UNIVERSIDADE FEDERAL DO VALE DO SÃO FRANCISCO
PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

POLIANA PEREIRA FERRAIS

SÍNTESE DE UM COMPÓSITO DE GESSO COM FIBRA OBTIDA DA *Calotropis procera* PARA O USO COMO BIOMATERIAL

Juazeiro-BA

2017

POLIANA PEREIRA FERRAIS

SÍNTESE DE UM COMPÓSITO DE GESSO COM FIBRA OBTIDA DA *Calotropis procera* PARA O USO COMO BIOMATERIAL

Trabalho apresentado a Universidade Federal do Vale do São Francisco - UNIVASF, Campus Juazeiro, como requisito da obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Santana de Lima

Juazeiro-BA

2017

	Ferrais, Poliana Pereira.
F368s	Síntese de um compósito de gesso com fibra obtida da *Calotropis procera* para o uso como biomaterial / Poliana Pereira Ferrais. -- Juazeiro, 2017
	xiv, 72f. : il. ; 29 cm.
	Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Universidade Federal do Vale do São Francisco, Campus Juazeiro, Juazeiro-BA, 2017.
	Orientador: Prof. Dr. Ricardo Santana de Lima.
	Referências.
	1. Mecânica dos materiais. 2. *Calotropis procera*. 3. Gesso-Propriedades Mecânicas. 4. Compósito. I. Título. II. Lima, Ricardo Santana de. III. Universidade Federal do Vale do São Francisco.
CDD 620.1123	

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Integrado de Biblioteca SIBI/UNIVASF
Bibliotecário: Márcio Pataro

FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DO VALE DO SÃO FRANCISCO
Avenida Antônio Carlos Magalhães, 510 - Santo Antônio. CEP: 48902-300 Juazeiro/BA
Tel/Fax: (74)21027645, www.univasf.edu.br/~cpgcm
COLEGIADO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

Síntese de um compósito de gesso com fibra obtida da *Calotropis procera* para o uso como biomaterial por

Poliana Pereira Ferrais

Dissertação de mestrado APROVADA em sessão pública no dia 16 de agosto de dois mil e dezessete perante a banca examinadora constituída pelos seguintes professores:

Prof. Dr. Ricardo Santana de Lima
(CPGCM-UNIVASF)

Prof. Dr. Alan Christie da Silva Dantas
(CPGCM-UNIVASF)

Débora Santos Carvalho dos Anjos
Prof.ª Dr.ª Débora Santos Carvalho dos Anjos
(Depto de Química/IF-Sertão)

“Ninguém é suficientemente perfeito, que não possa aprender com o outro e, ninguém é totalmente estruído de valores que não possa ensinar algo ao seu irmão.”

(São Francisco de Assis)

AGRADECIMENTOS

Em especial a Deus por me dar força interior para superar as dificuldades, me amparar e por todas as experiências e conquistas que me permitiu vivenciar.

Aos meus pais Francisco e Cícera, pelo amor, carinho e todo cuidado que tens comigo.

À minha família, meus irmãos (Adriano, Patrícia, Paula, Marcos e Paloma) pela força, palavras de incentivo e torcerem por mim. Aos meus sobrinhos (Gyovanny, Matheus, Giogledson e Gioclécio) e minha afilhada (Ana Flávia) pelos sorrisos e abraços sinceros que me deram força nessa caminhada.

Ao meu orientador professor Dr. Ricardo Santana de Lima a quem serei eternamente grata pela orientação, amizade, confiança, paciência, pelos conselhos e ensinamentos transmitidos que foram de grande valia, sem os quais, este trabalho não teria sido possível.

Ao Prof. Alan Dantas, pela disponibilidade e colaboração para este trabalho.

A Profª. Débora dos Anjos do IF-Sertão pela amizade, parceria e disponibilidade para as análises das minhas amostras.

Ao Prof. Nelson e Aoliabe, pela amizade e por me ajudarem nas etapas do trabalho.

À Universidade Federal do Vale do São Francisco e ao Programa de Ciência dos Materiais, pela oportunidade de me capacitar profissionalmente.

Aos professores da pós-graduação que ministraram disciplinas durante o curso e que foram importantes para minha formação.

A meu amigo Anderson e minhas amigas Deize, Elisangela, Keyte, Bruna, Eliatania, Naiane, Geórgia, Elizabeth, Inaiara, Ana Paula e Joana Darc, pelas palavras de apoio, momentos de distração, por torcerem e acreditarem em mim.

Aos meus companheiros de bancada Karina e José Neto pelas experiências compartilhadas durante o mestrado.

Aos meus colegas de turma, Carlos, Fabiano, Thaís, Railson, Georgetown, Abel, Jacinto e Jorge pelo companheirismo e pelos momentos alegres e de incerteza vividos por nós.

À Denise, por facilitar a parte burocrática do IPCM.

A CAPES, pelo apoio financeiro.

E a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para esta conquista, a minha eterna gratidão!

RESUMO

Há um aumento progressivo no número de trabalhos utilizando fibras vegetais associadas a matrizes cerâmicas ou poliméricas na produção de compósitos, justificado pelas características das fibras como: disponibilidade, biocompatibilidade e baixo custo de aplicação. O presente trabalho propôs sintetizar um compósito de gesso com fibra obtida da *Calotropis procera* para o uso como biomaterial. O gesso e a fibra foram caracterizados por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e Difratometria de Raios-X (DRX), além do ensaio de resistência à compressão (RC). Corpos sólidos de gesso e gesso com fibra foram preparados de acordo com a NBR 12128, razão água/gesso de 0,6 e concentrações de fibra variando em 0,5%, 1,0% e 2,0%. Foram avaliados quanto à porosidade, resistência à compressão e características morfológicas. A fibra apresentou uma estrutura interna oca, superfície lisa, grupos funcionais OH, CH_2, CH_3 alifático, C=O e C=C característicos e índice de cristalinidade de 49,2%. O gesso apresentou características típicas. O compósito não alterou significativamente a porosidade pela inserção da fibra. No RC o compósito diminuiu a resistência em relação ao gesso e não houve diferença entre os grupos de compósitos com 0,5 e 1% de fibra. A fibra não aderiu a matriz de gesso evidenciando a redução na RC e a atuação da fibra como um defeito. A fibra tem morfologia lisa, homogênea e variações no comprimento e diâmetro, além de ser semicristalina. A porosidade do compósito apesar de não variar tendeu a aumentar e a RC diminuiu pela fraca adesão fibra/matriz. No entanto, o compósito se mostrou estável e potencialmente viável para o uso como biomaterial. Exigindo, para isso, a realização do ensaios de citotoxidade, biocompatibilidade e biodegradação.

Palavras-chave: *Calotropis procera*; Fibra vegetal; Compósito; Gesso;

ABSTRACT

There is a progressive increase in the number of works using vegetal fibers associated with ceramic or polymer matrices in the production of composites, justified by the characteristics of the fibers such as: availability, biocompatibility and low cost of application. The present work proposed to synthesize a composite of gypsum with fiber obtained from *Calotropis procera* for the use as biomaterial. The plaster and fiber were characterized by Scanning Electron Microscopy (SEM), Dispersive Energy Spectroscopy (EDS), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and X-ray Diffraction (XRD), besides the test of resistance to compression (RC). Solid bodies of gypsum and gypsum with fiber were prepared according to NBR 12128, water/gypsum ratio of 0,6 and fiber concentrations varying in 0,5%, 1,0% and 2,0%. They were evaluated for porosity, compressive strength and morphological characteristics. The fiber presented a hollow internal structure, smooth surface, functional groups OH, CH_2, CH_3 aliphatic, C=O and C=C characteristic and crystallinity index of 49.2%. The plaster presented typical characteristics. The composite did not significantly change the porosity by insertion of the fiber. In RC the composite decreased the resistance to gypsum and there was no difference between the groups of somites with 0,5 and 1,0% of fiber. The fiber did not adhere to the plaster matrix evidencing the reduction in CR and the performance of the fiber as a defect. The fiber has a smooth, homogeneous morphology and variations in length and diameter, besides being semicrystalline. The porosity of the composite, although not varying, tended to increase and CR decreased by the poor fiber/matrix adhesion. However, the composite proved to be stable and potentially viable for use as biomaterial. In order to do this, it is necessary to perform the cytotoxicity, biocompatibility and biodegradation tests.

Keywords: *Calotropis procera*; Vegetable fiber; Composite; Plaster.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - a) Planta da espécie *Calotropis procera* e b) e c) Sementes ovóides em diferentes estágios de maturação, presas a um filamento sedoso (fibra)..... 19

Figura 2 - Célula cristalina do mineral gipsita..... 23

Figura 3 - Principais tipos de compósitos reforçados com fibras..... 26

Figura 4 - Molécula de celulose 27

Figura 5 - Diagrama da metodologia utilizada..... 32

Figura 6 - a) Sacos frutos presentes na planta de *Calotropis procera*, b) Fibra de *Calotropis procera* em estágio de maturação de forma ordenada presa as sementes, c) Fibra de *Calotropis procera* separada das sementes pós-secagem..... 33

Figura 7 - Etapas do método de obtenção dos corpos de prova do gesso..... 36

Figura 8 - a) Desenho esquemático do molde cilíndrico para obter os corpos de prova, b) Corpo de prova produzido..... 37

Figura 9 - Método de obtenção dos compósitos..... 38

Figura 10- a) Fibra intacta de *Calotropis procera,* b) fibra reduzida mecanicamente..... 38

Figura 11- a) Superfície da *Calotropis procera*, b) Fibra da *C. procera* de forma aleatória, c) fibra de algodão e d) fibra de Kapok..... 41

Figura 12 - Micrografia eletrônica de varredura com a) os diâmetros e b) circunferência das fibras de *Calotopis procera* 42

Figura 13 - Espectro obtido por microanálise de raios-X característicos por EDS dos elementos analisados..... 43

Figura 14 - Espectro de FTIR da Fibra de *Calotropis procera*..... 44

Figura 15 - Difratograma de Raios-X da fibra de *Calotropis procera*..... 45

Figura 16 - Microestrutura do pó de gesso β hemidratado ($CaSO_4.0,5H_2O$)..... 46

Figura 17 - Gesso β dihidratado ($CaSO_4.2H_2O$)..... 47

Figura 18 - Espectro de EDS do pó de gesso ($CaSO_4.0,5H_2O$)..... 48

Figura 19 - Espectro de EDS do gesso dihidratado ($CaSO_4.2H_2O$)..... 48

Figura 20 - Espectro de FTIR do gesso hemidratado..... 49

Figura 21 - Espectro de FTIR do gesso dihidratado..... 50

Figura 22 - Difratograma do gesso hemidratado 52

Figura 23 - Difratograma de DRX do gesso dihidratado..... 53

Figura 24 - Gráfico de porosidade das amostras..... 54

Figura 25 - Tensão de compressão x percentual em fibra de *Calotropis procera*..... 56

Figura 26 - Micrografias de uma região fraturada do compósito..... 57

Figura 27 - Micrografia das interfaces do compósito..... 58

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Frequências vibracionais para a fibra de *Calotropis procera*..... 45

Tabela 2 - Frequências vibracionais na região do infravermelho para o gesso (β) hemihidratado (cm^{-1}) e dihidratado (cm^{-1})..... 51

Tabela 3 - Ensaio de tensão de compressão obtido para o gesso e compósitos..... 55

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
APL	Pólo gesseiro do Araripe
CFC	Célula cúbica de face centrada
CP	Corpo de prova
CP´s	Corpos de prova
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva
HAP	Hidroxiapatita
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MPa	Megapascal
Øm	Diâmetro médio
σc	Resistência à compressão
DRX	Difratograma de Raios – X
FTIR	Infravermelho com Tranformada de Fourrier
CETENE	Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste
UNIVASF	Universidade Federal do Vale do São Francisco

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO 15

2. OBJETIVOS 17

2.1 Objetivo Geral 17

2.2 Objetivos Específicos 17

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA 18

3.1. A *Calotropis procera* 18

3.1.1. Aplicações da *Calotropis procera* 19

3.2. Gesso 21

3.2.1. Microestrutura e propriedades 23

3.3. Formação de compósitos 24

3.3.1. Compósitos reforçados com fibra 25

3.3.2. Compósitos e fibras vegetais 26

3.4. Biomateriais 29

3.4.1. Hidroxiapatita 30

4. MATERIAIS E MÉTODOS 32

4.1. Obtenção das matérias primas 33

4.1.1. Fibra de *Calotropis procera* 33

4.1.2. Coleta da fibra de *Calotropis procera* 33

4.1.3. Gesso β ($CaSO_4.0,5H_2O$) 34

4.1.4. Caracterização 34

4.2. Produção dos corpos de prova do gesso 35

4.2.1. Produção dos corpos de prova do gesso com fibra da *Calotropis procera* 37

4.3. Ensaio de resistência à compressão dos blocos de gesso e compósitos 39

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO 41

5.1 Caracterização das matérias-primas 41

5.1.1. Fibra de *Calotropis procera*..... 41

5.1.2. Caracterização do gesso β hemidratado e dihidratado..... 46

5.2. Caracterização do gesso e dos compósitos de gesso com a fibra de *Calotropis procera*..... 53

5.2.1. Porosidade..... 53

5.2.2. Ensaio de resistência à compressão..... 55

5.2.3. MEV da superfície de fratura..... 57

6. **CONCLUSÃO E PERSPECTIVAS**..... 59

6.1 Conclusão..... 59

6.2 Perspectivas..... 59

7. REFERÊNCIAS..... 61

1. INTRODUÇÃO

Alguns fatores têm contribuído nos últimos anos para o intenso desenvolvimento de atividades em pesquisas com relação às fibras vegetais que apresentam-se como uma alternativa de uso nas ciências dos materiais. Estas fibras são provenientes de fontes renováveis, abundantes no Brasil e em outros países em desenvolvimento, além disso, são biodegradáveis e possuem baixo custo de produção (BLEDZKI; GASSAN, 2009; CUNHA, 2012).

Existem diversos relatos sobre o uso de fibras vegetais para o desenvolvimento de compósitos com diversas finalidades, abrangendo desde a construção civil, a produção de biomateriais com utilização na área médica até a indústria automobilística. Algumas das fibras vegetais já utilizadas em alguns desses contextos são as fibras de linho, sisal, carauá e bambu (FONSECA, 2012; MISHRA et al., 2004).

No Nordeste Brasileiro uma espécie vegetal de ocorrência subespontânea e muito comum na região, é a *C. procera* (Asclepiadaceae), que possui 280 gêneros e 2000 espécies, popularmente conhecida como “ciúme”, “ciumeira”, “flor de seda” ou “algodão de seda” tendo sua origem na África, Índia e Pérsia (COSTA et al., 2009).

Alguns trabalhos na literatura demonstram a viabilidade do uso das estruturas *C. procera*. O trabalho de Andrade e colaboradores (2005) mostrou a utilização da flor de seda na nutrição de ruminantes; e Lev-Yadun, (1999) evidenciou a atividade analgésica e antinflamatória de seu látex. Contudo, ainda são poucas as pesquisas desenvolvidas a respeito da fibra dessa planta.

O gesso é um mineral comum que apresenta vestígios de uso por quase todo o mundo formado pelo o sulfato de cálcio hemidratado ($CaSO_4.0,5H_2O$), apresentado na forma de pó branco (RAMOS, 2011). Sua atividade de produção mais antiga data desde os anos 300 a.C onde o gesso era utilizado como argamassa e para a confecção de elementos decorativos (ANGELERIN; CARDOSO; SANTOS, 1982). Este material é obtido pela calcinação que é um processo térmico de desidratação da gipsita, usado em diversas áreas têm a construção civil como a principal área de aplicação a qual definem tecnicamente esse material como um aglomerante, com pouca resistência inicial e um tempo de pega relativamente rápido

(OLIVEIRA; POLISSENI, 2013). Possui um grau de pureza elevado que varia de 80 a 95% além de uma ótima modabilidade de sua pasta, que permite obter corpos de prova com formas pré-definidas (CANUT, 2006; SANTOS, 2008).

Desde meados de 1990 o uso do gesso vem crescendo devido a algumas de suas características e propriedades que particularizam o seu emprego (CAVALCANTE; MIRANDA, 2011). Alternativas são adotadas para o beneficiamento de gesso e sua aplicabilidade, dentre as mais citadas estão as associadas ao uso de fibras para serem utilizados como compósitos. Trabalhos relacionados à utilização de gesso, como matriz para a produção de compósitos, têm sido desenvolvidos incorporando-se materiais de vários tipos, inclusive as fibras vegetais e as que mais se destacam são: as fibras de bambu, sisal e de coco (MAGALHÃES, 2009; OLIVEIRA et. al, 2012).

Os materiais isoladamente a fibra e o gesso escolhidos para este trabalho são de fácil obtenção e abundantes na região. A *Calotropis procera* apresenta um crescimento rápido e é frequentemente encontrada em terrenos baldios, suas fibras são leves e possuem baixo custo de aplicação quando comparado com as fibras sintéticas. Do outro lado estado de Pernambuco é agraciado pelo o APL (Pólo gesseiro do Araripe) responsável pela produção de 97% do gesso consumido no país (RANGEL; NASCIMENTO, 2011; PRATES, 2015).

A inserção de fibra na matriz de gesso agrega valor ao material pelas características apresentadas pelo novo material podendo, promover alteração nas suas propriedades mecânicas, além disso, o gesso permite a conversão deste material em outro como a hidroxiapatita (HAp) [$Ca_{10}(PO_4)6(OH)_2$] que é classificada como um biomaterial cuja estrutura consiste no mineral constitutivo do osso. Com este intuito, o presente trabalho visa sintetizar um compósito a partir da associação do gesso com a fibra obtida da *Calotropis procera* na perspectiva de aplicá-lo como biomaterial, e após a conversão em HAp aplicá-lo em modelos de lesão óssea experimentais, e quem sabe, em médio prazo em lesões humanas ósseas.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

Desenvolver um novo material compósito a partir da associação entre o gesso e fibra vegetal de *Calotropis procera* para uso como biomaterial.

2.2. Objetivos Específicos

- Avaliar as propriedades morfológicas e estruturais das matérias primas gesso e as fibras da *Calotropis procera*;
- Produzir corpos de prova com diferentes percentagens de fibra na matriz de gesso;
- Avaliar a porosidade, comportamento mecânico e microestrutura dos compósitos obtidos;

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1. A *Calotropis procera*

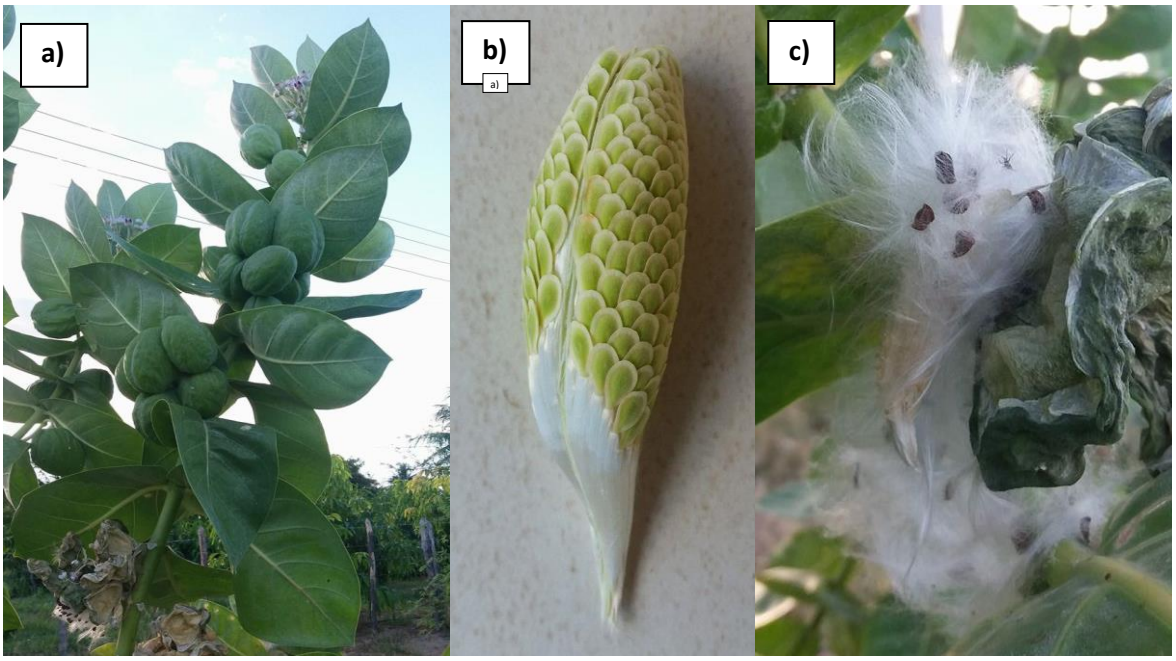
A *Calotropis procera* é uma planta exótica, tem origem na África Tropical, Índia e Pérsia, e conhecida popularmente como: algodão de seda, flor de seda, ciumeira, leiteira ou hortência. Foi introduzida no Brasil como planta ornamental. De ocorrência subespontânea e comum na região do Nordeste do Brasil, seu nome popular varia de acordo com a região e pode ser encontrada também no centro-oeste e sudeste do Brasil (BARROS et al., 2004; LIMA et al., 2005).

