

# Investigar experimentalmente a incorporação direta de alumina corundum na resina epóxi

Experimentally investigate the direct incorporation of alumina corundum in epoxy resin

Mauro Zampieri Lozada<sup>1</sup>, Belmira Benedita de Lima-Kühn<sup>1</sup>, Antonio Renato Bigansolli<sup>1,\*</sup>

## RESUMO

O sucesso das companhias de manufatura depende amplamente das suas habilidades de adaptação rápida às mudanças globais, como a escassez de recursos minerais e energéticos, concomitante à preocupação com os aspectos ambientais que devem ser observados. No caso da manufatura de óxidos fundidos para indústrias de cerâmicos, abrasivos e refratários gerarem subprodutos, a boa estabilidade térmica, física e química da alumina permite o seu reaproveitamento. Uma alternativa para essas questões pode ser dada através do uso de materiais particulados como reforços em matrizes poliméricas, a qual se apresenta como uma grande oportunidade de estudo científico com fins tecnológicos. Este trabalho tem como objetivo produzir e caracterizar compósitos constituídos por alumina de diferentes granulometrias e resina epóxi. A alumina foi caracterizada microestruturalmente por difração de raios X, e granulometricamente por peneiramento e difração a laser. Os compósitos produzidos foram submetidos ao ensaio de impacto. Os resultados mostram que os compósitos constituídos por partículas de alumina passantes em peneira de 325 mesh apresentam melhor dispersão de carga na resina epóxi.

**Palavras-chave:** Alumina-epóxi, Impacto Izod, MEV.

## ABSTRACT

The success of manufacturing companies depends largely on their ability to adapt quickly to global changes as the scarcity of mineral and energy resources, together with concern for environmental aspects. In the case of fused oxide manufacture for the ceramic, abrasive, and refractory industries generate by-products, the good thermal, physical, and chemical stability of alumina allows its reuse. An alternative to these questions can be given with particulate materials as reinforcements in polymeric matrices, which presents itself as a great opportunity for scientific study for technological purposes. This work aims to produce and characterize composites consisting of alumina of different particle sizes and epoxy resin. Alumina was characterized microstructurally by X-ray diffraction and the particle size by sieving and laser diffraction. The composites produced were subjected to the impact test. The results exhibit that the composites made up of particles of alumina passing through a 325 mesh sieve present a better dispersion of the charge in the epoxy resin.

**Keywords:** Epoxy alumina, Impact strength, SEM.

<sup>1</sup>. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro - Departamento de Engenharia Química – Seropédica (RJ), Brasil.

\*Autor correspondente: bigansolli.arb@gmail.com

Recebido: 14 Mai 2020 Aceito: 23 Jun 2020

## INTRODUÇÃO

A reciclagem é um mecanismo de extrema importância que pode ser empregada no sistema de tratamento de resíduos industriais, necessitando de amplo apoio da sociedade. Uma aplicação típica desta metodologia é observada na inclusão desses rejeitos em matrizes primárias, utilizando proporções e combinações apropriadas dos materiais, visando à obtenção de melhorias em propriedades específicas da matriz em que o resíduo é disperso<sup>1</sup>. No caso dos compósitos com materiais particulados, estes são utilizados para modificar propriedades térmicas, elétricas, características de usinagem, dureza superficial, atrito e desgaste de matrizes poliméricas e matrizes poliméricas reforçadas com fibras e particulados<sup>2</sup>.

Um exemplo de aplicação da abordagem mencionada é observado na dispersão de partículas residuais de alumina em uma matriz epoxilica; neste caso, obteve-se melhora da dureza e resistência ao desgaste<sup>1</sup>.

No entanto, a aplicação de materiais compósitos depende fortemente do conhecimento das características desses materiais. Por sua vez, a resina epóxi é um termorrígido bem conhecido, muito utilizada industrialmente e de fácil manuseio o que facilita a preparação dos corpos de prova. Investigar e conhecer a influência da alumina nas propriedades da resina epóxi significa poder conhecer novas possibilidades para aplicação do compósito, contribuindo também com a mitigação do impacto ambiental.

