

**CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS  
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**GUSTAVO ZANUTIN CAMPOS DE SOUSA NÓBREGA**

**ESPUMA DE POLIURETANO RÍGIDO REFORÇADA COM RESÍDUO DE GESSO**

**BELO HORIZONTE**

**2017**

GUSTAVO ZANUTIN CAMPOS DE SOUSA NÓBREGA

**ESPUMA DE POLIURETANO RÍGIDO REFORÇADA COM RESÍDUO DE GESSO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no Curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dra. Aline Bruna da Silva

BELO HORIZONTE

2017

GUSTAVO ZANUTIN CAMPOS DE SOUSA NÓBREGA

**ESPUMA DE POLIURETANO RÍGIDO REFORÇADA COM RESÍDUO DE GESSO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no Curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Aprovado em / /

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof.<sup>a</sup> Dra. Aline Bruna da Silva

---

Prof.<sup>a</sup> Dra. Luciana Boaventura Palhares

---

Prof.<sup>a</sup> Dr. Marcelo Rosa Dumont

## RESUMO

O resíduo de gesso é produzido em grande quantidade devido a utilização desse material em vários setores da construção civil, tais como muito revestimento de paredes, placas, blocos, decorações de interiores e usado em processo de colagem de barbotina para produzir louça sanitária. Buscando uma alternativa para a destinação do resíduo de gesso, esse trabalho utilizou resíduos como carga em espuma de poliuretano termofixo, com o intuito de melhorar desempenhos térmico e mecânico desse material. Foi utilizado resíduo de gesso das aulas de processamento de materiais cerâmicos do CEFET MG, esse resíduo foi, lavado, posteriormente seco em estufa e cominuído em moinho de bolas e peneirado, obtendo um pó de gesso com granulometria entre 150 a 425  $\mu\text{m}$ . O pó de gesso obtido foi caracterizado por microscopia eletrônica de varredura (MEV), e por análise química por EDS e por Difração de Raios X (DRX). O pó de gesso com granulometria de 150 a 425  $\mu\text{m}$  foi utilizado como carga em espuma de poliuretano em percentuais de 4%, 8% e 16% em massa. O compósito PU/gesso foi obtido através da mistura (adição de polioliol, isocianato e gesso e realização da mistura manualmente). O compósito foi caracterizado por análise termogravimétrica (TGA), expansibilidade, e pelo ensaio mecânico de compressão. A adição de 4% de gesso elevou a resistência à compressão em 29,65% e com a adição de 16% de gesso a resistência basicamente não se alterou.

Palavras-chaves: Poliuretano termofixo, resíduo de gesso, carga, compósito

## ABSTRACT

Gypsum residue is produced in large quantities due to the use of this material in various building sectors, such as a lot of wall covering, plaques, blocks, interior decorations and used in the slip bonding process to produce sanitary ware. Looking for an alternative for the disposal of gypsum waste, this work used waste as cargo in thermofixed polyurethane foam, in order to improve thermal and mechanical performance of this material. Gypsum residue from the ceramic processing classes of CEFET MG was used, this residue was washed, then dried in an oven and comminuted in a ball mill and sieved, obtaining a gypsum powder with granulometry between 150 and 425  $\mu\text{m}$ . The obtained gypsum powder was characterized by scanning electron microscopy (SEM), and by chemical analysis by EDS and by X-ray Diffraction (XRD). Gypsum powder with a particle size of 150 to 425  $\mu\text{m}$  was used as a polyurethane foam filler in percentages of 4%, 8% and 16% by mass. The composite PU / gypsum was obtained by mixing (adding polyol, isocyanate and gypsum and performing the mixing manually). The composite was characterized by thermogravimetric analysis (TGA), expandability, and mechanical compression test. The addition of 4% of gypsum increased the compressive strength by 29.65% and with the addition of 16% of gypsum the resistance basically did not change.

Key-words: Thermoset polyurethane, plaster residue, filler, composite

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

|  |    |
|--|----|
| Figura 1 – Síntese do uretano.....   | 16 |
| Figura 2- Reação do poliuretano.....   | 16 |
| Figura 3: Formação de um derivado de ácido carbâmico.....  | 17 |
| Figura 4: Formação de carbodiimida.....  | 18 |
| Figura 5: Etapas de síntese de EPU pelo método “One Shot”.....   | 19 |
| Figura 6– Fases formadas a partir da temperatura de calcinação.....                                      | 25 |
| Figura 7 – Resíduos de gesso utilizado no trabalho.....  | 28 |
| Figura 8 – Resíduo de gesso lavado.....  | 29 |
| Figura 9 – Corpos de prova para o ensaio de compressão divididos em 4 grupos.....                        | 33 |
| Figura 10 - Difratoograma do resíduo de gesso.....   | 34 |
| Figura 11 - Gráficos de TGA do resíduo de gesso.....   | 35 |
| Figura 12 – Micrografias da EPU de todas as concentrações (a) 0%; (b) 4%; (c) 8%; (d) 16%.....           | 36 |
| Figura 13 – Micrografias da PUR das concentrações (a) 4%; (b) 8%; (c) 16%.....                           | 38 |
| Figura 14 – Micrografia da amostra de 0% de carga para realização do mapa pontual.....                   | 39 |
| Figura 15 - Mapa EDS dos elementos da EPU com 0% de carga (a) C; (b) Cl; (c) O; (d) P.....               | 39 |
| Figura 16 – Micrografia da amostra de 4% de carga para realização do mapa pontual.....                   | 40 |
| Figura 17- Mapa EDS dos elementos da EPU com 4% de carga (a) C; (b) Cl; (c) O; (d) P; (e) Ca; (f) N..... | 41 |
| Figura 18 – Micrografia da amostra de 8% de carga para análise pontual do EDS.....                       | 42 |

|   |    |
|---|----|
| Figura 19- Mapa EDS dos elementos da EPU com 8% de carga (a) C; (b) Cl; (c) O; (d) P; (e) Ca; (f) N.....  | 43 |
| Figura 20 – Micrografia da amostra de 16% de carga para realização do mapa pontual.....                   | 44 |
| Figura 21- Mapa EDS dos elementos da EPU com 16% de carga (a) C; (b) Cl; (c) O; (d) P; (e) Ca; (f) N..... | 45 |
| Figura 22 – Média do diâmetro dos poros.....  | 46 |
| Figura 23 - Difração de raios-x das amostras.....   | 49 |
| Figura 24 - Diagramas de TGA das espumas de poliuretano.....  | 51 |
| Figura 25 - Tensão média.....   | 52 |

## LISTA DE TABELAS

|   |    |
|---|----|
| Tabela 1- Tabela 1- Mercado de poliuretanos (1000t) (continua).....           | 20 |
| Tabela 2- Tabela 2- Mercado mundial de PU (%) em 2001 e 2010.....             | 21 |
| Tabela 3- Tabela 3- Reserva Brasileira de gipsita em 2000 (continua).....     | 23 |
| Tabela 4- Preparação das amostras .....                                       | 30 |
| Tabela 5 - Relação de massa retida nas peneiras e massa retida acumulada..... | 32 |
| Tabela 6 – Relação entre grupo e percentual de resíduo de gesso.....          | 33 |
| Tabela 7 – Desvio-padrão de cada condição.....                                | 47 |
| Tabela 8 – Média e Erro da expansibilidade.....                               | 48 |
| Tabela 9 – Resultados dos ensaios de compressão .....                         | 53 |



## LISTA DE ABREVIACOES E SIGLAS

CONAMA: Conselho Nacional do Meio Ambiente

PU: Poliuretano

TGA: Anlise Termogravimtrica

MEV: Microscopia Eletrnica de Varredura

EPU: Espuma de poliuretano

MDI: Difenilmetano diisocianato

DRX: Difraco de raios X

PUR: Espuma de poliuretano rgido

EPU: Espuma de poliuretano

TDI: Di-isocianato de tolueno

EDS: Espectroscopia por disperso de energia

PU: Poliuretanos

## Sumário

|  |    |
|--|----|
| 1.INTRODUÇÃO .....   | 12 |
| 1.2 OBJETIVOS.....   | 14 |
| 2.REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....                                  | 15 |
| 2.1 Poliuretano (PU).....                                      | 15 |
| 2.2 Polióis.....   | 16 |
| 2.3 Isocianatos .....  | 17 |
| 2.4 Espuma rígida.....   | 18 |
| 2.5 Mercado de Poliuretano.....                                | 19 |
| 3. Gesso.....  | 23 |
| 3.1 Gipsita .....  | 25 |
| 3.2 Anidrita.....  | 25 |
| 3.3 Obtenção do gesso.....                                     | 26 |
| 3.4 Hipóteses da interação entre o gesso e o poliuretano ..... | 27 |
| 4. MATERIAIS E MÉTODOS .....                                   | 28 |
| 4.1 Materiais.....   | 28 |
| 4.2 Métodos .....  | 28 |
| 4.2.1 Obtenção e preparo da matéria prima .....                | 28 |
| 4.2.2 Preparação das amostras .....                            | 30 |
| 4.2.3 Caracterização.....                                      | 30 |
| 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES .....                               | 32 |
| 5.1 Peneiramento .....   | 32 |
| 5.2 Caracterização do resíduo de gesso.....                    | 34 |
| 5.2.1 Difração de raios-X.....                                 | 34 |
| 5.2.2 Análise EDS.....   | 35 |
| 5.2.3 Análise termogravimétrica.....                           | 35 |
| 5.3 Caracterização das espumas de poliuretano.....             | 36 |

|  |    |
|--|----|
| 5.3.1 Morfologia da espuma – MEV .....                                   | 36 |
| 5.3.2 Diâmetro médio dos poros.....                                      | 46 |
| 5.3.3 Grau de expansão volumétrica.....                                  | 47 |
| 5.3.4 Difração de raios-x da espuma de poliuretano e dos compósitos..... | 49 |
| 5.3.5 Análise térmica .....  | 50 |
| 5.3.6 Ensaio de compressão.....  | 52 |
| 6.Conclusão.....   | 54 |
| 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....                                | 55 |
| 8.Bibliografia .....   | 56 |

## 1.INTRODUÇÃO

O crescimento da construção civil no Brasil desencadeia impactos em complicações ambientais. Esse desenvolvimento movimentou o país, gerando também o crescimento do consumo de diversos bens e como consequência o aumento da produção de resíduos. Isso, leva a dois pontos de reflexão: O primeiro é a importância da construção civil no crescimento da economia nacional. No ano de 2009, esse setor chegou a empregar 2,3 milhões de trabalhadores e no final de 2010 empregava 2,6 milhões. Com isso, cresceu-se muito o número de habitações no país. Já o outro ponto é em relação ao destino dos resíduos gerados a partir dessas construções e demolições. Diante desse problema de resíduos, o Ministério de Meio Ambiente, intermediado pelo Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA), elaborou a resolução 307/2002 orientando na gestão desses resíduos nos canteiros de obras. Entretanto, muitas empresas ainda realizavam uma destinação incorreta dos resíduos da construção, levando à criação de normas, para que as mesmas possam atender as exigências do mercado. Consequência disso, foi o aumento de pesquisas relacionadas à reutilização e reciclagem de resíduos. (NETO, 2012)

Um tipo de carga que está sendo utilizado em polímeros são os minerais, com essa mistura obtém-se os compósitos com o objetivo de baratear os custos e agregar determinadas características. Essas cargas são substâncias inorgânicas que são incorporadas pelo polímero, no qual é considerado uma substância orgânica, a partir da polimerização. (LIMA, 2007). Minerais ou rochas que podem ser extraídas da natureza e utilizadas como carga, são chamadas de cargas minerais, que podem ser: calcário; filito; mica; talco; gesso; barita; entre outros. (LIMA, 2007). Nesse trabalho, a carga utilizada foi o gesso.

O polímero que será abordado nesse trabalho é a espuma de poliuretano rígido (PUR), que apresenta ótima característica como material isolante, dessa forma, são amplamente utilizadas na construção, isolamento de transportes, sistemas de refrigeração e tubulações. (SANTIAGO-CALVO, , *et al.*, 2017) Além disso, esse polímero apresenta características como: boa estabilidade dimensional, resistência à adesão e baixa densidade. (YANG, WANG, *et al.*, 2017)

Para a melhoria das propriedades térmicas e mecânicas das espumas de poliuretano rígido, esse material pode ser reforçado com gesso, o qual apresenta baixo coeficiente de

condutividade térmica e com base em estudos prévios espera-se que essa carga modifique também as propriedades mecânicas.

Assim, esse trabalho propõe utilizar um resíduo de gesso para substituir as resinas de polioli e isocianato e melhorar as propriedades térmicas e mecânicas do poliuretano, reduzindo assim o custo final do produto.

## **1.2 OBJETIVOS**

Promover o reaproveitamento de resíduo de gesso, utilizando esse material como carga em matriz de Espumas de Poliuretano termofixo e caracterizar o compósito.

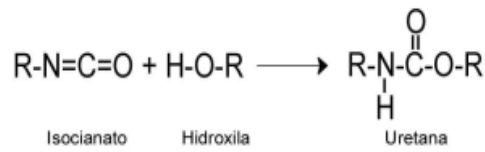
## 2.REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Poliuretano (PU)

Os conhecimentos sobre as ligações de uretano iniciaram-se em 1849, quando Wurts e Hofmann identificaram pela primeira vez uma reação entre o isocianato e um composto contendo um grupo hidroxila (SOARES, 2012). Entretanto, somente em 1937, Otto Bayer e colaboradores desenvolveram os primeiros polímeros de poliuretano, para a I.G Farbenindustrie (conhecida atualmente como Bayer A.G), com o objetivo de produzir fibras que pudessem substituir as fibras de poliamida (náilon) (PEREIRA, 2010). O poliuretano começou a ser comercializado na Alemanha no final da década de 30, com a fabricação de espumas rígidas, adesivos e tintas. Já as espumas flexíveis começaram a ser comercializadas na década de 50 (PEREIRA, 2010).