Classificada taxonomicamente, a planta pertence a família Asclepiadaceae; Gênero: Calotropis R. Br.; Espécie: *Calotropis procera* (Aiton) W. T. Aiton. a família possui 280 gêneros e 2000 espécies (COELHO, 2015). A planta é de difícil erradicação ocorrendo principalmente em pastagens, beira de estradas, e terrenos baldios. As plantas toleram solos pobres, ácidos, salinos e com elevado teor de alumínio e altitudes de 1000m e temperaturas entre 20 a 30ºC, permitindo desenvolver-se em montanhas ou até mesmo ao nível do mar, demonstrando a alta dinâmica em sua ocorrência (COSTA et al., 2009; MAGALHÃES et al., 2012).

A *C. procera* espécie possui fácil propagação através das sementes devido a excelente taxa de germinação, sem haver a necessidade de pré-tratamentos, pois não apresenta dormência podendo ser plantada diretamente no solo (COSTA et al., 2009).

Esta planta é um arbusto perene, de casca esponjosa, com folhas ovais ou semiesféricas esverdeadas de consistência rígida, flores em forma de estrela com pétalas brancas e pontos púrpuros, medindo até 6 metros de altura. Seus ramos, folhas, caules e frutos são revestidos por uma cera, com forte presença de látex branco, que flui em abundância quando alguma parte da planta é danificada. Suas sementes são ovóides, sendo estas presas a um filamento sedoso (painas) (Figura 1) (HINDI, 2013; KAREEM; AKPAN; OJO, 2008; SILVA E. et al., 2015).

Figura 1 - a) Visão geral da planta da espécie *Calotropis procera* e b) e c) Sementes ovóides em diferentes estágios de maturação, presas a um filamento sedoso (fibra).



Fonte: Autora

A planta propaga-se com muita facilidade disseminando por regiões áridas e semiáridas e sua dispersão é favorecida devido as sementes aladas envoltas por uma plumagem sendo facilmente transportadas pelo vento dominando, inclusive em áreas degradadas tanto fisicamente e/ou quimicamente (RANGEL; NASCIMENTO, 2011; SOUSA, 2015). Constituída de celulose, óleo, polifenóis, hidrocarbonetos e proteínas (MAGALHÃES, 2012; CHEEMA et al., 2010).

3.1.1. Aplicações da *Calotropis procera*

Vários relatos são encontrados na literatura sobre aplicações de diversas constituintes da planta.

O látex teve sua ação antiinflamatória testada por Alencar e colaboradores (2006), possui atividade no tratamento anticonvulsivante (LIMA et al., 2012). Segundo Roy e colaboradores (2005) a planta apresenta propriedade antioxidante. Nos trabalhos realizados por Figueiredo (2011) e Figueiredo e colaboradores (2014), que consistiu no desenvolvimento de uma biomembrana de álcool polivinílico contendo proteínas do látex da *Calotropis procera* incorporadas, houve resultados

na melhora de remodelação tecidual e acelerou a cicatrização de feridas cutâneas em camundongos (*Mus muscullus*) machos da linhagem *Swiss,* sem quaisquer efeitos adversos observados.

As folhas são utilizadas na medicina popular com ações antirreumáticas, calmantes, fungicidas e bactericidas. As cascas da raiz podem ser utilizadas no tratamento de doenças de pele, como lavagem de ferimentos e também em maceração em água fria para tratamento de infecções gastrointestinais, renais e de ovários (MURTI; YOGI; PATHAK, 2010; SILVA E. et al., 2015). Na índia, a casca da raiz é empregada como tônico e estimulante (MAGALHÃES et al., 2012; SOUSA, 2015). E ainda, Basu e Nagui (1991) realizaram estudos quanto a atividade de extratos clorofórmicos das raízes, mostrando que estes possuem potencial antiinflamatório em pequenas doses (de 5 e 15 mg/kg por via i.p.) quando comparado ao uso de aspirina.

A paina das sementes é utilizada na confecção de tecidos, brinquedos, bolsas e enchimento de travesseiros e colchões (CASTILHO et al., 2012, HINDI, 2013). Além dessas aplicações, estudos encontrados na literatura demonstraram a eficácia da fibra (paina) das sementes como meio filtrante para diversos tipos de precipitados de tamanho de partículas diferentes: coagulado (AgCl), cristalino ($BaSO_4$) e gelatinoso Fe_2O_3. A constatação se deu pela determinação de ferro por gravimetria e espectrofotometria. (MAGALHÃES et al., 2012). Outro estudo mais recente avaliou o potencial das fibras de *Calotropis procera* como adsorvente de petróleo, mostrando-se adequada para a adsorção do petróleo em meio aquático, devido a fibra de *C. procera* ser hidrofílica, oleofílica, biodegradável, leve e de estrutura física oca o que proporciona uma adsorção nas superfícies e nos interiores das fibras (COELHO, 2015). Outras fibras apresentam aplicações e estruturas semelhantes a fibra de *C. procera*, como: as fibras de *Gossypium hirsutum L.* (algodão) e *Ceiba petandra* (Kapok). Ambas as fibras na aparência assemelham-se à fibra de *Calotropis procera*, porém esta é mais fina e mais sedosa ao tato (ABDULLAH; RAHMAH; MAN, 2010; XU; CAI, 2008).

3.2. Gesso

O gesso é o sulfato de cálcio hemidratado, possui fórmula química $CaSO_4.0,5H_2O$ e sua obtenção se dá pela calcinação do mineral gipsita (GONÇALVES; FERRAZ, 2014).

Os termos “gipsita”, “gipso” e “gesso”, geralmente são utilizados como sinônimos. Todavia, a denominação gipsita é o termo mais conhecido e adequado ao mineral no seu estado natural e quando se refere ao produto calcinado, o termo comumente utilizado é o gesso. A gipsita é um mineral abundante na natureza, e em sua composição geralmente estão presentes, a anidrita e algumas impurezas, geralmente argilo-minerais, calcita, dolomita e material orgânico (CANUT, 2006).

A *gipsita* ($CaSO_4.2H_2O$), é a matéria prima para a produção de gesso, composta teoricamente por trióxido de enxofre (SO_3), óxido de cálcio (CaO), e água (H_2O), ocorrendo principalmente em depósitos de dissipação e em depósitos sedimentares associados com pedra calcária, xistos, marls e argilas. Sua produção natural consiste em quatro etapas: extração do gipso, preparação para calcinação, calcinação e seleção (BARBOSA; FERRAZ; SANTOS, 2014; MELO, 2012; SILVA C. et al., 2015).

A calcinação é compreendida por um processo térmico de desidratação da gipsita para obtenção do hemidrato a uma temperatura na faixa de 140ºC à 160ºC para a retirada de cerca de 75% de água. A calcinação da gipsita pode ocorrer de duas maneiras: via seca e via úmida para a obtenção dos respectivos gessos beta (β) e alfa (α) (BARBOSA; FERRAZ; SANTOS, 2014). O gesso hemidratado β é obtido desidratando-se parcialmente o minério de gipsita a pressões próximas à pressão atmosférica. O gesso α é produzido desidratando-se o minério de gipsita em uma suspensão aquosa ácida ou em presença de eletrólitos (pressão de vapor) os quais se obtém o gesso respectivamente para cada tipo de calcinação (FOLLNER et al., 2002; SANTOS, 1996).

O gesso α e β possuem diferenças na morfologia, propriedades mecânicas e aplicações. A morfologia do gesso β possui agregados finos e irregulares que são originados quando a água é retirada do dihidratado e em contrapartida, o gesso α consiste de grãos grosseiros apresentando cristais com formas bem definidas e

uniformes. O gesso α possui resistência a compressão entre 15 e 24 MPa, enquanto o gesso β possui resistência menor no intervalo de 1,5 e 2,0 MPa e ainda, para os dois tipos de gesso, a quantidade de água exigida no preparo da pasta é de 30% e 70%, respectivamente. Os dois tipos de gesso β e α possuem aplicações distintas descritas na literatura (EREMIN et al., 2016: OIVEIRA et al., 2012).

Para o gesso β as aplicações estão no campo da construção civil e pode ser classificado em gesso β de fundição e gesso β de revestimento. O gesso de fundição – É usado na fabricação de elementos pré-moldados, elementos decorativos, blocos divisórios e placas acartonadas ("acartonados"). O gesso para revestimento – É usado em argamassas para assentamento, cola de gesso, tanto para alvenaria de blocos, fixação de elementos decorativos e acartonados, quando usados em revestimento. Para o gesso alfa, as principais aplicações são: ortopédicas, nas imobilizações em geral; odontológicas, em restaurações e na moldagem de blocos e elementos ortodônticos; em moldes para peças cerâmicas; em moldes para jóias; na fabricação de argamassas para contrapisos autonivelantes (OIVEIRA et al., 2012).

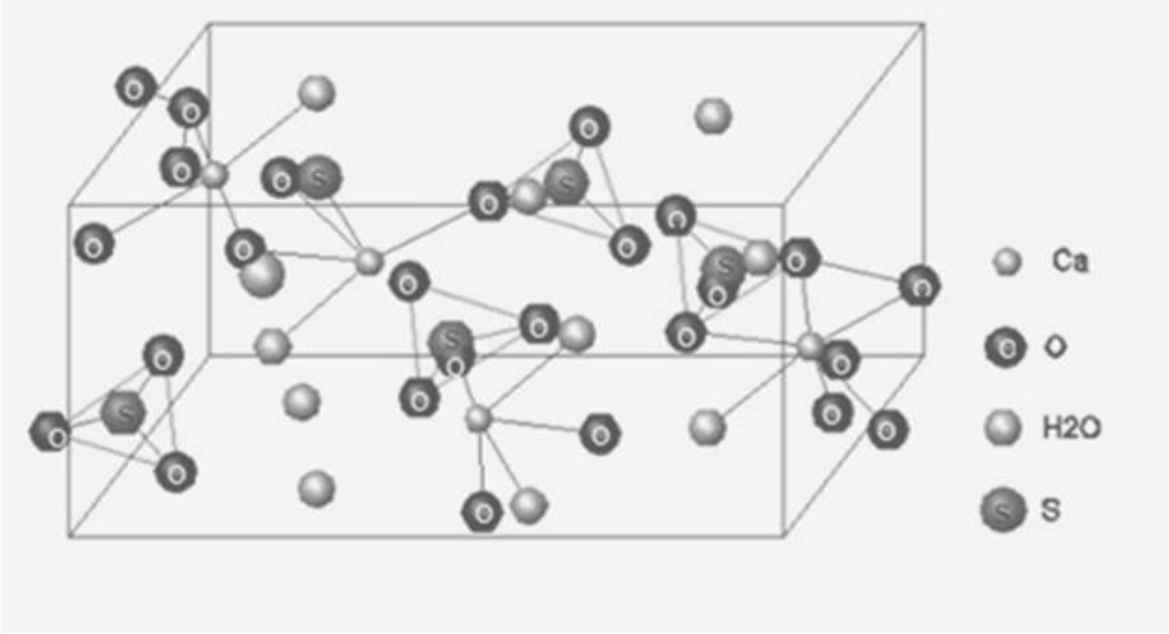
A exploração do gesso no Brasil apresenta-se em grande escala na região nordeste nos municípios de Araripina, Trindade, Ipubi, Bodocó, Exú e Ouricuri que são compreendidos como pólo gesseiro do Araripe. O pólo gesseiro apresenta ótimas condições de mineração (BALANÇO MINERAL BRASILEIRO, 2001; CANUT, 2006), alta concentração em sulfatos (cerca de 90% a 95%) e um baixo percentual de impurezas de origens terrígenas e anidritas que se pode considerar desprezíveis (BALTAR; BASTOS; LUZ, 2005).

Nas jazidas do Araripe, localizada no estado de Pernambuco, cinco variedades mineralógicas de gipsita são conhecidas, como: cocadinha, rapadura, Johnson, estrelinha, alabastro e selenita, além da anidrita sendo a variedade denominada cocadinha como a principal conhecida e utilizada na fabricação do gesso β. (BALTAR; BASTOS; LUZ, 2005). A qualidade do gipso é determinada pelo teor de gipsita presente na rocha (BARBOSA; FERRAZ; SANTOS, 2014).

3.2.1. Microestrutura e propriedades

A gipsita em seu estado natural apresenta uma microestrutura formada por cristais nucleados do sistema monoclínico, tendo célula unitária cúbica de face centrada (CFC) (Figura 2) e cristais que podem ser de três tipos diferentes: prismáticos, tubulares ou lenticulares. A estrutura da gipsita é constituída por grupos sulfatos que são atrelados entre si por íons de cálcio. As moléculas de água usadas para hidratação formam ligação de hidrogênio com os oxigênios dos grupos sulfatos, e cada cátion de cálcio são coordenados por duas moléculas de água e por seis oxigênios dos grupos sulfato, como pode ser visto na figura (KANNO, 2009; SILVA M., 2010).

Figura 2 - Célula cristalina do mineral gipsita.



Fonte: Adaptada (CANUT, 2006).

A microestrutura da pasta do gesso quando endurecida depende do tipo de gesso utilizado, resultando na variação do tamanho das partículas, concentração de impurezas, uso de aditivos, variação da área superficial e alta porosidade que é compreendida por um entrelaçamento de cristais pontiagudos ou na forma de placas (PINHEIRO, 2011).

As características posteriores ao tempo de pega estão relacionadas a natureza inicial do gesso (gesso α ou β) e do processo de obtenção que influi tanto nas suas propriedades microestruturais assim como a morfologia (REAL, 2009).

No Brasil, a NBR 12.128 (ABNT, 1994) normatiza a consistência da pasta de gesso em que o valor da consistência normal é compreendido pelo o valor da massa de água por massa de gesso, chamados também de razão água/gesso (a/g). A trabalhabilidade dessas pastas de gesso varia de acordo com dois fatores: os tempos de pega que podem ser adequados a finalidade de uso permitindo o manuseamento do material antes do início da pega, resultando em uma consistência que permite o material ser moldado e coeso. A água necessária para que isso ocorra depende também de uma distribuição do tamanho das partículas e de uma superfície específica (JOHN; CINCOTTO, 2007).

3.3. Compósitos

O desenvolvimento dos materiais compósitos consiste em associar dois ou mais tipos de materiais possibilitando obter uma otimização das melhores propriedades de cada material envolvido. São considerados materiais multifásicos que possui propriedades com proporções significativas dos constituintes de ambas as fases que o forma (CALLISTER JÚNIOR, 2002). Os compósitos mais simples consistem da união entre duas fases distintas, distribuídas no interior de uma fase contínua, denominada matriz que pode ser cerâmica, polimérica ou metálica, e envolve outra fase denominada dispersa que geralmente são fibras ou partículas que atuam como carga. A associação destas fases resulta na formação de um novo material com propriedades aprimoradas em alguns aspectos com relação às propriedades dos materiais precursores (ASKELAND, 1994; ZARBIN, 2007).

Para a combinação dos materiais e posterior formação dos compósitos Freitas e colaboradores (2009) afirmam que a escolha correta dos materiais constituintes é um dos fatores de grande relevância que contribui para uma boa adesão entre os componentes. Este evento tem importância fundamental nas propriedades finais dos materiais. O resultado das propriedades desses compósitos corresponde a propriedades de cada fase constituinte, como, geometria da fase

dispersa compreendida pelo tamanho, distribuição e orientação das partículas, e de cada fase do constituinte que deve ser compatível para que haja uma boa formação do material (NETO, 2006).

Existem também muitos compósitos que ocorrem naturalmente. Um exemplo deles é a madeira que é constituída de fibras de celulose e um material rígido conhecido como lignina. O osso é outro tipo de compósito que também é de ocorrência natural e possui em sua constituição o colágeno com dispersante e o mineral apatita como matriz (TURRER; MARTINS; FERREIRA, 2008; ROCHA, 2015).

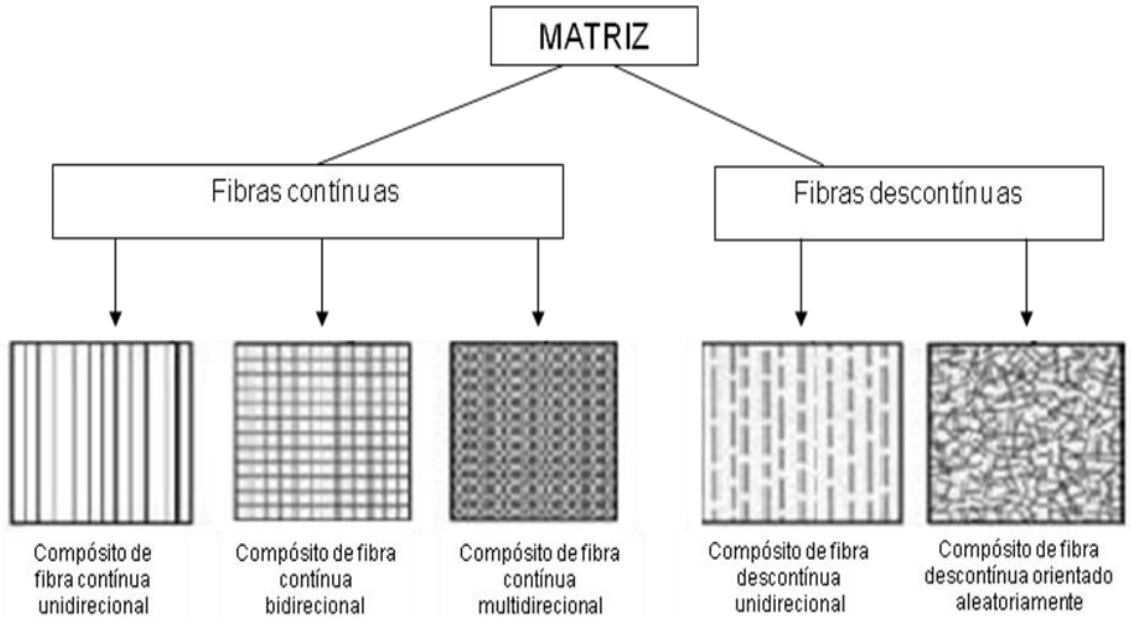
3.3.1. Compósitos reforçados com fibra

Os materiais compósitos de matriz cerâmica reforçados com fibras são desenvolvidos, via de regra, com a finalidade de aumentar a tenacidade à fratura dos materiais. A resistência mecânica desses materiais depende da natureza da interação entre a matriz e a fibra. Quando a interface é forte, as fibras tendem a propagar trincas durante a fratura da matriz, em contrapartida, a integridade das fibras na matriz do compósito é favorecida pela interface fraca (HABITZEL; GARCIA; HOTZA, 2011).

