

ESTUDO DE ENVELHECIMENTO ACELERADO HIGROTÉRMICO DE COMPÓSITOS UNIDIRECIONAIS VIDRO/EPÓXI ABAIXO DA TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA DA MATRIZ

Clarissa C. Angrizani^{1*}, Eduardo F. Kerche¹, Branca F. de Oliveira², Sandro C. Amico¹

¹Grupo de Materiais Compósitos e Nanocompósitos – Laboratório de Materiais Poliméricos - UFRGS – RS
(cangrizani@hotmail.com)

²Virtual Design – UFRGS - RS

Resumo– Nas condições atuais de desenvolvimento tecnológico, o diferencial das empresas deixou de ser apenas o benefício do produto, mas sim as preocupações ambientais em relação ao desenvolvimento do produto, isto é referido aos resíduos gerados desde a matéria-prima até o descarte final do produto. Em relação ao produto pode-se trabalhar em reduzir a quantidade de matéria-prima, substituí-la por outra de origem renovável, ou então adaptar a matéria-prima ao produto com o intuito de reduzir o seu ciclo-de-vida após o descarte. Assim, este trabalho consiste em estudar o comportamento de um compósito vidro/epóxi (% V_f de 37%) moldado por RTM a fim de compreender o comportamento do material em condições severas higrotérmicas através de análises de absorção de água, TGA e de resistência *short-beam*. Os resultados demonstraram que o compósito apresenta sinais de degradação para os tempos de 10 e 15 dias, embora a temperatura e o período não sejam o suficiente para causar alterações significativas.

Palavras-chave: preocupações ambientais, envelhecimento higrotérmico, RTM.

Introdução

Atualmente um dos desafios da ciência é reduzir o tempo de vida do material após sua utilidade, pois quando este é descartado em lixões ou aterros, além da poluição visual pode ocasionar o aparecimento de insetos/animais nocivos à saúde. No caso de materiais compósitos poliméricos uma alternativa recente para minimizar o impacto ambiental é o uso da reciclagem.

A reciclagem dos compósitos de matriz termorrígida comparada a dos de matriz termoplástica é limitada, visto que a reciclagem mecânica é a mais utilizada. Atualmente, as alternativas de reciclagem desta classe de material incluem redução do uso da carga, recuperação de fibras (mecânica) e reação por pirólise ou em leito fluidizado (química) [1]. Apesar da existência destas diferentes técnicas de reciclagem, o reuso e a reciclagem de resíduos de polímeros termorrígidos reforçados com fibras ainda não é uma prática regular e sua disposição em aterros é a solução para na maior parte das vezes.

Diante disto, surge a necessidade de estudar o ciclo-de-vida dos materiais compósitos, as vantagens e desvantagens de sua utilização e então escolher o melhor material relacionado à aplicação. Neste trabalho, foi realizado um estudo inverso, ou seja, do comportamento de um compósito vidro/epóxi unidirecional em um ambiente higrotérmico (imersão em água a 50°C) durante 15 dias, e foram analisadas a resistência *short beam*, a estabilidade do compósito por Análise Termogravimétrica (TGA) e a absorção de água das amostras.

Parte Experimental

Materiais

- Tecido unidirecional de fibra de vidro Vew 090/50 (E-Glass) da Owens Corning (gramatura de 450 g/m²);
- Resina epóxi LY 1316 e endurecedor Aradur 2969 da ARALSUL

Métodos

Inicialmente é feita uma mistura homogênea da resina com o endurecedor em um agitador mecânico, em seguida a mesma é conduzida a uma estufa a vácuo a 25 °C/5 min para extração das bolhas da mistura. Após esta etapa, antes da moldagem dos compósitos, foi realizada uma análise de DSC com a resina curada e pós-curada conforme as seguintes condições: faixa de temperatura: 20-250°C; atmosfera de N₂; e taxa de aquecimento de 10°C/min. Foram moldados compósitos unidirecionais vidro/epóxi mantendo um teor volumétrico de fibra em 37% no perfil de placas de 30 × 30 × 0,27 cm. O processamento utilizado foi a moldagem por transferência de resina (RTM), utilizando uma pressão positiva

de 1,34 bar. A cura do compósito foi realizada à temperatura ambiente por 24 h, seguido da pós-cura em estufa a 60 °C por 4 h.

Os compósitos foram expostos a um ambiente acelerado higrotérmico (imersão em água destilada a 50°C em uma estufa com circulação de ar), sendo extraídos nos períodos de 5, 10 e 15 dias (conforme a Fig. 1). Após este período, amostras para o ensaio de short-beam (ASTM D2344) e TGA foram cortadas das placas moldadas. Os parâmetros utilizados para o ensaio de TGA são faixa de temperatura: 20-1000°C; atmosfera de N₂; vazão de 90 mL/min; e taxa de aquecimento de 20°C/min.