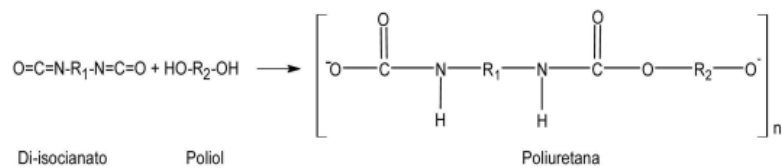
O poliuretano é um polímero que apresenta ligações de uretano e podem ser preparados através da polimerização de adição entre isocianatos e polióis. A propriedade da espuma do polioliol depende das propriedades químicas do polioliol (KRAITAPE e THONGPIN, 2016). Os polióis podem ser poliésteres, poliésteres ou possuir estrutura hidrocarbônica (VILAR, 2004). O PU apresenta uma grande versatilidade em relação aos seus métodos de processamento e suas propriedades mecânicas (ALMEIDA, GOULART, *et al.*, 2015). O polioliol curto de cadeia com alcoóis trifuncionais são usados para produzir espumas mais rígidas, já os polióis compridos de cadeia mais longa com alcoóis trifuncionais são utilizadas para produção de espumas mais flexíveis (KRAITAPE e THONGPIN, 2016).

A reação de síntese do uretano foi descoberta em 1849 por Wurtz, através da reação química entre um grupo de isocianato e um grupo de hidroxila, como mostrado na figura 1.

**Figura 1 – Síntese do uretano**

Fonte: (PEREIRA, 2010)

A formação dos poliuretanos é a partir da reação de poliadição entre um isocianato (di ou polifuncional) e um polioliol, um álcool polifuncional, conforme a figura 2.

**Figura 2- Reação do poliuretano**

Fonte: (PEREIRA, 2010)

## 2.2 Polióis

O polioliol, um dos reagentes para formação do poliuretano, abrange diversos compostos contendo grupos de hidroxilas capazes de reagir com isocianatos para formar os poliuretanos (PUs). Os polióis utilizados para a produção de espumas flexíveis e elastômeros possuem peso molecular entre 1000 e 6000 e funcionalidade entre 1,8 e 3,0. Polióis que apresentam uma cadeia curta e alta funcionalidade (3 a 12) produzem cadeias rígidas com alto teor de ligações cruzadas e são empregados nas espumas rígidas e em tintas de alto desempenho. Os mais empregados na indústria são os polióis poliéteres e normalmente são derivados do poli(óxido de propileno)glicol e copolímeros de poli(óxidos de



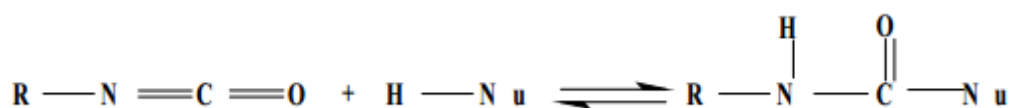
propileno/etileno)glicóis (PPG's). Para a fabricação de fibras e elastômeros de PU de alto desempenho tem-se outros polióis poliésteres como o poli(óxido de tetrametileno)glicol (PTMEG ou PTHF) e os polióis poliméricos empregados em espumas flexíveis de alta resiliência(HR) (VILAR, 2004).

Os polióis de poliéster proporcionam ao poliuretano melhores características à abrasão e resistência ao corte. Alguns desses polióis podem ser obtidos através de matéria prima como transesterificação (glicólise) de reciclados de PET. (PHUANGNGAMPHAN e THONGPIN, 2014). Existem diversos tipos de polióis como por exemplo poliol poliéster, poliol poliésteres alifáticos, policaprolactonas, policarbonatos dióis, polióis poliésteres aromáticos, poli(oxitetrametileno)glicol, polióis de óleos vegetais(NOPs), polibutadienos líquidos hidroxilados(PBLHs), polióis acrílicos e poliaminas (VILAR, 2004).

### 2.3 Isocianatos

Os isocianatos podem ser representados pela fórmula  $\mathbf{R(N=C=O)_n}$ , onde o R pode ser grupos aromáticos, alifáticos ou cíclicos e n representa a funcionalidade do isocianato, podendo variar de 2(diisocianato) até 4(poliisocianato). Sua reação mais importante é a formação de derivados do ácido carbâmico, que ocorre pela abertura da dupla ligação entre o carbono e o nitrogênio. Para o aumento do caráter nucleofílico e conseqüentemente facilitar a ocorrência da reação, adiciona-se átomo de hidrogênio ao nitrogênio, já para elevadas temperaturas a reação pode ser invertida conforme a equação a seguir (SOARES, 2012).

**Figura 3: Formação de um derivado de ácido carbâmico**

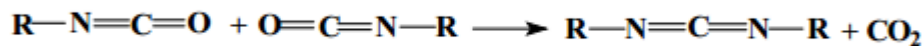


Fonte: (SOARES, 2012)

Para essa reação pode-se utilizar catalisadores que podem reduzir ou aumentar a velocidade da reação. Para reduzir essa velocidade pode-se adicionar compostos ácidos como ácidos minerais e haletos de ácidos e para aumentar emprega-se compostos básicos e metálicos como por exemplo os de Sn e Zn e sais de Fe (SOARES, 2012).

Outra reação importante é a reação de condensação entre isocianatos que ocorrem em elevadas temperaturas na ausência de catalisadores que levam a formação de carbodiimidas. Entretanto, com a utilização de catalisadores específicos como por exemplo 1-etil-3-metil-3-fosfolina, essa reação pode ocorrer à temperatura ambiente, de acordo com a figura a seguir (SOARES, 2012).

**Figura 4: Formação de carbodiimida**



Fonte: (SOARES, 2012)

Um dos isocianatos mais utilizados na síntese de espumas flexíveis é o di-isocianato de tolueno (TDI) (SOARES, 2012).

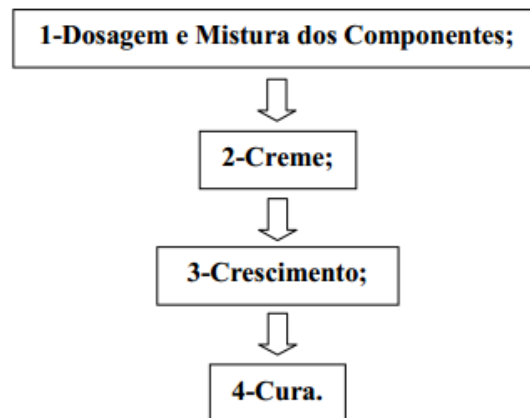
## 2.4 Espuma rígida

As espumas de poliuretanos (EPU's) podem ser analisadas como uma classe de polímeros que durante a reação, ocorre a liberação de gases que origina pequenos bulbos ou células, interligadas em uma estrutura tridimensional, assim além da reação entre o isocianato e o polioliol ocorre também entre o isocianato e a água originando o ácido carbâmico, que é um composto de baixa estabilidade que se decompõe em amina e dióxido de carbono. Esse dióxido atua como agente de expansão durante a reação de polimerização, sendo responsável pelo crescimento polimérico e formação de poros nas espumas de poliuretano. E a amina reage com outra molécula de isocianato (SOARES, 2012). As espumas de PU apresentam uma estrutura reticulada com predominância de ligações cruzadas fortes do hidrogênio com os grupos polares da cadeia polimérica, consequência da reação de MDI com extensores de cadeia polióis. (NETO, 2012). Segundo Pereira (2010), poliuretanos rígidos apresentam alto

teor de ligações cruzadas, que são resultantes de reagentes polifuncionais e não apresentam as estruturas segmentadas como acontece nos poliuretanos flexíveis. Nas espumas rígidas de PU, com a redução do comprimento das cadeias, aumentando assim, a rigidez delas e a densidade de ligações cruzadas, tornam essas cadeias mais compactas e rígidas, levando a obtenção de materiais mais duros, resistentes e menos elastoméricos (PEREIRA, 2010).

A produção de espumas de poliuretanos em escala laboratorial pode ser realizada por dois processos, sendo o primeiro deles composto por duas etapas. A primeira etapa dessa síntese é através da mistura do polioliol escolhido com excesso de isocianato em atmosfera inerte o que resulta em um pré-polímero de alto peso molecular com grupos isocianatos nas extremidades, assim na segunda etapa adiciona-se um polioliol de baixo peso molecular (extensor de cadeia), surfante, catalisadores, entre outros para finalizar a formação do poliuretano, sendo esse processo mais indicado para a produção de elastômeros e adesivos. Já o segundo processo chamado de “One Shot”, que pode ser desenvolvido pelas seguintes etapas conforme a figura (SOARES, 2012).

**Figura 5: Etapas de síntese de EPU pelo método “One Shot”**



Fonte: (SOARES, 2012)

## 2.5 Mercado de Poliuretano

A demanda mundial de poliuretano (PU) em 2000 foi de aproximadamente 10 milhões de toneladas sendo a América do Norte o país com maior consumo desse polímero, que apresentou a espuma rígida como segundo principal produto. Em 2005 esse consumo

aumentou para 13,6 milhões de toneladas representando ser um dos polímeros mais versáteis empregados pela indústria (VILAR, 2004). A tabela 2 sumariza os dados do mercado mundial do poliuretano no século XXI.

**Tabela 1- Mercado de poliuretanos (1000t) (continua)**

| <b>Região</b>          | <b>2000</b> | <b>2005</b>  |
|------------------------|-------------|--------------|
| América do Norte       | 2946        | 3745         |
| América do Sul         | 475         | 470          |
| Oriente Médio e África | 491         | 796          |
| Ásia Pacífico          | 1143        | 1932         |
| China                  | 1679        | 2910         |
| Europa Ocidental       | 2831        | 3295         |
| Europa Oriental        | 356         | 602          |
| <b>Total</b>           | <b>9923</b> | <b>13752</b> |
| <b>Produto</b>         | <b>2000</b> | <b>2005</b>  |
| Espumas flexíveis      | 3672        | 4944         |
| Espumas rígidas        | 2290        | 3423         |
| CASE                   | 3485        | 4792         |
| Ligantes               | 476         | 592          |
| <b>Total</b>           | <b>9923</b> | <b>13752</b> |

Fonte: (VILAR, 2004)

Espumas de PU flexíveis são muito utilizadas em móveis, roupa de cama, embalagens e transportes (KRAITAPE e THONGPIN, 2016). Além disso, o PU também é

empregado em revestimentos, adesivos, selantes, elastômeros e resinas. As espumas de poliuretano flexíveis (pufs) apresentam o maior mercado de todos os produtos de poliuretano (KATTIYABOOT e THONGPIN, 2016). A tabela 3 apresenta as principais aplicações do PU.

**Tabela 2- Mercado mundial de PU (%) em 2001e 2010**

| <b>Produto/Aplicação</b>              | <b>2001</b> | <b>2010</b> |
|---------------------------------------|-------------|-------------|
| Colchões                              | 32          | 26          |
| Calçados                              | 6           | 6           |
| Elastômeros & RIM                     | 6           | 7           |
| Espumas moldadas                      | 15          | 17          |
| Revestimentos, adesivos &<br>Selantes | 18          | 19          |
| Construção                            | 17          | 24          |
| Equipamentos (isolante<br>térmicos)   | 6           | 5           |

Fonte: (VILAR, 2004)

Síntese das PUFs estavam envolvidas duas reações principais, como a gelificação e soprando reação. A reação de gelificação está relacionada com a geração das ligações de uretano que foram criadas a partir de grupo isocianato e grupo hidroxilo. A reação de sopro é a reação que a criação de bolhas de ar aprisionadas no interior da mistura reativa. O surgimento de bolhas de ar pode ser resultado da atuação de agentes de expansão, entre esses agentes apresenta-se dois: agente de sopro físico e agente de sopro químico. O agente de sopro físico pode gerar estrutura celular por evaporação quando contactar com o calor a partir da reação exotérmica. O clorofluorcarbono (CFC) é um exemplo de agente físico. O produto químico de agentes de expansão como a água é amplamente utilizado devido a ele é reagente

ambientalmente favorável e pode produzir estrutura celular por reagir com o grupo isocianato para se obter dióxido de carbono e ligações de ureia (KATTIYABOOT e THONGPIN, 2016).

### 3. Gesso

O gesso é considerado um sulfato de cálcio hemidratado com fórmula química  $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$  sendo aplicada assim na construção civil, odontologia, indústria química, entre outros (BARBOSA, FERRAZ e SANTOS, 2014). Essa carga mineral é explorada principalmente no Pólo Gesseiro do Araripe, situado no Estado de Pernambuco, onde é explorado 94% do minério gipsita ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) no país sendo considerado o de melhor qualidade no mundo (MACIEIRA, 2011). Além desse local, o mineral é explorado em 8 estados brasileiros, como pode ser observado na tabela a seguir:

**Tabela 3- Reserva Brasileira de gipsita em 2000 (continua)**

| UF           | Medida      | Indicada    | Inferida    | Total       | %    |
|--------------|-------------|-------------|-------------|-------------|------|
| Amazonas     | 357.273     | 1.395.720   |             | 1.752.993   | 0,1  |
| Bahia        | 461.343.861 | 93.997.000  | 166.280.000 | 721.620.861 | 41,7 |
| Ceará        | 9.944.432   | 39.000      |             | 9.983.432   | 0,6  |
| Maranhão     | 46.904.580  | 6.520.355   | 100.000     | 53.524.935  | 3,1  |
| Minas Gerais | 600         |             |             | 600         | 0,0  |
| Pará         | 189.619.891 | 204.119.355 | 186.739.654 | 580.478.900 | 33,6 |
| Pernambuco   | 177.910.574 | 72.836.751  | 96.912.061  | 347.659.386 | 20,1 |

**Tabela 3- Reserva Brasileira de gipsita em 2000(continuação)**

| UF        | Medida      | Indicada    | Inferida    | Total         | %     |
|-----------|-------------|-------------|-------------|---------------|-------|
| Piauí     | 1.817.650   | 522.000     | 1.243.000   | 3.582.650     | 0,2   |
| Tocantins | 740.652     | 4.443.011   | 5.372.813   | 10.556.476    | 0,6   |
| Total     | 888.639.513 | 383.873.192 | 456.647.528 | 1.729.160.233 | 100,0 |

Fonte: MACIEIRA,2011

A construção civil é o principal setor na aplicação do gesso, pois ele pode ser utilizado desde no processo de fabricação do cimento, até em revestimentos e decorações de residências. Assim, gera-se um problema sério que é a destinação de resíduos de gesso, principalmente com as demolições de paredes de gesso, o que pode desencadear problemas sociais e ambientais. Segundo a Resolução n° 307/2002 do CONOMA, o resíduo de gesso foi classificado como resíduo sólido classe C, isto é, resíduos em que ainda não encontraram uma aplicação para que possa reciclar ou recuperar (NETO, 2012).