De acordo com Argawal, Broutman e Chandrashenkhara (2006) o desempenho mecânico desses materiais está relacionado ao fenômeno físico-químico de aderência entre a fibra e a matriz. Dessa forma, é importante que as tensões adesivas sejam grandes o suficiente para evitar falhas das fibras na matriz, visto que a resistência e a tenacidade dos compósitos são dependentes dessa ligação.

Quanto à disposição das fibras na matriz podemos dizer que: As fibras dispostas na matriz dos compósitos podem ser organizadas de forma contínua, que pode ser unidirecional, bidirecional e multidirecional. Enquanto que as fibras descontínuas são dispostas de forma unidirecional ou aleatória como observado na Figura 3 (CUNHA, 2012; PAULA, 2011).

Figura 3 - Principais tipos de compósitos reforçados com fibras.



Fonte: Adaptada de (PAULA, 2011)

Do ponto de vista tecnológico, os materiais compósitos em que a fase dispersa está na forma de fibra são considerados como os mais importantes. Estes materiais incluem com frequência, alta resistência e/ou rigidez, porém, alguns fatores como o comprimento, orientação e concentração das fibras podem influenciar suas propriedades (CRAWFORD, 1998; RAZERA; FROLLINI, 2004). Essas propriedades estão associadas ao uso de fibras sintéticas como a fibra de vidro, de nylon, de polipropileno de carbono e de aço, que são de grande utilização no mercado com foco em materiais compósitos de matrizes cimentícias, a base de gesso, concretos e argamassas que são compósitos que possuem propriedades desejáveis e já consolidadas na área da construção civil (BRANDÃO, 2015).

3.3.2. Compósitos e fibras vegetais

Estudos de compósitos reforçados com fibra vegetal tiveram início na Inglaterra desde 1970, enquanto que no Brasil, o Centro de Pesquisa e Desenvolvimento (CEPED) situado na cidade de Camaçari-BA desenvolveu uma pesquisa pioneira dez anos depois, em 1980, visando a utilização de fibras vegetais

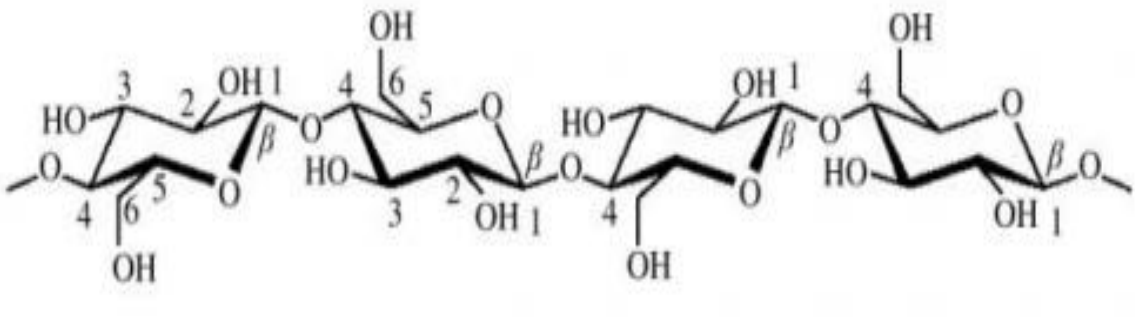
em materiais para fins construtivos (AGOPYAN et al., 1998; SAVASTANO JÚNIOR, 2000).

Como visto, as fibras utilizadas em materiais compósitos são classificadas como sintéticas ou naturais quando originadas de vegetais ou e minerais (PIÇANÇO, 2008).

As fibras vegetais são conhecidas também como fibras lignucelulósicas, compostas basicamente de celulose, hemicelulose e lignina. Estas podem ser derivadas de fibra de sementes (algodão), fibras de caules (juta, linho e cânhamo), fibras de folhas (bananeira, sisal, piaçava e carauá), fibra de frutos (côco) e fibras de raiz (SILVA et al, 2009).

A celulose é o componente principal formado por polissacarídeos, composto de carbono, oxigênio e hidrogênio, cuja fórmula química é ($C_6H_{10}O_5$) como mostra a Figura 4. A celobiose composta por duas unidades de anidro de glicose é a unidade repetitiva na estrutura da celulose. As ligações poliméricas presentes na fibra formam longas cadeias segmentadas de moléculas próximas entre si, dando origem a fortes ligações químicas secundárias intermoleculares que são responsáveis pela grande resistência dos materiais celulósicos (COUTTS, 1986; ROCHA, 2015; SYNNYTSYA et al., 2003).

Figura 4 - Molécula de celulose.



Fonte: (KLEMM et al., 2001)

A celulose é um polímero linear, com unidades de glicose, apresentando regiões cristalinas. O teor de celulose influencia diretamente na resistência à tração e no módulo de elasticidade. A hemicelulose é um polímero ramificado, composto

por vários polissacarídeos. Enquanto que a lignina é uma mistura amorfa e heterogênea de polímeros aromáticos condensados e monômeros fenilpropano, que tem influência sobre a durabilidade (KLEMM et al., 2005)

O uso cada vez maior destas fibras é justificado por vantagens apresentadas por serem abundantes, possuir baixa densidade, serem de baixo custo e biodegradáveis (BLEDZKI; GASSAN, 1999).

Entretanto, os fatores como composição, superfície, geometria e comprimento influem nas propriedades das fibras. As fibras podem apresentar variações em suas propriedades em relação as fibras sintéticas que pode ter interferência na qualidade do compósito (LI, MAI, YE, 2000).

E ainda Wang, Sain e Cooper, (2006) enfatizam que as fibras possuem uma propriedade desinteressante que é a higroscopicidade que está associada a composição química. Esta propriedade está relacionada a absorção de umidade pelas fibras presentes nos compósitos, isso confere ao material compósito uma redução nas propriedades mecânicas que por outro lado promove uma alteração em suas dimensões e a biodegradabilidade (PAULA, 2011).

Há uma busca crescente em pesquisas que façam uso de compósitos reforçados com fibras vegetais, este fato tem sido justificado pela busca em unir a necessidade de um material renovável, abundante e ecologicamente correto somando-se a melhorias na matriz do material (DEMIR et al, 2006; KAVELINE; ERMOLAEVA; KANDACHAR, 2006).

O uso de fibras vegetais em materiais compósitos têm levantado discussões com relação à preservação ambiental e em função de novos procedimentos e desenvolvimento no processamento tecnológico de novos materiais utilizados em várias áreas como a indústria têxtil, automobilística, construção civil, mobiliário, dentre outras; e esta discussão tem enfatizado a busca por melhores condições de sobrevivência e qualidade de vida para as futuras gerações fazendo-se o uso de materiais abundantes e disponíveis ao invés do uso de materiais sintéticos (LAMEIRA, 2009).

Não são comuns pesquisas que envolvam compósitos de gesso e fibra vegetal para finalidade de uso como biomaterial. No entanto, foram identificados trabalhos na literatura sobre biomateriais à base do material gesso isoladamente.

No trabalho realizado por Asadi-Eydivand e colaboradores (2016) desenvolveu *scaffolds* (andaimes de engenharia de tecido ósseo) a base de gesso pela técnica 3DP utilizada para impressão de protótipos. Nesse trabalho obtiveram *scaffolds* tratados termicamente que mostraram ser substancialmente viáveis, mesmo não apresentando melhora na força de compressão comparada ao osso natural.

Em outro trabalho realizado por Trevisan Júnior e colaboradores (2006) utilizou-se o gesso (sulfato de cálcio) em defeito ósseo periodontal. Esse trabalho relatou uma proposta de tratamento de defeitos ósseos periodontais, utilizando enxerto ósseo autógeno associado ao Sulfato de Cálcio, em que regeneração tecidual guiada foi observada utilizando o próprio sulfato de cálcio como membrana.

Há muitos trabalhos na literatura de compósitos com matriz de gesso e fibra vegetal na fase dispersa. Algo comum observado entre eles é que a maioria destas pesquisas abordaram materiais compósitos produzidos para finalidade na área da construção civil.

Nesse aspecto, Cunha e colaboradores (2013) produziram um compósito de gesso com fibra de coco na forma de sanduíche (gesso/fibra/gesso). Silva M. (2010) avaliou a matriz de gesso com adição de 1% e 5% de pó de coco como carga para análise mecânica com granulometrias de 0,210 mm e 0,149 mm e Brandão (2015) caracterizou e investigou o compósito de gesso com manta de sisal. Esses trabalhos apresentaram características desejáveis para aplicação na área da construção civil.

3.4. Biomateriais

Os biomateriais são definidos como aqueles materiais não vivos utilizados na área médica ou biomédica, voltados para a interação com o sistema biológico (WILLIAMS, 2009). A maioria desses materiais são alternativas efetivas para a substituição de tecidos, inclusive do tecido ósseo, pois não devem apresentar riscos de transmissão de doenças ou rejeição imunológica (MARCANTONIO; MARCANTONIO-JUNIOR, 2008; ORÉFICE; PEREIRA; MANSUR, 2006).

Os materiais utilizados para implantes devem obedecer alguns critérios de seleção e não devem causar reações indesejáveis ao corpo humano. Os fatores de maior relevância que devem ser estudados em detalhes, são: biocompatibilidade,

bioatividade e biorreabsorvibilidade e porosidade (MAIA et al., 2010; MORAIS; GUIMARÃES; ELIAS, 2007).

A biocompatibilidade é uma característica crucial na segurança do implante. Materiais biocompatíveis não induzem nenhuma resposta inflamatória aos tecidos ou órgãos vivos, e os produtos resultantes do processo de degradação do material implantado não deve produzir efeito nocivo ao organismo (MAIA et al., 2010). Os materiais bioativos possuem capacidade de induzir uma reação biológica como na formação óssea entre o tecido e o implante através de ligações químicas; e os materiais bioabsorvíveis são aqueles reabsorvíveis que, após um tempo variável em serviço, são degradados, solubilizados ou fagocitados pelo organismo (GOMES, 2010).

Os materiais cerâmicos porosos oferecem vantagens em implantes por terem a capacidade de permitir uma melhor interação entre o tecido e o material. O tecido cresce para dentro dos poros gerando um ganho mecânico devido a essa interpenetração (RODRIGUES, 2013). Um dos fatores de maior relevância do uso desse tipo de material em implantes aplicados em ortopedia é conferido pela boa adesão ao osso conhecida também como inserção de tecido-implante (SMITH; HASHEMI, 2013; HENCH, 1998).

3.4.1. Hidroxiapatita

Dentre os materiais cerâmicos, os principais no uso de implantes ortopédicos são a zircônia, Alumina, Biovidros, Hidroxiapatita e Fosfatos de Cálcio. Dentre esses materiais, a Hidroxiapatita se destaca por possuir maior versatilidade para uso em implantes devido a sua similaridade com o osso e sua característica de boa adesão com o tecido ósseo (CRUZ et al., 2014; RODRIGUES, 2013).

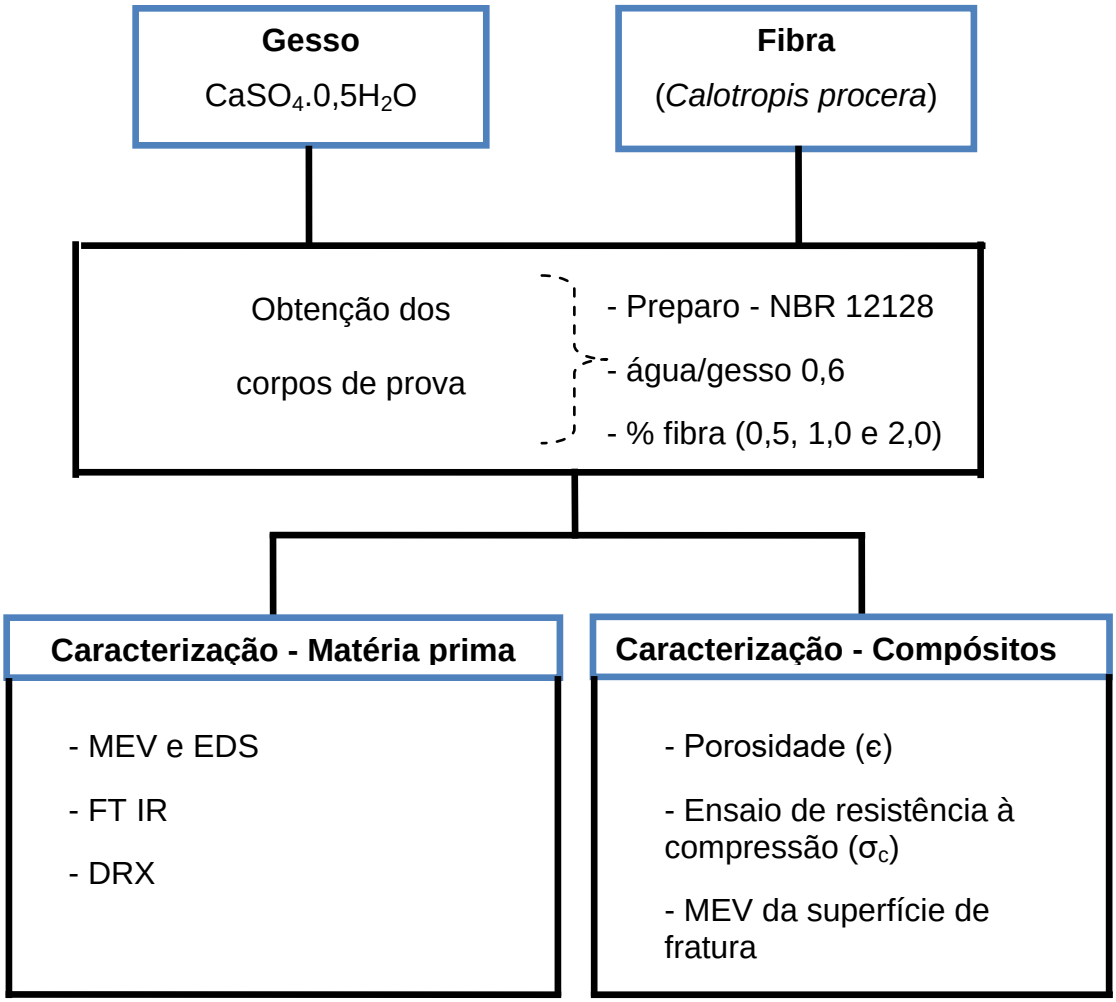
O termo apatita é utilizado para referir a uma família de compostos que apresentam similaridade em suas estruturas representadas pela fórmula química $M_{10}(XO_4)_6Y_2$. O M é o cátion bivalente (Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}, Cd^{2+}, Pb^{2+}) ou monovalente e trivalente, repectivamente (Na^+, K^+, e o Al^{3+}); o XO^4 pode ser substituído por grupos PO_4^{3-}, VO_4^{3-} ou AsO_4^{3-}; por fim, o Y é o ânion monovalente como o OH^-, F^-, Cl^-, Br^-, (SARTORI, 2015; VALENTE, 1999).

A hidroxiapatita é o constituinte mineral natural encontrado no osso representando de 30 a 70% da massa dos ossos e dentes. A sua forma sintética possui uma boa propriedades de biocompatibilidade e osteointegração (COSTA A. et al., 2009; LINDEN et al., 1996), com fórmula química $Ca_{10}(PO_4)_6$ $(OH)_2$, com uma razão cálcio/fósforo de 1,67 (PIRES; BIERHALZ; MORAES, 2015). Além da composição química semelhante à fase mineral óssea, fornecem respostas diferenciadas e satisfatórias, e ainda, sabe-se que esses materiais possibilitam o crescimento ósseo e facilitam a integração do implante (RIGO; GEHRKE; CARBONARI, 2007; SIQUEIRA, 2009).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Na Figura 5 estão representados os materiais (gesso e fibra de *Calotropis procera*) utilizados como matérias primas para a realização deste trabalho. A obtenção dos compósitos apresentados no decorrer do trabalho seguiu a NBR 12128, utilizando-se uma razão água/gesso de 0,6, variando os percentuais de fibra em 0,5%, 1,0% e 2,0% em massa/volume. As matérias primas foram caracterizadas por MEV, EDS, FTIR e DRX, e os compósitos foram avaliados quanto à porosidade do material, ensaio de resistência à compressão e MEV dos corpos de prova.

Figura 5 - Diagrama da metodologia utilizada.



4.1. Obtenção das matérias primas

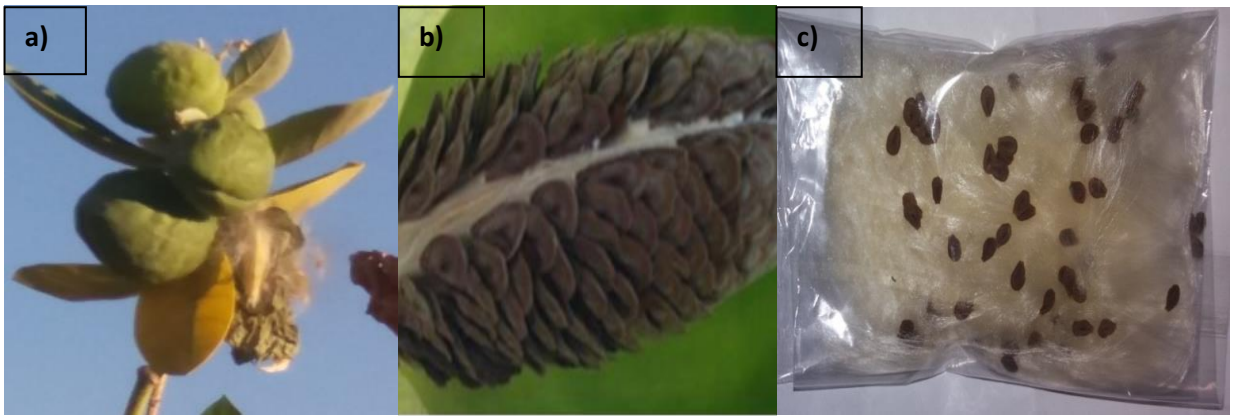
4.1.1. Fibra de *Calotropis procera*

A fibra de *Calotropis procera* utilizada neste trabalho foi coletada no Campus Sede da Universidade Federal do Vale do São Francisco, cujas coordenadas foram 9º39’0,400’’S 40º49’5,900’’W (fonte Google maps), no município de Petrolina, estado de Pernambuco.

4.1.2. Coleta da fibra de *Calotropis procera*

As fibras foram separadas manualmente e colhidas ainda no fruto da planta a qual apresentava uma estrutura de “sacos” frutos que normalmente são dispersas pelo vento no vencimento e abertura dos frutos, (Figura 6a). Para otimizar e não haver dispersão da fibra a coleta foi realizada antes da liberação quando ainda estavam dispostas de forma ordenada (Figura 6b). Após a colheita as tricomas foram colocadas para secar em temperatura ambiente (27 – 29 ºC), armazenadas em embalagem plásticas deixando-as aptas para caracterizações posteriores (Figura 6c).

Figura 6- a) Sacos frutos presentes na planta de *Calotropis procera*, b) Fibra de *Calotropis procera* em estágio de maturação de forma ordenada presa as sementes, c) Fibra de *Calotropis procera* separada das sementes pós-secagem.



Fonte: Autora

4.1.3. Gesso β ($CaSO_4.0,5H_2O$)

O pó de gesso utilizado neste trabalho foi fornecido pela Empresa parceira, Igesel LTDA localizada no município de Araripina no estado de Pernambuco.