Este trabalho tem como objetivo estudar os efeitos reforçadores de partículas de alumina não tratadas no impacto de compósitos formulados através da combinação de alumina e resina epóxi. O reforço foi caracterizado microestruturalmente com o auxílio da técnica de difração de raios X, e granulometricamente por peneiramento e difração a laser. Os compósitos produzidos foram submetidos ao ensaio mecânico de impacto, visando identificar a influência da inserção de alumina, a saber, 5% e 10% em peso nas propriedades mecânicas finais da resina epóxi.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho, o tamanho das partículas da carga foi caracterizado por difração a laser e por peneiramento mecânico utilizando duas peneiras de 270 e 325 mesh. A alumina foi caracterizada microestruturalmente por difração de raios X. Foram produzidos compósitos com partículas: retidas em peneira de 325 mesh e passantes em peneira de 325 mesh. Os compósitos foram produzidos com resina epóxi, fabricada pela Indústria Química Huntsman e, em seguida, foram submetidos ao ensaio de impacto. Após o ensaio de impacto, a superfície de fratura dos corpos de prova foi caracterizada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

### Preparação da alumina

Após o peneiramento mecânico da amostra de alumina, as partículas retidas na peneira de 325 mesh foram cominuídas em moinho de alta energia. A moagem de alta energia foi realizada em moinho de bolas planetário PM 100, Retsch em dois ciclos de oito minutos. No primeiro ciclo de moagem, a amostra foi submetida à moagem com inversão de sentido a cada minuto e com velocidade de rotação de 300 rpm. No segundo, foi utilizada uma inversão a cada quatro minutos, com velocidade de rotação de 400 rpm. Após a moagem, a amostra foi novamente peneirada.

### Análise granulométrica por difração a laser

O tamanho das partículas da amostra moída foi determinado por difração a laser através do equipamento Malvern 2000. Para isso, a amostra foi dispersa em água deionizada por um período de dez minutos. Simultaneamente, o sistema de ultrassom acoplado ao equipamento permaneceu ligado nos três minutos iniciais. Após dez minutos, a amostra foi adicionada ao sistema a um índice de obscuridade da amostra entre 15% e 20%. O ensaio foi realizado em triplicata.

### Difração de Raios X

Uma amostra com partículas passantes em peneira de 325 mesh foi caracterizada por difração de raios X. O ensaio foi realizado em um difratômetro PANalytical, modelo Miniflex, utilizando radiação CuK $\alpha$ , com  $2\theta$  variando de 0° a 50°, corrente de 15 mA, tensão de 30 kV e tempo de contagem de 2s por ponto. A identificação das fases presentes foi feita através da comparação do difratograma com os padrões simulados no software PowderCell<sup>3</sup>, a partir dos dados publicados por Villars e Calvert<sup>4</sup>.

### Obtenção dos corpos de prova

Os corpos de prova utilizados no ensaio de impacto foram vazados em molde de silicone obtido, usando como modelo corpos de prova de polietileno obtidos através do processo de injeção, com dimensões padronizadas pela ASTM D256<sup>5</sup>. A Fig. 1 apresenta os corpos de prova para os ensaios de tração e de impacto utilizados como modelos na fabricação do molde de silicone, e a Fig. 2 apresenta o molde obtido. No entanto, neste trabalho, o molde foi utilizado apenas para a obtenção dos corpos de prova para o ensaio de impacto.



**Figura 1:** Modelo utilizado para produção do molde de silicone.



**Figura 2:** Molde de silicone.

### Obtenção dos compósitos

As condições experimentais analisadas nesta investigação podem ser observadas na Tabela 1.