As pesquisas de reaproveitamento de resíduos de gesso proporcionaram a indústria ceramista a utilizar esse resíduo incorporados em materiais cerâmicos devido às características de isolamento térmico e acústico, como por exemplo a incorporação de resíduos de gesso em formulações de massa cerâmica. Dessa maneira, recomendou-se a modificação da Resolução n° 307 em 2011, em que passou a considerar o gesso como resíduo classe B, em que são considerados resíduos que podem ser reciclados para outras aplicações (NETO, 2012).



### 3.1 Gipsita

A gipsita ou dihidratado de sulfato de cálcio apresenta estrutura cristalina primástica monoclínica, coloração branca ou transparente. Sua composição química é de 32,5% de CaO, 46,6% de SO<sub>3</sub> e 20,9% de H<sub>2</sub>O (SOUSA, 2014).

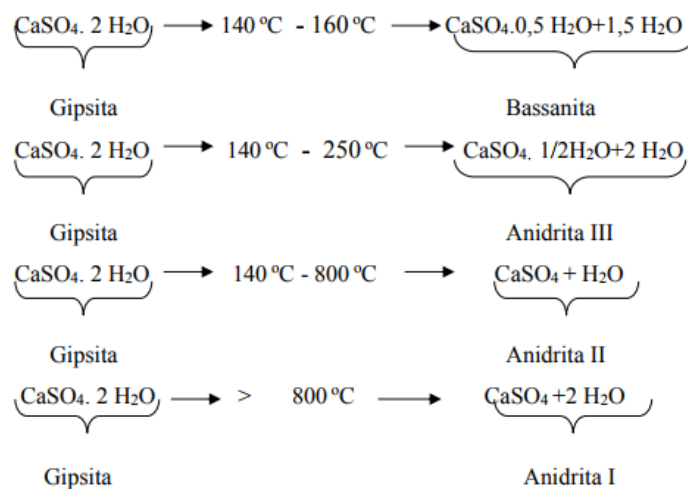
A microestrutura da gipsita é constituída por grupos de sulfato que estão conectados por íons de cálcio. E o arranjo é representado por duas moléculas de água e mais seis átomos de oxigênio dos grupos sulfato em volta dos íons de cálcio. E a célula unitária da gipsita é cúbica de face centrada (CFC) (SOUSA, 2014).

### 3.2 Anidrita

A anidrita é um sulfato de cálcio desidratado (CaSO<sub>4</sub>), que apresenta coloração branca e estrutura cristalina ortorrômbica. Sua formação começa a partir de temperatura superiores a 180°C, resultando em diferentes formas de anidrita. (SOUSA, 2014)

Quando a gipsita é calcinada a temperatura acima de 160°C, a fase obtida é a bassanita ou hemidratado. Assim, dependendo da temperatura de calcinação é obtido uma fase diferente, conforme a imagem a seguir.

**Figura 6– Fases formadas a partir da temperatura de calcinação**



Fonte: (SOUSA, 2014)

As fases cristalinas da anidrita I, II e III são diferentes. Nas condições normais de temperatura e pressão, somente as fases II e III são estáveis, já a anidrita I é estável somente em temperaturas acima de 180°C. (SOUSA, 2014)

### 3.3 Obtenção do gesso

A partir do mineral da gipsita, pode-se obter gesso tipo  $\alpha$  e gesso tipo  $\beta$ . Cada um desses produtos é resultante de um processo diferente. A produção do gesso, se inicia com extração do gipso, que é uma rocha sedimentar e apresenta em composição a gipsita, a anidrita e impurezas. A gipsita se caracteriza por ser um mineral compacto de baixa dureza, baixa solubilidade em água e é matéria prima para o gesso (BARBOSA, FERRAZ e SANTOS, 2014). Para o tratamento da gipsita, tem-se algumas operações básicas, como: britagem; moagem grossa; estocagem; secagem; moagem fina e acondicionamento. A gipsita é desidratada durante a calcinação, processo no qual o material é submetido numa faixa de temperatura entre 140°C a 160°C, para que três quartos da água de cristalização seja retirado da estrutura para obter o hemidratado ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ ). Se a calcinação ocorrer a seco sob pressão atmosférica ou baixa pressão será obtido o hemidratado  $\beta$ . Mas, se a calcinação ocorrer sob pressão de vapor de água saturante, obtêm-se o hemidratado  $\alpha$ . (BARBOSA, FERRAZ e SANTOS, 2014). O hemidratado  $\alpha$  é constituído por cristais grandes, compactos com formas bem definidas e transparente, já o hemidratado  $\beta$  é constituídos por cristais pequenos e irregulares. (SOUSA, 2014)

O gesso hemidratado  $\alpha$  por ser conduzido por processos de maiores valores são destinados a aplicações mais nobres como gesso hospitalar. Já o gesso  $\beta$  por ser mais barato, predomina como gesso da construção nacional. (BARBOSA, FERRAZ e SANTOS, 2014). Quando o gesso apresenta essa estrutura cristalina  $\beta$  é chamado de “Gesso de Paris” (GERALDO, PINHEIRO, *et al.*, 2017).

### **3.4 Hipóteses da interação entre o gesso e o poliuretano**

Conforme os estudos realizados anteriormente, a pesquisa sugere três hipóteses, como a possibilidade do sulfato de cálcio atuar como agente de interação físico e químico com as substâncias da matriz polimérica. Outra possibilidade é a incorporação do gesso na espuma de poliuretano provocar a maior expansão do polímero, pois as moléculas de água contidas no gesso tendem a reagir com os componentes do pré-polímeros podendo liberar CO<sub>2</sub>. E a terceira, menciona que as moléculas de água contidas no gesso podem sofrer uma vaporização parcial devida a reação exotérmica resultante da polimerização (NETO, 2012).

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Materiais

Nesse trabalho foram utilizados:

- Resíduo de gesso proveniente de descarte do molde utilizado em colagem de barbotina das aulas de processamento de materiais cerâmicos do CEFET MG;
- Isocianato (MDI- Difenilmetano diisocianato) e Polioli comerciais da empresa Casa da Resina e do Silicone.

### 4.2 Métodos

#### 4.2.1 Obtenção e preparo da matéria prima

Foi utilizado resíduo de gesso oriundo do descarte de moldes utilizado em colagem de barbotina. Todo o material recolhido retirado do mesmo no mesmo local, para garantir maior uniformidade da carga. A Figura 3 mostra o resíduo como recolhido.

**Figura 7– Resíduos de gesso utilizado no trabalho**



Fonte: Próprio autor.

Após a coleta do material, este foi lavado com água corrente e com uma bucha para a retirada de impurezas, o material obtido após a lavagem é mostrado na Figura 4.

**Figura 8 – Resíduo de gesso lavado**



Fonte: Próprio autor.

O resíduo de gesso foi seco em estufa com circulação de ar a 80°C durante 24h. Após o primeiro ciclo de secagem o gesso foi triturado em pedaços menores com um martelo e seco novamente por a 80°C durante 24h.

Após o segundo ciclo de secagem o gesso foi colocado no moinho de bolas SL- 34/E da marca Solab de cilindro horizontal no qual é preenchido com o material de gesso triturado e com as esferas, que atrimam com o material, reduzindo-o. O moinho foi operado a 70 rpm por 2h30, para obtenção de um pó fino de gesso. Após a passagem pelo moinho de bolas foi obtido 1766 g de gesso na forma de pó, em que foi peneirado.

O Gesso retirado do moinho de bolas foi então peneirado. Foram usadas quatro peneiras redondas de abertura em mesh: 28, 35, 100, e 200, e a peneira de fundo. O material inicialmente foi peneirado de 400g em 400g. Após quatro peneiramentos de 400g cada, realizou-se o quinto peneiramento com 166g do material restante. Esse gesso foi então colocado no agitador mecânico por vinte e cinco minutos (peneirando direto por 15 minutos e fazendo uma pequena pausa para desaglutinar as partículas e posteriormente prosseguir com mais 10 minutos) em uma frequência de 20Hz.

## 4.2.2 Preparação das amostras

Foram preparadas as amostras misturando-se primeiramente o polioliol com o isocianato e adicionando o gesso instantaneamente nessa mistura. Após isso, agitou-se manualmente com auxílio de uma pequena colher ou bastão, para que a mistura fique mais homogênea possível. Para cada percentual de carga foram preparadas 10 amostras. Como as resinas apresentam densidades diferentes, foi determinado que a quantidade de material a ser adicionada no compósito seria a partir da massa e não volume. A quantidade de cada componente pode ser analisada na tabela 4.

**Tabela 4 – Preparação das amostras**

| Percentual de carga | Massa de polioliol (g) | Massa de isocianato (g) |
|---------------------|------------------------|-------------------------|
| 0%                  | 5,0                    | 5,0                     |
| 4%                  | 4,8                    | 4,8                     |
| 8%                  | 4,6                    | 4,6                     |
| 16%                 | 4,2                    | 4,2                     |

Fonte: Próprio autor.

## 4.2.3 Caracterização

### 4.2.3.1 Análise de microscopia eletrônica de varredura – MEV

O ensaio foi realizado em um microscópio eletrônico de varredura acoplado à espectrometria de energia dispersiva de raios X (EDS) da marca Shimadzu, modelo Superscan SSX-550. Antes dessa análise, as amostras foram metalizadas no metalizador SC-701 Quick Coater da marca Sanyu Electron.

#### **4.2.3.2 Análise de difração de raios-x – DRX**

Foi utilizado um difratômetro Shimadzu XRD 7000, operado em uma potência de 40kV com tubo de cobre e ângulo de varredura em um intervalo em  $2\theta$  de  $10,0^\circ$  a  $80,0^\circ$ . As amostras foram analisadas com velocidade de varredura de  $2^\circ/\text{min}$  com passos de  $0,02^\circ$  à temperatura de  $23^\circ\text{C}$ .

#### **4.2.3.3 Análise Termogravimétrica – TGA**

A análise termogravimétrica foi conduzida no equipamento DTG 60H da SHIMADZU, submetidos a uma faixa de temperatura, de ambiente até  $900^\circ\text{C}$ , com taxa de aquecimento mantida em  $10^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  e fluxo de nitrogênio de  $50 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$

#### **4.2.3.4 Caracterização Mecânica**

A Caracterização mecânica dos compósitos Espuma de PU/Gesso foi realizada através do ensaio de compressão utilizando uma máquina universal de ensaios da marca SHIMADZU, modelo Autograph AG-X Plus (carga máxima 10 kN), à temperatura ambiente. A velocidade do ensaio foi de  $5 \text{ mm}/\text{min}$ . Os dados registrados durante o ensaio foram captados pelo software Trapezium X. Para realização do ensaio foram cortados corpos de prova nas dimensões (diâmetro de meia polegada e espessura de uma polegada) em acordo com a norma ASTM 695.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 Peneiramento

A tabela 5 apresenta o resultado do peneiramento de toda a carga. Percebe-se que a maior parte desse material ficou retido nas peneiras de mesh 28 e 35 e conforme diminui o diâmetro da peneira.

**Tabela 5– Relação de massa retida nas peneiras e massa retida acumulada.**

| Número da peneira (mesh) | Abertura da peneira ( $\mu\text{m}$ ) | Massa retida (g) | Massa retida acumulada (g) |
|--------------------------|---------------------------------------|------------------|----------------------------|
| 28                       | 600                                   | 879,66           | 879,66                     |
| 35                       | 425                                   | 661,08           | 1540,74                    |
| 100                      | 150                                   | 159,54           | 1700,28                    |
| 200                      | 75                                    | 55,82            | 1756,19                    |
| Fundo                    |                                       | 4,19             | 1760,29                    |

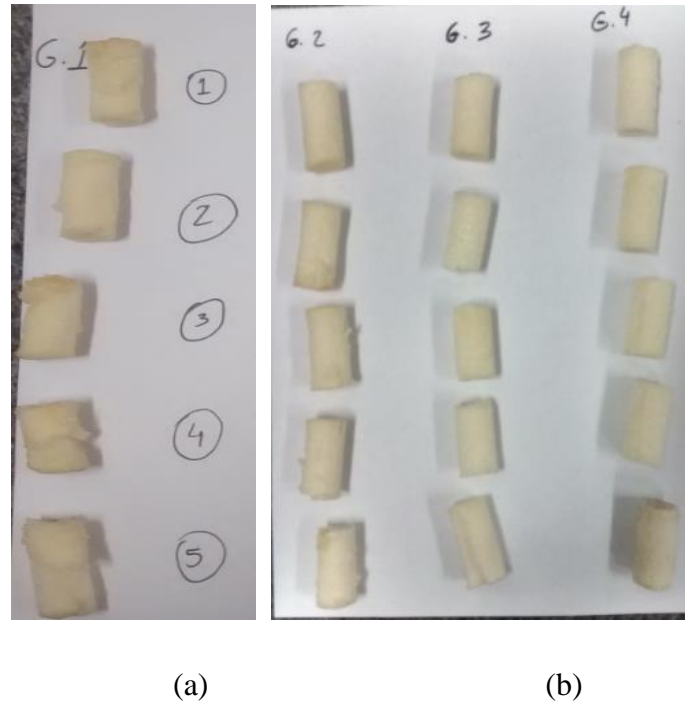
Fonte: Próprio autor.