4.1.4. Caracterização

Para as caracterizações da matéria prima utilizou-se as técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), Difração de Raios-X (DRX) e Infravermelho com Transformada de Fourrier (FTIR).

MEV e EDS

Para analisar a microestrutura e morfologia da fibra, do pó de gesso e em seu estado naturalalém do pó de gesso e dos compósitos, foram feitas imagens de MEV com o equipamento da marca VEGA TESCAN com aumentos de 200x, 399x, 400x, 998x, 1.000x, 2.000x, 3.000x e 4.00x, do Instituto de Pesquisa em Ciência dos Materiais da UNIVASF, campus Juazeiro-BA. Antes da varredura, as amostras foram metalizadas com ouro (Au) com um tempo de 300 segundos a 15 mA para impedir o acúmulo de contaminação na superfície dos corpos de prova analisados. Com o EDS acoplado ao MEV foi obtido espectro de microanálise por energia dispersiva para observação química qualitativa da composição da fibra e do pó de gesso.

DRX

Com o intuito de se conhecer as fases cristalinas das matérias primas utilizou o equipamento difratômetro da marca SHIMADZU modelo DRX-6000 do Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste - CETENE, Recife-Pernambuco, usando fonte de radiação de cobre com linha em Cu Kα, em 2θ, passo de 0,02º e tempo de 1s por

ponto. O índice de cristalinidade da fibra foi calculado pelo método de Segal e colaboradores (1959) Equação 1.

$$IC = \left(1 - \frac{I_{(am)}}{I_{(200)}}\right) \times 100 \quad (1)$$

Onde:

Ic é o índice de cristalinidade (%);

$I_{(am)}$ Área da curva referente a fase amorfa;

$I_{(200)}$ Soma das áreas do principal pico que representa a fase amorfa e cristalina;

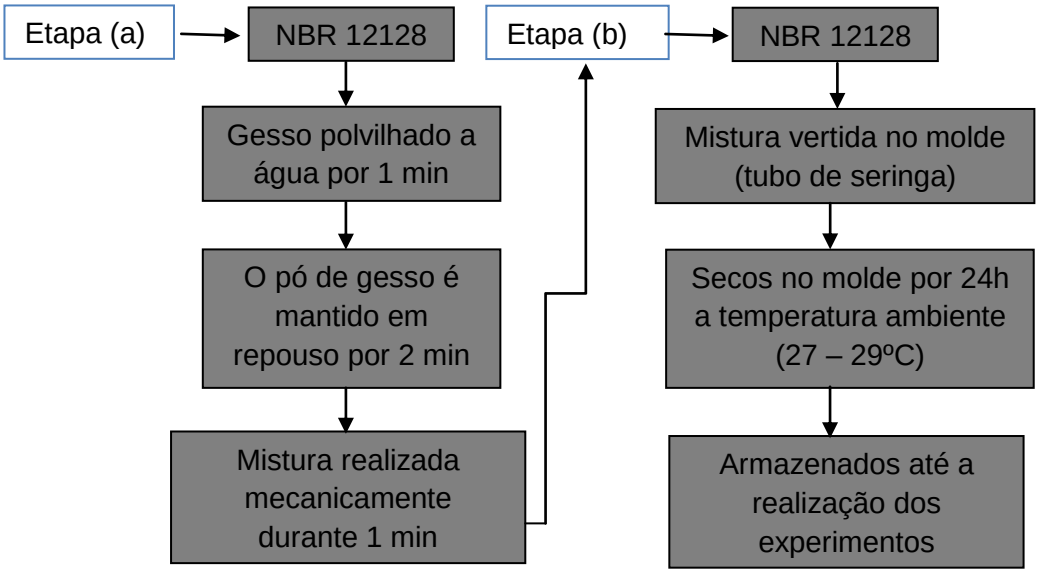
FTIR

A identificação dos grupos funcionais característicos das matérias primas foi possível por meio da técnica de FTIR. Para a realização das análises, as amostras foram misturadas mecanicamente com 0,3g de KBr e com auxílio de uma prensa foram formadas pastilhas as quais foram submetidas as análises pela técnica de transmitância na região de 4000 a 400 cm^{-1} e 8 scans para análises qualitativa dos grupos funcionais das matérias primas em estudo. O aparelho utilizado nas análises de infravermelho foi o Spectrum Two, modelo Spectrometer FT-IR da marca PerkinElmer do laboratório de instrumental do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Sertão Pernambucano, campus Industrial, Petrolina-PE.

4.2. Produção dos corpos de prova do gesso

O método de preparo dos corpos de prova ocorreu em duas etapas, conforme fluxograma (Figura 7):

Figura 7 – Etapas do método de obtenção dos corpos de prova do gesso.



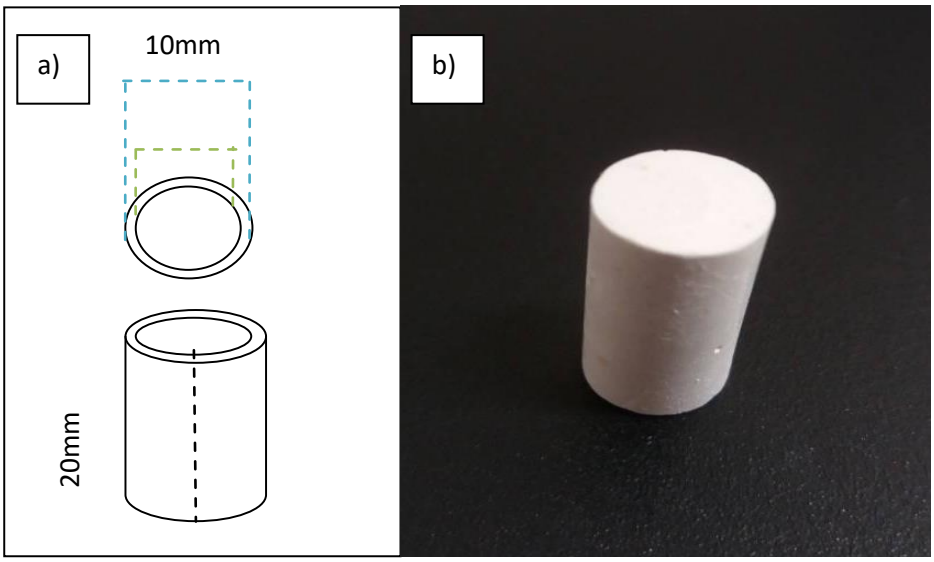
O pó de gesso β ($CaSO_4$. $0,5H_2O$) utilizado neste trabalho é um gesso de fundição utilizado na construção civil cedido pela Empresa Igesel LTDA localizada no município de Araripina-PE. Para o preparo das amostras foi utilizada a razão água/gesso de 0,6, e a pasta foi preparada a partir do pó de gesso como recomendado pela NBR 12128 em que o gesso é polvilhado sobre a água por um min. A suspensão do pó na água é mantida em repouso por dois min e a pasta é misturada durante um min.

Após a mistura ser homogeneizada a pasta foi vertida no molde cilíndrico a fim de obter os corpos de prova e colocados para secar em temperatura ambiente (27ºC – 29°C), por um período de 24h. Os corpos de prova foram retirados dos moldes e aparelhados com auxílio de uma lixadeira, modelo Politriz PLR-IV RISITEC do Laboratório de Metalografia da UNIVASF, campus Juazeiro-BA.

A Figura 8 - a) É uma representação do formato cilíndrico do molde com as respectivas dimensões e a Figura 8 - b) Apresenta o corpo de prova obtido. Os moldes utilizados para obter os corpos de prova deste trabalho foram confeccionados a partir de um tubo plástico de seringa de 3mL. As seringas tiveram as pontas retiradas e êmbolos descartados ficando apenas com o tubo onde posteriormente foi cortado para ajustar a altura do molde de acordo com o diâmetro.

A dimensão média dos moldes utilizada foram 20 mm de altura (h) e 10 mm de diâmetro (Ø).

Figura 8 - a) Desenho esquemático do molde cilíndrico para obter os corpos de prova, b) Corpo de prova produzido.



Depois dos corpos de prova serem devidamente aparelhados suas massas e medidas geométricas foram anotadas para o cálculo da porosidade, por meio da Equação (2) e posteriormente submetidos a ensaios de resistência à compressão (σ_c) para a caracterização mecânica do material.

$$\varepsilon(\%) = 1 - (\varphi g/\varphi s) \times 100 \qquad (2)$$

Onde:

ε - Porosidade;

φg – Densidade geométrica;

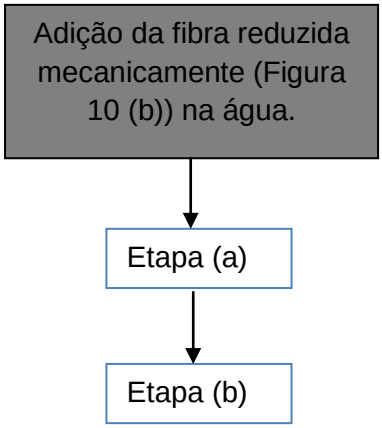
φg – Densidade específica do sólido;

4.2.1. Produção dos compósitos de gesso com fibra da *Calotropis procera*

A obtenção dos corpos de prova do compósito seguiu o mesmo procedimento experimental utilizado para a preparação dos corpos de prova do gesso puro, sendo

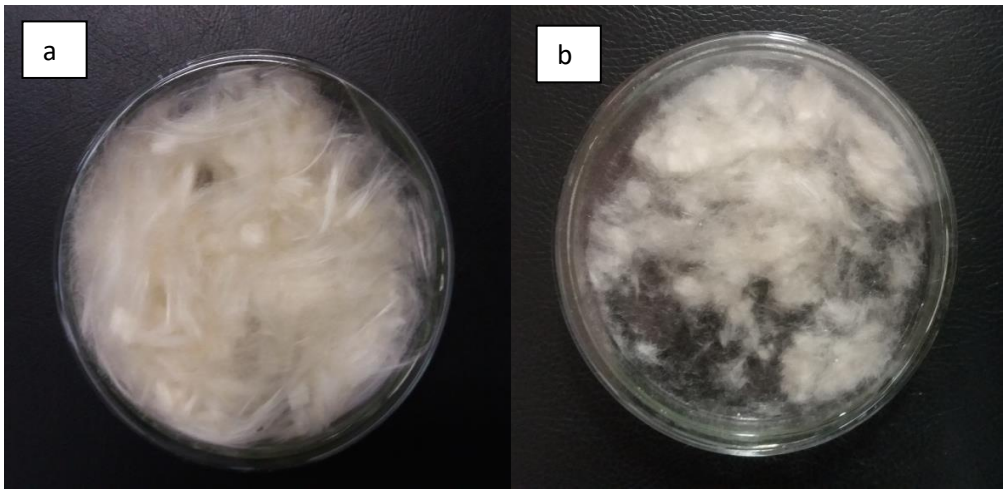
a única diferença a adição da fibra na água que antecedeu as etapas (a) e (b), conforme fluxograma da Figura 9.

Figura 9 – Método de obtenção dos compósitos.



Antes da adição da fibra ao gesso, a mesma foi reduzida mecanicamente por meio do corte com tesoura (Figura 10b) e sua preparação seguiu o mesmo procedimento para o corpo de prova (CP) de gesso puro onde houve a diferença, adição de 0,5, 1,0 e 2,0% (m/V) da fibra e misturadas durante um min e em seguida a massa de gesso foi vertida no molde para obtenção dos CP´s.

Figura 10 - a) Fibra intacta de *Calotropis procera,* b) fibra reduzida mecanicamente.



Fonte: Autora

Dez corpos de prova foram preparados de cada percentual de fibra descrito anteriormente. Para obter a porosidade dos compósitos foi necessário o cálculo da densidade que foi obtida pela Equação 3.

$$\varepsilon(\%) = 1 - \left(\frac{\varphi g \text{ do compósito}}{(\varphi t \text{ do gesso } x \text{ \% de gesso}) + (\varphi t \text{ da fibra } x \text{ \% de fibra})}\right) x\ 100 \quad (3)$$

Onde:

Ɛ – Porosidade;

φg – Densidade geométrica do compósito;

φt – Densidade teórica;

4.3. Ensaio de resistência à compressão dos blocos de gesso e compósitos

Para o ensaio de resistência à compressão os corpos de prova foram aparelhados em uma lixadeira nivelando as superfícies dos CP's permitindo assim o encaixe na máquina de ensaio.

Os ensaios foram realizados em uma máquina universal para ensaio mecânico (Emic-DL 10000) do laboratório de mecânica da UNIVASF (campus Juazeiro-BA). Foi utilizada uma célula de carga de 2.000 Kg a uma velocidade de deslocamento de 2 mm min^{-1}. Os ensaios foram realizados para os 10 (dez) corpos de prova de cada grupo a fazer: gesso puro e gesso com 0,5, 1,0 e 2,0% de fibra de *C.procera*.

Os valores em MPa obtidos no ensaio pode ser calculados pela equação (4).

$$\sigma_C = F_m/A_s \quad (4)$$

Onde:

σ_C - Resistência à compressão;

F_m - Força aplicada (N);

A_s - Área de seção transversal (mm^2);

Para avaliar a influência da adição de diferentes percentuais da fibra na resistência à compressão dos compósitos, os dados obtidos no experimento foram submetidos à análise estatística, sendo aplicado o Teste t ao nível de 5% de significância, utilizando o *software* Prisma Graph Pad versão 5.0.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

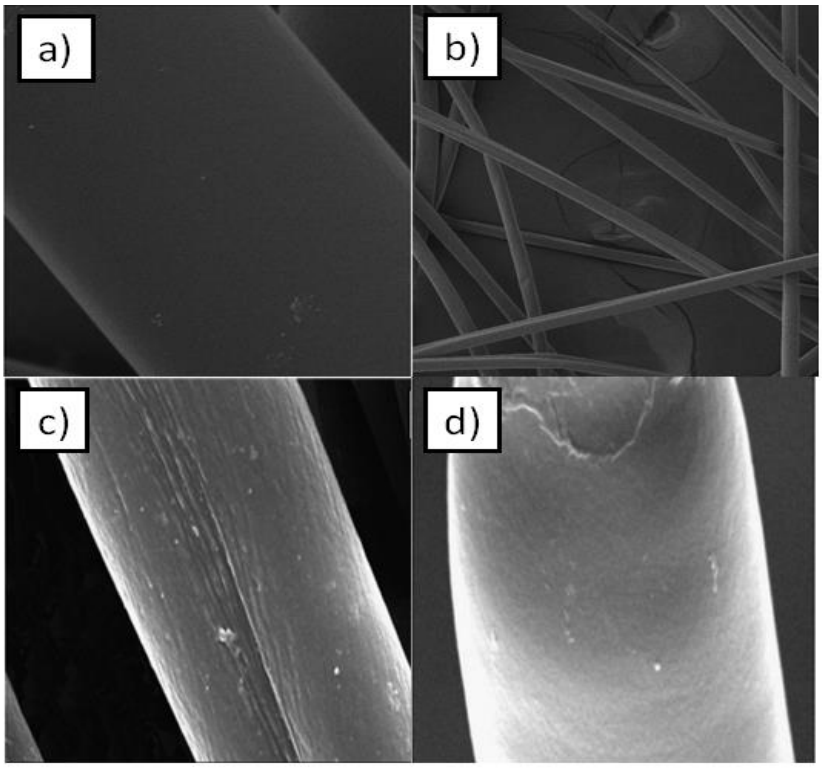
5.1. Caracterização das matérias primas

Para a caracterização das matérias primas (gesso e fibra de *Calotropis procera*) foram obtidas micrografias a partir do MEV, análise de EDS, espectros de infravermelho e difratogramas de raios-X.

5.1.1. Fibra de *Calotropis procera*

Os aspectos morfológicos da fibra da *Calotropis procera* visualizados por MEV demonstraram que a fibra possui uma superfície uniforme, homogênea e lisa, sua estrutura é tubular, oca sem porosidades ou rugosidades (Figura 11a e b), apresentando assim menor ponto de ataque para modificações químicas quando comparado a outras fibras, tais como, de algodão e kapok.

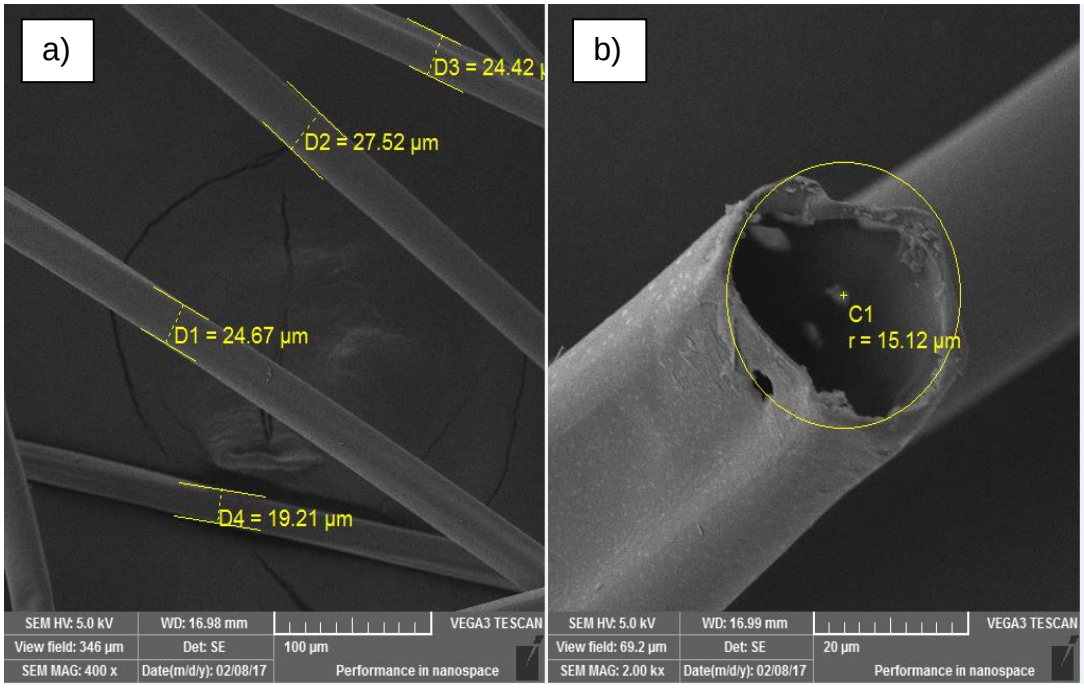
Figura 11 - a) Superfície da *Calotropis procera*, b) Fibra da *C. procera* de forma aleatória, c) fibra de algodão e d) fibra de Kapok.



Fonte: (XU; CAI, 2008; ABDULLAH; RAHMAH; MAN, 2010) para figuras (c) e (d).

Além disso, a fibra apresenta um comprimento muito maior que sua largura, o que, pela observação da micromicrografia (Figura 12 a), confere uma razão comprimento/diâmetro (L/D) dezenas de vezes maior. No entanto, esta medida não foi precisada pelo grande número de fibras amontoadas, e pelo enorme comprimento das fibras, que ultrapassam o campo de observação da imagem. Através da análise das imagens foi possível identificar o diâmetro externo e interno, e constatou-se diâmetro médio externo (Øm) de 23,95 ± 3,0 µm nas fibras e diâmetro interno médio de 15,12 µm (Figura 12 a e b). Foi evidenciada a presença de pontos esbranquiçados não definidos que podem referir-se a uma contaminação proveniente do porta amostra do equipamento, ou mesmo presente naturalmente na própria fibra.

Figura 12 - Micrografia eletrônica de varredura com a) os diâmetros e b) circunferência das fibras de *Calotopis procera*.



