

Determinação das frações volumétricas por diferentes metodologias em compósitos pultrudados de poliuretano com reforço de fibra de vidro

Determination of volumetric fractions by different methodologies in fiberglass reinforced polyurethane pultruded composites

RESUMO

Neste trabalho serão comparados através de duas metodologias diferentes, regra das misturas e queima matricial a fração de volume de vazio presentes em compósitos pultrudados de poliuretano com reforço de fibra de vidro. Os parâmetros que influenciam no aparecimento de defeitos como vazios, bolhas, trincas, cura ineficiente, entre outros são: velocidade de puxamento, temperatura de molde e viscosidade. Neste estudo, foram fabricados quatro corpos de prova variando apenas os parâmetros velocidade de puxamento e temperatura inicial de molde. O resultado obtido apresenta-se dentro do esperado. Por fim, este estudo mostrou que é possível melhorar as características destes compósitos e, desta forma, desenvolver materiais que apresentem melhor qualidade e desempenho.

PALAVRAS-CHAVE: Fibras de vidro, Poliuretano, Pultrusão, Volume de vazios.

Marina Teixeira Rosalino
marinarosalino@gmail.com
Universidade Tecnológica Federal
do Paraná, Cornélio Procópio,
Paraná, Brasil

Prof. (a) Dr (a) Sandra Mara
Domiciano
domiciano@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal
do Paraná, Cornélio Procópio,
Paraná, Brasil

Recebido: 19 ago. 2019.

Aprovado: 01 out. 2019.

Direito autorial: Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.



ABSTRACT

In this work we will compare by two different methodologies, mixing rule and matrix burning the fraction of void volume present in fiberglass reinforced polyurethane pultruded composites. The parameters that influence the appearance of defects such as voids, bubbles, cracks, inefficient cure and so on are: pull speed, mold temperature and viscosity. In this study, four specimens were manufactured varying only the parameters pull speed and initial mold temperature. The result obtained is as expected. Finally, this study showed that it is possible to improve the characteristics of such composites and, therefore, to develop materials that have good quality and performance.

KEYWORDS: Fiberglass, Polyurethane, Pultrusion, Volume void.

INTRODUÇÃO

O processo de Pultrusão surgiu nos Estados Unidos na década de cinquenta com Goldsworthy. A máquina usada, chamada pultrusora, era vertical com puxamento intermitente diferentemente dos dias atuais nas quais as pultrusoras são horizontais e apresentam um puxamento estável contínuo.

A aceitação da tecnologia de pultrusão no mercado vem crescendo e certamente continuará devido à necessidade de aprimoramento de algumas etapas do processo de pultrusão e pelos perfis pultrudados apresentarem força e dureza superiores segundo Connolly *et al*, quando comparados com matriz de poliéster insaturado (UPE), esteres vinílicos (VE) e poliéster uretano (UPE-PU), perfis mais leves, fortes e resistentes a corrosão.

Durante o processo de fabricação de pultrudados reforçados com fibra de vidro pode ocorrer a formação de defeitos e imperfeições sendo, segundo Almeida (2004), os mais significativos as bolhas, trincas, fissuras, vazios, cura ineficiente e delaminação.

Para Kersting (2004), a viscosidade, velocidade de puxamento e temperatura de aquecimento do molde influenciam na formação de vazios.

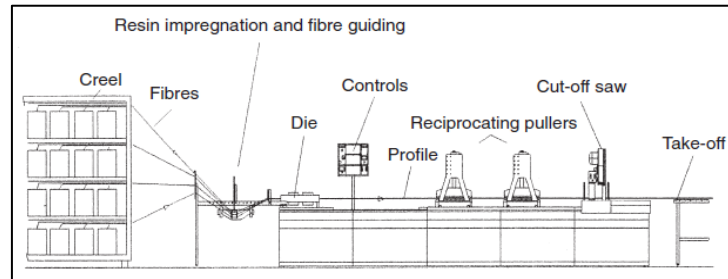
Neste trabalho identificaremos os parâmetros que influenciam na formação de vazios em perfis pultrudados de matriz Poliuretana (PU) reforçada com fibra de vidro (FV). Para tanto, variamos os parâmetros velocidade e temperatura inicial de molde e calculamos a fração de volume vazio presente no pultrudado. A fração de volume de vazio foi calculada utilizando duas metodologias: a Regra das Misturas e a queima matricial como descrita na norma ASTM D2584-18 (*Standard Test Method for Ignition Loss of Cured Reinforced Resins*).