Com o peneiramento foi utilizado as partículas retidas na peneira de mesh 100 (partículas com diâmetro entre 150  $\mu\text{m}$  a 425 $\mu\text{m}$ ) devido ao tamanho e quantidade viáveis.

Os corpos de prova ensaiados sobre compressão são mostrados na figura 9. Foram ensaiados 5 corpos de prova para cada composição estudada.



**Figura 9 – Corpos de prova para o ensaio de compressão divididos em 4 grupos**



Fonte: Próprio autor.

**Tabela 6– Relação entre grupo e percentual de resíduo de gesso**

| Grupo | Percentual de resíduo de gesso |
|-------|--------------------------------|
| 1     | 0%                             |
| 2     | 4%                             |
| 3     | 8%                             |
| 4     | 16%                            |

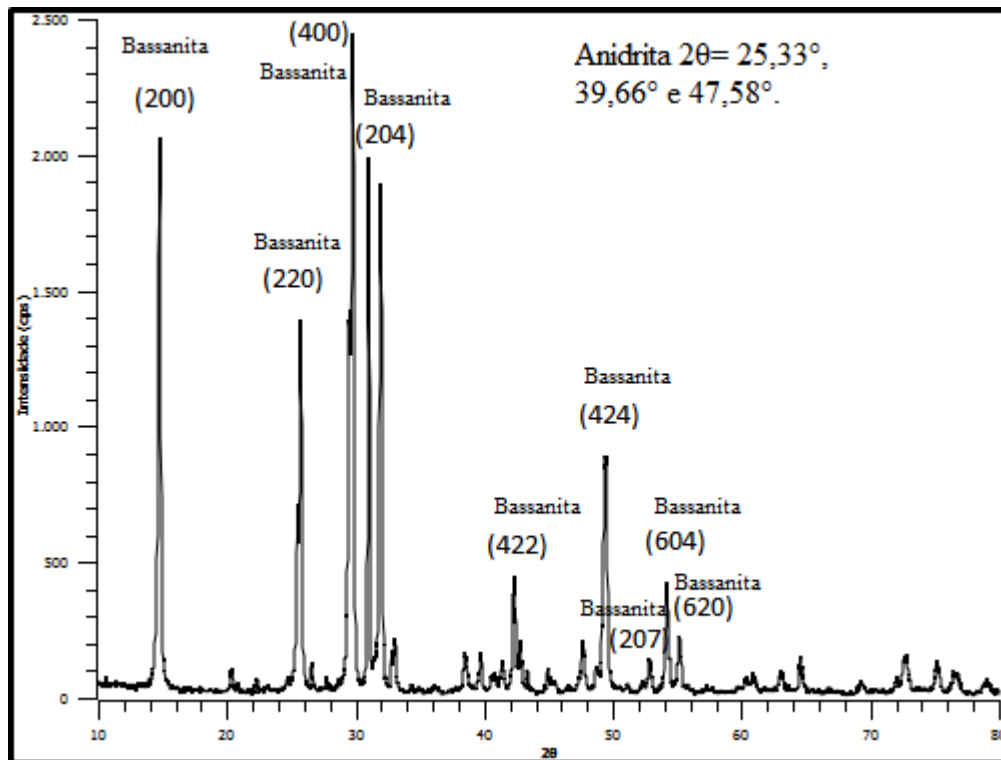
Fonte: Próprio autor.

## 5.2 Caracterização do resíduo de gesso

### 5.2.1 Difração de raios-X

Os difratogramas obtidos para o resíduo de gesso são apresentados na Figura 6.

**Figura 10- Difratograma do resíduo de gesso**



Fonte: Próprio autor.

Segundo Barbosa et al. (2014) o difratograma de raios X do pó de gesso  $\beta$  retrata que a amostra é composta em maior parte por hemidratado, pois foram identificados picos característicos de bassanita ( $\beta$ -  $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ ), além dos picos referentes à anidrita ( $\text{CaSO}_4$ )(A)( $\text{CaSO}_4$ ). De acordo com o difratograma e com Barbosa et al. (2014), os picos de maior intensidade refere-se a  $2\theta = 14,67^\circ$ ,  $25,72^\circ$ ,  $29,79^\circ$  e  $31,79^\circ$  que correspondem aos planos (200), (220), (400) e (204). Já os picos de menor intensidade podem ser observados em  $2\theta = 42,24^\circ$ ,  $49,18^\circ$ ,  $52,92^\circ$ ,  $54,09^\circ$ ,  $55,11^\circ$ , que correspondem aos planos (422), (424), (207),

(604) e (620). Todos esses picos são referentes a bassanita. Picos em que  $2\theta = 25,33^\circ$ ,  $39,66^\circ$  e  $47,58^\circ$  foram identificados como anidrita, que é um dos subprodutos da calcinação da gipsita.

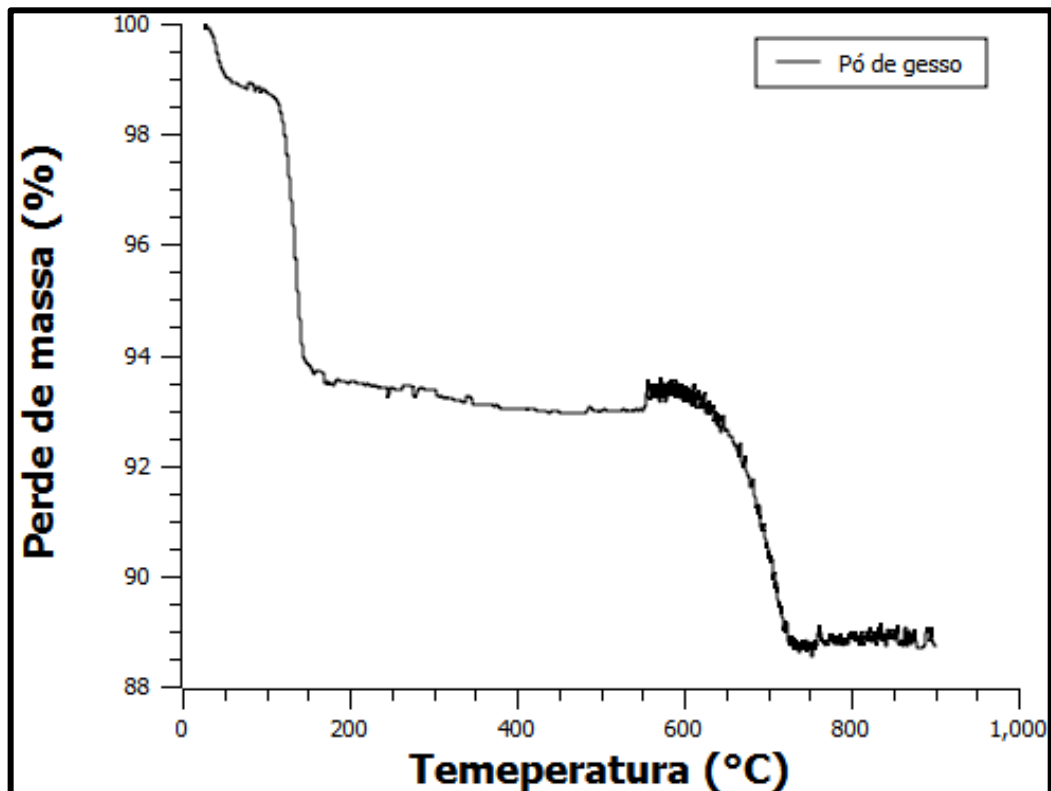
### 5.2.2 Análise EDS

A análise do EDS do pó de gesso, comprova a presença de elementos como O, S e Ca que se referem à composição química do sulfato de cálcio, confirmando assim uma elevada pureza da matéria prima, apesar de pequenos picos presentes associadas a possíveis impurezas. (BARBOSA, FERRAZ e SANTOS, 2014)

### 5.2.3 Análise termogravimétrica

Na figura 11 são apresentados os resultados da análise térmica para o resíduo de gesso.

**Figura 11 - Gráficos de TGA do resíduo de gesso**



Fonte: Próprio autor.

A Análise de TGA mostra uma perda de massa de 6 % próxima a 130°C, de 5,5 % entre 550 e 750°C. Segundo Neto (2012), o pico presente em torno de 130°C ocorre devido a desidratação da água livre. Já o pico referente à perda de 5,5 %, é devido a transição da anidrita solúvel para a anidrita insolúvel, referente à perda de H<sub>2</sub>O com essa mudança da estrutura cristalina. Em uma análise comparativa esse resultado obteve uma perda de massa próxima a 11,50%, o qual é inferior ao percentual de 21,28% obtido por Neto (2012) e dos 19,58% obtido por Tavares et al (2010). Essa diferença é devido ao processo de secagem em estufa sendo no total de 48h a 80°C nesse trabalho e no trabalho de Neto (2010) foi de 12h a 70°C, além das diferentes origens dos resíduos, em que segundo o Neto (2012) o gesso foi proveniente de restos de demolições, enquanto nesse trabalho o resíduo foi proveniente de gessos utilizados em colagem de barbotina.

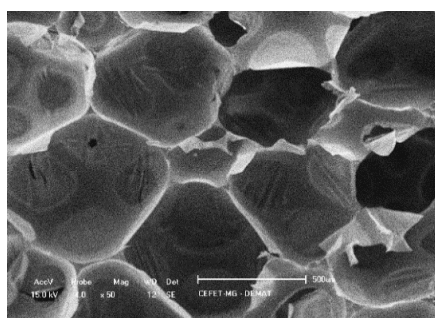
### 5.3 Caracterização das espumas de poliuretano

#### 5.3.1 Morfologia da espuma – MEV

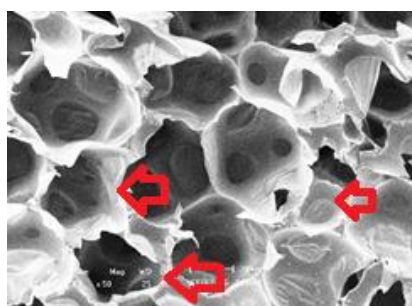
De acordo com o objetivo da pesquisa, foi necessária uma análise morfológica, destacando-se os poros. Dessa forma, analisou as estruturas com todas as concentrações de cargas (0%, 4%, 8% e 16%).

A seguir, mostra-se a micrografia da espuma de poliuretano com os respectivos percentuais de carga.

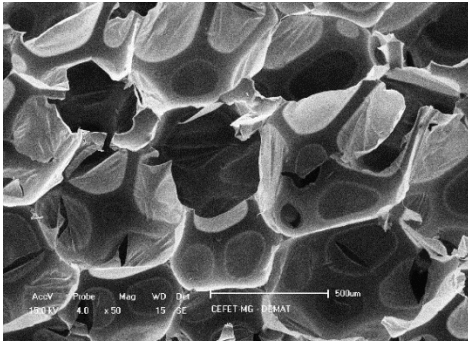
**Figura 12 – Micrografias da EPU de todas as concentrações (a) 0%; (b) 4%; (c) 8%; (d) 16%**



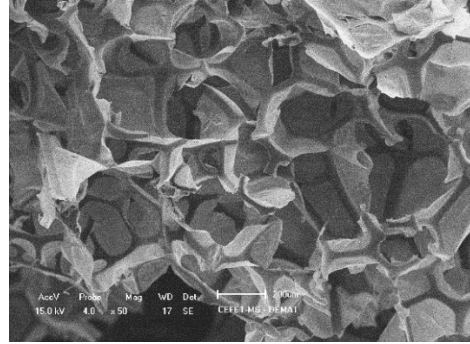
(a)



(b)



(c)



(d)

Fonte: Próprio autor.

De acordo com essas micrografias é possível observar uma regularidade e homogeneidade na distribuição média de tamanho e formato dos poros, além da presença de poros abertos podendo ser provenientes do corte da amostra e/ou processo de fabricação. Da mesma forma em que se observou nas análises do Neto (2012).

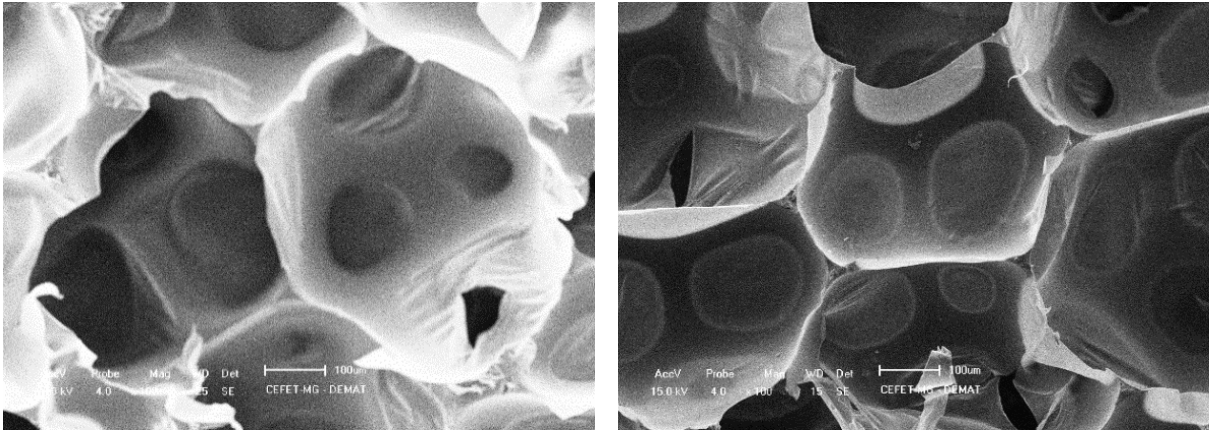
Observando a imagem (b) referente à espuma com incorporação de 4% de carga, percebe-se uma regularidade em relação a distribuição e geometria dos poros, mas é possível notar surgimento de aglomerados de poros menores como está indicado pelas setas se comparado à espuma sem pó de gesso.