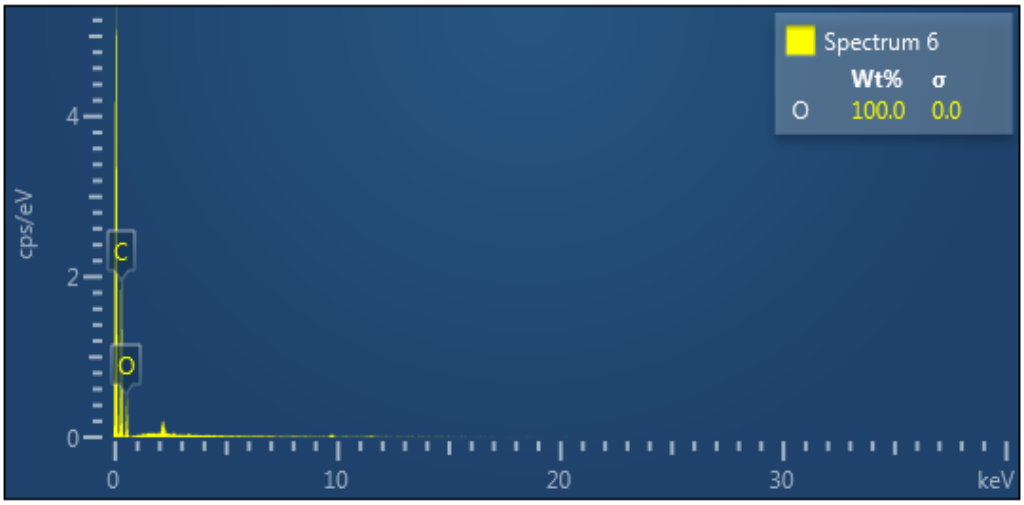
De acordo com Hindi (2013) o comprimento da fibra varia de 2 – 3,5 cm. Esse tipo de fibra apresenta como características a variabilidade em comprimento, sendo o diâmetro, em geral, pequeno.

A variação de comprimentos da fibra depende de sua disposição no fruto e apresenta característica de produção muito fina, longas comparada a outras fontes

de fibras naturais, como exemplo a fibra de algodão. Além disso, são ocas e associadas com sementes (CHEEMA et al., 2010). Embora a fibra se mostre em sua maioria uma superfície lisa, apresenta sulcos poucos profundos. Estes sulcos são associados a rugosidade presente na fibra que é uma característica favorável a interação da fibra com a matriz (KALLIA; KAITH; KAUR, 2009).

Dados obtidos por MEV combinados com espectros de EDS das fibras (Figura 13) apresentaram picos de carbono, oxigênio, que são elementos predominantes na composição química de uma fibra celulósica.

Figura 13 - Espectro obtido por microanálise de raios-X característicos por EDS dos elementos analisados.

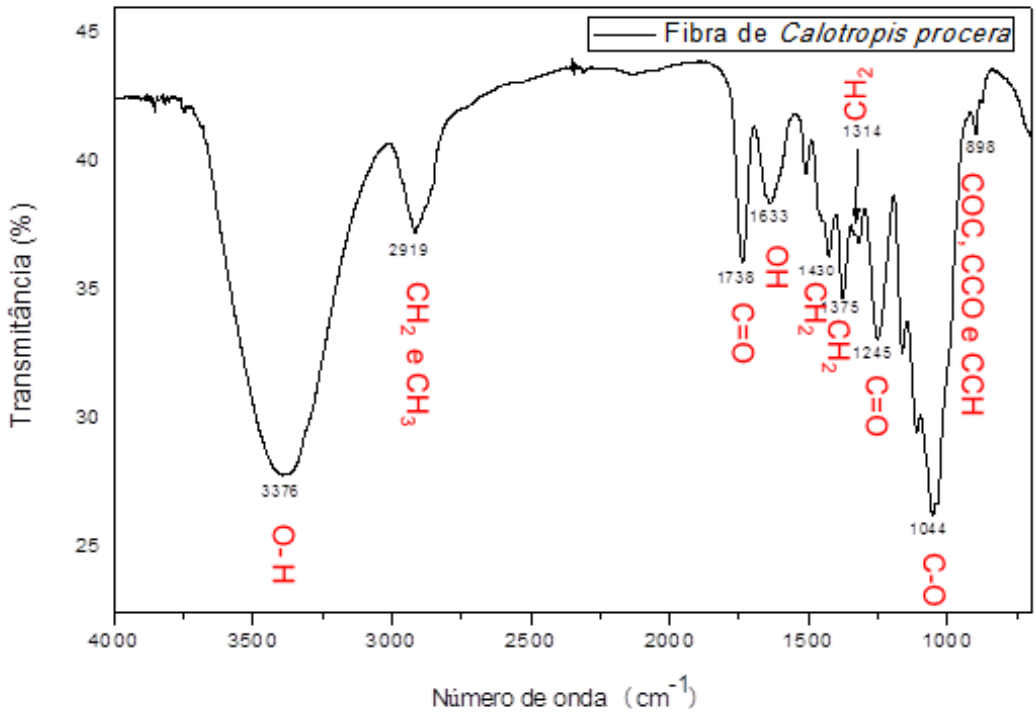


Estes elementos são previstos tendo em vista que quando Coelho (2015) ao trabalhar com a fibra de *Calotropis procera* e kapok, fibras de origem vegetal, (EDS) detectou a presença de carbono e oxigênio, que são elementos característicos de fibras lignocelulósicas, da mesma forma foi observada para a fibra em estudo.

A Figura 14 representa um espectro de FTIR característico da fibra de *Calotropis procera* com picos referentes aos grupos funcionais, modos de vibração e ligações. O comprimento de 3376 cm^{-1} é atribuído a um pico bem definido característico de ligações de hidroxila (-OH). Em 2919 cm^{-1} o pico é referente a $-CH_2^-$ e $-CH_3$ alifático indicando a presença de cera vegetal que geralmente consiste de n-alcanos, em menor porção de álcoois, ácidos gordos, aldeídos, cetonas e ésteres de n-alquil, em 1738 cm^{-1} a presença da ligação da carbonila (C=O) que está associada

aos aldeídos alifáticos, ésteres e cetonas. Em 1633 cm^{-1}, a presença da hidroxila (-OH) de forma livre no meio. No pico 1430 cm^{1} ocorre a flexão simétrica de $-CH_2^-$ e alongamento de ^-C-O e C=C característicos de lignina presente nas fibras vegetais. Em 1375 cm^{-1} ocorre a flexão de ^-CH, em 1314 cm^{-1} ocorre vibrações de $^-CH_2$, no pico 1245 cm^{-1} ocorre a ligação de C=O com estiramento, em 1044 cm^{-1} ligação simples C-O e em 896 cm^{-1} são apresentados as vibrações de deformação e alongamento COC, CCO e CCH.

Figura 14 - Espectro de FTIR da Fibra de *Calotropis procera*



O conjunto de picos similares foi observado no FTIR para as fibras de *Calotropis procera* e *Kapok* confirmando a composição da fibra, composta por celulose, lignina, ceras e gorduras a qual é responsável pela característica hidrofóbica. Os picos encontrados para a fibra em estudo estão de acordo com os trabalhos de Silva (2016) e Rengasamye, Das e Karan (2010).

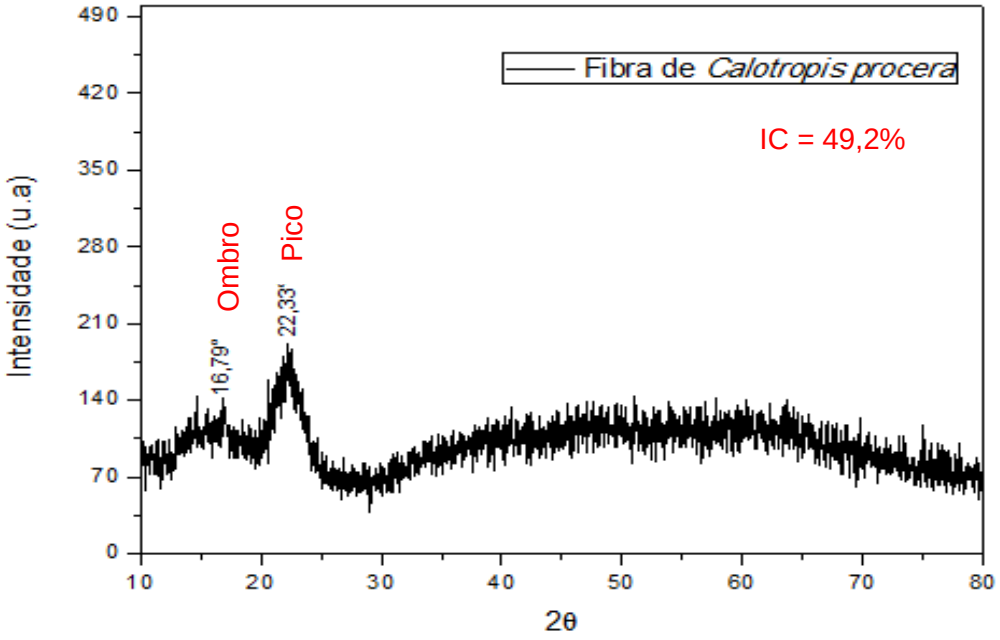
Mais adiante na Tabela 1 serão representadas bandas identificadas por FTIR para a fibra de *Calotropis procera* com suas respectivas atribuições.

Tabela 1. Frequências vibracionais para a fibra de *Calotropis procera.*

Experimental (cm^{-1})	(Coelho, 2015) (cm^{-1})	(Silva, 2016) (cm^{-1})	Atribuições
898	-	896	Deformação e alongamento COC, CCO e CCH
1044	1042,6	1034	Ligação C-O
1245	-	1240	Ligação C=O com estiramento
1314	-	1314	Vibrações CH_2
1375	-	1368	Flexão CH_2
1430	-	1424	Flexão simétrica CH_2
1633	-	1625	OH forma livre
1738	1742	1734	Ligação C=O
2919	2920,2	2908	CH_2 e CH_3 alifáticos
3376	3347,4	3340	Ligação OH

No difratograma de DRX da fibra de *Calotropis procera* visualizados na Figura 15 observa-se a presença de um ombro na região 2θ = 16,79º e um pico na região 2θ = 22,33º , ambos correspondem respectivamente as fases, amorfa e cristalina da fibra.

Figura 15 – Difratograma de Raios-X da fibra de *Calotropis procera.*



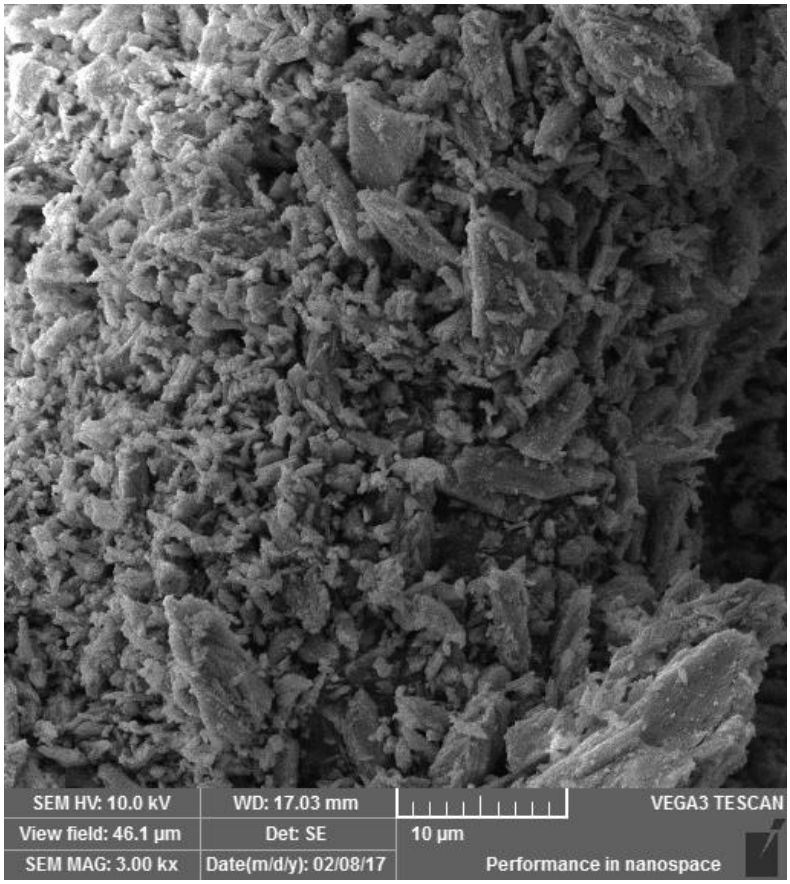
O pico de maior intensidade é referente a celulose presente na fibra que fase cristalina. No entanto, a fibra possui uma característica semicristalina apresentando um índice de cristalinidade (IC) de 49,4% obtido pela equação de Segal (1959) (Equação 1).

O valor do IC calculado para a fibra deste trabalho está entre os valores do IC encontrados na literatura (62,0%, 46,2 e 37,5%) (HINDI, 2013; SILVA, 2016; SILVA et al., 2016). E pode variar dependendo de onde se considera a área para o cálculo.

5.1.2. Caracterização do gesso β hemidratado e dihidratado

Na micrografia (Figura 16) pode-se observar uma morfologia com característica lamelar para os cristais de gesso, disposta de forma aleatória e irregular.

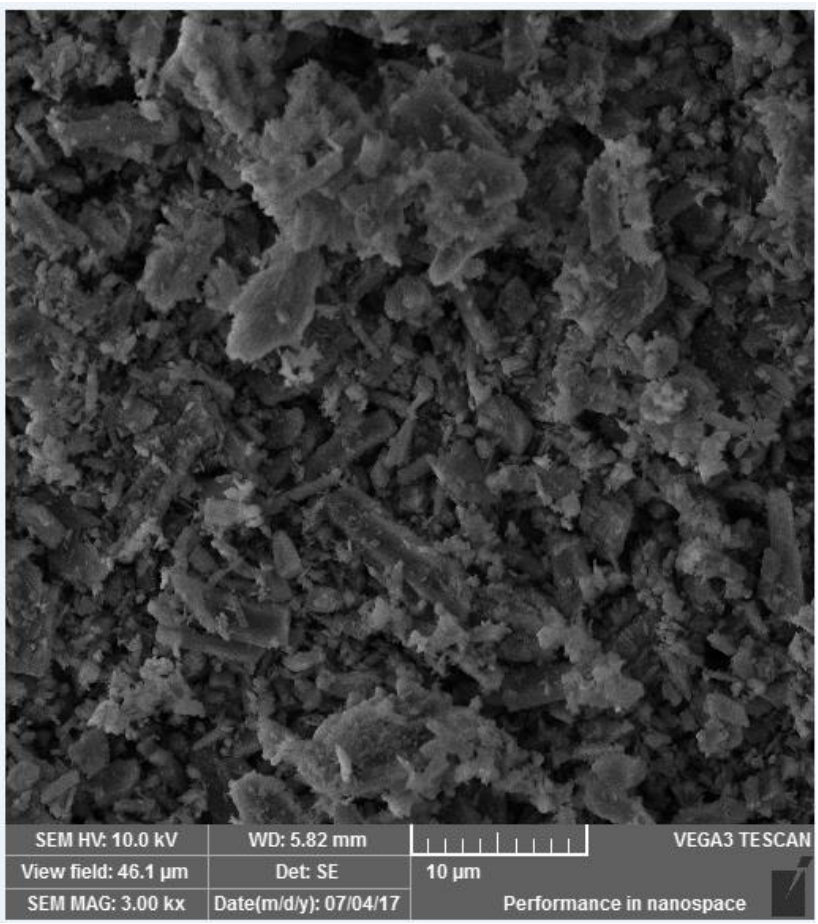
Figura 16 - Microestrutura do pó de gesso β hemidratado ($CaSO_4.0,5H_2O$).



A morfologia obtida por MEV para o pó de gesso correspondeu àquela descrita na literatura, uma vez que estas características encontradas foram também evidenciadas por Barbosa, Ferraz e Santos (2014).

A microestrutura do gesso β dihidratado (Figura 17) apresenta cristais maiores em relação ao gesso hemidratado, com formas e tamanhos variados, aglomerados e alguns cristais na forma de agulhas prismáticas.

Figura 17 - Gesso β dihidratado ($CaSO_4.2H_2O$).

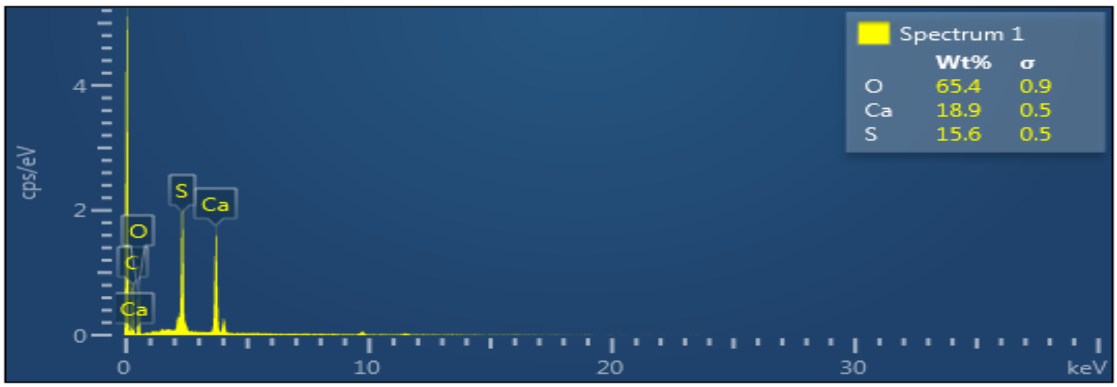


Na MEV observou-se que o gesso dihidratado apresentou uma morfologia atípica para os cristais em relação aos trabalhos encontrados na literatura. Não foram visualizadas micrografias de cristais na forma predominante de agulhas prismáticas, forma esta que é comumente encontrada em outros trabalhos (ISHIKAWA, 2010; OCHOA et al., 2017; SILVA, 2010). Foi observada também uma porosidade nas amostras que é resultante da água utilizada no processo de hidratação do gesso β hemidratado (pó de gesso). A água restante que não reage

com o pó, ocupa um volume entre os cristais e após o endurecimento do gesso, a água evaporada deixa espaços vazios no material, como da mesma forma foi observada por Kanno (2009).

A Figura 18 apresenta a análise semiquantitativa por EDS apresentando os elementos com seus respectivos percentuais em massa para o oxigênio (O), cálcio (Ca) e enxofre (S) do gesso hemidratado que são os constituintes da estrutura química do material.

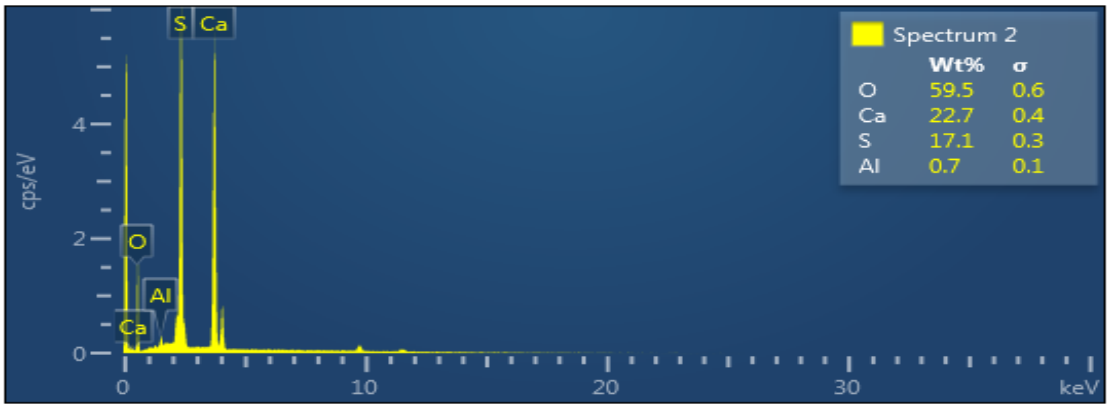
Figura 18 - Espectro de EDS do pó de gesso ($CaSO_4.0,5H_2O$).



