.3 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A Figura 3a ilustra dois picos, um endotérmico com início em $165,47\text{ }^\circ\text{C}$ referente a retirada da água livre do material e um exotérmico com início em $289,65\text{ }^\circ\text{C}$ relacionado a degradação da membrana de quitosana (M). Segundo Melin (2013), podem ocorrer eventos endotérmicos e exotérmicos em biopolímeros. Os endotérmicos podem estar relacionados à fusão, perda de massa (vaporização de água, aditivos ou produtos voláteis de reação ou decomposição), desdessorção e reações de redução. Enquanto que eventos exotérmicos se referem à cristalização, reações de polimerização, cura, oxidação, degradação oxidativa, adsorção, entre outros.

Diferentemente dos resultados encontrados nesse trabalho, Lemes (2016) observou em membranas de quitosana pico endotérmico em torno de $70 - 90\text{ }^\circ\text{C}$, essa diferença na perda de água ou ponto de fusão das membranas, pode estar associado ao processamento das mesmas ou tipo de material utilizado no trabalho. Nos estudos de Moraes (2009) observou-se pico exotérmico característico em torno de $294\text{ }^\circ\text{C}$ para membrana de quitosana pura. Este pico é atribuído à decomposição da quitosana, que é um processo bastante complexo, incluindo a desidratação dos anéis dos sacarídeos, a despolimerização e decomposição das unidades acetiladas e desacetiladas do polímero.

A Figura 3b ilustra os resultados de DSC referente as amostras de quitosana com ciprofloxacino. Nota-se a presença de dois picos, endotérmico e exotérmico respectivamente. Com a incorporação de ciprofloxacino na matriz de quitosana observa-se um deslocamento ou diminuição na temperatura de fusão (perda de água) da amostra, a qual apresenta início em $85,5\text{ }^\circ\text{C}$. Meyagusku (2014), quando analisou a curva termogravimétrica do ciprofloxacino, observou um evento endotérmico correspondente à desidratação, com início em $88,66\text{ }^\circ\text{C}$ e T_{pico} em $112,80\text{ }^\circ\text{C}$ e ocorre a decomposição com temperatura superior a $275\text{ }^\circ\text{C}$ com perda de massa de $86,13\%$ no intervalo de $275-550\text{ }^\circ\text{C}$.

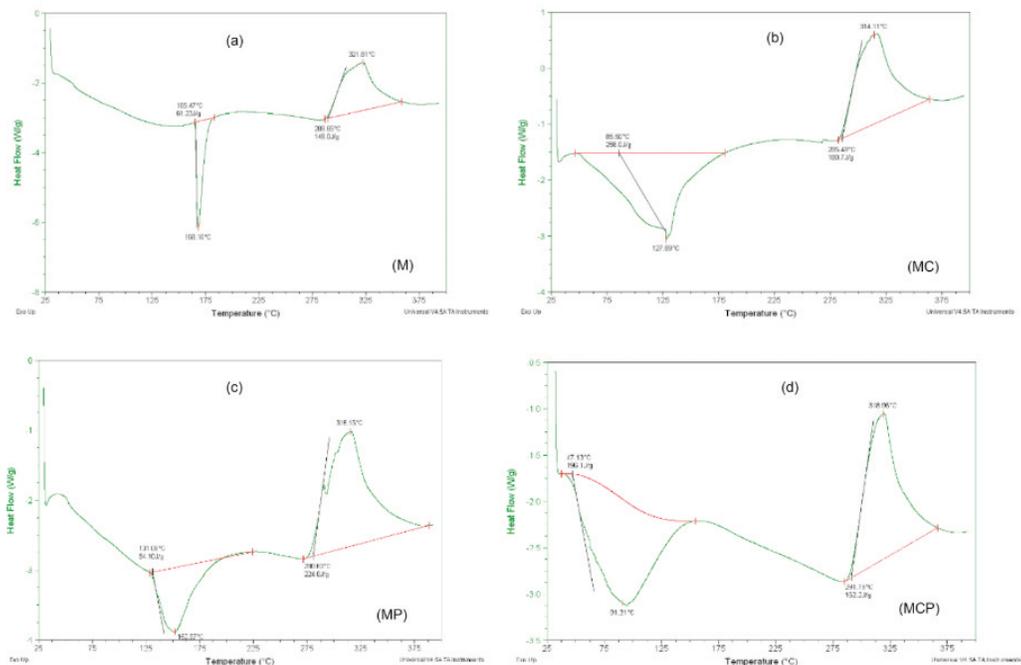


Figura 3 – DSC das membranas obtidas sem e com fármaco.

Na Figura 3c os resultados de DSC das amostras de quitosana com prednisolona apresentaram perfil semelhante ao das membranas com ciprofloxacino, com a presença de dois picos sendo um endotérmico e outro exotérmico. O mesmo foi avaliado quanto a introdução de fármaco (prednisolona) na membrana de quitosana, onde foi visto o deslocamento e/ou redução na temperatura de fusão (perda de água) na amostra. Entretanto, comparada às membranas com ciprofloxacino as membranas com prednisolona demonstraram melhor estabilidade quando comparadas, tendo em vista que o início da perda de água na amostra ocorre em torno de 131,09 °C, além disso, tanto nas membranas de quitosana com ciprofloxacino, quanto as com prednisolona, não visualizou-se mudanças significativas relacionadas ao pico exotérmico das amostras. De acordo com os resultados de Toehwé (2013), a prednisolona apresenta pico endotérmico em torno dos 233,8 °C com T_{pico} em 237,8 °C e início de degradação em 240 °C (pico exotérmico), deste modo, comparada à quitosana, apresenta menor temperatura de degradação e maior temperatura de perda de água.

Os resultados de DSC para as membranas de quitosana com ciprofloxacino e prednisolona estão ilustrados na Figura 3d. Observa-se que a incorporação dos fármacos possibilitou a redução do pico endotérmico para uma temperatura de 47,13°C nas membranas de quitosana com ciprofloxacino e prednisolona, quando comparada a temperatura de fusão de 165,47 °C nas membranas de quitosana.

3.4 Resistência à Tração

Observa-se na Tabela 2 o perfil de resistência à tração das membranas com e sem a adição de fármaco e verifica-se que não ocorreu alteração significativa na deformação máxima das mesmas, principalmente, quando se considera o desvio padrão dos resultados. Já na tensão máxima de ruptura ocorreu um aumento considerável nas membranas com a presença dos dois fármacos, podendo inferir que ocorreu uma interação química entre os mesmos o que corrobora os resultados de FTIR.

Amostra	Deformação Máxima (%)	Tensão Máxima de Ruptura (Mpa)
M	15,79 ± 4,28	70,71 ± 4,49
MP	14,19 ± 1,08	118,26 ± 20,76
MC	14,59 ± 5,13	112,24 ± 12,51
MCP	13,11 ± 6,41	150,95 ± 15,60

Tabela 2 – Resistência à tração das membranas obtidas com e sem fármaco.

Tomaz (2018) observou em seus estudos um aumento importante na resistência à tensão máxima de ruptura das membranas com a adição do 1,4-naftoquinona, inferindo que o fármaco interagiu com a matriz polimérica, resultados semelhantes foram observados com os fármacos utilizados nesta pesquisa. A formação da membrana por evaporação de solvente acontece devido à preservação de emaranhados de cadeia e interações intermoleculares formadas durante o processo de secagem, como a ligação eletrostática e de hidrogênio, que são conhecidas por desempenharem um papel essencial na estrutura dos polissacarídeos (Becerra *et al.*, 2017). Bano e colaboradores (2014) afirmam que as propriedades mecânicas de membranas com menor deformação e valores razoáveis de resistência à tração sugerem que eles tenham elevado potencial para uso em aplicações médicas.