**Tabela 1:** Condições experimentais

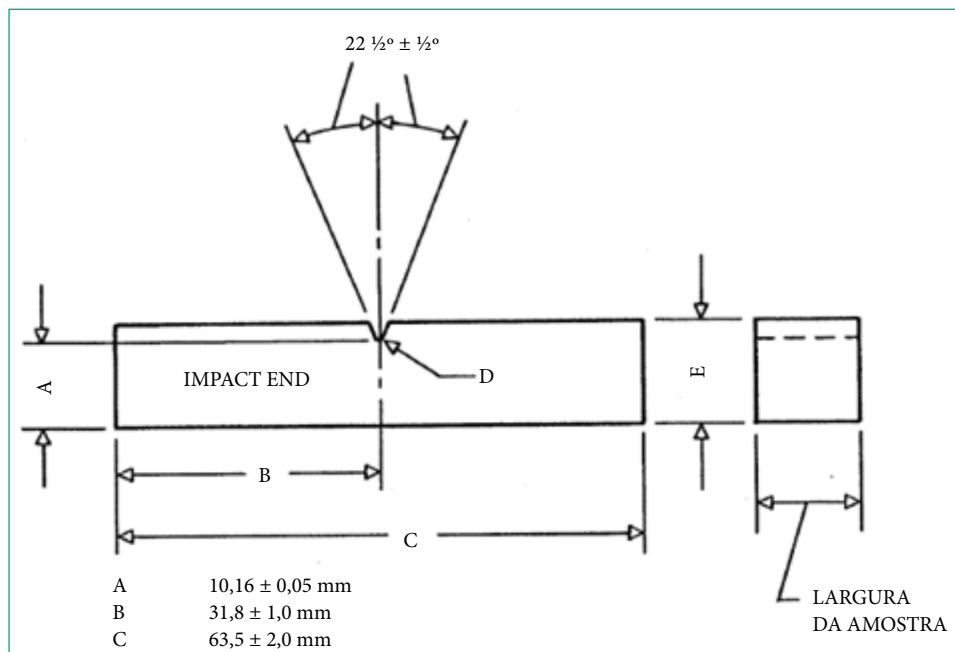
Amostras	Epóxi	Alumina
Epóxi puro	100%	0%
C1	95%	5%
C2	90%	10%

Diferentes compósitos foram preparados para duas granulometrias diferentes de reforço, uma composta por partículas retidas em peneira de 325 mesh e uma segunda composta por partículas passantes em peneira de 325 mesh (Tabela 1), representando a fração de alumina/epóxi estudada. O epóxi puro foi preparado com 100% de fase polimérica, o compósito C1 foi preparado com 95% de fase polimérica e 5% de alumina, e o compósito C2 com 90% de fase polimérica e 10% de alumina. Para produzir a

matriz polimérica, utilizou-se a resina Araldite GY 279 BR e o agente endurecedor Aradur 2963, de acordo com as proporções informadas pelo fabricante (para cada 100 partes em peso de Araldite, adicionou-se 42 partes em peso de Aradur). Para obtenção dos compósitos, Aradur e alumina foram misturados manualmente com o auxílio de um bastão de vidro, por um período de dois minutos. Em seguida, a resina foi adicionada e a mistura ficou sob homogeneização por um período de dez minutos. Após a homogeneização, a mistura foi vertida no molde de silicone. Finalmente, depois de 72 horas de cura, os corpos de prova foram desmoldados.

### Ensaio de impacto

O ensaio de impacto Izod foi realizado segundo as diretrizes do método A da norma ASTM D 256, utilizando 2,75 J de energia promovida pelo pêndulo. As dimensões padronizadas do corpo de prova e do entalhe estão apresentadas na Fig. 3.