A análise do espectro de EDS do pó de gesso permitiu confirmar a pureza da matéria prima com a presença somente dos picos correspondente aos elementos O, Ca e S presentes na composição do material.

Com relação a análise EDS para o gesso dihidratado (Figura 19), os mesmos elementos (O, Ca e S) foram identificados. Um pico de Al (Alumínio) identificado foi proveniente do porta amostra utilizado durante as análises, cuja composição é o alumínio.

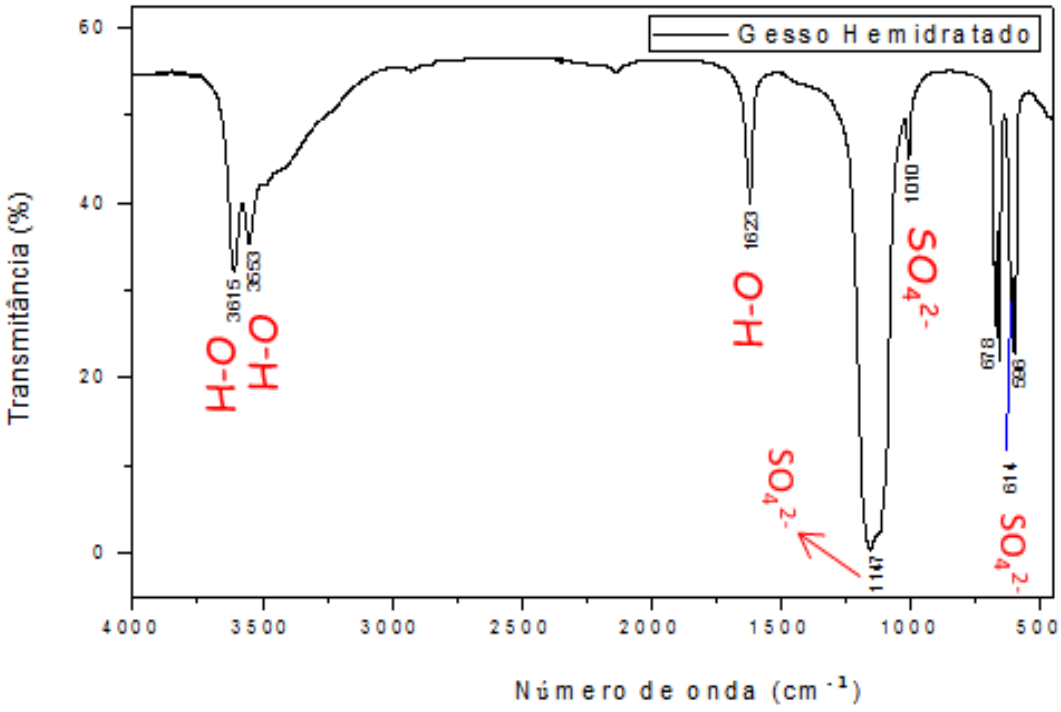
Figura 19 - Espectro de EDS do gesso dihidratado ($CaSO_4.2H_2O$).



Os mesmos elementos (Ca, O, S) são identificados no espectro de EDS tanto para o gesso hemidratado quanto para o gesso dihidratado, porque o material de origem é o mesmo, sendo a única diferença, a presença de água usada para hidratação na obtenção dos corpos de prova de gesso dihidratado. Estes dados estão de acordo com os de Barbosa; Ferraz; Santos (2014) e Costa (2013).

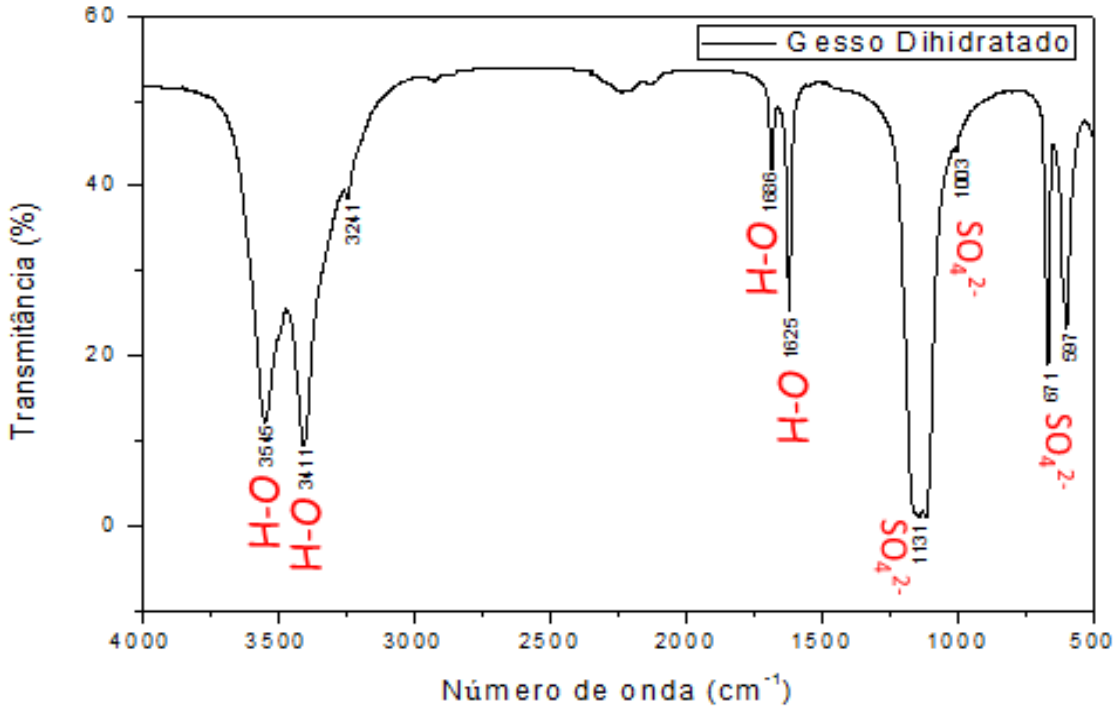
A Figura 20 mostra o espectro de FTIR do gesso β hemidratado. As bandas de absorção identificadas na região dos comprimentos de onda conforme a Tabela 1 são, 3615 - 3553 cm^{-1} (bandas de estiramento) que estão associadas ao grupo O-H das moléculas de água e a banda de absorção de 1623 cm^{-1} é referente a molécula de água ligada ao sulfato por ligação de hidrogênio sendo a única curva de flexão no gesso hemidrato, enquanto que as bandas identificadas na região de 1147, 1010 cm^{-1}, são atribuídas a vibrações dos grupos sulfatos e as bandas na região de 678, 614 cm^{-1} são correspondentes aos grupos sulfatos e 596 cm^{-1} é atribuída a vibrações dos grupos sulfatos.

Figura 20 - Espectro de FTIR do gesso hemidratado.



Para o gesso β dihidratado (Figura 21) as bandas de absorção dos grupos O-H são: 3545 - 3241 cm^{-1} (estiramento vibracional) e as bandas 1686 e 1625 cm^{-1} (vibração por flexão) correspondem respectivamente à banda de água livre mais fraca ligada ao cálcio e a banda de água fortemente mantida ligada ao grupo sulfato, diferente do gesso hemidratado que possui apenas ligações de água fortemente ligadas. Já as bandas de absorção para os grupos sulfatos (SO_4^{2-}) foram: 1131, 1003 e 671 cm^{-1} (bandas de estiramento).

Figura 21 - Espectro de FTIR do gesso dihidratado.



Através das análises observou-se que, os espectros do gesso hemidratado e dihidratado diferem basicamente pela presença da banda de água acrescentada para a hidratação do gesso, essa banda pode ser identificada na região de 1686 cm^{-1}, sendo a mesma característica apenas do gesso dihidratado. As bandas de absorção são semelhantes, pois, a composição do material inicial é a mesma.

Os valores experimentais apresentados são semelhantes aos encontrados na literatura (MANDAL, 2002; SOARES, 2005). Esses autores mostraram em seus trabalhos o aparecimento das bandas correspondentes aos grupamentos observados neste trabalho.

A caracterização por FTIR permitiu através das vibrações apresentadas no espectro a identificação dos grupos funcionais (hidroxilas e sulfatos) confirmando a composição da amostra de gesso. Os valores das bandas de absorção encontradas no espectro de FTIR para o gesso β hemidratado e gesso β dihidratado empregado neste trabalho podem ser vistas na Tabela 2 a seguir.

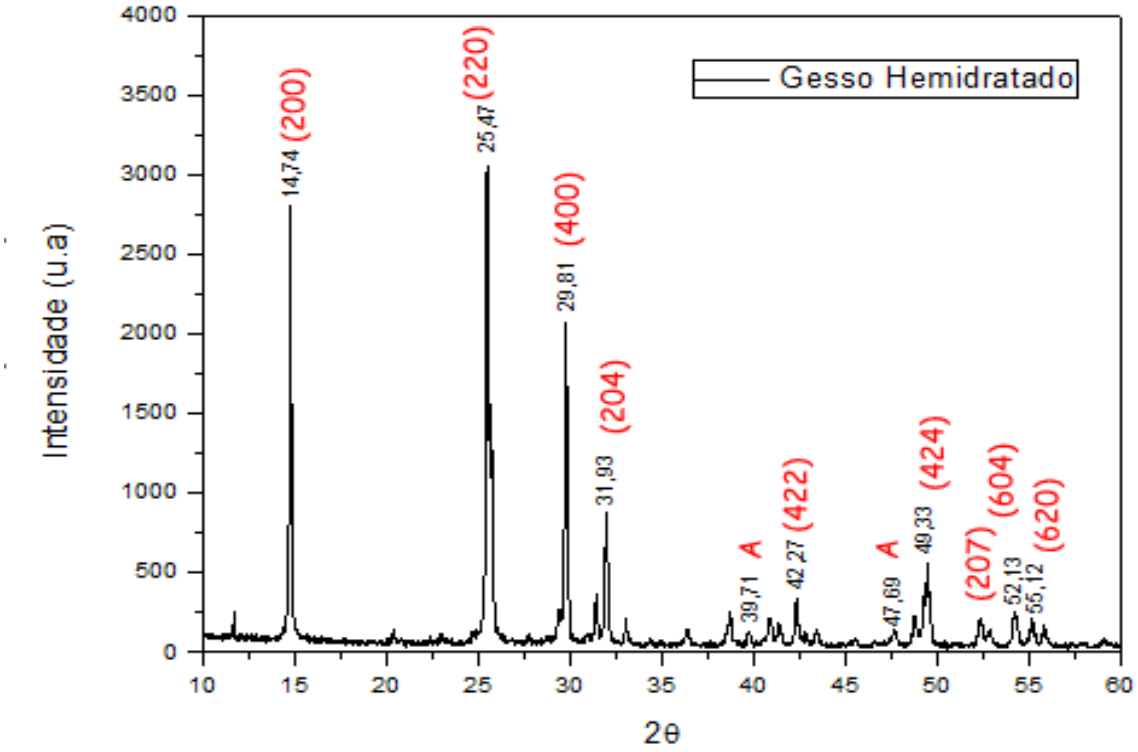
Tabela 2 - Frequências vibracionais na região do infravermelho para o gesso (β) hemihidratado (cm^{-1}) e dihidratado (cm^{-1}).

Experimental (cm^{-1})		Literatura (cm^{-1}) (Barbosa, 2012; Soares, 2005)		
Gesso (β) hemidratado	Gesso (β) dihidratado	Gesso (β) hemidratado	Gesso (β) dihidratado	Atribuições
-	-	488	416	$V_{2,}$ SO_4^{2-}
-	597	-	582	V_T(O-H)
596	-	630	625	$V_{4,}$ SO_4^{2-}
678	671	672	672	
1010	1003	1017	1010	$V_{1,}$ SO_4^{2-}
-	1131	1080	1120	$V_{3,}$ SO_4^{2-}
-	-	1110	-	
1147	-	1124	-	$V_{1,}$ SO_4^{2-}
1623	1625	1620	1620	δ (O-H)
-	1686	-	1680	
-	3241	-	3245	v(O-H)
-	3411	-	3405	
-	3545	-	3491	
3553	-	3550	-	
3615	-	3600	-	

A partir do difratograma de raio-X para o pó de gesso apresentado na Figura 22 é possível identificar as fases cristalinas características do gesso hemihidratado com picos de maior e menor intensidade bem definidos. Os picos de maior intensidade são encontrados em 2θ = 14,74°; 25,47° e 29,81° correspondentes aos seus respectivos planos (200), (220) e (400). Picos de menor intensidade foram

observados em 2θ = 31,93°; 42,27°; 49,33°; 52,13°; 54,09° e 55,12°, estes são associados aos respectivos planos (204), (422), (424), (207), (604) e (620). Os planos apresentados para os respectivos picos também foram identificados por Silva (2010).

Figura 22 - Difratograma do gesso hemidratado.



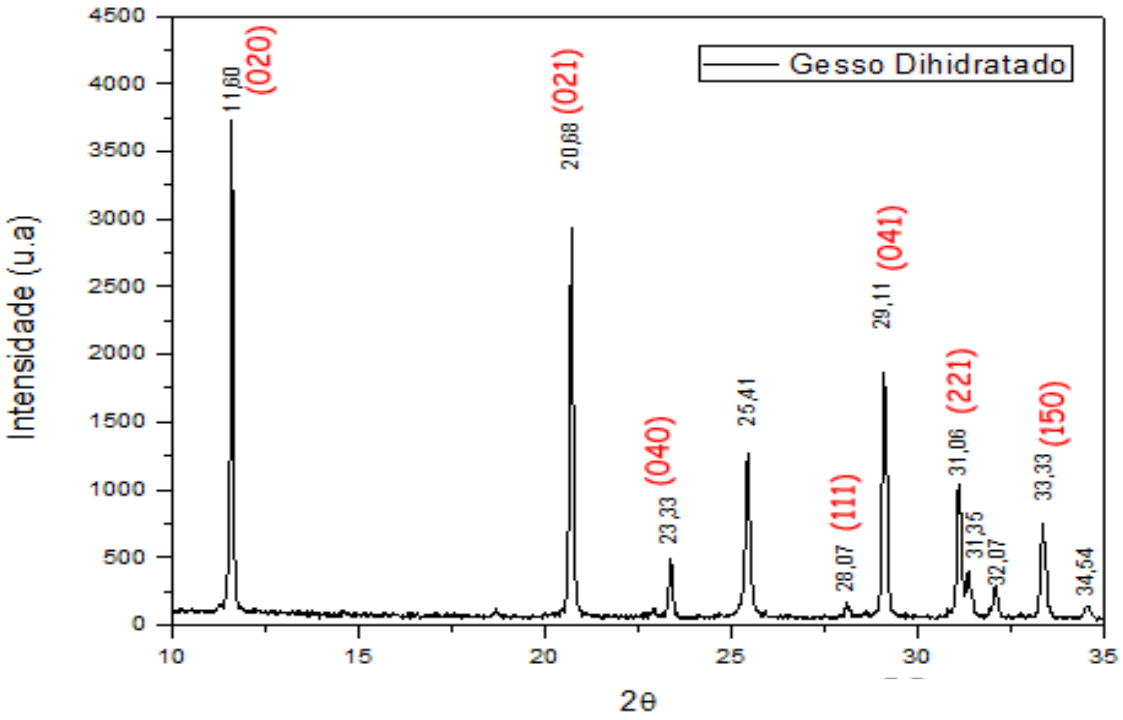
Neste difratograma foi possível identificar as fases cristalinas características de um único mineral e com picos identificados conforme outros trabalhos da literatura (BARBOSA; FERRAZ; SANTOS, 2014; PINHEIRO; 2011).

Os picos de mínima intensidade em 2θ = 39,71° e 47,69° correspondem a Anidrita III que consiste em uma fase encontrada no mineral de origem, a gipsita. A presença desta fase está associada a uma instabilidade a qual possui característica de se transformar rapidamente em hemihidrato, devido a seu caráter hidrofílico (BARBOSA, 2012).

Na Figura 23, pode ser observado o difratograma de raio-X para o gesso dihidratado com seus respectivos picos e planos cristalinos apresentados de acordo com os dados de outros trabalhos (BARBOSA, 2012; COSTA, 2013). Os picos de maior intensidade apresentados em 2θ foram: 11,60º, 20,68º e 29,11º

correspondente aos planos (200), (221) e (041). Em contrapartida os planos de menor intensidade são referentes a transição do sulfato de cálcio no seu estado hemidratado para o dihidratado identificados em 2θ = 23,33º, 28,07º, 31,06º e 33,33º estes picos estão associados aos planos (040), (111), (221), respectivamente.

Figura 23 - Difratograma de DRX do gesso dihidratado.



O difratograma apresentado corrobora com o mesmo encontrado por Trovão (2012) confirmando assim a presença de picos predominantes para o gesso dihidratado.

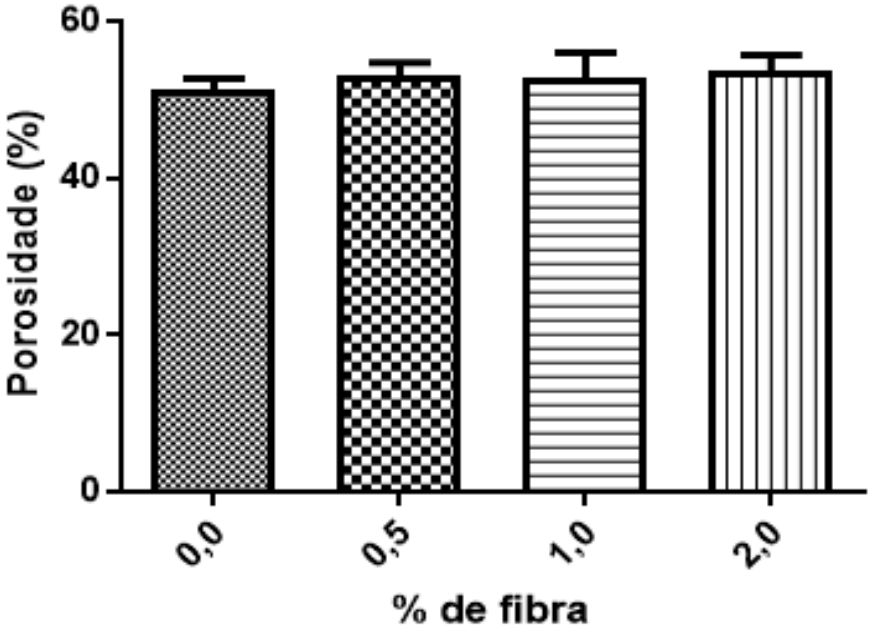
5.2. Caracterização dos compósitos de gesso fibra de *Calotropis procera*

5.2.1. Porosidade

A Figura 24 apresenta a porosidade dos corpos de prova de gesso puro e do compósito considerando o percentual de fibra inserida na matriz de gesso. Os valores experimentais obtidos e descritos para a porosidade das amostras foram:

(51,31 ± 1,38%) para o gesso puro, (53,04 ± 1,63%) para o compósito com 0,5%, (52,70 ± 3,24%) do compósito com 1,0% de fibra.

Figura 24 - Gráfico de porosidade das amostras.



De acordo com os dados apresentados observou-se que não há diferença significativa de porosidade para os diferentes percentuais de fibra adicionada a matriz de gesso. Apesar deste fato, há uma tendência a um aumento da porosidade com o aumento do percentual de fibra no compósito ou se faz necessário mais repetições de experimentos para se observar este evento com maior segurança.