Figura 1 – Ambiente de envelhecimento dos compósitos.

Resultados e Discussão

Através de análise de DSC, cujos resultados estão apresentados na Fig. 2. Selecionou-se a temperatura de 50 °C para o envelhecimento pois a temperatura de transição vítrea (T_g) da resina pós-curada é de aproximadamente 60 °C. Se compararmos a resina curada com a pós-curada, pode-se concluir que a pós-cura foi eficiente devido à ausência do pico associado à reação de cura nesta última. De acordo com Botelho et al. [2], a temperatura no ensaio de envelhecimento deve permanecer bem abaixo da T_g da resina para evitar danos irreversíveis (inchamento ou trincas) os quais alteram permanentemente a performance do material.

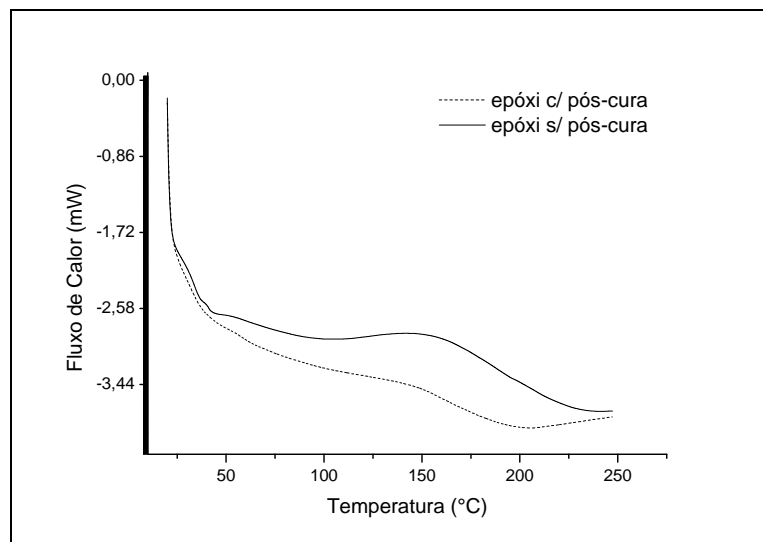


Figura 2 – Curvas de DSC da resina antes ou após a pós-cura.

A Fig. 3 apresenta o percentual de absorção de água dos compósitos e observa-se que não houve saturação do fluído no compósito nas condições analisadas. As camadas superficiais do compósito imediatamente começam a absorver umidade em contato com a água. Já a difusão de umidade no *bulk* do material é geralmente um processo lento, isto pode levar longos períodos semanas/meses/anos até o material ser saturado. Sendo a taxa de absorção de umidade do compósito dependente da temperatura, umidade relativa, tempo de exposição, interação polímero/solvente, quantidade de reforço e carregamento mecânico [3], isto justifica o fato de não ter havido saturação na temperatura/tempo analisados. Durante o envelhecimento higrotérmico ocorre a combinação de diferentes mecanismos no material, entre eles, relaxação da rede epóxi no estado vítreo, preenchimento de vazios e zonas com perda de adesão devido ao efeito

da capilaridade [4] o que dependendo da temperatura/tempo irá refletir principalmente nas propriedades mecânicas do compósito.

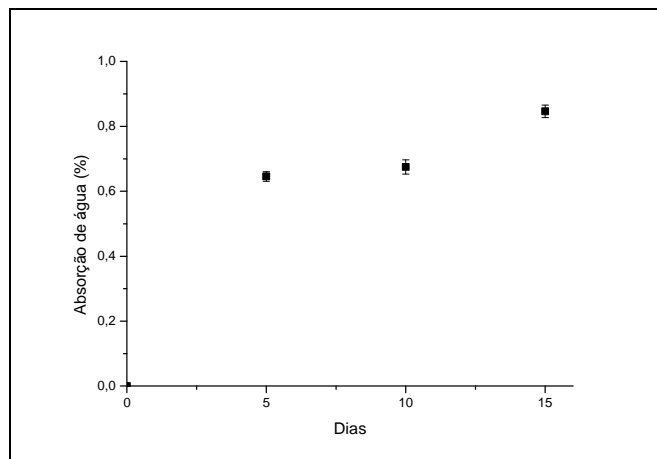


Figura 3 – Ensaio de absorção de água dos compósitos.

A Fig. 4 apresenta as curvas de análise termogravimétrica (TGA) para os compósitos com e sem envelhecimento. Similarmente ao que foi relatado por Botelho et al. [2], não ocorreu degradação química da matriz durante o envelhecimento, isto é consequência dos parâmetros selecionados para o estudo. Entretanto, considerando que na temperatura de 900 °C o polímero já sublimou, pode-se concluir que houve corrosão da fibra de vidro como é possível observar nos resíduos dos compósitos se compararmos as curvas sem envelhecimento (0 dias) com as outras, visto que a de 15 dias perdeu mais massa que as demais. A fibra de vidro E-glass (composição mássica aproximada: 16% CaO, 14,5% Al₂O₃, 9,5% B₂O₃, 5% MgO, ~1% Na₂O e K₂O, e 55% SiO₂) possui óxidos metálicos que a tornam intrinsecamente alcalina e higroscópica, assim facilitando tensões de corrosão na fibra [5].