3.5 Grau de Intumescimento

O grau de intumescimento de um material pode ser definido como a quantidade de solvente absorvida por este. Essa propriedade está relacionada à estrutura da rede formada nas ligações cruzadas no processo de polimerização e reticulação do polímero, observada através da sua densidade de reticulação (Batista, 2015). Segundo Bona (2017) o índice de intumescimento está diretamente relacionado à solubilidade em água, sendo um parâmetro importante para o conhecimento das características gerais de um material, principalmente com relação à sua resistência em meio aquoso, o que pode ser confirmado por ele quando afirma que a solubilidade é determinada pela estrutura química do material.

A Figura 4 ilustra o grau de intumescimento das membranas (M, MP, MC e MCP) onde se verifica que a membrana de quitosana/gelatina (M) intumescceu em torno de 140%. Observa-se que após a adição dos fármacos nas membranas, ocorreu uma redução do

intumescimento das amostras, sendo mais acentuado na amostra MCP, o que indica que ocorreu interação do fármaco com o sistema quitosana/gelatina.

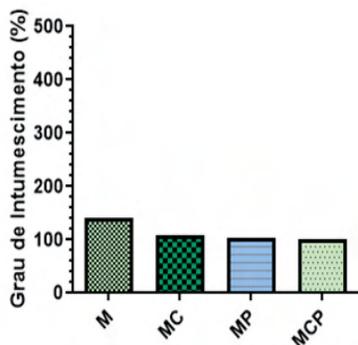


Figura 4 – Grau de Intumescimento das membranas obtidas com e sem fármaco.

Segundo Rodrigues (2016), o intumescimento depende da presença de grupos hidrofílicos em regiões acessíveis, diante disso, a redução na cristalinidade aumenta a disponibilidade destes grupos influenciando na absorção de líquido pela amostra.

De acordo com Gonçalves e colaboradores (2011) o intumescimento depende da penetração do líquido nos arcabouços e da interação da água (através de ligações de hidrogênio) com pontos reativos ($-NH_3^+$, NH_2 e $-OH$). Os grupos $-NH_3^+$ estão presentes, principalmente, na quitosana com pH inferior a 7,2.

No trabalho de Gomes (2017) na análise de intumescimento das amostras de quitosana com fenticonazol, foi observado um perfil semelhante ao encontrado nesse trabalho, evidenciando-se os mesmos aspectos vistos, tais como, boa interação entre o fármaco e a matriz quitosana e a possível competição entre o fármaco e a gelatina pelos sítios ativos da quitosana.

4 | CONCLUSÃO

As membranas compostas por quitosana/gelatina/ciprofloxacina e prednisolona foram obtidas indicando a eficácia da metodologia proposta, pois as caracterizações morfológicas, químicas, térmicas demonstraram a efetividade.

Mecanicamente as membranas foram influenciadas pela incorporação do fármaco, pois ocorreu um aumento na tensão máxima de ruptura, principalmente nas membranas adicionadas dos dois fármacos.

Por fim, diante de uma extensa vivência prática como especialista em regeneração da superfície ocular, embasada também, no conhecimento de postulados médicos nessa área e sentindo algumas necessidades inerentes ao exercício diário dessa atividade, conclui-

se que as membranas de quitosana/gelatina/ciprofloxacina e prednisolona apresentam potencial para ser utilizadas como uma alternativa terapêutica nos defeitos da superfície ocular.

REFERÊNCIAS

ARAÚJO, P. B.; GARCIA, T. G. C.; BEZERRA-JUNIOR, A. G.; COLAÇO, R. M. R.; SOUSA, W. J. B.; BARBOSA, R. C.; FOOK, M. V. L. Matrizes de quitosana/gelatina para liberação de Etonogestrel. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 12, n. 2, p. 138-145, 2017.

BANO, I. et al., Chitosan: A potential biopolymer for wound management. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 102, p. 380–383, 2017.

BATISTA, J. G. S. **Desenvolvimento de matrizes poliméricas biodegradáveis à base de quitosana e possíveis blendas como sistemas de liberação controlada de fármacos**. Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear – Materiais. São Paulo, SP, 2015.

BECERRA, J. et al. Tuning the hydrophilic/hydrophobic balance to control the structure of chitosan films and their protein release behaviour, **AAPS PharmSciTech**, v. 18, n. 4, p. 1070-1083, 2017.

BONA, J. C. **Preparação e Caracterização de Filmes Biodegradáveis a partir de Blendas de Amido com Polietileno**. Dissertação. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos. Centro Tecnológico da Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2017.

CARDOSO, M. J. B.; BARBOSA, R. C.; RIES, A.; FIDELIS, T.; FOOK, M. V. L. Ensaios físico-químicos e mecânicos de membranas de quitosana com cobre, zinco e magnésio. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v.7, p. 1 – 6, 2012.

CORONEO, M. T. CHUI, J. J. Y. **Pterígio. Doenças da superfície ocular**. Ed. Elsevier. caps.18, p. 125 -144, 2015.

GOMES, V. V. **Obtenção de biomaterial para liberação de fenticonazol, utilizado no tratamento da vaginite fúngica**. 2017. 56f. Dissertação (Mestrado). Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande. 2017.

GONSALVES, A. A de et al. Diferentes Estratégias para a Reticulação de Quitosana. **Química Nova**, v. 34, n. 7, p.1215-1223, 2011.

KLEIN, A. N.; FREDEL, M. C; WENDHAUSEN, P. A. P. Novos materiais: realidade e tendências de desenvolvimento. Disponível no site:<http://www.desenvolvimento.gov.br/arquivo/secex/sti/indbrasopodesafios/nexcietecnologia/Klein.pdf> (Acesso: 04/05/2017).

LEE, W.B; MANNIS, M. J. Conceitos Históricos de doenças da superfície ocular. **Doenças da superfície ocular**. Ed. Elsevier. P. 3 -10. 2015.

LEMES, B. M. **Membranas de quitosana contendo fração matanólica de *euphorbia umbellata* (pax) bruyns (Euphorbiaceae)**: Desenvolvimento, caracterização e avaliação. 2016. 128f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas). Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, Universidade Estadual de Ponta Grossa.

LOURENÇO, V.A. **Desenvolvimento e avaliação de micropartículas de quitosana para veiculação de dimetilaminoetanol (DMAE) na pele.** 2006. 118f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas). Programa de Pós-graduação em Ciências

MELIN, G. R. **Desenvolvimento de membranas à base de quitosana e de carboximetilcelulose para aplicação na área biomédica.** 2013. 126 f. Dissertação (Mestrado em Materiais e Processos). Programa de Pós-Graduação em Materiais e Processo na Universidade de São Paulo.

MEYAGUSKU, V. M. **Desenvolvimento e caracterização de nanopartículas lipídicas sólidas contendo ciprofloxacino.** 2014. 96 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas). Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas da Faculdade de Ciências Farmacêuticas, UNESP.