Tendo em vista que a fibra possui uma estrutura interna oca, a água utilizada durante o processo de hidratação do gesso ocupa esse interior. Porém, nem toda a água contida no interior da fibra interage com a fibra, sendo expelida do interior pelo crescimento dos cristais durante o tempo de secagem, quando ocorre a evaporação da água da matriz de gesso, resultando em espaços vazios denominados como poros.

O racional é que quanto mais fibra mais este fenômeno ocorre demonstrando maior porosidade. Há uma dificuldade de dispersão da fibra na matriz de gesso durante a preparação do compósito o que não permitiu o uso de percentuais maiores da fibra de *Calotropis procera* para formação de mais grupos de compósitos.

Este fato corrobora com Magalhães (2009) que a água utilizada no processo de amassamento do compósito induz o fluxo de água em direção às fibras, observado no nosso material. A quantidade de água aprisionada pelas fibras influencia na maleabilidade da fibra na matriz de gesso pelo fenômeno de aprisionamento e evaporação de água que ocorrem simultaneamente, acarretando em microfissuras devido às variações dimensionais ocasionadas pela perda de água da matriz para as fibras durante a mistura do compósito.

5.2.2. Ensaio de resistência à compressão

A Tabela 3 a seguir mostra os valores médios correspondentes aos ensaios de resistência à compressão do gesso puro e dos compósitos com, 0,5%, 1,0% e 2,0% de fibra de *Calotropis procera* incorporada na matriz de gesso.

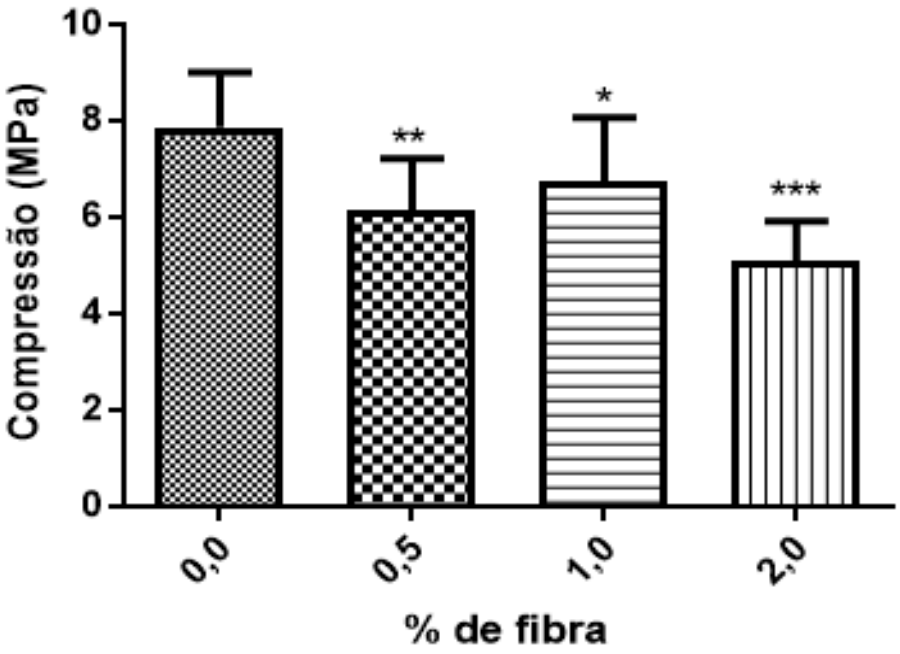
Tabela 3 - Ensaio de tensão de compressão obtido para o gesso e compósitos.

Amostra	Ensaio de compressão (σc) (MPa)
Gesso puro	7,86 ± 1,14
Gesso + 0,5% fibra	6,15 ± 1,05
Gesso + 1,0% fibra	6,74 ± 1,32
Gesso + 2,0% fibra	5,10 ± 0,80

No ensaio de resistência à compressão o corpo de prova é deformado com o uso de uma prensa sob a ação de cargas externas em que o ponto de ruptura é expressa em MPa. Como consequência da compressão há um alargamento de seção transversal com fraturas e trincas macroscópicas que ocorrem na superfície do material que está sendo testado.

A Figura 25 expressa os resultados obtidos no ensaio de resistência de compressão e o nível de significância dos compósitos em relação ao percentual de fibra inserida na matriz de gesso.

Figura 25 - Tensão de compressão x percentual em fibra de *Calotropis procera*.



*(p = 0,0462); **(p = 0,0030); ***(p <0,0001).

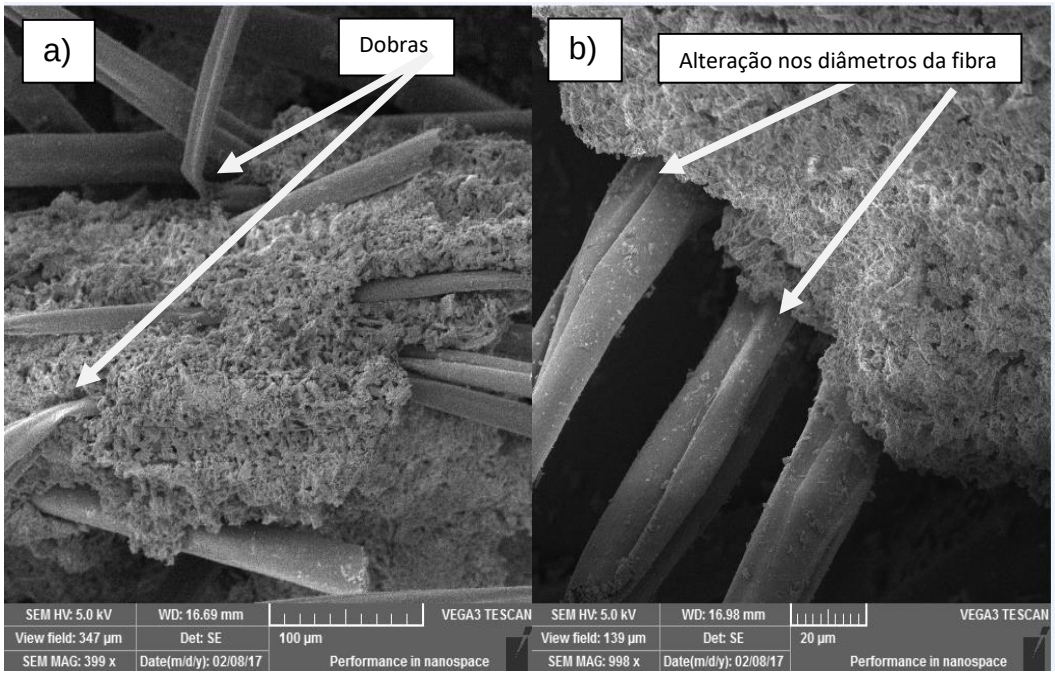
Foi verificado que todos os valores de tensão de compressão para os compósitos apresentaram diferenças significativas entre si. De maneira geral, os compósitos apresentaram menor resistência à compressão em relação ao gesso puro. Dentre os compósitos produzidos, não houve diferença na resistência entre os grupos com 0,5 e 1,0% de fibra, no entanto há evidente diminuição quando se compara aos corpos de prova com 2% de fibra de *Calotropis procera*. O compósito com 2,0 % de fibra apresentou a menor tensão de compressão como era esperado.

Esse resultado corrobora com Oliveira e colaboradores (2012) em que o aumento dos percentuais de adição da fibra ocasionou a redução da resistência à compressão dos compósitos. Como foi mantida constante a razão água/gesso neste experimento, verificou-se que esta redução ocorre à medida que se aumenta a concentração da fibra vegetal. Com o aumento no teor de fibra adicionado a matriz de gesso, aumentam os defeitos na matriz, ocasionados pela fraca interação entre as fases do compósito, (fibra/gesso) consequentemente, gerando a evidência mostrada.

5.2.3. MEV da superfície de fratura

Na Figura 26 estão representadas as micrografias das superfícies de fraturas dos corpos de prova produzidos neste estudo. A partir dessas fraturas é possível observar a dispersão das fibras no compósito. Foi observado que o corpo de prova apresentado é classificado como um compósito de fibra descontínua orientada aleatoriamente conforme descrito por Paula (2011).

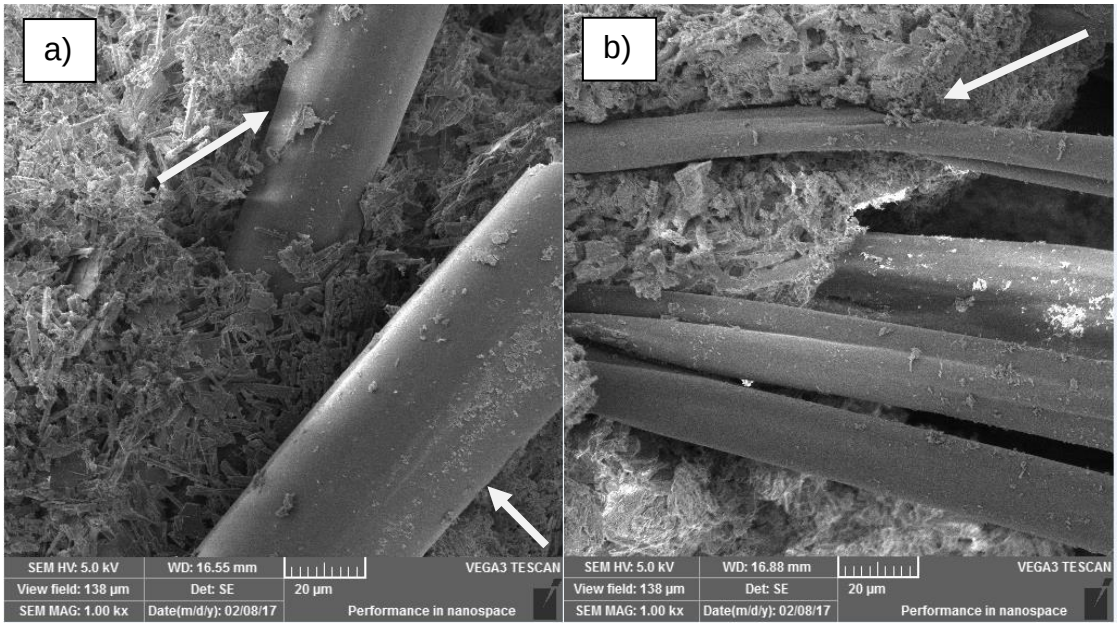
Figura 26 - Micrografias de uma região fraturada do compósito.



São observadas alterações na morfologia da fibra em relação a seu diâmetro. Este resultado tem embasamento nas medidas de diâmetro realizadas para dez corpos de prova distintos. A alteração nos diâmetros é atribuída a água usada na hidratação absorvida pelas fibras dos compósitos que no momento de secagem é evaporada e a fibra sofre uma redução na sua superfície interna causando esse efeito de compactação (Figura 26 b). Foram observadas dobras e não fraturas na fibra. Esta característica ressalta a maleabilidade da fibra na matriz de gesso e gera mais um indício de baixa interação da fase dispersa/matriz quando a fibra não fratura junto com o gesso submetido ao regime de cargas.

Nas micrografias (Figura 27 a e b) estão representadas as interfaces do compósito onde é possível observar a integridade da fibra na matriz de gesso decorrente da fraca interação da fibra com a matriz.

Figura 27 - Micrografia das interfaces do compósito.



Não foi evidenciada nenhuma fratura da fibra após o ensaio mecânico, o que indica que não houve transferência de esforços da matriz para a fibra, isso são indícios de que a fibra possui uma adesão relativamente fraca a matriz de gesso o que se confirma pelo o ensaio de resistência a compressão. Essa fraca adesão pode estar associada a composição e a característica da fibra que possui uma superfície lisa e uniforme não propícia a interação. Corroborando com os nossos resultados, Paula (2011), discute que o comportamento mecânico final de um material compósito depende também do grau de adesão entre a fase dispersa (fibra) e a matriz. Ou seja, quanto maior a interação e, por conseguinte a adesão matriz e fase dispersa, maior a resistência a compressão deste compósito.

6. CONCLUSÃO E PERSPECTIVAS

6.1. Conclusão

Com base nesses resultados, a fibra da *Calotropis procera* composta por monossacarídeos apresenta morfologia lisa, homogênea, diâmetro médio externo de 23,95 ± 3,00 µm nas fibras e diâmetro interno de 15,12 µm, além disso, apresentou um IC igual a 49,2% e característica de um material semicristalino. A porosidade do compósito produzido tendeu a um aumento, mas este evento não foi significativo com o aumento do percentual de fibra neste trabalho. Quanto à resistência de compressão do material, o aumento do percentual de fibra, diminui a resistência do compósito quando comparado ao gesso puro. Foi possível observar também que não houve interação entre a fibra e a matriz de gesso. Outro dado importante é que, uma vez considerado que seu uso neste trabalho não tem fins construtivos, as características analisadas do gesso puro e do compósito podem ser consideradas, portanto passíveis de serem testados como biomaterial. O compósito apresentado sugere, pelas características apresentadas, poder ser utilizado como biomaterial após o processo de conversão em Hidroxiapatita e uma nova caracterização, dessa forma, pode compor um material para o uso em modelos de lesão óssea induzidas experimentalmente em animais em um primeiro momento poderá constituir, se atender aos requisitos para tal, um novo material para prótese e reconstrução de lesões ósseas em humanos.

6.2. Perspectivas

Pretende-se dar seguimento ao presente trabalho aprimorando os compósitos produzidos e para isso propõe-se:

- Otimizar o uso da fibra em relação a resistência mecânica fazendo-se um tratamento químico de mecerização que consiste no tratamento com solução alcalina.

- Utilização do biomaterial produzido após o processo de conversão em Hidroxiapatita em modelos experimental de lesão ortopédica;
- Avaliação de biocompatibilidade, citotoxicidade do compósito *In vitro* e *In vivo*;
- Submissão de projetos para proposição de ensaios clínicos de fase 1 com a utilização do compósito em lesões ósseas humanas.

7. REFERÊNCIAS

ABDULLAH, M. A.; RAHMAH, A. U; MAN, Z. Physicochemical and sorption characteristics of malaysian *Ceiba pentandra* (L.) gaertn as a natural oil sorbent. Journal of Hazardous Materials, v. 177,p. 683-69115, 2010.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas - NBR 13207, Método de ensaio, NBR 12128, Rio de Janeiro, RJ, 1994.

AGOPYAN, V.; SOUZA, U. E. L.; PALIARI, J. C.; ANDRADE, A. C. Alternativas para redução de desperdício de materiais nos canteiros de obras. São Paulo, FINEP, ITQC, Escola Politécnica da USP, 1998.

ALENCAR, N. M. N.; OLIVEIRA, J. S.; MESQUITA, R. O.; LIMA, M.W. Pro and antiinflammatory activities of the latex from *Calotropis procera* (ait.) r.br. are triggered by compounds fractionated by dialysis. **Inflammation Research**, v. 55, p. 559–564, 2006.

ANDRADE, M. V. M.; SILVA, D.S.; ANDRADE, A.P. MEDEIROS, A.N; PINTO, M.S.C.. Fenologia da C*alotropis procera* Ait R.Br., em função do sistema e da densidade de plantio. **Arquivo de Zootecnia**, v. 54, n. 208, p. 631-634, 2005.

ANGELERI, F. B.; CARDOSO, S. R. F.; SANTOS, P. S. As gipsitas brasileiras e sua aplicação como gesso na indústria cerâmica. Descrição dos métodos utilizados para seu estudo e caracterização.**Cerâmica**, v. 28, n. 156, p.471-479, 1982.

ARGAWAL, B.D.; BROUTMAN, L. J.; CHANDRASHENKHARA, K. **Analysis and performance of fibre composites**. 3 ed. Wiley Publications, 2006.

ASADI - EYDIVAND, M,; SOLATI - HASHJIN, M.; FARZAD, A.; OSMAN, N. A. A. Effect of technical parameters on porous structure and strength of 3D printed calcium sulfate prototypes. **Robotics and Computer-Integrated Manufacturing**, v. 37, p. 57 – 67, 2016.

ASKELAND, D. R. **The Science and Engineering of Materials**. 6 ed., Boston Publishing Company: PWS, 1994.

BALANÇO MINERAL BRASILEIRO. Ministério das Minas e Energia. Ano Base, 2001.

BALTAR, C. A. M.; BASTOS, F. F.; LUZ, A. B. Gipsita**. Comunicação técnica elaborada para Edição do Livro Rochas & Minerais Industriais:** Usos e Especificações, p. 449 a 470, Rio de Janeiro, 2005.

BARBOSA, A. A. **Estudo da conversão química de compósitos a base de gesso em hidroxiapatita**. 2012. 132f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) - Universidade Federal do Vale do São Francisco, Juazeiro, 2012.

BARBOSA, A. A; FERRAZ, A. V; SANTOS, G. A. Caracterização química, mecânica e morfológica do gesso β obtido do pólo do araripe. **Cerâmica**, v.60, p. 501-508, 2014.

BARROS, F. E. V.; BARROS, V.; SOUSA, M. G. T.; COSTA, J. L.; OLEA, R. S. G.; FREIRE3, S. M. F; BORGES, A. C. R.; BORGES, M. O. R. Avaliação das atividades analgésica e antinflamatória do extrato metanólico de *Calotropis Procera*, R. Br. (Ciúme). **Infarma**, v.16, n. 9-10, 2004.

BASU, A.; NAG CHAUDHURI, A. K. Preliminary studies on the anti inflamatory and analgesic activities of *Calotropis procera* root extract. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 31 p.319-324, 1991.

BLEDZKI, A. K.; GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose based fibres. **Progress in Polymer Science**, v. 24, p. 221 – 274, 1999.

BRANDÃO, C. P. **Compósito com matriz de gesso e reforço de manta de sisal**. 2015. 102f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental Urbana) – Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2015.

CALLISTER JÚNIOR, W. D. **Ciência e engenharia de materiais:** uma introdução. 5 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002, p. 589, 2002.

CANUT, M. M. C.; **Estudo da viabilidade do uso do resíduo fosfogesso como material de construção.** 2006. 154f. Dissertação (Mestrado em Construção Civil). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

CASTILHO, M. G. G.; BORGES, S. S. S.; MAGALHÃES, C. N. A.; VALE, M. S. Análise e Aplicações da *Calotropis procera*. **Revista de Ciência Exatas**, EDUR, v. 27/31, n. 1, p. 23-32, 2012.

CAVALCANTE, C. F. B; MIRANDA, A. C. P. Estudo sobre alternativas para gestão dos resíduos de gesso oriundos da construção civil. In: VII Encontro Internacional de Produção Científica Cesumar, 2011, Maringá**. Anais eletrônicos.** Centro universitário de Maringá, 2011. Disponível em: <http://www.cesumar.br/prppge/pesquisa/epcc2011/anais/claudio_felipe_boer_cavalcante.pdf> 2016. Acesso em: 20 de Ago de 2016.

CHEEMA, H. M. N.; BASHIR, A.; KATOON. A.; IQBAL, N.; ZAFAR, Y.; MALIK, K. A. Molecular characterization and transcriptome profiling of expansin genes isolated from *Calotropis procera* fibers. **Electronic Journal of Biotechnology**, vol. 13, n. 3. p. 2010.

COELHO, M. P. G. **Avaliação do potencial das fibras de *Ceiba pentandra* (Kapok) e *Calotropis procera* como adsorventes de petróleo**. 2015. 84f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2015.

COSTA, A. C. F. M.; LIMA; M. G.; LIMA, L. H. M. A.; CORDEIRO, V. V.; VIANA, K. M. S.; SOUZA, C. V.; LIRA, H. L. Hidroaxiapatita: obtenção, caracterização e aplicações. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 4, n. 3, p. 29 - 38, 2009.

COSTA, J. E. B. **Análise comparativa entre as propriedades do gesso obtido de rejeito da produção de sal e gesso comerciais.** 2013. 79f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2013.