**Figura 3:** Dimensões do corpo de prova utilizadas no ensaio de impacto Izod (ASTM, 2002, Modificada).

### Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

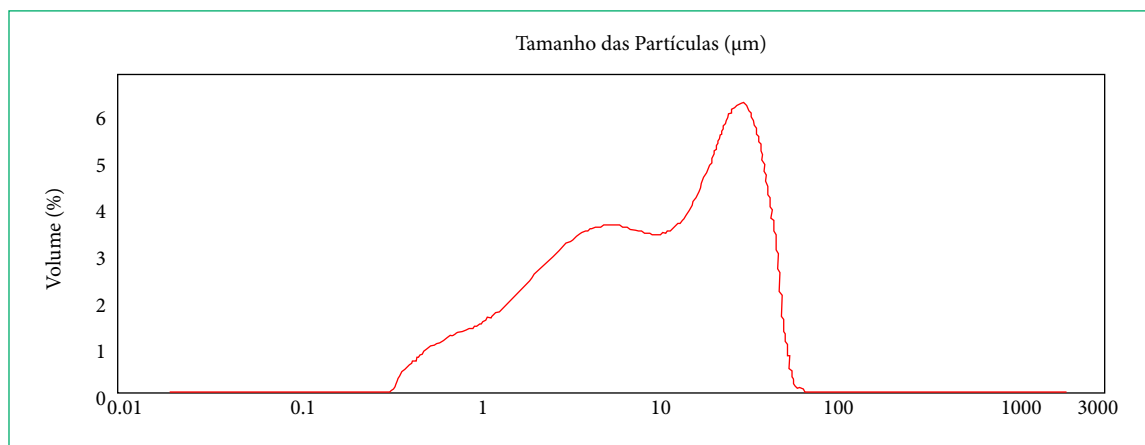
As micrografias foram feitas em um equipamento TESCAN VEGA 3 com detectores no modo elétrons retro espalhados (BSE). As amostras foram recobertas com uma fina camada de ouro.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Caracterização da alumina

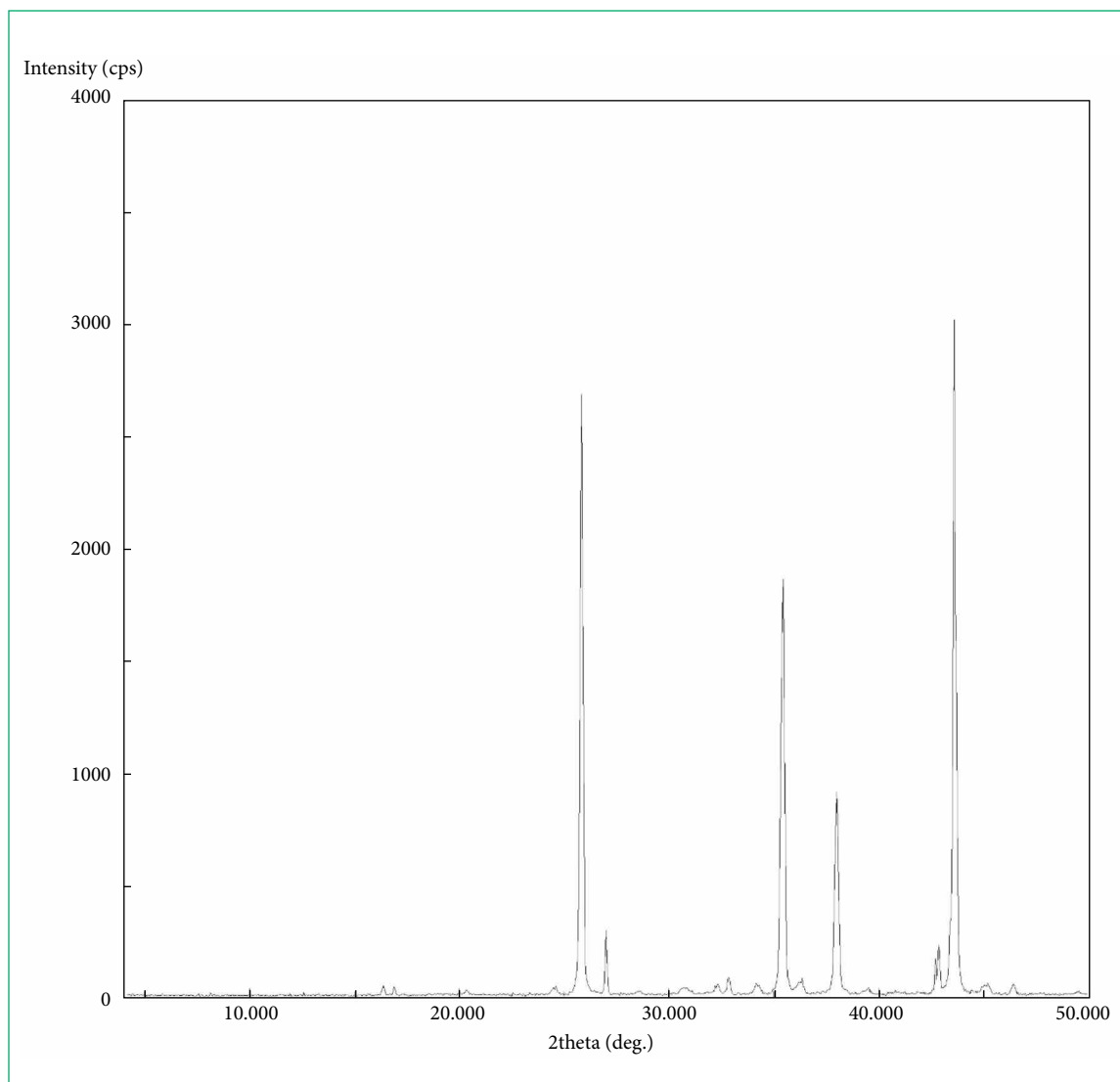
O ensaio granulométrico mostra que a alumina recebida é 100% passante em peneira de 270 mesh e 100% retida em peneira de 325 mesh. Após a cominuição em moinho de alta energia, a alumina apresentou partículas 100% passantes em peneira de 325 mesh.