MATERIAL E MÉTODOS

Para a fabricação dos corpos de prova foi utilizado a resina Poliuretana fabricada pela empresa KEHL. A PU utilizada é obtida através da mistura de dois componentes: o Polioli (componente A – AG201) que é sintetizado a partir do óleo de mamona e o pré-polímero ou Isocianato (componente B – AG201) é sintetizado a partir do Difenilmetano Diisocianato (MDI). A proporção utilizada dos componentes (polioli e pré-polímero) foi de 1:1, após a homogeneização o polímero foi colocado na câmara de vácuo por cinco minutos, para retirada de bolhas, atentando-se com o *potlife* (20 minutos). Após a câmara de vácuo, a PU foi vertida na banheira de impregnação da máquina pultrusora. Então, inicia-se o tracionamento das fibras de vidro, a partir de rovings, que atuam como reforço, as quais passam pelo processo de impregnação e foram puxadas para dentro do molde metálico aquecido onde o calor fornecido pelo molde deu início ao processo de polimerização também chamado de cura. Segundo Starr (2000) o compósito embora apresente-se sólido ao chegar ao fim do processo, pode apresentar-se flexível e com apenas 90% curado. Assim, após o término do processo os fios pultrudado foram cortados em fios menores e colocados em uma estufa de vácuo,

por duas horas à uma temperatura de 70°C para que o processo de cura termine. As etapas de pultrusão estão representadas esquematicamente na figura 1.

Figura 1: Etapas do processo de pultrusão



Fonte: Starr (2000)

Foram fabricadas 4 amostras com diferentes temperaturas do molde e velocidades de puxamento, como mostrado na tabela 1. Estes pultrudados foram produzidos no Laboratório de Materiais Compósito (LMC) localizado na Universidade Tecnológica Federal do Paraná Câmpus Cornélio Procópio (UTFPR-CP), com uma máquina pultrusora projetada e construída por Willian Keniti Del Saruhashi como trabalho de conclusão de curso de Engenharia Mecânica.

Tabela 1: Dados para a realização dos corpos de prova

Parâmetros para realização dos perfis pultrudados				
Corpo de prova	Corpo de prova 1	Corpo de prova 2	Corpo de prova 3	Corpo de prova 4
Condições ambientais				
Umidade relativa [%]:	60	63	62	61
Temperatura [°C]:	26,10	24,50	24,20	26,10
Condições da amostra				
Número de fios:	40	41	41	40
Massa da fibra de vidro [g]:	0,26	0,28	0,27	0,27
Velocidade de puxamento [m/s]:	0,013494568	0,04712389	0,013494568	0,04712389
Temperatura central inicial do molde [°C]:	109,80	109,80	159,80	159,80
Tempo de vácuo da resina [min]:	5	5	5	5
Quantidade do composto A AG201 [g]:	103,37	80,65	80,40	81,95
Quantidade do composto B AG202 [g]:	105,00	80,77	80,20	81,26
Temperatura da estufa [°C]:	70	70	70	70
Tempo de estufa após término da amostra [horas]:	2	2	2	2

Fonte: Autoria própria (2019)

Após o término do tempo de estufa do corpo de prova, como chamaremos a partir de agora, foram separadas em corpos de prova menores para a realização da regra das misturas e da queima matricial. Foi necessário para a primeira metodologia um corpo de prova de 10cm de cada amostra, para a segunda metodologia seis corpos de prova de 2,5cm de cada amostra.

Para avaliar a Fração de volume de vazio, Segundo Chawla apud Almeida (2004) presente no corpo de prova através da regra das misturas, apresentada pela equação 1, foram necessárias a fração de massa da fibra (M_f), a fração de massa da matriz (M_m), a densidade do compósito (ρ_c), a densidade da fibra (ρ_f), e a densidade da matriz (ρ_m). Estes dados experimentais foram obtidos antes da realização do processo de pultrusão e após o seu término. Antes mediu-se com a ajuda de uma balança de precisão digital BL 3200H (d=0,01g) presente no LMC da UTFPR-CP a massa da fibra de vidro contida em 10 cm, bem como a massa da resina e o número de fios. Pós o término do processo de pultrusão as massas dos compósitos foram medidas com ajuda de uma balança de precisão digital Marte (d=0,01g) presente no Laboratório de Física 1 na UTFPR-CP, bem como seus diâmetros.

$$V_v = 1 - (\rho_c) \left(\frac{M_f}{\rho_f} + \frac{M_m}{\rho_m} \right) \quad (1)$$

Para a realização da queima matricial os corpos de prova já cortados necessitaram ficar primeiramente em uma sala com a temperatura e umidade controlada por pelo menos quarenta horas. Cada corpo de prova foi realizado em um dia diferente, sendo assim os corpos de prova 1, 2, 3 e 4 ficaram respectivamente em um ambiente controlado por: 48h, 72h, 96h e 120h.

