



INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES DOS COMPÓSITOS FORMADOS POR RESINA URETÂNICA ELASTOMÉRICA E VERMICULITA PROCESSADA

José M. D. Oliveira^{1*}, Antônio C. V. Coelho¹, Fernanda Barberato², Júlio Harada³, Leonardo G. A. Silva³, Abner Cabral Neto⁴.

1 - Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT)s, Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, mauro.diniz@usp.br

2 - Universidade Nove de Julho – UNINOVE, São Paulo- SP

3 - IPEN – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo – SP

4 - Universidade Presbiteriana Mackenzie, São Paulo – SP

Resumo: Na tentativa de melhorar a tensão de ruptura da resina uretânica elastomérica (TPU), foi estudada adição de vermiculita processada a esta resina. Os compósitos resultantes foram avaliados em microscopia eletrônica de varredura (MEV), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), e análise termogravimétrica (TGA). Os resultados de tensão de ruptura obtidos para os compósitos formados pela resina uretânica elastomérica e vermiculita processada apontam para a necessidade estudos complementares de compatibilização e de processamento.

Palavras-chave: *Compósito, resina elastomérica, vermiculita processada.*

INVESTIGATION OF THE PROPERTIES OF THE COMPOSITES FORMED BY PROCESSED VERMICULITE AND ELASTOMERIC URETHANE RESIN

Abstract: In an attempt to improve the rupture stress of the elastomeric urethane resin (TPU), the addition of vermiculite processed to this resin was studied. The resulting composites were evaluated in scanning electron microscopy (SEM), Differential Exploration Calorimetry (DSC), and thermo gravimetric analysis (TGA). The rupture tensile results obtained for the composites formed by the elastomeric urethane resin and the processed vermiculite indicate the need for complementary compatibilization and processing studies.

Keywords: *Composite, elastomeric resin, processed vermiculite.*

Introdução

A aplicação de poliuretanos em vários segmentos tais como automotivo, eletrônico e calçadista é uma realidade.

Este trabalho visa investigar o comportamento do ensaio de tração para combinações da resina de poliuretano elastomérico (TPU) e vermiculita processada. A vermiculita é um silicato de alumínio, ferro e magnésio: $(\text{Mg,Ca})_{0.3-0.45}(\text{H}_2\text{O})_n\{(\text{Mg,Fe,Al})_3(\text{Al,Si})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2\}$ [1].

A investigação dos resultados dos ensaios mecânicos da tração e a interpretação dos ensaios de microscopia eletrônica de varredura (MEV), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e termo gravimetria (TGA) obtidos da avaliação comparativa entre a resina TPU pura e seus compósitos com vermiculita processada fornecem informações para avaliar a viabilidade da utilização da carga vermiculita processada em outros compósitos de resina com carga ou pigmentos [2,3].

Experimental

Materiais

Os materiais utilizados foram os seguintes: vermiculita expandida processada com tamanho médio de partícula de 479 nm (VE) fornecida pela Empresa Chem4U Indústria e Comércio Ltda e resina de poliuretano elastomérico (TUP 560 D) da Empresa BASF S.A. As adições avaliadas foram de 0 % ; 0,5%, 1,0 e 1,5% de vermiculita sobre a matriz de resina de poliuretano elastomérico (TPU). Para a incorporação da vermiculita processada, foi utilizada uma extrusora de rosca dupla com co-rotativo de parafuso duplo, de 25 mm de diâmetro, extrusora AX Plástico. Os perfis de temperatura foram 135/145/148/150/ 150/150 °C. Velocidade do parafuso foi de 180 rpm. Os ensaios mecânicos de tração, (ASTM D 638), foram realizados no equipamento INSTRON 5900 com célula de carga 500 kgf e 10 mm.min⁻¹.

As análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas tanto no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da USP (equipamento FEI, modelo Inspect F50, com feixe de elétrons operando a 5 KeV e 10 KeV), quanto no Instituto Presbiteriano Mackenzie São Paulo (microscópio Jeol (JSM 6360LV) em incrementos de 500 e 5000x com feixe de 25 keV). As amostras foram crio-fraturadas em nitrogênio líquido e, na sequência, a superfície fraturada das amostras foram revestidas com uma fina camada de ouro para então serem observadas por microscopia eletrônica de varredura.

As análises de DSC foram efetuadas em equipamento Mettler Toledo DSC 822 entre 25 e 200°C a uma taxa de aquecimento de 10°C.min⁻¹ em atmosfera de oxigênio. A TGA foi realizada utilizando um aparelho STA 449 F3 Júpiter de Netzch com análise de 25-600 °C e sob uma taxa de 10 °C.min⁻¹ em atmosfera de oxigênio. DSC e TGA foram realizadas no IPEN- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.