Assim como ocorreu na caracterização realizada por Neto (2012) a água presente nas moléculas de sulfato de cálcio provocou o surgimento de pequenas deformações nas paredes das células. Além do surgimento de algumas células rompidas, que pode ser um indicativo do aumento da atividade do agente de expansão, incentivando o crescimento de bolhas além do limite de resistência à tensão superficial.

De acordo com as figuras anteriores observa-se que à medida que aumentou as concentrações do resíduo de gesso ocorreu um aumento no número de células deformadas, esse efeito pode ser observado melhor na micrografia referente à 16% de carga.

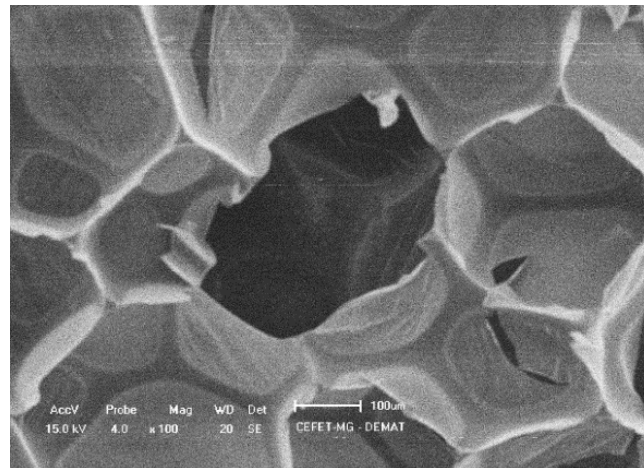
Na imagem 9, em que as amostras foram submetidas a análises com aumentos maiores observa-se a evolução do efeito provocado pela ação do resíduo de gesso sobre a superfície dos poros, sendo possível ver a redução dos poros com o aumento do percentual de carga e surgimento de bolhas e células rompidas.

**Figura 13 – Micrografias da PUR das concentrações (a) 4%; (b) 8%; (c) 16%;**



(a)

(b)

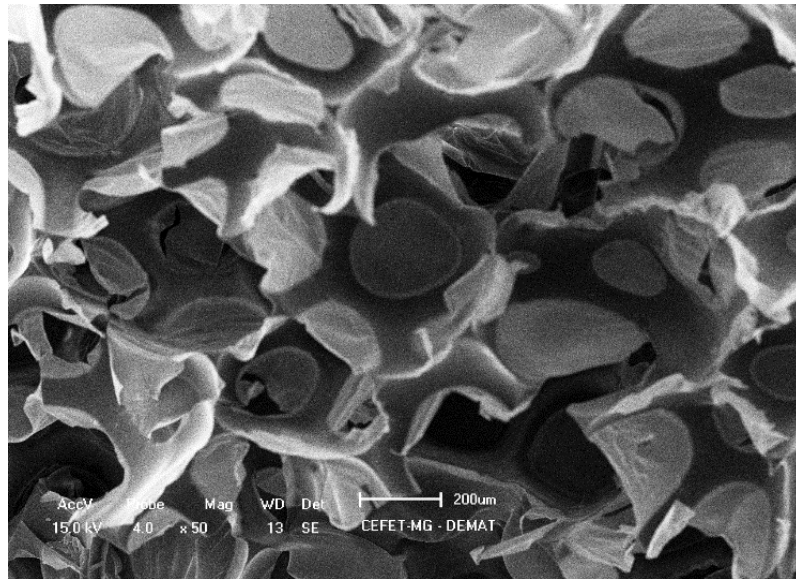


(c)

Fonte: Próprio autor.

Para fazer uma análise mais específica foi utilizado o EDS para saber qualitativamente os elementos presentes nas amostras. Inicia-se essa parte com a análise da amostra de 0% de carga.

**Figura 14 – Micrografia da amostra de 0% de carga para realização do mapa pontual**

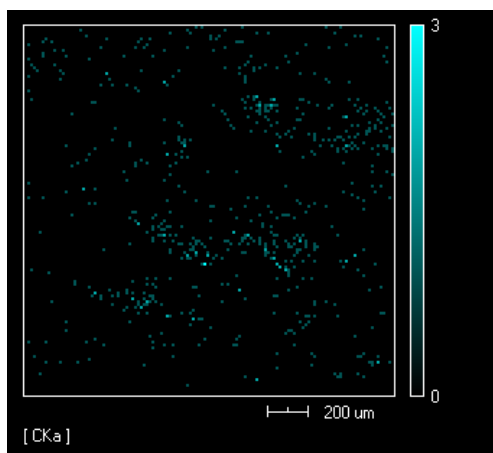


Fonte: Próprio autor.

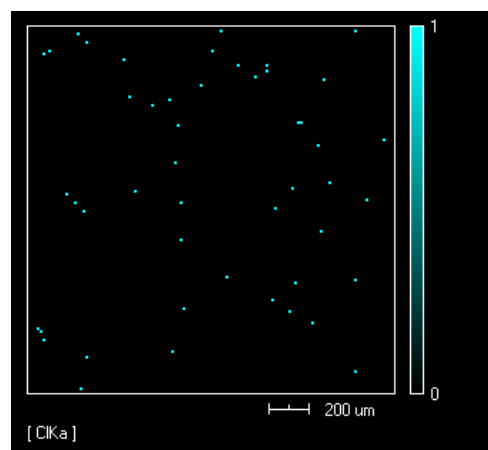
Segundo o EDS essa figura 11, foi determinado a maior presença de carbono e oxigênio nessa amostra e presença de impurezas como P e Cl. O que não era esperado foi a ausência de nitrogênio no ponto analisado.

**Figura 15 – Mapa EDS dos elementos da EPU com 0% de carga (a) C; (b) Cl; (c) O; (d)**

**P.**

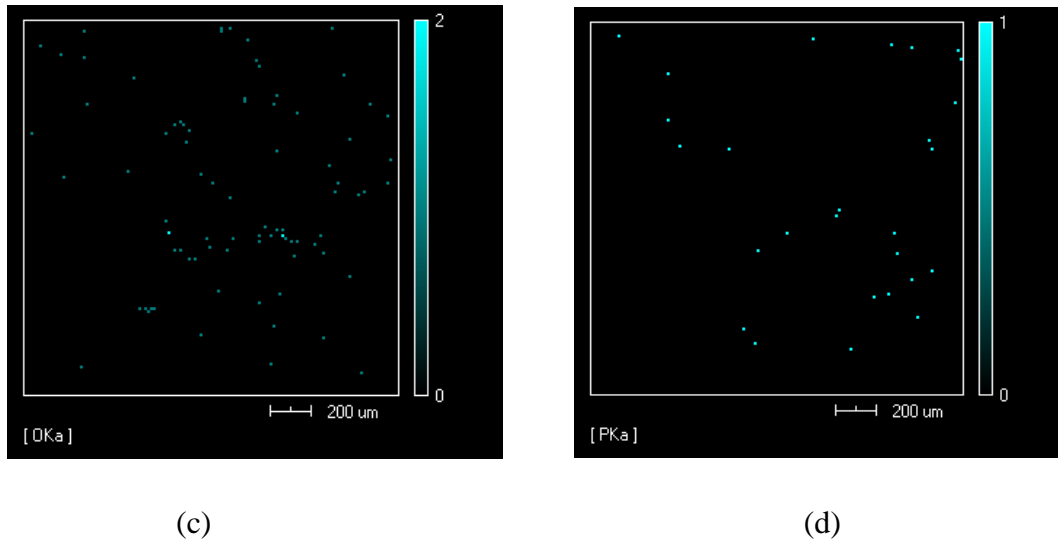


(a)



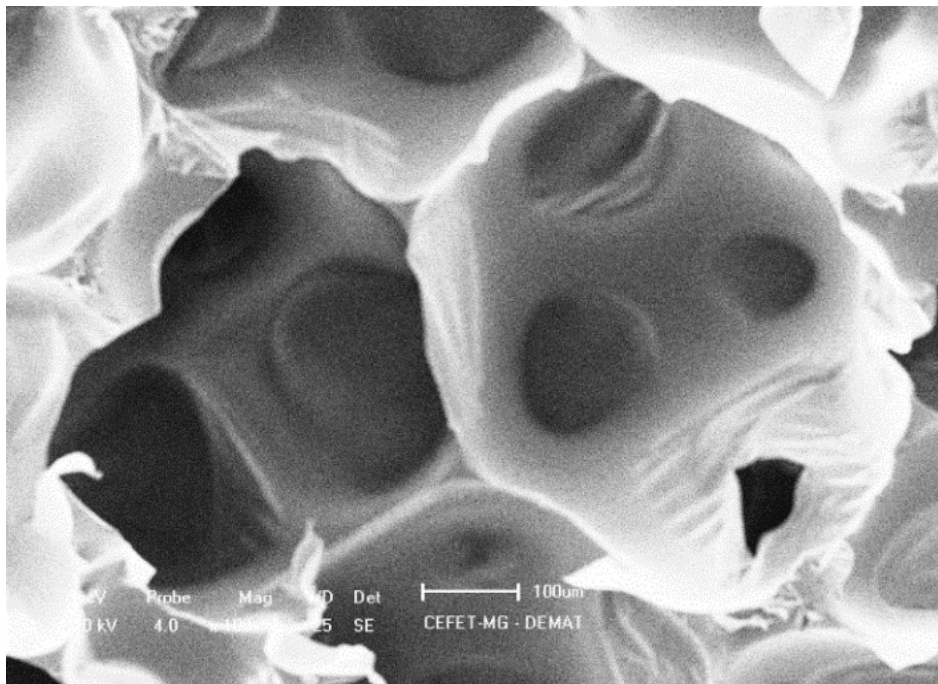
(b)





Fonte: Próprio autor.

**Figura 16 – Micrografia da amostra de 4% de carga para realização do mapa pontual**

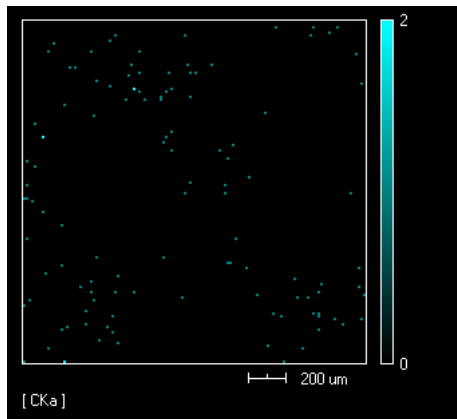


Fonte: Próprio autor.

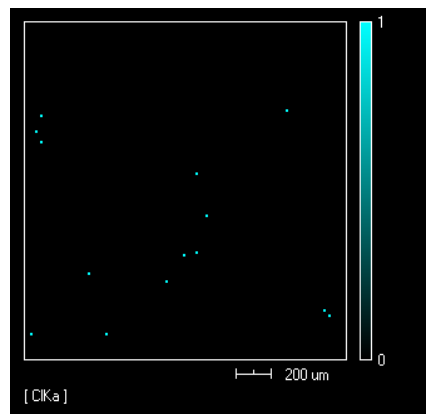


Com análise de EDS, na figura 13, foi determinado a presença de elementos como: C, O, N e P. A caracterização do poliuretano com 4% de carga, já difere um pouco do anterior, principalmente pela presença de nitrogênio (N), caracterizando assim, a heterogeneidade da amostra.

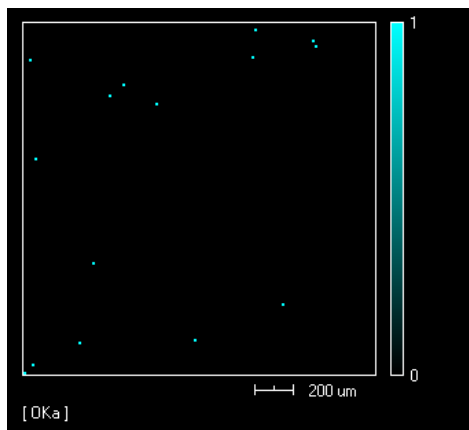
**Figura 17 – Mapa EDS dos elementos da EPU com 4% de carga (a) C; (b) Cl; (c) O; (d) P; (e) Ca; (f) N.**



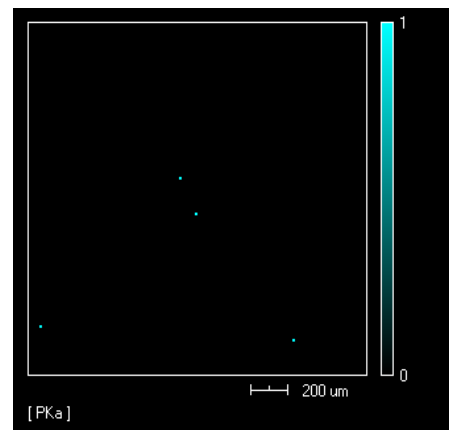
(a)



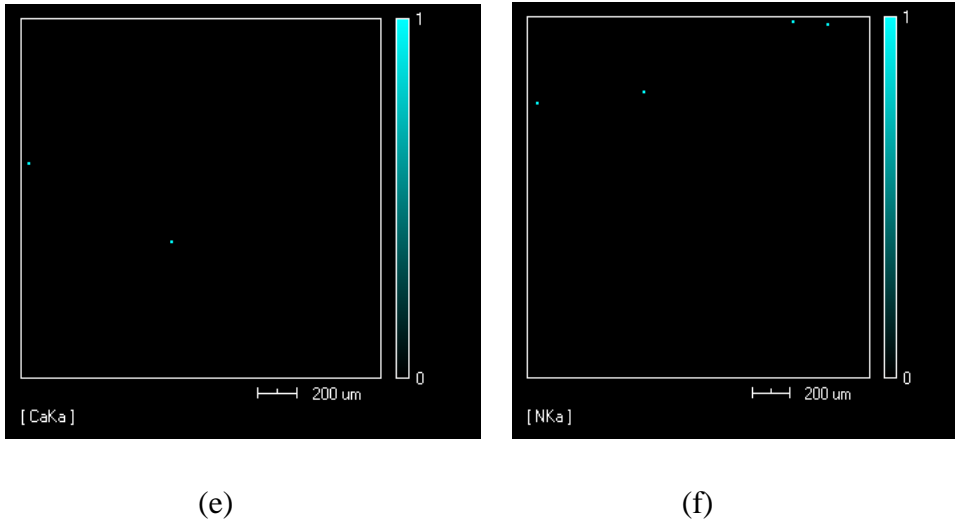
(b)