O procedimento foi realizado no Laboratório de Preparo de materiais localizado na UTFPR-CP, a balança utilizada para pesagem foi uma balança de precisão Ohaus Adventurer ($d=0,001$) e o forno utilizado foi EDG 3000. Após o tempo mínimo estipulado para o condicionamento foi realizado o processo de queima matricial com base na ASTM D2584-18. Aqueceu-se o cadinho à temperatura de 565°C por 10 min, em seguida foi colocado em um dessecador e arrefecido a uma temperatura ambiente e pesado. Logo após foram colados os corpos de prova no cadinho e medido sua massa, posteriormente o cadinho com os corpos de prova foram inseridos em um forno de mufla e aquecidos à temperatura de 565°C até que toda matriz tenha desaparecido, para este procedimento foram necessárias 4 horas de forno. Finalmente, o cadinho com os corpos de prova foi resfriado à temperatura ambiente em um dessecador e medido a massa.

Segundo Daniel (1994), a fração de volume de vazio para a queima será calculada pela equação 2.

$$V_v = 1 - \left(\frac{(W_f/\rho_f) + (W_c - W_f/\rho_m)}{(W_c/\rho_c)} \right) \quad (2)$$

Onde: W_f é o peso da fibra, W_c o peso do compósito, ρ_f a densidade da fibra, ρ_m a densidade da matriz e ρ_c a densidade do compósito.

Os diâmetros utilizados em todos os procedimentos foram calculados através de uma média de três pontos medidos, sendo eles: início, meio e fim do corpo de prova. Já os volumes calculados foram medidos considerando um perfil cilíndrico.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após a realização das metodologias apresentadas gerou-se as tabelas 2 e 3, na qual através de uma análise é possível observar que o corpo de prova que apresentou menor porcentagem de fração de volume de vazios nas duas metodologias foi o corpo de prova 4 com aproximadamente 15,2% pela regra da mistura e 14,6% pela queima matricial. Para este foi utilizada uma temperatura inicial de molde de $159,8^\circ\text{C}$ e uma velocidade de puxamento de aproximadamente 0,047m/s. Pode-se dizer, comparando o corpo de prova 4 com o segundo de menor porcentagem de fração de volume de vazios, corpo de prova 3, na qual foi utilizado para sua fabricação uma temperatura de $159,8^\circ\text{C}$ e velocidade de puxamento de aproximadamente 0,013m/s, que os fios pultrudados realizados com uma maior temperatura apresentam uma quantidade de fração de volume de vazios menor.

Comparando o corpo de prova 3 com o corpo prova 1, o terceiro com menor fração de volume de vazios, fabricado com temperatura de molde de $109,8^\circ\text{C}$ e velocidade de puxamento de aproximadamente 0,013m/s, percebe-se que a

velocidade de puxamento influenciou no resultado de uma forma secundária em relação a temperatura.

Tabela 2: Análise das frações de vazios através da regra das misturas

Análise das frações de vazios através da regra das misturas				
Corpo de prova	Corpo de prova 1	Corpo de prova 2	Corpo de prova 3	Corpo de prova 4
Comprimento do compósito [m]:	0,1	0,1	0,1	0,1
Diâmetro do compósito[m]:	0,001706111	0,001786667	0,00149	0,001516667
Massa da fibra de vidro [mf] [kg]:	0,00026	0,00028	0,00027	0,00027
Massa do compósito [mc] [kg]:	0,000353333	0,000346667	0,000313333	0,000323333
Massa da matriz [mm] [kg]:	0,000093330	0,000066667	0,000043300	0,000053300
Mm (mm/mc):	0,264150943	0,192307692	0,138297872	0,164948454
Mf (mf/mc):	0,735849057	0,807692308	0,861702128	0,835051546
Densidade da fibra de vidro [pf] [Kg/m3]:	2540	2540	2540	2540
Densidade da matriz [pm] [Kg/m3]:	1144	1144	1144	1144
Densidade do compósito [pc] [Kg/m3]:	1545,539491	1382,722829	1796,983878	1789,700314
Volume de compósito [vc] [m3]:	2,28615E-07	2,50713E-07	1,74366E-07	1,80663E-07
Fração de volume de vazios [Vv]:	0,195383598	0,327056376	0,172369013	0,152662669