MORAES, M. A.; NOGUEIRA, G. M.; WESKA, RE. F. BEPPU, M. M. Obtenção e caracterização de blendas de fibroína de seda e quitosana. **Anais do 10º Congresso Brasileiro de Polímeros.** Foz do Iguaçu, 2009.

RABELLO, I. P. **Desenvolvimento de Membranas De Gelatina para Liberação Controlada De Fármacos em Ulcerações De Mucosa Oral.** 2017. 96f. Tese (Doutorado). Pós-Graduação em Engenharia de Processos, Universidade Federal de Campina Grande. 2017.

RATNER, B. D.; HOFFMAN, A. S.; SCHOEN, F. J.; LEMONS, J. E. (Ed.). An introductions to materials in medicine. San Diego: **Academic Pres**, 3 ed. 2013. 1600 p.

RODRIGUES, M. A. V. **Biomateriais de quitosana/gelatina com resina de jatobá: influência do grau de acetilação da quitosana e da inclusão da resina.** Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência do Instituto de Química de São Carlos da Universidade de São Paulo. 2016

SANTOS, J. C. C. **Acilação da quitosana e da n,n,n-trimetilquitosana para aplicação potencial em diagnóstico e terapia gênica.** 2015. 177 f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais.

SILVA, R.S.M. **Desenvolvimento de membranas de Quitosana/Heparina para Tratamento do Tromboembolismo Venoso.** 2013. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande.

SOARES, A. C. **Caracterização e modificação de membranas de quitosana-PEG com filomes automados de jacalina e concanavalina A.** 2012. 118 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo.

TOMAZ, ALECSANDRA, FERREIRA; SOBRAL DE CARVALHO, SANDRA; CARDOSO BARBOSA, ROSSEMBERG; L. SILVA, SUÉDINA ; SABINO GUTIERREZ, MARCOS ; B. DE LIMA, ANTÔNIO ; L. FOOK, MARCUS . Ionically Crosslinked Chitosan Membranes Used as Drug Carriers for Cancer Therapy Application. **Materials.** v. 11, p. 2051, 2018.

TOEHWÉ, L. H. **Avaliação do perfil de dissolução de comprimidos de prednisona bioequivalentes ao longo do estudo de estabilidade.** 2013. 129 f. Dissertação (Mestrado em Gestão, Pesquisa e Desenvolvimento na Indústria Farmacêutica). Programa de Pós-graduação em Gestão, Pesquisa e Desenvolvimento na Indústria Farmacêutica, Instituto de Tecnologia em Fármacos – FIOCRUZ.

WORETA, F. A.; KARP, C. L. Neoplasias da superfície ocular. **Doenças da superfície ocular**. Elsevier, 2015, caps. 19, p. 145 -159.

CAPÍTULO 16

META-ARAMIDAS: DE UMA PERSPECTIVA DE PROTEÇÃO PESSOAL A UMA PERSPECTIVA AMBIENTAL

Data de aceite: 01/10/2021

Natália de Oliveira Fonseca

<http://lattes.cnpq.br/2678499017682023>

Íris Oliveira da Silva

<http://lattes.cnpq.br/3890585112132451>

Francisco Claudivan da Silva

<http://lattes.cnpq.br/5316555734731599>

Késia Karina de Oliveira Souto Silva

<http://lattes.cnpq.br/4712628443097348>

RESUMO: As fibras de Meta-aramida, por sua elevada resistência a tração e por ser uma fibra retardante de chamas, representam industrialmente uma relevante alternativa à têxteis de proteção pessoal, seja para compor uniformes de proteção a trabalhos com exposição a risco de fogo, seja para revestir objetos e compartimentos expostos ao mesmo risco, em ambientes onde a presença humana é intensa. Sua eficiência na área de proteção individual é ampla, mas pouco é entendida sua eficiência na área ambiental para casos de incêndio florestal. Este trabalho propõe uma revisão bibliográfica, visando interligar conceitos de engenharia têxtil que justifiquem a utilização dessas fibras em um protótipo voltado para o auxílio em casos de incêndios florestais, visando numa oportunidade de pesquisa para as áreas envolvidas.

PALAVRAS - CHAVE: Incêndios florestais; meta-aramidas; geotêxteis.

META-ARAMIDS: FROM A PERSONAL PROTECTION PERSPECTIVE TO AN ENVIRONMENTAL ONE

ABSTRACT: Meta-aramid fibers, due to their high tensile strength and flame retardancy properties, represent a relevant alternative to personal protection textiles, whether to compose protective uniforms for work with exposure to the risk of fire, or to reinforce objects exposed to the risk of burning just like automobiles and industrial tools put in places where human presence is intense. Its efficiency in the area of individual protection is wide, but its efficiency in the environmental area for cases of forest fires aren't quite understood. This work proposes a literature review, aiming to link textile engineering concepts that justify the use of these fibers in a prototype aimed at helping in cases of forest fires, aiming at a research opportunity for the areas involved.

KEYWORDS: Wildfires; meta-aramids; geotextiles.

1 | INTRODUÇÃO

Incêndios são eventos que ganham maior visibilidade quando atingem as proximidades de áreas urbanas, mas acontecem quase que constantemente em paisagens distantes das vistas cosmopolitas. Em 2019, mais de 76.000 pontos de incêndios florestais foram oficialmente contabilizados apenas na floresta amazônica brasileira (BONILLA-ALDANA et al., 2019). Quatro anos antes, cerca de 10 milhões de acres foram queimados nos Estados Unidos

(WOLTERS, 2019). De acordo com Moreira et al. (2011). O Sul da Europa apresenta uma média de 45.000 incêndios florestais por ano. Já segundo Wastl et al. (2013) na Floresta dos Alpes, apenas na última década foram registrados 2.400 incêndios por ano, colocando países de clima frio como Alemanha, Suíça e Áustria em estatísticas amplamente expressas pelos países mais quentes, como Portugal, Espanha e Grécia.

A meta-aramida entrou no mercado em meados dos anos 60 mostrando podendo suportar temperaturas de até 500 °C e, mesmo quando exposto a temperaturas próximas a 300 ° C, mantendo as suas propriedades mecânicas por muitas horas (HEARLE, 2001).

A metodologia central deste trabalho, visa, por meio de uma revisão bibliográfica, fundamentar a possibilidade de fibras de meta-aramidas serem aplicadas para auxílio em casos de incêndios florestais, tirando-a da perspectiva de aplicação no ramo de proteção pessoal e projetando-a no campo de proteção ambiental.

2 I REVISÃO TEÓRICA: META-ARAMIDAS – COMPREENSÕES GERAIS

O que define um material enquanto uma aramida, de acordo com a designação adotada em 1974 pela Comissão Federal de Comércio dos Estados Unidos (U.S Federal Trade Commission), segundo Rebouillat (2011):

“Ser uma fibra manufaturada, na qual a substância formadora da fibra seja uma poliamida sintética de longa cadeia, onde, pelo menos 85% de suas ligações amida (-CO-NH-) estejam ligadas diretamente a dois anéis aromáticos”

Um material, enquanto uma aramida, desdobra-se em dois grupos: meta-aramidas e para-aramidas, distinguindo-se essencialmente pelo posicionamento de suas ligações amidas (-CO- e -NH-) no anel aromático (MIRAFTAB, 2000).