A Fig. 4 mostra a distribuição percentual volumétrica do tamanho das partículas cominuídas. Observa-se que o diâmetro da amostra analisada variou de 0,3  $\mu\text{m}$  a 70  $\mu\text{m}$  e a presença de três classes modais em  $0,3 \leq f \leq 1$ ,  $1 \leq f \leq 10$  e  $10 \leq f \leq 70$ , caracterizando o comportamento de uma curva multimodal. Foi obtido um diâmetro médio de Sauter de 3,761  $\mu\text{m}$ . Desta forma, as partículas analisadas por difração a laser apresentam tamanho de 0,3  $\mu\text{m}$  até 70  $\mu\text{m}$  e são 100% passantes em peneira com abertura de 44  $\mu\text{m}$  indicando que as partículas de alumina não são esféricas, o que explica que partículas com dimensões maiores que 44  $\mu\text{m}$  atravessem a abertura da peneira de 325 mesh.



**Figura 4:** Distribuição do tamanho de partículas obtida por difração a laser.

A análise de difração de raios X forneceu um difratograma da amostra de alumina, apresentado na Fig. 5, cujos picos indicam que a amostra é composta majoritariamente por alumina corundum.

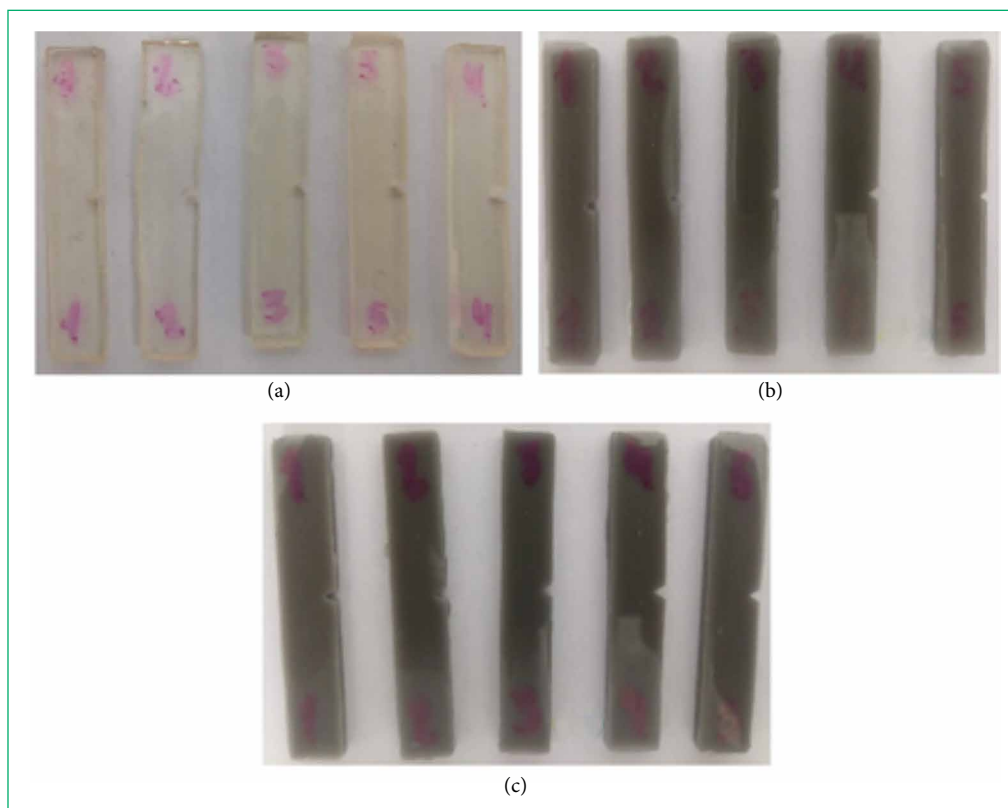


**Figura 5:** Difratograma experimental da amostra de alumina.

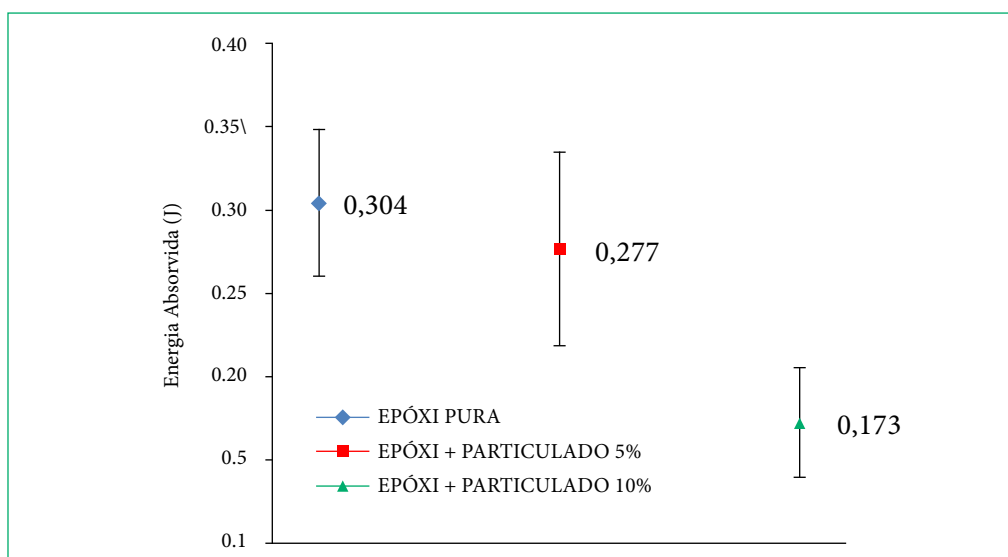
## Caracterização dos compósitos

Foi observada a decantação das partículas de alumina nos compósitos produzidos com partículas retidas na peneira de 325 mesh durante o período de cura dos compósitos. Esta decantação deve ter ocorrido devido ao peso das partículas. Desta forma, foram avaliadas apenas a resistência ao impacto e à superfície de fratura dos compósitos obtidos com partículas de alumina passante em peneira de 325 mesh.

A Fig. 6 apresenta os corpos de prova utilizados no ensaio de impacto Izod. Através do ensaio de impacto, mediu-se a quantidade de energia absorvida pelo corpo de prova, e suas respectivas forças de impacto cujas médias e desvios padrão estão apresentados na Fig. 7. Durante o ensaio, todos os corpos de prova, sem exceção, apresentaram ruptura completa, podendo ser alocados em um mesmo grupo para análise dos dados do ensaio.