(c)

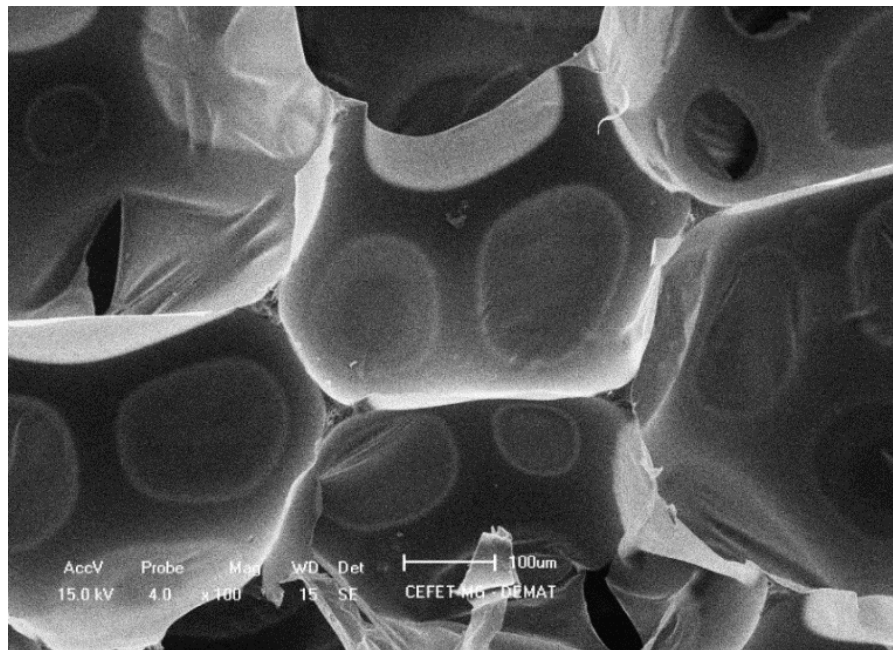


(d)



Fonte: Próprio autor.

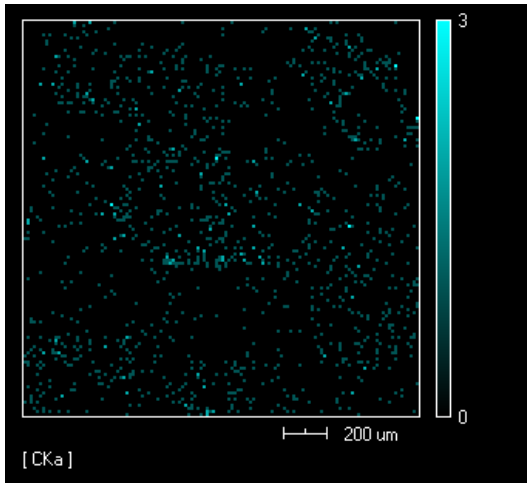
**Figura 18 – Micrografia da amostra de 8% de carga para análise pontual do EDS**



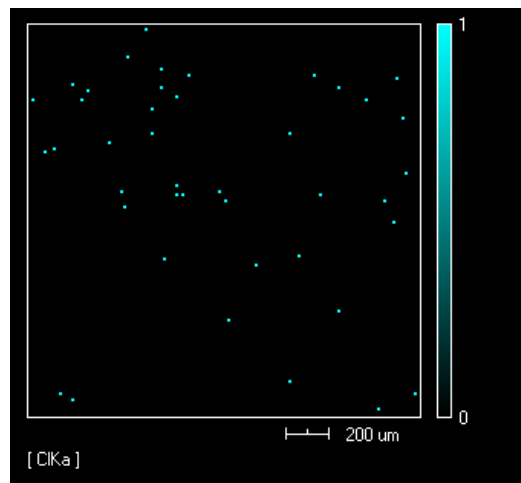
Fonte: Próprio autor.

Com uma análise de EDS na figura 15, foi determinado a presença de elementos como C, N, O, Na, P, Cl e Ca, com predominância de N e C, além da presença de cálcio na amostra devido ao aumento do percentual de gesso, além de indicar que a amostra está muito heterogênea, pois alguns lugares há indícios de cálcio e outros não, nesse caso analisado por exemplo, houve a detecção do elemento cálcio, diferentemente das análises anteriores.

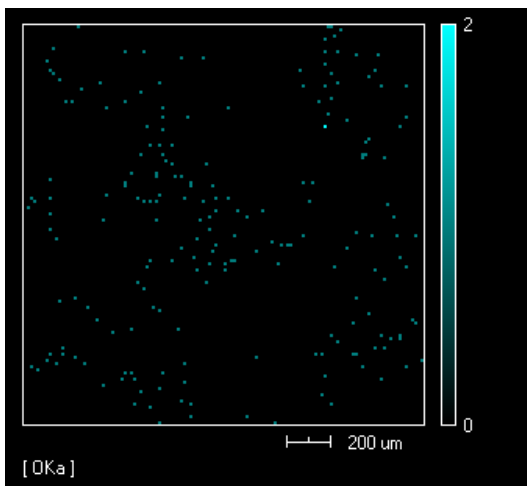
**Figura 19 – Mapa EDS dos elementos da EPU com 8% de carga (a) C; (b) Cl; (c) O; (d) P; (e) Ca; (f) N**



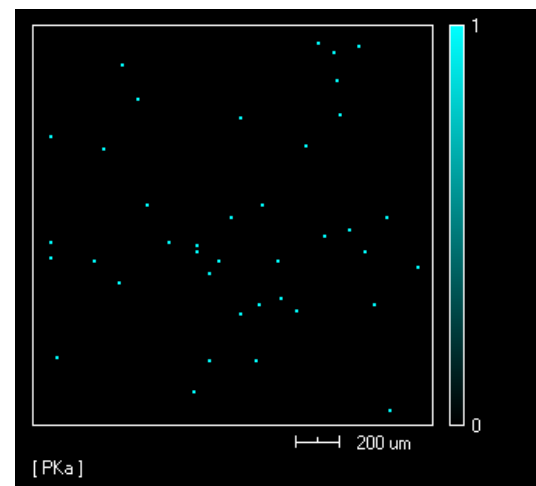
(a)



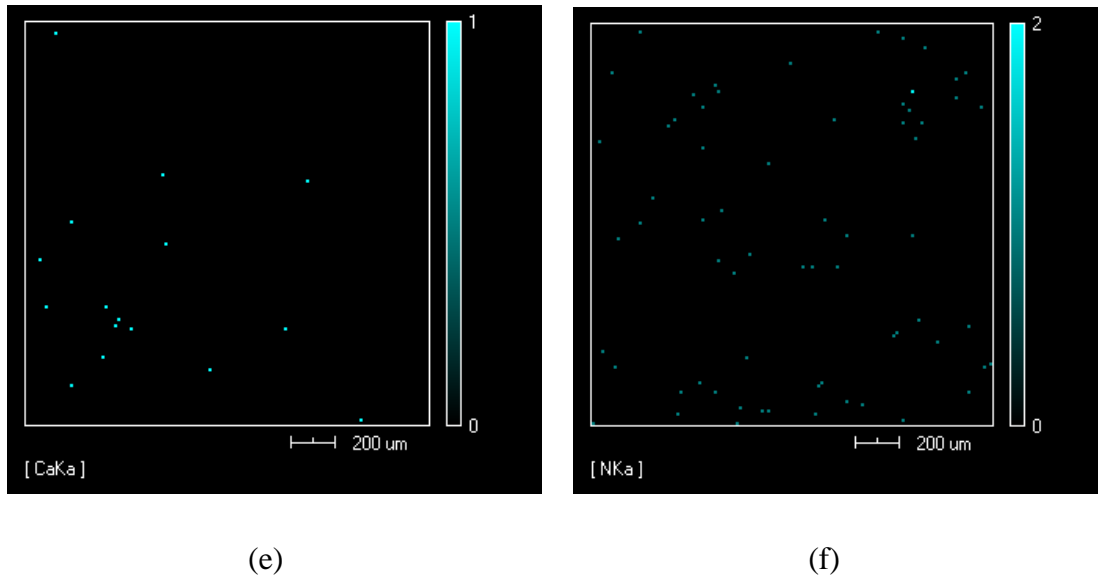
(b)



(c)

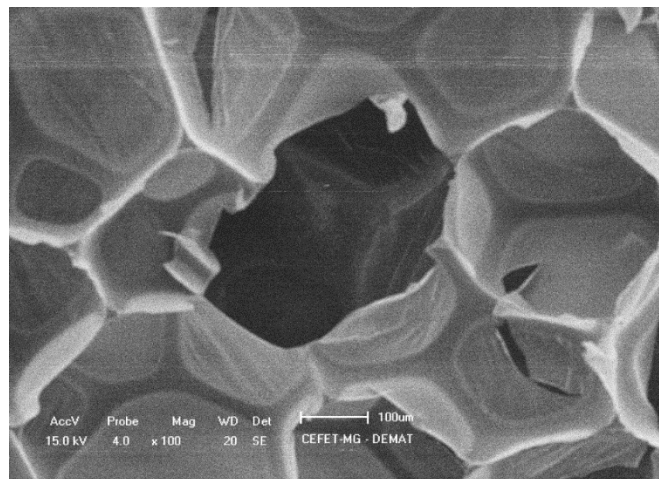


(d)



Fonte: Próprio autor.

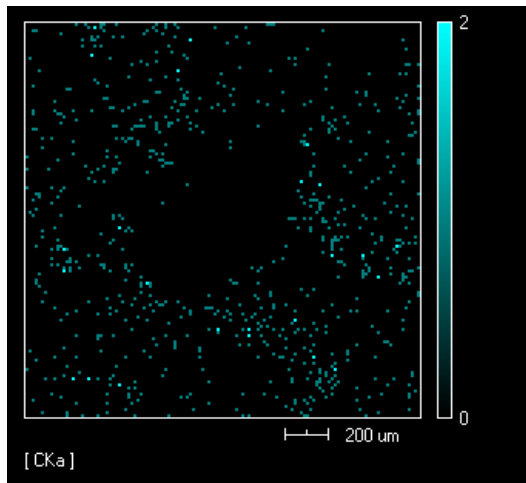
**Figura 20 – Micrografia da amostra de 16% de carga para realização do mapa pontual**



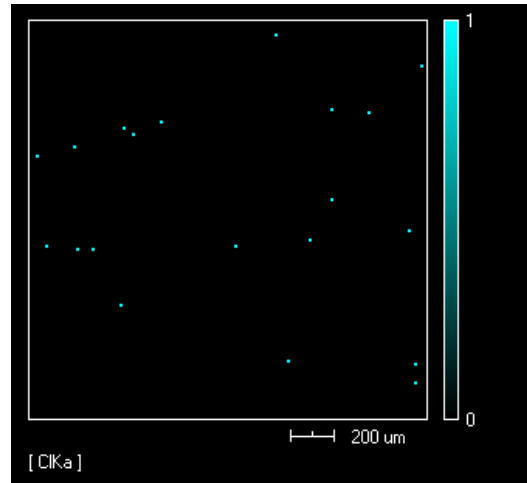
Fonte: Próprio autor.

Já a análise de EDS referente à figura 17, foi detectado elementos como C, N, O, Na, P, Cl e Ca, com predominância de C, N e O. Comparando a análise quantitativa da amostra de 16% com o de 8%, observa-se um resultado inesperado em relação ao percentual em peso do cálcio (Ca), pois, apesar de ter aumentado o percentual do resíduo de gesso, houve uma queda no resultado do EDS pontual, devido a heterogeneidade do material, ou seja, o gesso não está bem distribuído por toda a amostra.

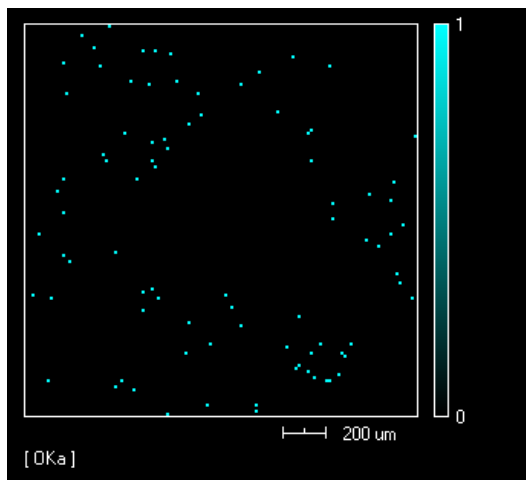
Figura 21 – Mapa EDS dos elementos da EPU com 16% de carga (a) C; (b) Cl; (c) O; (d) P; (e) Ca; (f) N



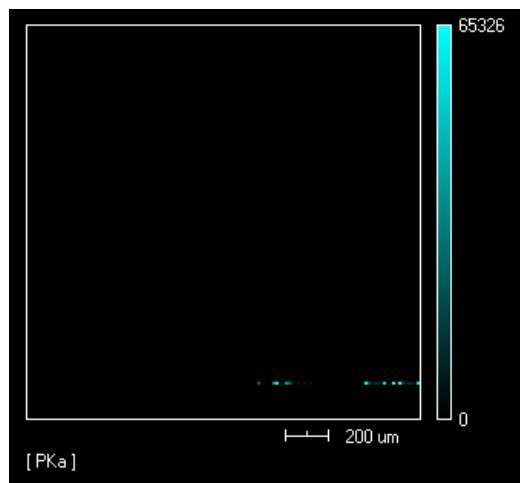
(a)