COSTA, R. G.; MEDEIROS, A. N.; ALVES, A. R.; MEDEIROS, G. R. Perspectivas de utilização da flor-de-seda (*calotropis procera*) na produção animal. **Caatinga**, v. 22, n.1, p.01-09, 2009.

COUTTS. R.S.P. High yeld woods pulps as reinforcement for cement products. **Appita Journal**, v, 39, n.1, p. 31 – 35, 1986.

CRAWFORD, R.J. **Plastics Engineering**. 3 ed. New York: Butterworth Heinemann, 1998.

CRUZ, P. H. OLIVEIRA, R. N.; MOREIRA, M. M. S. M.; SORATTO, A. L. Utilização da hidroxiapatita em implantodontia – Revisão de literatura. **Full Dentistry Science**, v. 5, n. 20, p. 577 – 581, 2014.

CUNHA, P. W. S. **Estudo sobre as potencialidades de compósitos a base de gesso e fibras de coco seco para aplicação na construção civil**. 2012. 120f. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2012.
CUNHA, P. W. S. GOMES, U. U.; SIVAM, R. L.; MARINHO; G. S. Propriedades termofísicas de compósito de matriz de gesso e fibra vegetal. **HOLOS**, v. 1, p. 127-138, 2013.

DEMIR, H.; ATIKLER, U.; BALKÕSE, D.; TIHMINLIOGLU, F. The effect of fiber surface treatments on the tensile and water sorption properties of polypropylene–luffa fiber composites. **Composites**, v.37, p. 447–456, 2006.

EREMIN, A.; PUSTOVGA, A.; PASHKEVICH, S.; IVANOVA, I.GOLOTINA, A. Determination of calcium sulfate hemihydrate modification by Xray diffraction analysis. **Procedia Engeneering**, v. 165, p. 1343 -1347, 2016.

FIGUEIREDO, I.S.T. **Modulação do processo cicatricial de feridas cutâneas experimentais por uma biomembrana de proteínas do látex de *Calotropis procera* (ait.) R. Br**. 2011. 138f. Tese (Doutorado em Farmacologia) - Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2011.

FIGUEIREDO, I.S.T; RAMOS, M.V; RICARDO, N. M. P. S.; GONZAGA, M. L. C.; PINHEIRO, R. S. P. Efficacy of a membrane composed of polyvinyl alcohol as a vehiclefor releasing of wound healing proteins belonging to latex of *Calotropis procera*. **Process Biochemistry**, v. 49, p. 512–519, 2014.

FOLLNER, S.; WOLTER A.; PREUSSER A.; INDRIS S.; SILBER C.; FOLLNER, H.
, , , ,
The Settings Behavior of Beta– and Alpha-$CaSO_4$ x 0,5 H_2O as Function of Crystal Structure and Morphology. **Crystal Research and Technology**, vol. 37, n. 10, p. 10075 - 1087, 2002.

FONSECA, A. S. **Caracterização tecnológica das fibras do estipe de *Desmoncus polyacanthos* Mart**. 2012. 117f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia da Madeira). Universidade Federal de Lavras, 2012.

FREITAS, M; PIANARO, S. A; NADAL, F. N; TEBCHERANI, S. M; BERG, E. A. T. Preparação e caracterização de materiais compósitos SiC/caulim/Al via “squeeze-casting”. **Cerâmica**, v. 55, p. 271-280, 2009.

GOMES, L. S. M. Biomateriais em artroplastia de quadril: Propriedades, Estrutura e Composição. **O Quadril**. São Paulo: Atheneu, 2010.

GONÇALVES, I. C. M; FERRAZ, A. V. Estudo do efeito de materiais Impermeabilizantes de origem vegetal na pasta de gesso. **Evolvere Scientia**, v. 3, n. 1, 2014.

HABLITZEL, M.P.; GARCIA, D. E.; HOTZA, D. Interfaces fracas em compósitos de matriz cerâmica de alumina/alumina. **Revista Matéria**, v. 16, n. 3, p. 788 – 794, 2011.

HENCH, L. L. Bioceramics. **Journal of American Ceramic Society**, v. 81. n. 7, p. 1705 -1728, 1998.

HINDI, S.S.Z. Calotropis Procera: the miracle shrub in the Arabian Peninsula. **Science and Engineering Investigations**, v. 2, p. 48 -57, 2013

ISHIKAWA, K. Bone substitute fabrication based on dissolution-precipitation Reactions. **Material**, v. *3*, 1138-1155, 2010.

JOHN, V. M.; CINCOTTO, M. A. **Gesso de construção civil**. In: ISAIA, G. C. Materiais de construção civil. São Paulo: Ibracon, p. 727-760, 2007.

KALIA, S.; KAITH, B.S.; KAUR, I. Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites - a review. **Polymer Engineering and Science**, v. 49, p. 1253 – 1272, 2009.

KANNO, W. M. **Propriedades mecânicas do gesso de alto desempenho**. 2009. 132f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade de São Paulo, São Carlos, 2009.

KAREEM, S. O.; AKPAN, I. and OJO, O. P. Antimicrobial activities of *Calotropis procera* on selected pathogenic microorganism. **African Journal of Biomedical Research**, v. 11, p. 105 - 110, 2008.

KAVELINE, K.G.; ERMOLAEVA, N.S.; KANDACHAR, P.V. Investigation of stochastic properties of the natural fiber mats. **Composites Science and Technology**, v. 66, p. 160–165, 2006.

KLEMM, D.; HEBLEIN, B.; FINK, H. P.; BOHN, A. **Cellulose:** Franscinating biopolymer and sustainable raw material. **A journal of the Gesellschaft Deutscher Chemiker**, v. 44, p. 3358 – 3393, 2005.

KLEMM, D.; SCHUMANN, D.; UDHARDT. U.; MARSCH, S. Bacterial synthesized celulose – artificial blood vesseis for microsurgery. Progress in Polymer Science, v. 26, p. 1561- 1603, 2001.

LAMEIRA, O. A. **Aspectos técnicos e sócio-econômicos da aplicação da micropropagação na produção de fibras: o caso do curauá.** In: CONGRESSO BRASILEIRO DE FLORICULTURA E PLANTAS ORNAMENTAIS, 16., e CONGRESSO BRASILEIRO DE CULTURA DE TECIDOS DE PLANTAS, 4., 2009, Aracajú. **Anais eletrônicos**. SBFPO/ABCTP: Aracajú: 2009. Disponível em: <https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/43604/1/P001.pdf> Acesso em: 20 maio. 2016.

LEV-YADUN, S. Articulated cork in *Calotropis procera* (asclepiadaceae). **Aliso: A Journal of a Systematic and Evolucionary Botany**, v. 18, p.161-163, 1999.

LI, Y.; MAI, Y.W.; YE, L. Sisal fiber and its composites: a review of recent developments. **Composites Science and Technology**, v. 60, p. 2037 – 2055, 2000.

LIMA, A. B.; SILVA, A. M. A.; MEDEIROS, A. N; RODRIGUES, O. G.; Araújo, G. T; Costa, R. G. Estudos preliminares da *Calotropis procera* S. W. na dieta de ovino. **Agropecuária Científica no Semi-Árido**, v. 1, p. 15 – 24, 2005.

LIMA, R.C.; SILVA, M. C.; AGUIAR, C.C.; CHAVES E.M.; DIAS, K.C.; MACÊDO, D.S.; SOUSA, F.C; CARVALHO, K. M.; RAMOS, M.V.; VASCONCELOS, S.M.; Anticonvulsant action of *calotropis procera* latex proteins. **Epilepsy & Behavior**, v. 23, p. 123–126, 2012.

LINDEN, M. S. S.; MARTINS, C. A. Q.; SANTOS NETO, F. J.; ROOS, M. V.; CAMISA JÚNÍOR, A.; Trentin, M. S.; TRENTLN, M. S.; AGOSTINI, Biocompatibilidade entre implantes de titânio com e sem cobertura de hidroxiapatita.

Revista da Faculdade de Odontologia – Universidade de Passo Fundo, v.1, n.1, p. 24-30, 1996.

MAGALHÃES C. N. A.; VALE, M. S; BORGES S.S.S; GOMES, M.G. Análise e aplicações da *Calotropis procera.* **Revista de Ciências Exatas**, v. 27/31, n.1, p. 23-32, 2012.

MAGALHÃES, A. C. T. V. **Estudo de fibras vegetais, mucilagem de cacto e gesso em componentes construtivos**. 2009. 142f. Dissertação (Mestrado em Arquitetura e Urbanismo) - Universidade de Brasília, Brasília, 2009.

MAIA, M.; KLEIN, E. S.; MONJE, T. V.; PAGLIOSA, C. Reconstrução da estrutura facial por biomateriais: Revisão de Literatura. **Revista Brasileira de Cirurgia Plástica**, v. 25, n.3, p. 566 - 72, 2010.

MANDAL, P. K.; MANDAL, T. K. Anion water in gypsum ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) and hemihydrate ($CaSO_4 \cdot 1/2H_2O$). **Cement and Concrete Research**, v. 32, p. 313 – 316, 2002.

MARCANTONIO, R. A. C.; MARCANTONIO-JÚNIOR, E. Biomateriais à base de quitosana com aplicação médica e odontológica: Revisão de literatura. **Revista de Odontologia da UNESP**, v. 37, n. 2. p. 155 -161, 2008.

MELO, D. C. P. **Processo de calcinação da gipsita/resíduo em um forno rotativo contínuo para a produção de gesso beta reciclável**. 2012. 177f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2012.

MISHRA, S.; MOHANTY, A. K.; DRZAL, L. T.; MISRA, M.; HINRICHSE, G.A Review on pineapple leaf fibers, sisal fibers and their biocomposites. **Macromolecular Materials Science and Engineering**, v. 289, p. 955–974, 2004.

MORAIS, L. S.; GUIMARÃES, G. S.; ELIAS, C. N. Liberação de íons por biomateriais metálicos. **Revista Dental Press Ortodontia e Ortopedia Facial**, v. 12, n. 6, p. 48-53, 2007.

MURTI, Y.; YOGI, B.; PATHAK, D. Pharmacognostic standardization of leaves of *Calotropis procera* (Ait.) R. Br. (*Asclepiadaceae*). **International Journal of Ayurveda and Pharma Research**, v.1, p.14–17, 2010.

NETO F. L., PARDINI L. C. **Compósitos estruturais ciência e tecnologia**, Edgard Blücher: São Paulo, 2006.

OCHOA, R. E.; GUTIÉRREZ, C. A; RENDÓN, J. C. Rodríguez, J. L. Effect of preparation variables of plaster molds for slip casting of sanitary ware. **Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio**, v. 91, p. 1-10, 2017.

OLIVEIRA, M. P; BARBOSA, N. P**;** TORRES, S. M; LEAL, A. F; SILVA, C. G. Compósitos à base de gesso com resíduos de EVA e vermiculita. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.16, n.6, p.684–689, 2012.

OLIVEIRA, T. M; POLISSENI, A. E. Reciclagem do gesso: Potencial de Aplicação. **Revista de Engenharia da Universidade Católica de Petrópolis**, v. 8, n. 1, 2013.
ORÉFICE, R. L.; PEREIRA, M. M.; MANSUR, H. S. **Biomateriais: fundamentos e aplicações, Cultura Médica**. Rio de Janeiro: Cultura Médica; p.87-155, 2006.

PAULA, P. G. **Formulação e caracterização de compósitos com fibras vegetais e matriz termoplástica**. 2011. 102f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campus dos Goytacazes - RJ, 2011.

PIÇANÇO, M. S. Comportamento à compressão de argamassas reforçadas com fibras vegetais da Amazônia. **Revista Escola de Minas**, v. 61, n.1, p. 13-18, 2008.

PINHEIRO, S. M. M. **Gesso Reciclado: Avaliação de propriedades para uso em componentes**. 2011. 330f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2011.

PIRES, A. L. R.; BIERHALZ, A. C. K.; MORAES, A. M. Biomateriais: Tipos, aplicações e mercado. **Química Nova**, v. 38, n. 7, 957-971, 2015.

PRATES, R. M. **Metodologia para caracterização não invasiva do tempo de enrijecimento do gesso**. 2015. 90f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Universidade Federal do Vale do São Francisco, Juazeiro, 2015.

RAMOS, M. C. **O gesso na escultura contemporânea: a história e as técnicas**. 2011. 135f. Dissertação (Mestrado em escultura) - Universidade de Lisboa, Portugal, 2011.

RANGEL, E. S; NASCIMENTO, M. T. Ocorrência de *Calotropis procera (Ait.) R. Br. (Apocynaceae)* como espécie invasora de restinga. **Acta Botânica Brasilica.** v. 25, n. 3, p. 657- 663, 2011.

RAZERA, I. A. T; FROLLINI E. Composite based on jute fibers and phenolics. **Journal Amplied Polymer**, v. 91, p. 1077-1085, 2004.

REAL, J. C. C. **Determinação de condições operacionais adequadas para produção de pré-moldado de gesso de alta resistência mecânica**. 2009. 57f. Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento de Processos Ambientais) - Universidade Católica de Pernambuco, 2009.

RENGASAMY, R. S; DAS D; KARAN, C. P. Study of oil sorption behavior of filled and structured fiber assemblies made from polypropylene, kapok and milkweed fibers. **Journal of Hazardous Materials**, v. 186, p. 526 – 532, 2010.

RIGO, E. C. S; GEHRKE, S. A; CARBONARI, M. Síntese e caracterização de hidroxiapatita obtida pelo método da precipitação. **Revista Dental Press Periodontia e Implantologia**, v. 1, n. 3, p. 39-50, 2007.

ROCHA, I. G. **Influência do retardante de chamas nas propriedades mecânicas e flamabilidade em compósitos poliméricos de epóxi/fibra de carauá**. 2015. 82f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2015.

RODRIGUES, L. B. Aplicações de biomateriais em ortopedia. **Estudos tecnológicos em engenharia**, v. 9 n. 2, p. 63-76, 2013.

ROY, S.; SEGAL, R.; PADHY, B. M.; KUMAR, V. L. Antioxidant and protective effect of latex of *Calotropis procera* against alloxan-induced diabetes in rats. **Journal Ethnopharmacology**, v. 102, p.470–473, 2005.

SANTOS, R. D. **Estudo térmico e de materiais de um compósito à base de gesso e EPS para construção de casas populares.** 2008. 92f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2008.

SANTOS, V. A. **Análise cinética da reação de desidratação térmica da gipsita na obtenção do gesso beta**. 1996. 170f. Tese (Doutorado em Engenharia de Sistemas Químicos e Informática) Universidade Estadual de Campinas, Campinas-SP, 1996.

SARTORI, T. A. I. C. **Biocerâmicas porosas de alumina e de alumina-zircônia recobertas com fosfato de cálcio para implantes ósseos**. 2015. 89f. (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2015.

SAVASTANO JÚNIOR, H**. Materiais à base de cimento reforçados com fibra vegetal: reciclagem de resíduos para a construção de baixo custo**. 2000. 152f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Escola Politécnica da Universidade São Paulo, São Paulo, 2000.

SEGAL, L.; CREELY, J.J.; MARTIN, A.E.; CONRAD, C.M. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-Ray diffractometer. **Textile Research Journal**, v. 29, p. 786-794, 1959.

SILVA, A. P. **Fibra de *Calotropis procera*: uma alternativa eficaz na remoção de hidrocarbonetos de petróleo em meio salino como bioadsorvente.** 2016**.** 111f**.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2016.

SILVA, A. P.; LADCHUMANANANDASIVAM, R.; EGITO, E. B. T.; NASCIMENTO, J. H. O.; K. K. de O. S. SILVA, SANTOS, A. R. L. estudo da caracterização microestrutural da fibra calotropis procera e sua potencial aplicação na remoção de hidrocarbonetos e derivados. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 22, 2016. **Anais eletrônicos.** Natal, CBECiMat, Natal: 2016. Disponível em: <http://www.cbecimat.com.br/anais/PDF/404-080.pdf>. Acesso em: 29 maio. 2016.

SILVA, E. J.; MARQUES, M. L.; VELASCO, F. G.; FORNARI JUNIOR, C. C. M.; LUZARDO, F. H. M. Degradação da fibra de coco imersa em soluções alcalinas de cimento e NaOH. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.19, n.10, p. 981–988, 2015.

SILVA, H. S. P. **Desenvolvimento de compósitos poliméricos com fibra de caurauá e híbridos com fibras de vidro**. 2010. 86f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2010.

SILVA, M. G. S. **Desenvolvimento de compósito a base de gesso e pó de fibra de coco**. 2010. 73f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, 2010.

SILVA, R.; HARAGUCHI, S. K.; MUNIZ, E. C.; RUBIRA, A. F. Aplicações de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e em compósitos**. Química Nova**, v. 32, p. 661 – 671, 2009.

SILVA,C.G.; MARINHO,M.G.V.; LUCENA,M.F.A.; COSTA,J.G.M. Levantamento etno botânico de plantas medicinais em área de caatinga na comunidade de Sítio de Nazaré, município de Milagres, Ceará, Brasil. **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**, v. 17, n. 1, p. 133-142, 2015.

SIQUEIRA, L. C. B. **Formulação e caracterização de biomateriais compósitos com hidroxiapatita**. 2009. 136f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2009.

SMITH, W. F.; HASHEMI, J. **Fundamentos de engenharia e ciência dos materiais**. AMGH, 2013.

SOARES, J. P. **Estudo microestrutural do gesso-alfa produzido pelo processo hidrotérmico e calcinação a seco e sua influência nas propriedades mecânicas pós hidratação**. 2005. 79f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife , 2005.

SOUSA, L. V. **Estudo da viabilidade técnica da produção de biodiesel usando óleo da *Calotropis procera***. 2015. 122f. Dissertação (Mestrado em Ciências Naturais) - Universidade do Estado do Rio Grande do Norte, Mossoró, 2015.

SYNNYTSYA, A.; COPIKOTA, J.; MATEJKA P, MACHOVIC V. Carbohydrate Polymers, v. 54, p. 97-106, 2003.

TREVISAN JÚNIOR, W.; RODRIGUES, M. R.; SILVA, T. B.; SIMIONI, J. C. sulfato de cálcio como barreira e material de preenchimento associado ao osso autógeno no tratamento de defeito ósseo periodontal - proposta de tratamento e relato clínico material de preenchimento associado ao osso autógeno no tratamento de defeito ósseo periodontal - proposta de tratamento e relato clínico. **Innovations implant journal - biomaterials and esthetics**, v. 1, n. 1, p. 54 – 61, 2006.

TROVÃO, A. P. M. **Pasta de gesso com a incorporação de resíduo de gesso e aditivo retardador de pega**. 2012. 158f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2012.

TURRER, C. L; MARTINS, F, P; FERREIRA. Biomateriais em Cirurgia Craniomaxilofacial: princípios básicos e aplicações - revisão de literatura. **Revista Brasileira de Cirúrgia Plástica**, v. 23, p. 234 – 239, 2008.

VALENTE, M. C. **Síntese de hidroxiapatita e sua aplicação como biomaterial**. 1999. 129f. Tese (Doutorado em Ciências – Tecnologia Nuclear) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 1999.

WANG, W.; SAIN M.; COOPER, P.A. Study of moisture absorption in natural fiber plastic composites. **Composites Science and Technology**, v. 66, p. 379-386, 2006.

WILLIAMS, D. F. On the nature of biomaterials. **Biomaterials**, v. 30, n. 30, p. 5.897-5.909, 2009.

XU, B; CAI, Z. Fabrication of a superhydrophobic ZnO nanorod array film on cotton fabrics via a wet chemical route and hydrophobic modification. **Applied Surface Science**, v. 254. p. 5899 – 5904, 2008.

ZARBIN, A. J. G. Química de (nano)materiais. **Química Nova**, v. 30, n. 6, p. 1469-1479, 2007.