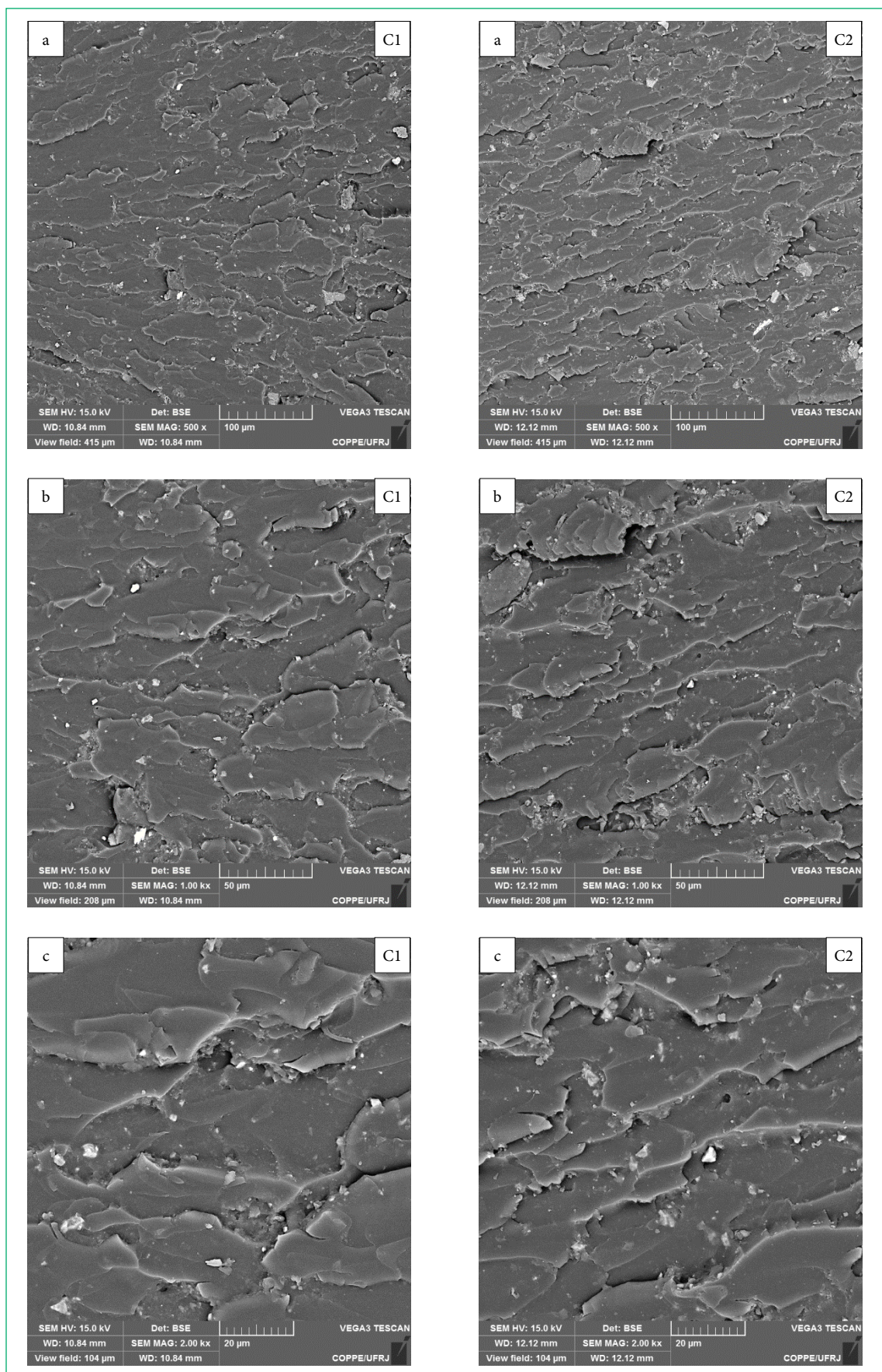


**Figura 6:** (a) corpos de prova, já entalhados, de resina epóxi pura; (b) resina epóxi com 5% de particulado; e (c) resina epóxi com 10% de particulado. Fonte: Autoria própria.