São polímeros sintéticos e, como tais, derivam de fontes manipuladas pelo homem, a partir de um monômero que interligando-se com pelo menos outros dois monômeros, irão reagir, formando longas cadeias de repetição (polimerização), resultando em uma macromolécula. Quanto ao seu comportamento mecânico, um polímero pode ser classificado então como fibra, quando satisfaz a relação $L/D \geq 100$, ou seja, apresenta comprimento significativamente superior ao seu diâmetro, condição essa, obtida pelo processo de fiação, onde as longas cadeias poliméricas tornam-se altamente orientadas, aumentando, conseqüentemente, a resistência do material (JR, 2006).

As para-aramidas costumam, comercialmente, em decorrência de sua alta tenacidade, alto poder de absorção de impactos e elevada estabilidade térmica atender a finalidades voltadas para alta resistência (a exemplo dos coletes a prova de bala), enquanto meta-aramidas, em decorrência da ligação meta, estruturam-se em uma condição zig-zag, característica que dificulta a sua cadeia de cristalizar-se significativamente, reduzindo assim, suas propriedades mecânicas quando comparadas às para-aramidas (MIRAFTAB, 2000). São, entretanto, isolantes térmicas de alta performance, capazes de manter sua

estabilidade dimensional quando expostas a situações de aquecimento direto e, mesmo sob exposições acentuadas, não derretem e não encolhem, mesmo quando se decompõem (BAJAJ, 2000).

Nesse sentido, as aramidas apresentam um ponto de fusão (transição sólido para líquido) expressivo, ao ponto de sua temperatura de decomposição ser, muitas vezes, inferior ao seu ponto de fusão. Segundo Garcia et al (2011) Técnicas industriais de processamento sob fusão, extrusão e injeção, não são favoráveis a serem aplicadas diretamente a esses materiais, ao contrário de outros polímeros como o poliéster, poliamida e polipropileno, por exemplo, portanto, costumam ser manipulados na forma de solução polimérica. Ou seja, pela transformação de fibras em estruturas têxteis.

3 I DESENVOLVIMENTO: ANALISANDO O USO DAS META-ARAMIDAS

Visando a análise da aplicação de meta-aramidas no mercado atual (2020-2021), é proposta uma pesquisa entre três dos países mais expressivos em geração de patentes (E.U.A, Alemanha e China) e, como comparativo, o Brasil. A busca foi feita a partir da digitação do termo “*meta-aramid*” nos campos de busca dos sites de depósitos de patentes referentes a cada país citado.

Cada patente foi analisada uma a uma e segregada em sete grupos, cada um referente a um tema. Dessa forma, para esta etapa inicial, a patente foi classificada como:

CLASSIFICAÇÃO	SIGNIFICADO
Química	Quando envolveu o método de produção laboratorial ou tratamentos superficiais
Compósitos	Quando envolveu a criação de materiais compósitos de qualquer natureza.
Estrutural	Quando envolveu a função estrutural em objetos de qualquer tipo, que potencializam a combinação de suas propriedades mecânicas (como resistência mecânica e à abrasão), térmicas (principalmente voltada para isolamento), elétricas (voltadas para a proteção ao arco elétrico) mas que não se tratam se objetos para proteção direta e a meta-aramida cumpre nesses casos, um papel complementar.
Filmes	Quando envolveu a fabricação de filmes, geralmente envolvendo nanofibras.
Industrial	Quando envolveu novos métodos de produção fabril ou produtos, envolvendo estruturas tecidas, não tecidas, malhas ou métodos de otimização envolvendo a meta aramida, independente da sua condição (fibra, fio, linha, etc).
Proteção humana direta	Quando envolveu o uso em vestimentas de proteção pessoal, mantas e outros acessórios têxteis (como luvas e sapatos) aplicados diretamente ao ser humano.
Proteção humana indireta	Quando envolveu o uso em objetos como mangueiras, filtros, pneus, correias, carcaças, revestimentos automotivos e aeroespaciais, dentre outros, que não se trata de um uso a vestir o corpo humano, mas que são usados diretamente por pessoas ou em ambientes onde há a presença de um ou mais indivíduo (fábricas, galpões, oficinas, automóveis, aeronaves) e servem ao caráter mecânico, de proteção a arco elétrico, proteção térmica e/ou acústica, dependendo da finalidade.

Tabela 1 – Classificação de grupos para filtro de pesquisa

3.1 Estados Unidos

Os E.U.A possuem mais da metade de suas patentes envolvendo meta-aramidas voltadas para a proteção pessoal, sendo a principal voltada para o campo dos materiais têxteis, aplicados a vestuário ou similares.

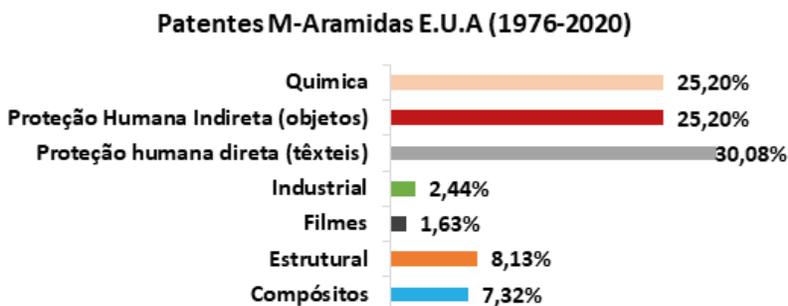


Figura 1 – Patentes m-aramidas E.U.A datadas entre 1976 a 2020

Fonte: Autoria própria, 2020.

Para os E.U.A, foram encontradas 123 patentes envolvendo o termo “*meta-aramid*” e, de acordo com o *United States Patent Trademark Office*, remetem ao período entre 1976 e 13 de novembro de 2020.

3.2 Alemanha

A Alemanha possui quase metade de suas patentes voltadas para objetos de proteção, grande parte voltadas para a indústria automotiva. Em seguida, apresenta um alto número de patentes voltadas para novas soluções industriais envolvendo fibras de meta-aramida.

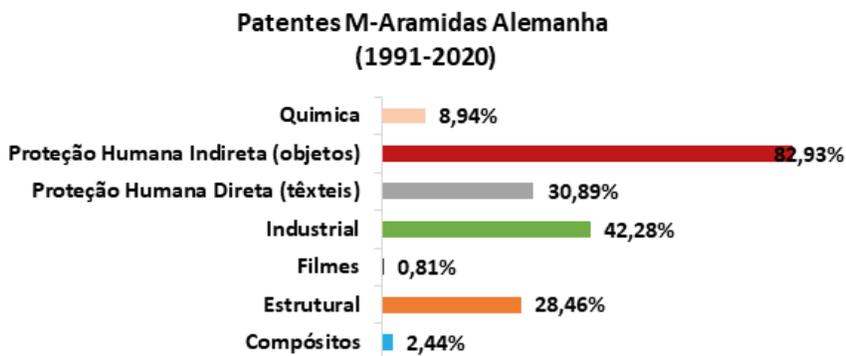


Figura 2 – Patentes m-aramidas Alemanha datadas entre 1991-2020

Fonte: Autoria própria, 2020.

Para a Alemanha, foram encontradas 246 patentes envolvendo o termo “*meta-aramid*” e, de acordo com o *Espacenet*, com filtro de pesquisa de país em “Alemanha”, que remetem ao período do ano de 1991 a 13 de novembro de 2020.

3.3 China

A China apresenta um comportamento quase equilibrado entre o campo de proteção pessoal (têxteis e objetos) e industrial, mostrando-se como um intermediário entre o perfil de patentes estadunidenses e alemãs.