Preparação dos corpos de prova

Os corpos de prova foram injetados em um equipamento marca Romi, modelo Primax-100R (força de fechamento de 100 toneladas, capacidade de Injeção 240g, curso de abertura de 410 mm, diâmetro da rosca de 45 mm L/D 17; pressão de injeção de 1439 bar, distância entre colunas de 410×410 mm , altura do molde máx. 430 mm e Min. 170 mm e; Tensão de 380 volts).

Resultados e Discussão

A observação das superfícies de fratura dos corpos de provas dos compósitos de TPU com 0,5%, 1,0% e 1,5% de vermiculita processada, avaliadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) Fig. 1, 2 e 3, evidencia que não houve compatibilidade entre as partículas de vermiculita processada e a matriz da resina TPU.

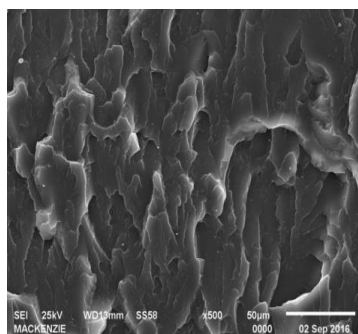


Figura 1 - MEV 500 X resina TPU com 0,5 % de vermiculita processada

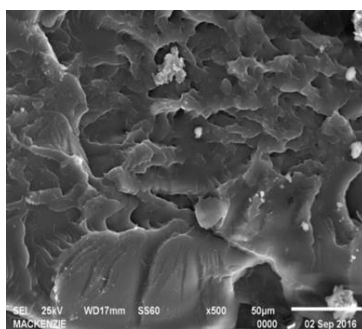


Figura 2 - MEV 500 X resina TPU com 1,0 % de vermiculita processada

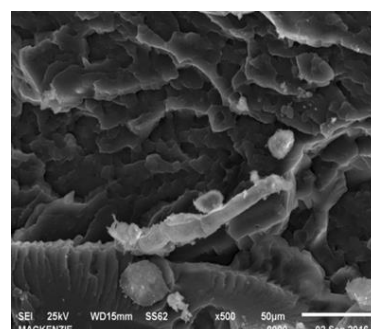


Figura 3 - MEV 500 X resina TPU com 1,5 % de vermiculita processada

Nas análises termogravimétricas (TGA) (Fig. 4) nota-se, comparando com TPU puro, que ocorre perda de massa mais acelerada para os compósitos de TPU-vermiculita; fato que é observado nos eventos térmicos que ocorrem a partir de 400°C até 600°C.

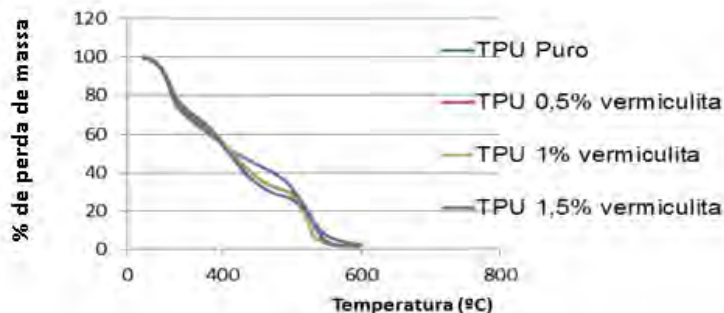


Figura 4 - Análise termogravimétrica (TGA) para a resina uretânica pura e para os compósitos com vermiculita processada.

Na Fig. 4, observa-se que desde a temperatura de início do ensaio até em torno de 200°C há perda de massa, e aparentemente a perda é similar para todas as amostras. Em torno de 200°C ocorre a fusão cristalina dos compósitos TPU-vermiculita.

Entre 200°C e 400°C ocorre outro evento térmico, com velocidade de perda de massa menor do que aquele que ocorre entre a temperatura ambiente e 200°C. A partir de 400°C ocorre grande variação da massa sendo que, nos compósitos TPU-vermiculita, essa variação de massa foi intensificada. Entre 500°C e 550°C há variação da massa para todas as amostras; esta temperatura está relacionada com a carbonização das amostras (desestruturação) gerando possivelmente CO e CO₂; efeito potencializado pela presença da vermiculita no sistema.

As curvas de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC), para os materiais, são dadas na Fig. 5.