**Figura 7:** Energia absorvida pelas amostras no ensaio de impacto.





**Figura 8:** Micrografias dos compósitos C1-5% em peso de partículas de alumina e C2-10% em peso de partículas de alumina, com aumentos: a) 500 X, b) 1000 X e c) 2000 X.

Observou-se que os corpos de prova com 5% de carga não apresentaram uma variação significativa da energia necessária para levar o corpo de prova à fratura. No entanto, os corpos de prova contendo 10% de carga, apresentam uma queda da energia absorvida quando comparado ao valor encontrado para a resina epóxi pura. Confirmando que reforços particulados não contribuem para o aumento da resistência de materiais compósitos<sup>6</sup>.

Para entender o comportamento dos compósitos reforçados por alumina corundum, realizou-se a caracterização por microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura de algumas amostras. A Fig. 8 mostra as micrografias obtidas por MEV dos compósitos ensaiados por impacto Izod.

Na Fig. 8, as micrografias à esquerda mostram a microestrutura dos compósitos C1 (com 5% em peso de partículas de alumina) e as micrografias à direita mostram microestruturas dos compósitos C2 (com 10% em peso de partículas de alumina), com aumentos de 500 X, 1000 X e 2000 X, respectivamente. Nessas microestruturas são observadas superfícies ásperas (ranhuras), sendo que no compósito C2 pode ser observado uma maior concentração de ranhuras; são evidenciados também, vazios ao redor das partículas de alumina e vazios devido ao completo descolamento das partículas de alumina da matriz, esses efeitos enfraquecem os compósitos. Como já apresentado, os valores da resistência à fratura medidos para os compósitos foram menores que no epóxi puro, mostrando o efeito das partículas de alumina no epóxi. Assim, a fratura pode ser facilitada durante o ensaio de impacto devido à propagação das trincas através das interfaces reforço/matriz.

## CONCLUSÃO

O ensaio granulométrico por difração a laser indica que o reforço é constituído por partículas cujo tamanho variam de 0,3  $\mu\text{m}$  a 70  $\mu\text{m}$  e a caracterização microestrutural por difração de raios X indica que o reforço é constituído por alumina corundum.

Os corpos de prova produzidos com partículas retidas em peneira de 325 mesh apresentaram uma separação entre as partículas e a resina através da decantação da alumina. Apesar dos corpos de prova produzidos com partículas passantes em peneira com abertura de 325 mesh revelarem uma dispersão homogênea da carga na matriz de resina epóxi, o ensaio de impacto desses mostrou que a quantidade de energia absorvida pelo compósito diminui com o aumento da concentração da carga e que todos os compósitos apresentaram valores de resistência à fratura inferiores aos medidos na resina epóxi sem adição de carga, o que sugere que a fratura pode ser propiciada pela fraca interação entre o reforço e a matriz o que facilita a propagação das trincas através das interfaces reforço/matriz.

## REFERÊNCIAS

1. Valášek P, Müller M, Hloch S. Recycling of corundum particles - two-body abrasive wear of polymeric composites based on waste. *TehnickiVjesnik*. 2015;22(3):567-72. <https://doi.org/10.17559/TV-20131111140048>
2. Mohanty A, Srivastava VK. Effect of alumina nanoparticles on the enhancement of impact and flexural properties of the short glass/carbon fiber reinforced epoxy based composites. *Fibers Polym*. 2015;16:188-95. <https://doi.org/10.1007/s12221-015-0188-5>
3. Kraus W, Nolze G. PowderCell (2.3). Berlin: Fed. I. Res. Test, 1999.
4. Villars P, Calvert LD. Pearson's handbook of crystallographics data for intermetallic phases. 2<sup>a</sup> ed. Metals Park: ASTM International; 1991.
5. American Society for Testing and materials – ASTM. ASTM D256: Standard test methods for determining the Izod pendulum impact resistance of plastics. Annual Book of ASTM Standards, 2002.
6. Casaril A. Modelagem matemática e avaliação experimental do módulo de elasticidade de materiais compósitos particulados de matriz fenólica para uso de material de fricção [dissertação] Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul; 2009.