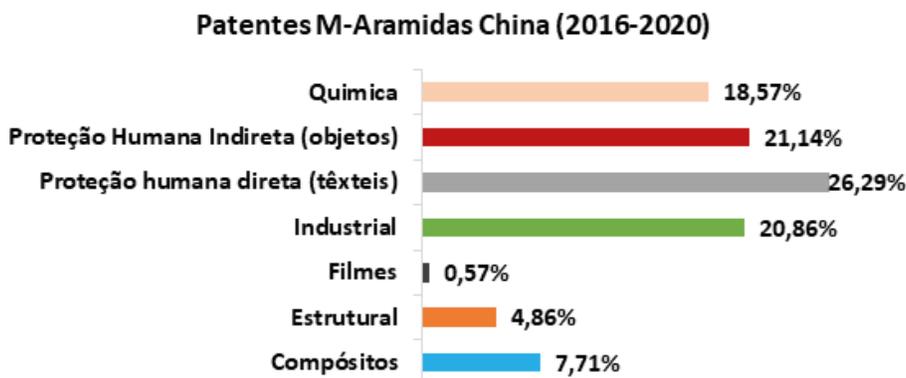


Figura 3 – Patentes m-aramida China datadas entre 2016 a 2020.

Fonte: A autoria própria, 2020.

Para a China, foram encontradas 1746 patentes envolvendo o termo “*meta-aramid*” de acordo com o *Patent Search and Analysis e*, neste caso, foi analisada uma amostragem de 24% do total de patentes (350 registros), que remeteram ao período entre meados do ano de 2016 a 14 de novembro de 2020.

3.4 Brasil

Para o Brasil, foram encontradas 5 patentes envolvendo o termo “*meta-aramida*”, de acordo com o INPI - Instituto Nacional da Propriedade Industrial, que remeteram ao período entre o ano de 1997 a 2012 (registro mais recente, em análise feita em 13 de novembro de 2020). Ao contrário dos outros países analisados, a maioria das patentes registradas envolveram tratamentos químicos aplicados às estruturas, principalmente no campo de tingimento têxtil.

Patentes M-Aramidas Brasil (1997-2020)

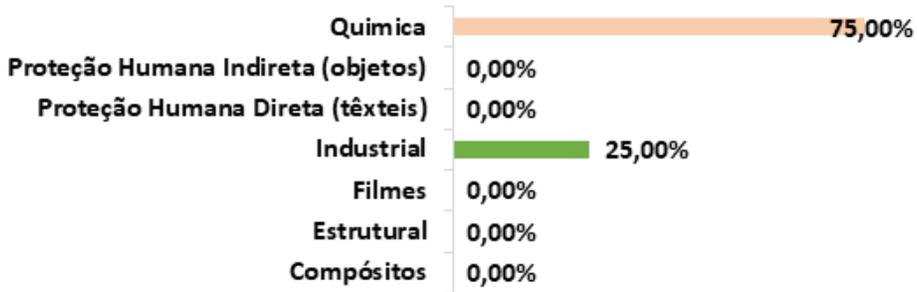


Figura 4 – Patentes m-aramida Brasil datadas entre 1997 a 2020.

Fonte: Autoria própria, 2020.

4 | DISCUSSÃO: META ARAMIDAS - DE UMA PERSPECTIVA DE PROTEÇÃO PESSOAL, A UMA PERSPECTIVA AMBIENTAL

Mesmo quase 60 anos após o lançamento e aprimoramento da meta-aramida no mercado, são a ela atrelados diversos desenvolvimentos capazes de reduzir o caráter de ignição de estruturas têxteis (em várias formas) de uso individual e coletivo na sociedade (como nos estofados, ferramentas fabris, automóveis e uniformes de brigadas de incêndio), o que também permitiu à Engenharia Têxtil, oferecer soluções multidisciplinares, para além da esfera dos bens de consumo (a meta-aramida da DuPont, por exemplo, impulsionou, em 1960, a criação do Laboratório de Estudos de Contato de Chamas da *U.S Naval Air Development Center* - em português: Centro de Desenvolvimento Naval e Aéreo dos Estados Unidos - a partir do primeiro macacão de avião inteiramente composto por essa fibra, na época, recém descoberta) (HORSCHKE, 1981).

Entretanto, não houve, em buscas espontâneas em periódicos acadêmicos, assim como não houve nas 724 patentes analisadas, uma aplicação do caráter térmico das meta-aramidas voltado uma perspectiva de performance para além do homem e da proteção humana como um todo, seja ela direta ou indireta.

Subentende-se, então, que a aplicação das meta-aramidas se dá, principalmente, em meios e objetos comuns a ambientes urbanizados. Como o grande uso dessas fibras, como já demonstrado pelas patentes existentes, está voltado para esse tipo de uso, sua aplicação é proposta para incêndios que ocorrem fora da zona urbana propriamente dita: para esse caso, os incêndios florestais ou aqueles em que a propagação de chamas não se dê em materiais manufaturados e estruturas construídas pelo homem.

Segundo CBMGO (2017), Incêndios florestais iniciam na fase de pré-aquecimento e evoluem para a fase de combustão gasosa, até atingir a fase final e sem formação de chamas (carbonização), podemos deduzir uma associação entre a fibra e o comportamento térmico deste tipo de incêndio.

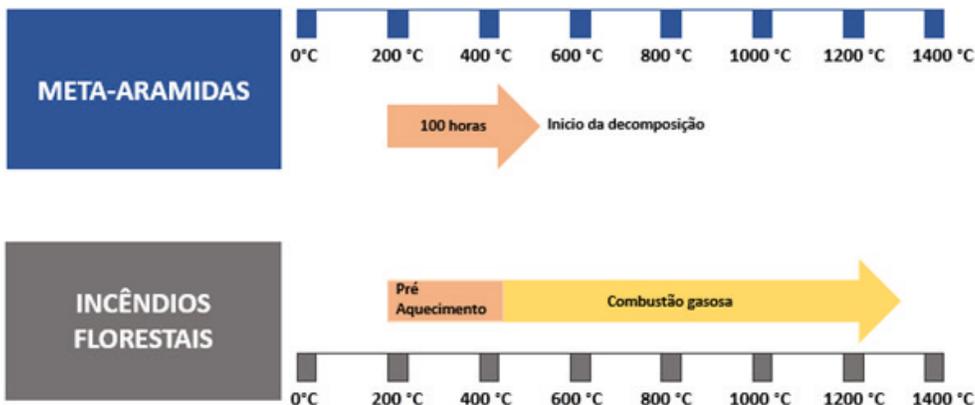


Figura 5 – Comparativo m-aramidas e incêndios florestais.

Fonte: Autoria própria, 2021.

A performance térmica das meta-aramidas dá-se na mesma faixa de temperatura da fase inicial de um incêndio florestal (entre 200 - 400°C), em sua faixa mais baixa (cerca de 230°C), como já mencionado, meta-aramidas podem suportar até 100 horas de exposição sem perder suas demais propriedades. Já que de acordo com Teijin Aramid (2018) a sua decomposição só ocorrerá acima dos 400°C, temperatura que separa a fase de pré-aquecimento da combustão gasosa (CBMGO, 2017).