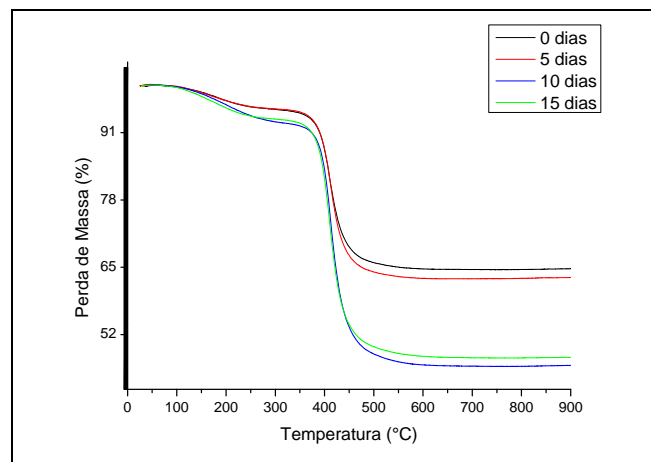


Figura 4 – Curvas de TG dos compósitos após o processo de envelhecimento acelerado.

A Fig. 5 apresenta os resultados de resistência ao cisalhamento interlaminar dos compósitos orientados a 0 e 90°. Levando-se em conta que neste ensaio há uma combinação de esforços de tração, compressão e cisalhamento, é de se esperar que a resistência do compósito a 0° seja superior visto que se tem fibras posicionadas para uma melhor transferência de carga. No entanto, com o envelhecimento a diferença de resistência entre a orientada a 0° e a 90° é cada vez menor, sendo isto corroborado com a análise termogravimétrica, pois a mesma demonstra que a fibra perde alguns constituintes e assim reduz a adesão interfacial. Aliado a isto, tem-se que a água age como um plastificante ao penetrar na matriz polimérica [6].

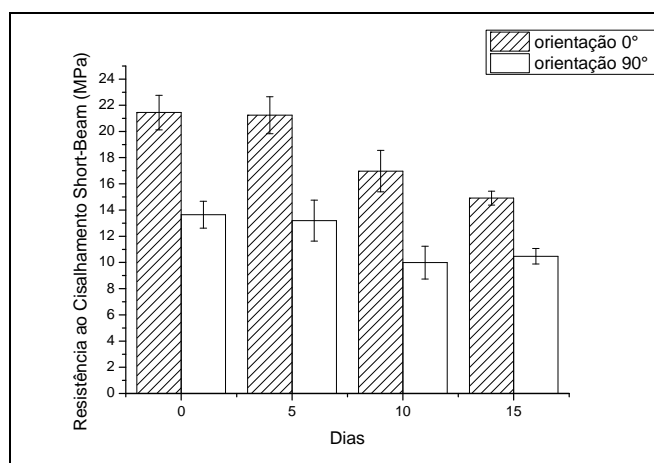


Figura 5 – Resistência *short-beam* dos compósitos com as fibras orientadas em 0° e 90°.

Conclusão

Aparentemente não houve degradação da resina somente plastificação pela água mas a fibra perdeu alguns componentes que são solúveis em água como foi indicado pelos resultados de TGA. O cisalhamento *short-beam* também foi afetado com o envelhecimento, pois a entrada de água dificulta a transferência de tensão matriz/reforço. Se tivesse sido utilizado um período maior de envelhecimento ou com uma temperatura maior, poderia ter ocorrido saturação do fluido no compósito e degradação da matriz polimérica, que teria sido de maior interesse para o foco de adaptar a matéria-prima ao produto.

Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES, ao CNPq, à FAPERGS, e a José Humberto S. Almeida Jr.

Referências

- [1] S. J. Pickering. *J. Compos Part – A*. 2006, 37, 1206.
- [2] L. Costa; L. C. Pardini; M. C. Rezende. *J Mater Sci*. 2005, 40, 3615-3623.
- [3] M. A. Sawpan; P. G. Holdsworth; P. Renshaw. *J. Mater Design*. 2012, 42, 272.
- [4] V. M. Karbhari; G. Xian. *J Compos Part – B*. 2009, 40, 41- 49.
- [5] C. L. Schutte. *J Mater. Sci. Eng*. 1994, R13, 265-324.
- [6] D. E. Mouzakis, H. Zoga; C. Galiotis. *J Compos Part – B*. 2008, 39, 467-475.