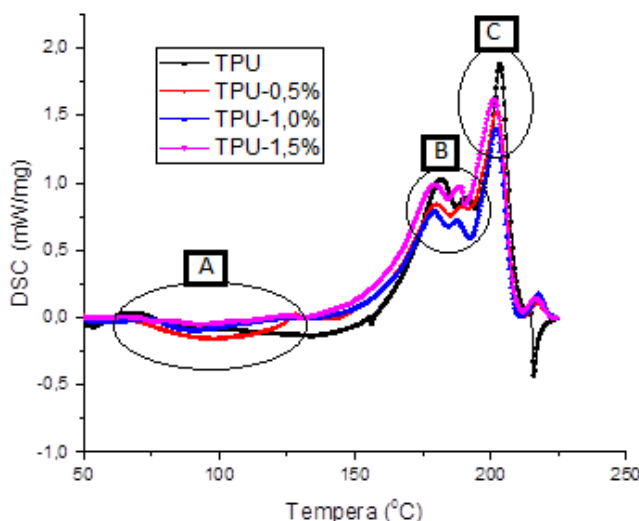


Figura 5- Análise de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) para a resina uretânica pura e seus compósitos com vermiculita processada.

Na região A, tem-se a transição vítrea dos materiais (T_g). Na região B; tem-se a reorganização ou recristalização dos materiais. E, na região C; tem-se a temperatura de fusão cristalina para a resina TPU e seus compósitos com vermiculita processada.

Pelos resultados do DSC fica evidente que não há alteração significativa entre a resina TPU pura e seus compósitos com vermiculita processada.

Observando os resultados de ruptura na tração (apresentados na Fig. 6), quando comparamos a tensão de ruptura para a resina TPU pura e seus compósitos com vermiculita, nota-se que a adição de vermiculita promoveu redução na tensão de ruptura do material. A redução de tensão de ruptura pode ter ocorrido pela fraca interação adesiva entre as interfaces da matriz polimérica e a interface das partículas de vermiculita processada.

Comparando os resultados de 0,5%, 1,0 e 1,5% de vermiculita observa-se que a composição com 1% possui maior resistência à ruptura. Neste caso, podemos admitir a existência de um melhor nível de interação entre matriz e partículas de vermiculita processada. O que teria ocorrido no caso das duas outras composições é mera especulação: com 0,5% de vermiculita poderia ter ocorrido déficit de interações, enquanto com 1,5% pode ter ocorrido um excesso de partículas de vermiculita não inter faceadas com a resina TPU.

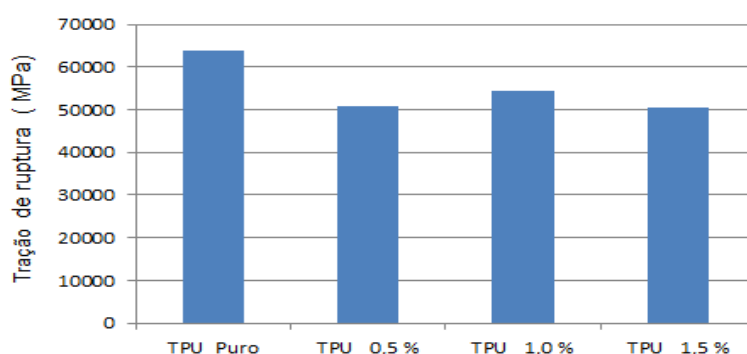


Figura 6 – Tensão de Ruptura à Tração (MPa) para a resina uretânica pura e para os compósitos com vermiculita processada.

Conclusões

No ensaio de tração, a presença de partículas de vermiculita processada na matriz da resina uretânica elastomérica ocasiona redução de desempenho de tração para esses compósitos em relação ao ensaio de tração da resina uretânica elastomérica pura.

O que foi realizado nesse trabalho mostrou que as condições de processamento não permitiram que houvesse nem uma dispersão adequada no sistema, nem boa compatibilização entre a resina elastomérica (TPU) e as partículas de vermiculita. Para futuros trabalhos utilizando a resina uretânica elastomérica (TPU) e vermiculita processada, recomenda-se estudos de compatibilizantes para melhoria da dispersão das partículas de vermiculita processada na matriz uretânica.

Agradecimentos

A Sra: Valquiria Justo – PMT – USP, São Paulo-SP pelo auxílio nas determinações.

Referências

1. A. Schackow; C. Effting; M. V. Folgueras; S. Güths; G. A. Mendes; *Construction and Building Materials*, 2014, 57, 190–197.
2. W.R. Caseri. *Materials Science and Technology*, 2006, 22(7), 807-817.
3. J. M. R. Fazenda; A. R. P. Cruz.; A. N. Rocha; C. Gneco. *Tintas: ciência e tecnologia*, ABRAFATI, São Paulo, 2009, 6,486-487.