Dessa forma, há, então, uma oportunidade de estudo para o entendimento de como as meta-aramidas podem ser auxiliares no combate a eventos de risco de fogo na natureza. Para isso, é necessário o entendimento de como essas fibras reagem quando expostas a variantes não controladas (como radiação U.V, umidade, chuva, microrganismos etc.), que não encontramos na mesma intensidade quando consideramos casos de incêndios urbanos.

Nessa análise, o ponto principal é entender se a performance dessas fibras, principalmente a térmica, é afetada por essas exposições excessivas. Como em ambientes vegetativos há a presença de diversos fatores ativos que podem influenciar na vida útil de um material feito pelo homem e nele exposto, é também importante pensar no entendimento dessas fibras não só sobre suas especificações, mas como também sua forma de aplicação.

4.1 Uma Nova Aplicação Têxtil com Base em Estruturas Pré-Existentes

O protótipo almejado parte do pressuposto de que seu principal objetivo é tentar reproduzir o caráter de proteção ao fogo e altas temperaturas que um vestuário ou objeto de proteção oferece, por exemplo, a seres humanos (seja direta ou indiretamente) em um ambiente onde o alvo de proteção/retenção da propagação do fogo são combustíveis naturais (galhos, folhas secas, matéria orgânica decomposta, etc.). Nesse caso, a função estética do protótipo é irrelevante, e todo em torno de decisões relativas ao seu

desenvolvimento e execução partem de uma expectativa técnica/funcional. A denominação dada a têxteis que executam esse tipo de função é conhecida como têxteis técnicos. Esses, diferenciam-se dos têxteis convencionais (classificados também como “têxteis gerais”) pelo caráter de sua aplicação final, muitas vezes voltada para o campo da engenharia e não para o mercado de moda, cama mesa e banho (ABINT, 2017).

Byrne (2000) cita doze categorias que englobam o escopo de áreas as quais os têxteis técnicos se aplicam:

1. **Agrotech** : Agricultura, aquicultura e silvicultura.
2. **Buildtech** : Construção.
3. **Clothtech**: Componentes técnicos da indústria do vestuário como um todo.
4. **Geotech**: Geotêxteis e auxiliares da construção civil.
5. **Homotech**: Auxiliares de móveis, aparatos domésticos e revestimentos.
6. **Indutech**: Filtração, limpeza e usos industriais no geral.
7. **Medtech**: Medicina e higiene.
8. **Mobiltech**: Usos em indústria automotiva, aeroespacial e de mobilidade como um todo.
9. **Oekotech**: Proteção ambiental.
10. **Packtech**: Indústria de embalagens.
11. **Protech**: Proteção pessoal e de propriedade.
12. **Sporttech**: Uso em produtos de esporte e lazer.

Das doze áreas apresentadas, o protótipo almejado relaciona-se diretamente com os geotêxteis (*Geotech's*), pelo meio, porém, diferencia-se desses na forma de aplicação. Numa visão geral, o comum de estruturas geotêxteis dá-se na proteção do avanço de ondas marítimas, por exemplo, onde há o avanço do mar em uma estrutura de areia em pleno processo de erosão. Por meio de *sandbags* (numa tradução para o português: sacos de areia), é montada uma barreira artificial, formada por essas *bags*, que protegem uma determinada área do desgaste contínuo (RASMEEMASMUANG; CHUENJAI; RATTANAPITIKON, 2014).



Figura 6 - Sandbags para contenção do avanço do mar

Fonte: Rasmeemasmuang et al., 2014

4.2 Protótipo Sugerido para Pesquisa Futuras

O protótipo proposto, é apropriar-se :

1. Do conceito de “barreira de proteção” das *sandbags*,
2. Do meio de aplicação de geotêxteis, mas não exercendo necessariamente a mesma função que esses.
3. Do potencial retardador de chamas da fibra de meta-aramida.

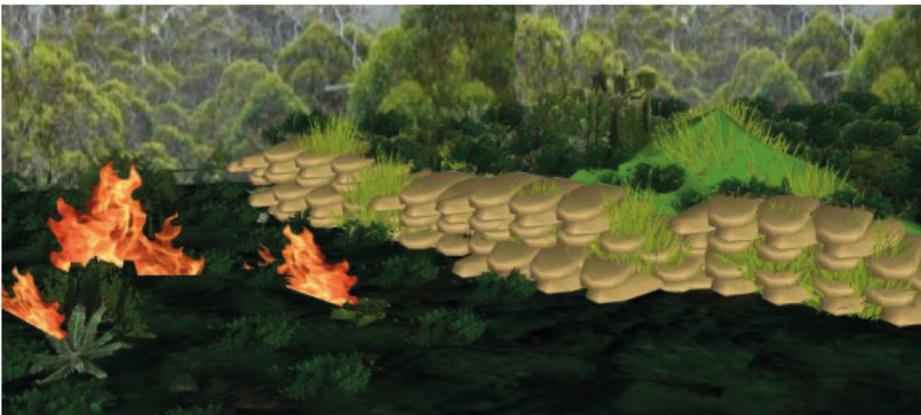


Figura 7 - Protótipo.

Fonte: Autoria própria, 2021

5 | CONCLUSÃO

A perspectiva mais promissora deste trabalho é trazer uma nova discussão para o campo de utilização das meta-aramidas (e outras fibras retardantes de chamas), mostrando, por meio de ferramentas de desenvolvimento, como uma pesquisa de dados pré-existente e até mesmo de mercado podem representar um ponto inicial para a criação de protótipos inéditos que visam resolver e/ou amenizar problemáticas de diversas naturezas, pondo a engenharia têxtil como protagonista dessas possibilidades e aumentando ainda mais o campo de aplicação dessa área de estudo.

REFERÊNCIAS

BONILLA-ALDANA, D. K. et al. Brazil burning! What is the potential impact of the Amazon wildfires on vector-borne and zoonotic emerging diseases? – A statement from an international experts meeting. **Travel Medicine and Infectious Disease**, v. 31, p. 101474, 2019.

WOLTERS, C. Here's how wildfires get started—and how to stop them. **National Geographic**, 2019. Disponível em: <<https://www.nationalgeographic.com/environment/article/wildfires>>. Acesso em: 15 de jul. de 2020.

MOREIRA, F. et al. Landscape-wildfire interactions in southern Europe: Implications for landscape management. **Journal of environmental management**, v. 92, p. 2389–402, 2011.

WASTL, C. et al. Large-scale weather types, forest fire danger, and wildfire occurrence in the Alps. **Agricultural and Forest Meteorology**, v. 168, p. 15–25, 2013.

HEARLE, J. W. S. et al. **High performance fibres**. 1. Ed. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2001.

REBOUILLAT, S. Aramids. In: HEARLE, J. W. S. **High Performance Fibres**. 1. ed. Cambridge, England: Woodhead Publishing Limited in association with The Textile Institute, 2001. cap. 2, p. 24.

MIRAFATAB, M. Technical Fibres. In: HORROCKS, A R; ANAND, S C. **Handbook of Technical Textiles**. 1. ed. Cambridge, England: Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC, 2000. cap. 2, p. 24-41.

JR, S. V. C.. Conceito de Polímero. In: JR, Sebastião V. Canevarolo. **Ciência dos Polímeros: Um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. 2. ed. São Paulo: Artliber, 2006. p. 21-54.

BAJAJ, P. Heat and Flame Protection. In: HORROCKS, A R; ANAND, S C. **Handbook of Technical Textiles**. 1. ed. Cambridge, England: Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC, 2000. cap. 10, p. 223-263.