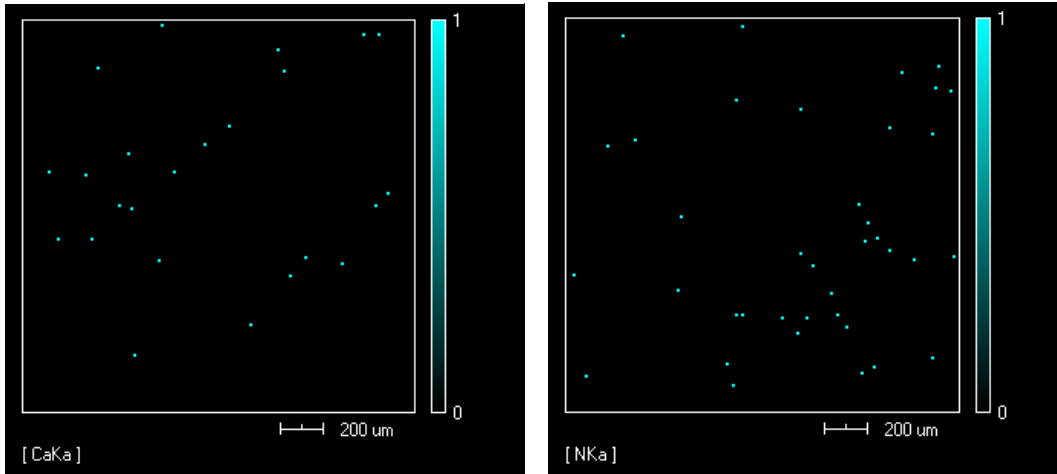
(b)



(c)



(d)



(d)

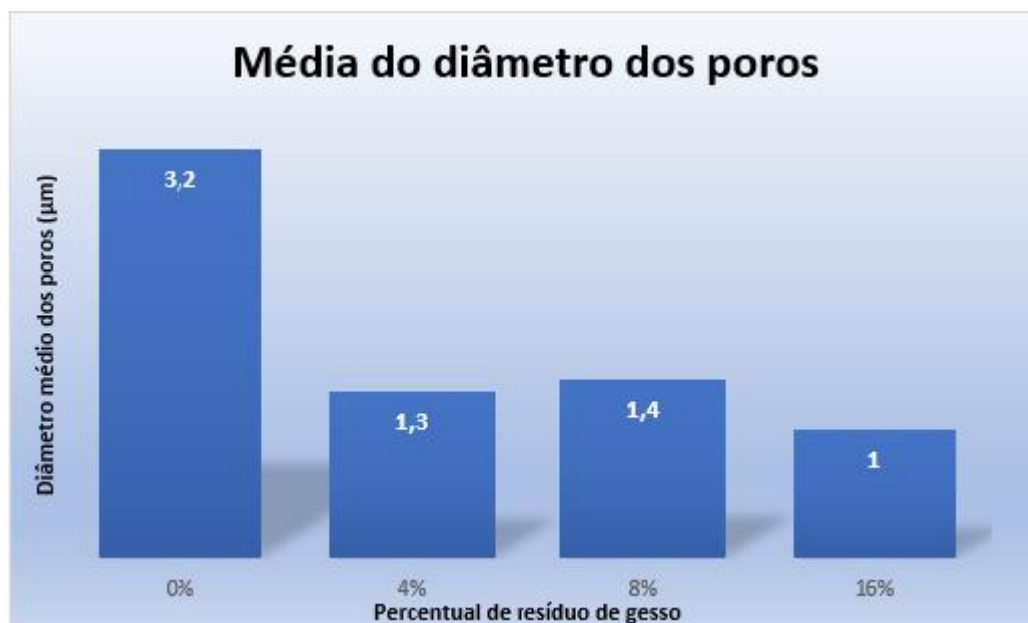
(f)

Fonte: Próprio autor.

### 5.3.2 Diâmetro médio dos poros

Realizou-se as medições do diâmetro dos poros utilizando as micrografias obtidas por MEV, medindo 8 poros para cada amostra com a utilização do software ImageJ.

**Figura 22 – Média do diâmetro dos poros**



Fonte: Próprio autor.

Como pode ser observado no gráfico anterior, o diâmetro médio dos poros da espuma foi gradualmente reduzido com o aumento da fração de gesso nas amostras. O maior diâmetro foi de aproximadamente 3,2 mm, valor bem distinto do encontrado por Z.H. Tu e colaboradores (2001) o qual foi de 0,71mm para a espuma sem carga, essa diferença se deve aos distintos materiais utilizados. Com adição de 4% de carga de gesso, houve redução considerável no diâmetro do resíduo de gesso, mas com o aumento dessa concentração de carga, o diâmetro dos poros praticamente não se alteraram.

**Tabela 7 – Desvio-padrão de cada condição**

| <b>Percentual de resíduo gesso</b> | <b>Diâmetro Médio (mm)</b> | <b>Desvio-padrão</b> |
|------------------------------------|----------------------------|----------------------|
| 0%                                 | 3,2                        | 3,2 ± 0,8            |
| 4%                                 | 1,3                        | 1,3 ± 0,2            |
| 8%                                 | 1,4                        | 1,4 ± 0,2            |
| 16%                                | 1,0                        | 1,0 ± 0,4            |

Fonte: Próprio autor.

### **5.3.3 Grau de expansão volumétrica**

Foram obtidas 10 amostras de quatro diferentes percentuais de carga, os resultados obtidos para expansibilidade são mostrados na tabela 14.

Os resultados da Tabela 14 mostram a diminuição gradual da expansibilidade das amostras com a adição de gesso na estrutura. Esses resultados corroboram com os resultados anteriores que mostraram uma redução no diâmetro dos poros.

**Tabela 8 – Média e Erro da expansibilidade**

| <b>Percentual</b> | <b>Média</b> | <b>Desvio-padrão</b> |
|-------------------|--------------|----------------------|
| 0%                | 8,2x         | 8,2 ± 2,0            |
| 4%                | 6,5x         | 6,5 ± 1,5            |
| 8%                | 6,9x         | 6,9 ± 2,4            |
| 16%               | 6,0x         | 6,0 ± 1,0            |

---

Fonte: Próprio autor.

Os resultados indicaram que a espuma apresenta maior tendência de expansibilidade sem adição de resíduos de gesso, pois com adição da carga, ocorre a diminuição dos poros devido a presença do agente de expansão que surge a partir da reação do isocianato com as moléculas de água presentes no gesso. Com a adição de 4% de carga houve uma redução de expansibilidade de 8,2 para 6,5. Já com uma adição de 8% de carga, houve um aumento na expansibilidade em relação à carga de 4%. Esses resultados foram bem distintos dos obtidos pelo Neto (2012), em que foi realizada um ensaio de expansibilidade para poliuretanos derivados de óleos vegetais com adição de água. No caso do Neto (2012) a expansibilidade do poliuretano sem adição de carga por exemplo foi de 24,21, enquanto nesse experimento foi de 8,2. Um dos fatores para essa diferença é a presença da água no experimento desse autor, em que a água reage com os reagentes do poliuretano e podem gerar mais CO<sub>2</sub>.

Como o gesso foi submetido à estufa, infere-se que foi retirado toda a água ou grande parte dela, mas devido ao contato com o ar durante a realização do ensaio de expansibilidade é possível que apresentasse partículas de água que poderiam promover a maior expansibilidade da espuma. Entretanto devido à reação exotérmica pode ter promovido uma

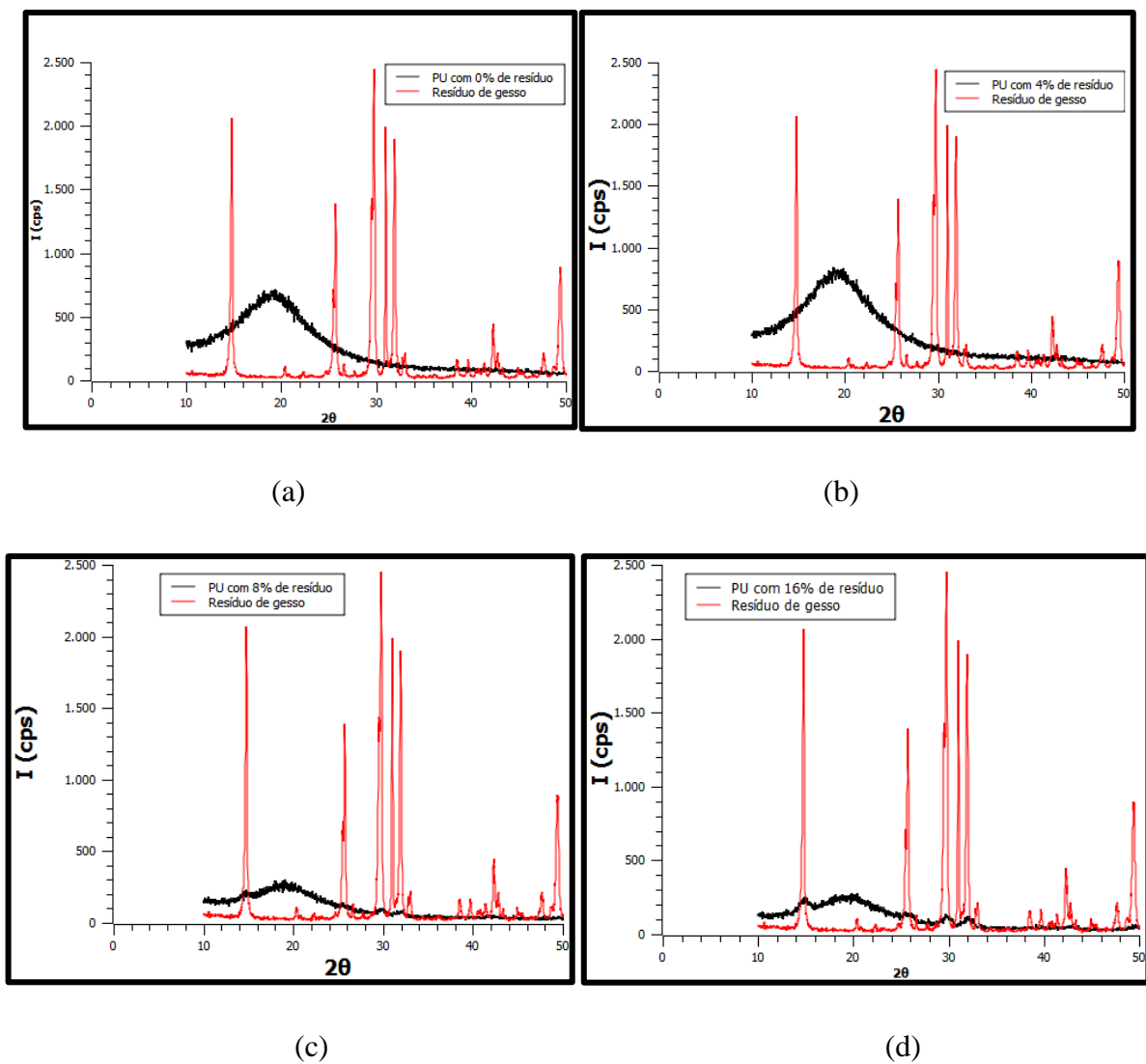


vaporização dessa pequena quantidade que estava presente no resíduo de gesso e por isso, a adição dessa carga não promoveu a maior expansibilidade do poliuretano. (NETO, 2012)

### 5.3.4 Difração de raios-x da espuma de poliuretano e dos compósitos

Os difratogramas obtidos para os compósitos são apresentados na Figura 26.

Figura 23 – Difração de raios-x das amostras



Fonte: Próprio autor

De acordo com esses gráficos de DRX, percebe-se predominância da natureza amorfa da amostra com indícios de formação de fase cristalina associada a espuma nas posições 15; 30 e 32°. Dessa forma, fica claro que conforme o aumento do percentual de gesso na espuma de poliuretano houve uma redução da fase amorfa e aumento da fase cristalina da gipsita.

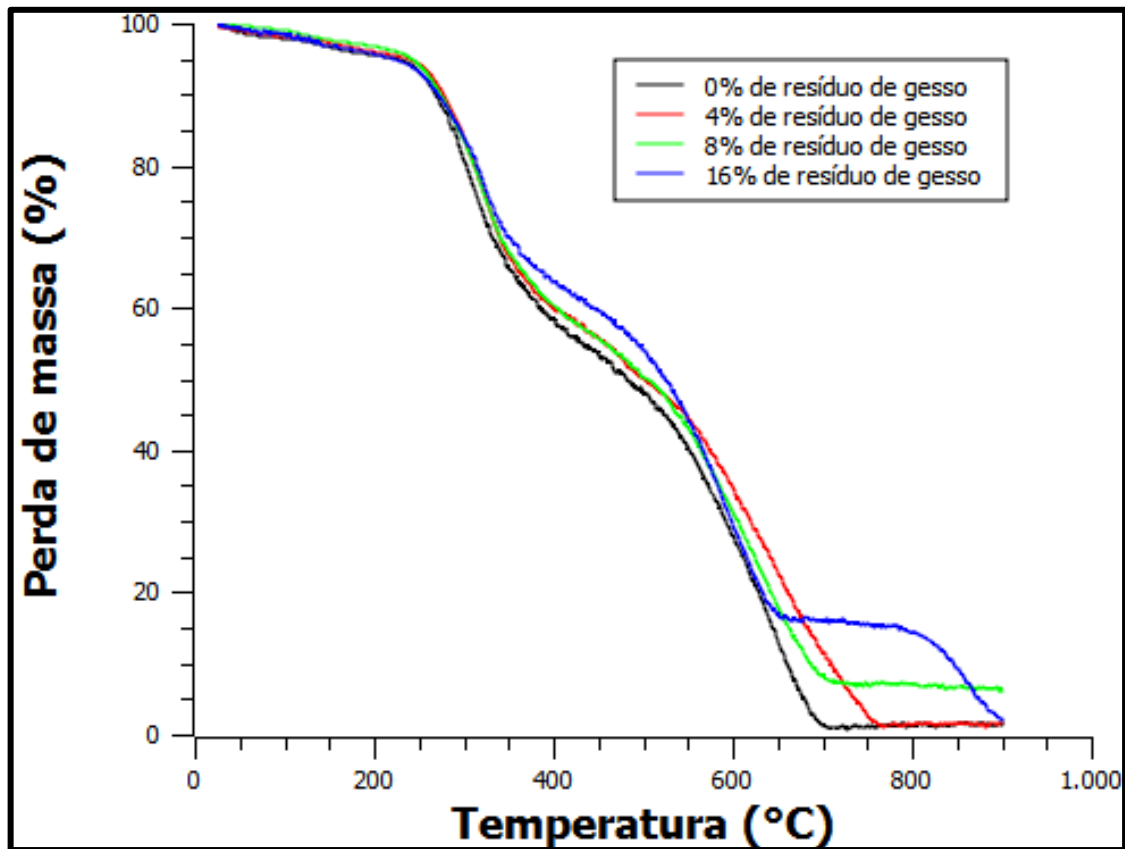
### 5.3.5 Análise térmica

A decomposição térmica de espuma de poliuretano pode ser avaliada em três etapas: a decomposição de componentes voláteis, o rompimento das ligações de uretano e o rompimento de ligações com ésteres ou éteres, quando a espuma é derivada do óleo vegetal ou de petróleo, respectivamente. (NETO, 2012)

Nessa pesquisa, foi realizada a análise termogravimétrica com base nas curvas de TGA e DTA de cada concentração de resíduo utilizada, com o objetivo de avaliar a substituição das resinas pelo resíduo de gesso. Essa análise foi realizada com aquecimento de  $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$ , na faixa de temperatura de 25 a  $900^{\circ}\text{C}$ , em atmosfera de  $\text{N}_2$ .