Fonte: Autoria própria (2019)

Tabela 3: Análise das frações de vazios através da queima matricial

Análise das frações de vazios através da queima matricial				
Corpo de prova	Corpo de prova 1	Corpo de prova 2	Corpo de prova 3	Corpo de prova 4
Densidade da fibra [pf] [Kg/m3]:	2540	2540	2540	2540
Densidade da Matriz [pm] [Kg/m3] :	1144	1144	1144	1144
Densidade do compósito [pc] [Kg/m3]:	1510,254532953	1413,568184690	1788,190126789	1790,06932443
Massa média da matriz [mm] [kg]:	0,000040667	0,0000423000	0,000024367	0,000028033
Massa média do compósito [mc] [kg]:	0,0020	0,002	0,0001559	0,0001617
Massa média da fibra [mf] [kg]:	0,000131967	0,0001349	0,000131533	0,000133667
Comprimento da amostra [m]	0,05	0,05	0,05	0,05
Volume do compósito [vc] [m3]	1,14307E-07	1,25357E-07	8,71831E-07	9,03317E-07
Fração de volume de vazios [Vv]:	0,234492837	0,281363627	0,161714927	0,146154269

Fonte: Autoria própria (2019)

CONCLUSÃO

Dos resultados obtidos na presente pesquisa conclui-se que os parâmetros velocidade e temperatura influenciam na fração de volume vazio dos perfis pultrudados. No entanto, os resultados experimentais indicaram claramente que outros parâmetros não considerados devem influenciar fortemente na fração de vazio. Acredita-se que o parâmetro mais influente nas frações de volume de vazios e não estipulado como parâmetro fixo nesse estudo seja a viscosidade da matriz.

Os valores obtidos para a fração de volume de vazio encontram-se relativamente elevados. Entretanto, nota-se que as duas metodologias apresentam boa correlação. Acredita-se que a queima matricial apresenta um resultado melhor uma vez que a massa da fibra de vidro do corpo de prova determinada nesta metodologia é obtida de forma mais precisa.

Para concluir, acredita-se ser necessários algumas providências para aumentar a qualidade dos perfis pultrudados diminuindo a fração de volume vazios. O controle na fabricação dos perfis pultrudados é da maior relevância, sendo o controle da variação da fração volumétrica de fibras uma das características mais importantes na determinação das propriedades mecânicas do material compósito. Além do mais, acredita-se no grande potencial de aplicações estruturais desses perfis pultrudados compostos de resina polimérica reforçados

com fibras de vidro que têm em substituição aos materiais convencionais como o aço e o concreto, principalmente por apresentarem baixo peso específico e alta resistência à corrosão e de aplicações odontológica.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a minha orientadora Sandra Mara Domiciano e ao LMC por todo suporte para a realização dessa pesquisa. Agradeço aos meus colegas de Laboratório em especial ao Felipe Samuel que se fez presente durante todo o trabalho se dispondo a colaborar e por último não menos que importante minha família.

REFERÊNCIAS

Almeida, Sandra Penha de Souza. **Avaliação das Propriedades Mecânicas de Compósitos Pultrudados de Matriz Polimérica com Reforço de Fibra de Vidro**. 2004. 87p. Tese de Mestrado – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2004

_____. **ASTM D2584-18**: Standard Test Method for Ignition Loss of Cured Reinforced Resins, 2018.

Connolly, M.; King, J.; Shidaker, T.; Duncan, A.. **Processing and Characterization of Pultruded Polyurethane Composites**. Huntsman.

DANIEL, I. M.; ISHA, O., **“Engineering Mechanics of Composite Materials”**, Oxford University Press (1994).

KERSTING, DANIEL DE FREITAS. **AVALIAÇÃO DE RESINAS EPÓXI PARA FABRICAÇÃO DE MATERIAIS COMPÓSITOS PELO PROCESSO DE PULTRUSÃO**. 2004. 102F. TESE DE MESTRADO – UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL, PORTO ALEGRE, 2004.

STARR, TREVOR F.. **PULTRUSION FOR ENGINEERS**. CRC PRESS. CAMBRIDGE. ENGLAND, 2000