GARCÍA, J. M. et al. Aromatic Polyamides (Aramids). In: THOMAS, S.; VISAKH, P.M. **Handbook of Engineering and Specialty Thermoplastics**. Beverly, Massachusetts: Scrivener Publishing LLC, 2011. v. 4, cap. 6, p. 141-181.

HORSCHKE, B.N. Standard and specifications for firefighters' clothing. **Fire Safety Journal**, Australia, v. 4, ed. 2, p. 125-137, 1981.

CBMGO. **Manual Operacional de Bombeiros: Prevenção e Combate a Incêndios Florestais**. Goiânia: 2017.

TEIJIN ARAMID. Teijinconex® - A high-performance meta-aramid that drives protection. [S. l.: s. n.], 2018. Disponível em: <https://www.teijinaramid.com/wp-content/uploads/2018/10/Product-brochure-Teijinconex.pdf>. Acesso em: 6 out. 2020.

ABINT. **O que são têxteis técnicos**. In: Associação Brasileira das Indústrias de Não Tecidos e Tecidos Técnicos. São Paulo, Brasil: ABINT, 201?. Disponível em: <http://www.abint.org.br/tecidostecnicos.html>. Acesso em: 23 abr. 2021.

BYRNE, C. Technical textiles market – an overview: Technical or industrial textiles: what's in a name?. In: HORROCKS, A. R.; ANAND, S. C. **HANDBOOK OF TECHNICAL TEXTILES**. 1. ed. Cambridge: Woodhead Publishing Ltd, 2000. cap. 1, p. 1-23.

RASMEEMASMUANG, T.; CHUENJAI, W.; RATTANAPITIKON, W. Wave run-up on sandbag slopes. **Maejo International Journal of Science and Technology**, [s. l.], ano 01, v. 8, p. 48-57, 2014.

CAPÍTULO 17

USINAS TERMELÉTRICAS E A SIDERURGIA

Data de aceite: 01/10/2021

Késsia de Almeida Silva
Faculdade Pitágoras Divinópolis

RESUMO: O artigo se baseia no funcionamento das usinas termelétricas, seus benefícios e seus malefícios. Além de mostrar formas de aproveitamento de gases poluentes que são liberados no meio ambiente através das siderúrgicas, que poderiam reverter esses danos ambientais, gerando sua própria energia e diminuindo assim seus gastos. Mas por ser um investimento de auto custo, este recurso não é muito utilizado.

PALAVRAS - CHAVE: Artigo , Usinas, Usinas termelétricas..

ABSTRACT: The article is based on the operation of thermoelectric plants, their benefits and harms. In addition to showing ways to use polluting gases that are released into the environment through steel mills, which could reverse these environmental damages, generating their own energy and thus reducing their costs. But as it is a cost-effective investment, this feature is not used very much.

KEYWORDS: power plants, thermoelectric, steel, article.

1 | INTRODUÇÃO

No Brasil, a grande maioria da energia elétrica é produzida por hidroelétricas, cerca de 74%. Porém, por seus danos ambientais durante sua instalação é enorme, fazendo com que seja uma das formas de produção de energia mais degradantes que existe. Por alagar grandes terrenos, extinguindo todo tipo de forma terrestre que ali habitava.

As usinas termelétricas tem um alto custo de funcionamento, por na maioria das vezes utilizar derivados do petróleo para sua queima e geração de energia. Porém, existe um meio que ainda deve ser explorado pelas siderúrgicas, que por sinal, é de grande escala em Minas Gerais, que seria a utilização do Gás que é produzido pelo alto forno. Esse gás é descartado no meio ambiente, apesar de passar por um processo de limpeza antes de ser liberado, ele ainda polui o ar atmosférico, até mesmo porque algumas siderúrgicas burlam as leis e não fazem esse tratamento.

Sendo assim, é essencial conhecer como está a situação atual da recuperação do gás que é produzido pelo alto forno para a geração de energia elétrica em Minas Gerais.

2 | DESENVOLVIMENTO

Existem alguns tipos de usinas termelétricas, que tem o mesmo objetivo,

mudando apenas o combustível utilizado. São elas:

- Usina a óleo;
- Usina a carvão;
- Usina nuclear;
- Usina a gás.

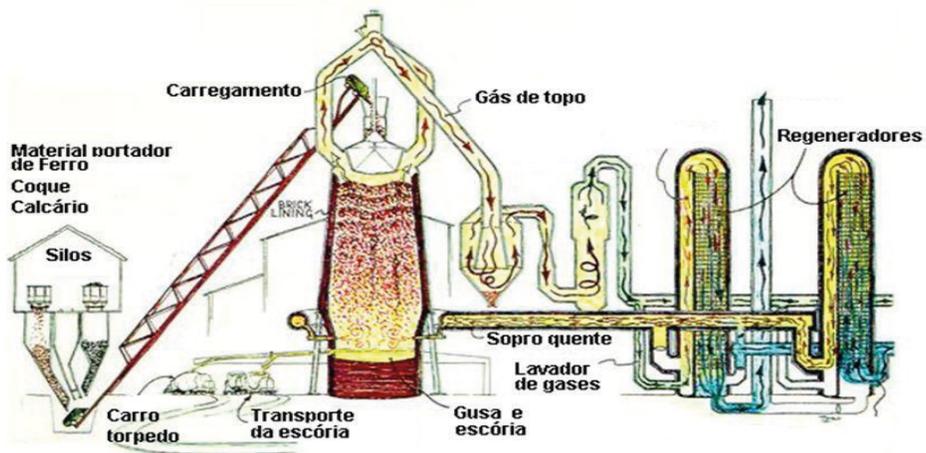
Como qualquer outro tipo de usina de energia, a termoelétrica também tem seus impactos ambientais, contribuindo para o aquecimento global. A queima do gás lança no ar alguns poluentes, e essa fonte de energia não é renovável. Outro malefício é seu alto custo, devido a compra de combustíveis a base de petróleo.

Apesar de todas as formas de uma termoelétrica a que foi escolhida para o estudo talvez seja a mais econômica para seu funcionamento.

Antes de aprofundar um pouco na usina a gás, no caso o gás do alto forno, é necessário o conhecimento do que realmente é um alto forno e como ele funciona. O alto forno é utilizado para produzir o ferro-gusa líquido, uma das principais matérias primas para fabricar o aço. O gusa que chega na aciaria, vem de 2 altos fornos, um menor que é responsável por 35% da produção e um maior que produz 65%. Ambos têm uma carga de pelotas e minério de ferro granulado, em diferentes porções.

Antes de o gás produzido ser jogado no meio ambiente, ele é lavado para diminuir seus impactos na natureza. O meio mais eficiente de limpar o gás depositado no meio ambiente, é usando o lavador Venturi, pois diminui em grande escala os materiais particulados.

Alto Forno



Agora, depois de já ter sido esclarecido o que é um alto forno e seu funcionamento, pode-se aprofundar então na termelétrica de topo, ou seja, turbinas que são colocadas no topo do forno.

O funcionamento é bem simples, a turbina é movida através da pressão do gás que esta saindo da pressão do forno até a pressão atmosférica, gerando uma força motriz que é convertida em elétrica.

O investimento que aparentemente é alto, na verdade está ligado apenas a compra dessa turbina, pois sua manutenção não é cara, para seu funcionamento não necessita de nenhum combustível, além de causar menos ruído do que as outras formas de geração de energia.