Com base na Figura 27, percebe-se que tanto a espuma de poliuretano sem carga e com carga apresentam uma estabilidade térmica até uma temperatura de aquecimento por volta de  $220^{\circ}\text{C}$ , com pequena perda de massa, provavelmente proveniente da presença de componentes voláteis e aditivos presentes na composição da espuma. (NETO, 2012) A segunda etapa de decomposição térmica ocorre entre  $229$  a  $410^{\circ}\text{C}$  em que ocorre quebra da ligação de uretano e perda do difenilmetano presente no isocianato (pré- polímero). A terceira etapa vai de  $410$  a  $700^{\circ}\text{C}$ , que está relacionado com a quebra dos ésteres graxos presente no polioli. (CARVALHO, e , 2014)

Figura 24 – Diagramas de TGA das espumas de poliuretano



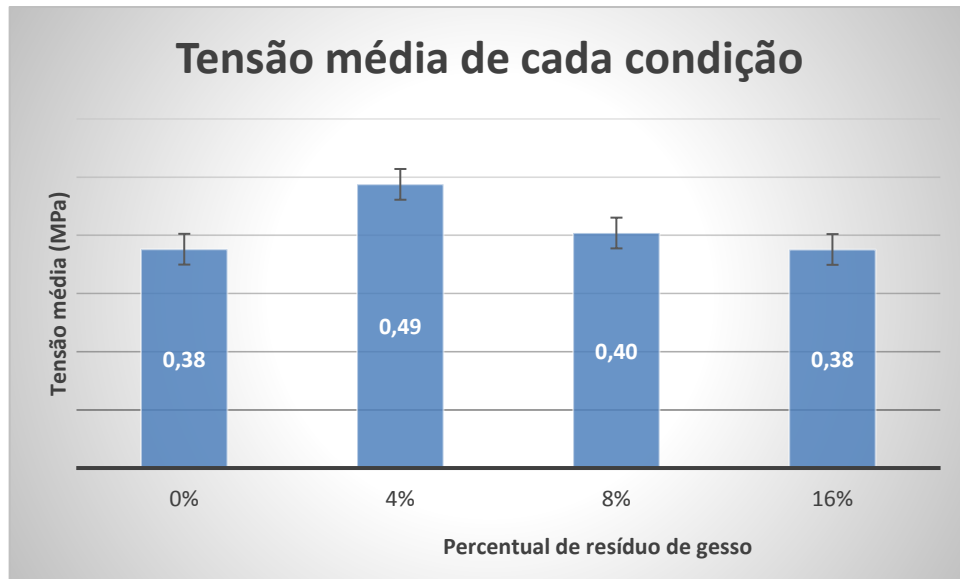
Fonte: Próprio autor.

Segundo essas análises da TGA de cada amostra, percebe-se que a EPU com 0% de carga apresenta a terceira decomposição térmica na temperatura de 700°C, já com acréscimo de 4% de gesso como substituto para as resinas, essa temperatura aumenta para 760°C. Já a perda de massa até 900°C se manteve constante. Com 8% de carga, foi possível perceber que o compósito sofreu a terceira decomposição até 700°C, mas até o aquecimento de 900°C, ocorreu perda de massa de aproximadamente 90%, o que é uma vantagem, já que antes a perda de massa chegava a 98%. Em relação à carga com 16% de resíduo de gesso observa-se que a terceira decomposição ocorre até 650°C e que entre 650 e 800°C a perda de massa é menor que as amostras anteriores, sendo próxima à 85%. Diferentemente das quantidades de resíduos anteriores, na amostra com 16% de carga, tem-se uma nova queda, representando rompimento de outro tipo de ligação.

### 5.3.6 Ensaio de compressão

Para análise comparativa, calculou-se a tensão média de cada condição, conforme o gráfico a seguir.

**Figura 25– Tensão média**



Fonte: Próprio autor.

De acordo com o gráfico da Figura 28, a tensão média das amostras com 4% de resíduo de gesso foi superior a amostra de referência, o que mostra que é viável a substituição de 4% de resina por 4% de resíduo para melhorar a resistência à compressão. Já em relação à amostra de 8% também obteve uma resistência à compressão superior à condição de 0% e em 16% de resíduo se manteve o mesmo valor de resistência (tabela 16), mostrando que a adição de gesso não traz prejuízos a resistência a compressão das espumas, mesmo com adição de elevados teores de carga. Além disso é possível analisar que a tensão limite de resistência da espuma de 0% foi de 0,38 MPa, que é um valor alto em relação ao encontrado por Z.H.Tu e colaboradores (2001) que foi de 0,15 MPa. Essa diferença se deve à diferença dos materiais constituídos da espuma, pois Z.H.Tu (2001) utilizou o Daltofoam TP 12073 e Suprasec 5005 com presença do agente de expansão CFC 11.

**Desvio-padrão****Tabela 9 – Resultados dos ensaios de compressão**

| <b>Percentual de resíduo de gesso</b> | <b>Resistência a compressão (MPa)</b> | <b>Desvio-padrão</b> |
|---------------------------------------|---------------------------------------|----------------------|
| 0%                                    | 0,38                                  | $0,4 \pm 0,2$        |
| 4%                                    | 0,49                                  | $0,49 \pm 0,03$      |
| 8%                                    | 0,40                                  | $0,40 \pm 0,07$      |
| 16%                                   | 0,38                                  | $0,38 \pm 0,06$      |

Fonte: Próprio autor.

Conforme essa tabela, analisa-se que o maior desvio-padrão foi em relação à amostra com 0% de resíduo e o menor foi em relação à amostra de 4%.

## 6. Conclusão

Com os resultados dessa pesquisa, percebe-se que o objetivo foi atingido, pois foi possível desenvolver um compósito a partir do reaproveitamento de resíduos de gesso com boas propriedades térmicas e mecânicas. A seguir pode-se analisar as conclusões com base nos resultados alcançados.

- De acordo com as micrografias do MEV, com o aumento da concentração do resíduo de gesso, houve um aumento considerável no número de células rompidas;
- Utilizando ainda as micrografias do MEV, foi possível avaliar ainda que houve redução no diâmetro dos poros;
- As amostras se mostraram bem heterogêneas;
- Houve redução de até 26,83% na expansibilidade do compósito;
- Considerando a análise no ensaio de compressão, percebe-se que com a substituição de 4% de resinas de PUR por resíduos de gesso, houve aumento considerável na resistência à compressão, o que é bem interessante para proteção de materiais;
- Considerando a resistência à compressão, é viável utilizar até 16% de resíduo de gesso;

## **7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

- Estudar a influência da granulometria do resíduo de gesso nas propriedades térmicas e mecânicas do poliuretano rígido.
- Utilizar a mesma metodologia desse trabalho para estudar intervalos menores de teores de resíduo de gesso.
- Estudar a influência do tempo de estufa na expansibilidade da espuma.

## 8. Bibliografia

ABEYKOON, C. et al. Investigation of the process energy demand in polymer extrusion. **Applied Energy**, Belfast, v. 136, n. 1, p. 726-737, out. 2014.

ALMEIDA, E. L. D. et al. Preparação e caracterização de poliuretanos contendo. **Polímeros**, Cuiabá, v. 26, n. 2, p. 176-184, set. 2015.

AL-SABAGH, A. M. et al. Greener routes for recycling of polyethylene. **Egyptian Journal of Petroleum**, v. 25, n. 1, p. 53-64, 2015.

BARBOSA, A. A.; FERRAZ, A. V.; SANTOS, G. A. Caracterização química, mecânica e morfológica do gesso  $\beta$  obtido do pólo do Araripe. **Cerâmica**, São Paulo, v. 60, p. 501-508, Oct./Dec. 2014.

CARVALHO, J. E.; , G. O. C.; , S. C. N. Caracterização térmica do poliuretano derivado de óleo vegetal utilizado para confecção de dispositivo de assistência ventricular. **Brazilian Journal of Thermal Analysis**, São Carlos, v. 3, p. 16-19, 2014.

DUARTE, L. D. C. et al. Aplicações de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Sistema de Energia Dispersiva (EDS) no Estudo de Gemas: exemplos brasileiros, Porto Alegre, set. 2003.

GERALDO, R. H. et al. Gypsum plaster waste recycling: a potential environmental and industrial solution. **Journal of Cleaner Production**, 2017.

GONÇALVES, S. C.; FORNARI, C. C. AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO DO POLIÉSTER ORTOFTÁLICO. **Elet. em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental**, v. 6, p. 975-982.

Guia básico de utilização do cimento Portland. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND. São Paulo, p. 28. 2002.

HOLLER, F. J.; A.SKOOG, D.; R.CROUCH, S. Princípios de Análise Instrumental. 6. ed. [S.l.]: bookman, 2009.

ISMAIL, E. A.; MOTAWIE, A. M. Synthesis and characterization of polyurethane coatings based on soybean oil–polyester polyols. **Egyptian Journal of Petroleum**, v. 20, p. 1-8, 2011.



KATTIYABOOT, T.; THONGPIN, C. Effect of natural oil based polyols on the properties of flexible. **Energy Procedia**, Thailand, v. 89, n. 1, p. 177 – 185 , jun. 2016. ISSN EMSES.

KRAITAPE, N.; THONGPIN, C. Influence of recycled polyurethane polyol on the properties of flexible polyurethane foams. **Energy Procedia**, Thailand, v. 89, n. 1, p. 186 – 197, maio 2016. ISSN 1876-6102.

LIMA, A. B. T. Aplicações de cargas minerais em polímeros, São Paulo, 2007.

MACIEIRA, R. P. Produção de compósito do tipo gesso-polímero para aplicação na fabricação de painéis externos em edificações, Recife, 2011.

MELLO, D. D.; PEZZIN, S. H.; AMICO, S. C. The effect of post-consumer PET particles on the performance of flexible. **Polymer Testing**, v. 28, p. 702-708, 2009.

NETO, M. L. D. O. Estudo do aproveitamento de resíduo de gesso como carga para compósito com matriz de resina expansiva de mamona, Natal, Fevereiro 2012.

OLIVEIRA, E. A. D. Confiabilidade metrológica na determinação de espécies químicas em materiais siderúrgicos por espectrometria de fluorescência de raios-X, Rio de Janeiro, Junho 2011.

PEREIRA, P. H. L. **Estudos das propriedades físico-químicas da poliuretana derivada do óleo de mamona com potencial aplicação na área médica**. Dissertação(Mestrado), USP/IQSC. São Carlos, p. 75. 2010.

PEREIRA, T. M. D. M. Caracterização térmica (TG/DTG, DTA,DSC, DSC- fotovisual) de hormônios bioidênticos (estriol e estradiol), Natal, 2013.

PHUANGNGAMPHAN, P.; THONGPIN, C. Synthesize of Polydiacetylene containing. **Energy Procedia**, v. 56, n. 1, p. 326-333, 2014.

SANTIAGO-CALVO, M. et al. Synthesis, characterization and physical properties of rigid polyurethane foams prepared with poly(propylene oxide) polyols containing graphene oxide. **European Polymer Journal**, 2017.

SOARES, M. S. **Síntese e caracterização de espumas de poliuretano para imobilização de células íntegras e aplicação na síntese de biodisel**. Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. Lorena. 2012.

SOUSA, R. F. D. OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE UM COMPÓSITO A BASE DE REJEITO DO GESSO E CHAMOTE DE TELHA PARA PRODUÇÃO DE FILTROS CERÂMICOS. **Dissertação (Mestrado)**, Natal, 2014.

SPINACÉ, M. A. D. S.; PAOLI, M. A. A TECNOLOGIA DA RECICLAGEM DE POLÍMEROS. **Nova**, Campinas, v. 28, n. 1, p. 65-72, nov. 2004. ISSN 1.

TAVARES, Y. V. P. et al. Reaproveitamento do resíduo de gesso na execução de revestimento interno de vedação vertical. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 10, p. 103-119, jan./mar. 2010. ISSN 1.

VILAR, W. **Química e Tecnologia dos Poliuretanos**. 3ª Edição. ed. Rio de Janeiro: Vilar Consultoria, v. I, 2004.

YANG, R. et al. Synthesis and characterization of flame retardant rigid polyurethane foam based on a reactive flame retardant containing phosphazene and cyclophosphonate. **Polymer Degradation and Stability**, 2017.

Z.H.TU; V.P.W.SHIM; C.T.LIM. Plastic Deformation modes in rigid polyurethane foam under static loading. **Internacional Journal of Solids and Structures**, v. 38, July 2001.

ASTM 695