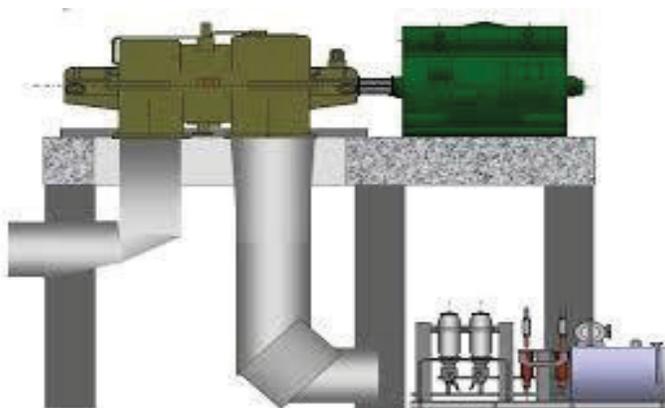


Imagem de uma turbina de topo

3 | CONCLUSÃO

Em todos os empreendimentos, a prioridade deve ser uma energia mais preservada, sem perdas significativas, principalmente pela economia e preservação do meio ambiente, que esta diretamente ligada a balanços positivos pela geração de gases que ocasionam o efeito estufa, visando assim, contribuir para o não aquecimento global. Em Minas Gerais, a siderurgia é de grande escala, e também em âmbito nacional. A produção do ferro-gusa gera os gases com alta temperatura e teores de monóxido de carbono, o que faz ter perdas significativas de energia, pois não é utilizado por completo como redutor no processo de produção. Hoje, o gás produzido pelo alto forno é utilizado parcialmente no aquecimento de processo no mesmo, porém em escalas pequenas que variam de 40% a 60%, o que sobra é jogado na atmosfera após ser lavado. Para a geração de energia elétrica por meio da cogeração, o gás que foi produzido é bastante importante, principalmente por poder aproveitar o que não foi usado, sendo convertido em eletricidade. Assim, o gás do alto forno se tornou fundamental na produção do ferro-gusa. Algumas siderúrgicas já possuem

suas termelétricas, diminuindo assim seus gastos com energia elétrica e ajudando na preservação do ambiente.

REFERÊNCIAS

<http://www.feam.br/images/stories/arquivos/producaosustentavel/2012/sumario-gas-de-af.pdf>

<http://www.ebah.com.br/content/ABAAfVTMAH/alto-forno-carvao-vegetal> Imagens retiradas do google imagens

https://www.jase-w.eccj.or.jp/technologies-p/pdf/iron_steel/S-08.pdf

SOBRE O ORGANIZADOR

HENRIQUE AJUZ HOLZMANN - Professor da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Graduação em Tecnologia em Fabricação Mecânica e Engenharia Mecânica pela Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Mestre em Engenharia de Produção pela Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Doutorando em Engenharia e Ciência do Materiais pela Universidade Estadual de Ponta Grossa. Trabalha com os temas: Revestimentos resistentes a corrosão, Soldagem e Caracterização de revestimentos soldados.

ÍNDICE REMISSIVO

A

Aço MA957 4, 18, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28

Aços inoxidáveis 4, 30, 31, 36

Adsorción 159, 160, 162, 163, 165, 167, 168, 170, 171, 172, 174, 175, 176, 177, 178

Alumínio 4, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 95, 141

Argamassa 6, 112, 149, 150, 156, 157, 158

Austenita 30, 31, 36

Autorreparação 132, 133, 134, 136, 138, 143, 144, 145, 146, 147

B

Biomateriais 180, 181, 182

Biopolímeros 172, 181, 187

Borracha 5, 90, 106, 108, 115, 116, 118, 119, 120, 121, 122, 123, 125, 127, 129, 130, 132, 133, 134, 135, 137, 140, 147

C

Cascara 6, 170, 171, 173, 174, 175, 176, 177, 178

Cianuro 6, 170, 171, 174, 175, 176, 177, 178

Combustível nuclear 30

Compressão 30, 31, 33, 36, 40, 41, 96, 106, 108, 112, 113, 119, 121, 124, 125, 128, 129, 149, 150, 151, 154, 155, 158

Concreto 5, 100, 106, 107, 108, 110, 112, 113, 114, 115, 116, 119, 120, 121, 123, 124, 125, 126, 127, 128, 129, 130, 131, 150, 157, 158

Conforto Humano 149

D

Deformação a Frio 38, 40, 41, 42

Desorción 160

E

Eficiência de corrente 46

Eletrocromismo 84

Eletrodeposição reversível 84, 85, 86, 87

Eletrogalvanização 45, 46

ENR50 132, 133, 134, 135, 136, 137, 138, 139, 140, 141, 142, 143, 144, 145, 146

Ensaio visual 56, 57, 58

Estudo Bibliométrico 4, 1, 2

F

Fármaco 6, 180, 181, 183, 185, 186, 187, 188, 189, 190

Ferritoscopia 30, 31, 35, 36

G

Galena 6, 159, 160, 161, 162, 164, 165, 166, 167, 168, 169

Geotêxteis 194, 201, 202

I

Incêndios florestais 194, 195, 199, 200

L

Lajota Piso Tátil 149

Laminação 30, 31, 32, 34, 35, 36, 39, 69

M

Martensita 30, 31, 36

Meta-Aramidas 7, 194, 195, 196, 197, 199, 200, 203

Morfologia do revestimento 46

P

Parâmetros operacionais 46

Poliestireno 6, 14, 15, 133, 149, 150, 156, 157, 158, 185

Polímeros 3, 5, 1, 2, 3, 6, 7, 10, 11, 12, 14, 15, 16, 82, 84, 86, 90, 147, 158, 182, 192, 195, 196, 203

R

Resíduos 5, 78, 79, 80, 82, 83, 94, 99, 103, 106, 107, 108, 110, 116, 119, 123, 125, 127, 129, 130, 131, 157

Reticulação com peróxido 132

Revestimento metálico 46

S

Síntese 18, 21, 158

Soldagem 41, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62, 63, 64, 65, 66, 67, 68, 69, 70, 71, 72, 73, 74, 75, 76, 209

Superfície ocular 6, 180, 181, 182, 190, 191, 193

Sustentabilidade 103, 104, 106, 108, 127, 149

Sustentável 80, 81, 94, 98, 99, 106, 107, 108, 116, 127, 130, 150

T

Tamarindo 6, 170, 171, 172, 173, 174, 175, 176, 177, 178, 179

Textura 30, 36, 37, 150

Tratamentos Térmicos 38, 39, 41

Tubos de papelão 5, 94, 95, 96, 97, 98, 99, 100, 101, 103, 104, 105

W

WC nanoestruturado 4, 18, 20, 21, 26, 28

COLEÇÃO DESAFIOS DAS ENGENHARIAS:

ENGENHARIA DE MATERIAIS E METALÚRGICA 2

- 
-  www.atenaeditora.com.br
 -  contato@atenaeditora.com.br
 -  [@atenaeditora](https://www.instagram.com/atenaeditora)
 -  www.facebook.com/atenaeditora.com.br

COLEÇÃO

DESAFIOS DAS ENGENHARIAS:

ENGENHARIA DE MATERIAIS E METALÚRGICA 2

- 
- 🌐 www.atenaeditora.com.br
- ✉ contato@atenaeditora.com.br
- 📷 @atenaeditora
- 📘 www.facebook.com/atenaeditora.com.br