

Estudo da microestrutura da resina acrílica

Acrylic residue micro-structure study

Adan Scaramelo de Rezende[†], Aloano Régio de Almeida Pereira[†], Iago Azevedo Motta[†], Isabelle Souza e Silva[†], Wallace Pará Mendes[†], Ricardo de Freitas Cabral^{†‡*}

Como citar esse artigo. de Rezende, AS; Pereira, ARA; Motta, IA; e Silva, IS; Mendes, WP; Cabral, RF. Estudo da microestrutura da resina acrílica. Revista Teccen. 2018 Jan./Jun.; 11 (1): 18-25.

Resumo

As resinas plásticas são compostos químicos orgânicos de moléculas em forma de grades, ou tipo “tiras”, de grandes pesos moleculares denominados polímeros. Os polímeros por sua vez são resultantes da “união” química de vários elementos moleculares, os mais simples, chamados monômeros. O encontro dos monômeros se dá por reações químicas denominadas polimerização. Conforme ele nos diz, as características físicas ou químicas de cada tipo de resina variam de acordo com o tipo ou tipos de monômeros que lhe deram origem. Cada plástico reúne uma combinação de propriedades que o tornam mais adequado que qualquer outro plástico a um determinado fim. Podem-se ter vários tipos de classificações para os polímeros, como por exemplo: Polímeros termoplásticos; Polímeros termorrígidos, termofixos ou termoendurecível; Elastômeros (borrachas). Este trabalho analisa amostras e busca caracterizá-las de acordo com o seu tipo. Este material foi detalhado por ensaio de Tração, a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Dureza Shore D, análise calorimétrica exploratória diferencial (DSC), e a termogravimétrica (TGA). As análises permitem levar a conclusão do tipo de material e os ensaios praticados, tanto na análise microestrutural, quanto na análise de dureza com um valor médio na escala shore D de 50,22 HS, evidenciam as características do material estudado como sendo resina acrílica.

Palavras-Chave: Caracterização; Polímeros termoplásticos; DSC; TGA.

Abstract

Plastic resins are organic chemical compounds of molecules in the form of grids, or “strips”, of large molecular weights called polymers. The polymers in turn are the result of the chemical “union” of several molecular elements, the simplest, called monomers. The meeting of monomers occurs by chemical reactions called polymerization. As he tells us, the physical or chemical characteristics of each type of resin vary according to the type or types of monomers that gave rise to it. Each plastic combines a combination of properties that make it more suitable than any other plastic to a particular purpose. There may be several types of classifications for the polymers, for example: Thermoplastic polymers; Thermosetting or thermosetting polymers; Elastomers (rubbers). This work analyzes samples and seeks to characterize them according to their type. This material was detailed by Traction test, Scanning Electron Microscopy (SEM), Shore D Hardness, differential scanning calorimetric analysis (DSC), and thermogravimetric (TGA). The analyzes allow to conclude the type of material and the tests performed, both in the microstructural analysis and in the hardness analysis with a mean value in the shore D scale of 50.22HS, show the characteristics of the studied material as being acrylic resin.

Keywords: Characterization; Thermoplastic polymers; DSC; TGA

Introdução

O estudo mostra a importância da caracterização completa de um material para classificá-lo corretamente, principalmente em produtos que apresentam em sua composição materiais com pouquíssimas variações em suas características (Cangemi, Santos, & Neto, 2009).

Segundo Candian (2007), projetistas e engenheiros preferem trabalhar com os plásticos porque estes oferecem uma série de benefícios que não são encontrados em alguns materiais, como peso específico

sintetizado, resiliência, resistência à degradação por dissecação e opugnação de microorganismos, resistência à corrosão, resistência mecânica, transparência, incomplexidade de tratamento e com reduzido custo de sustento. A aplicação dos polímeros na construção civil permanece há muito tempo, contudo é mais usual em elementos que não são estruturais (Mano & Mendes, 2004), como, em canos de esgoto e água, telhado e calha de plásticos, esquadrias (Mano & Seabra, 1987).

O presente artigo dá ênfase à caracterização de amostras de resinas acrílicas confrontadas através da prática de um ensaio de dureza, tração, microscopia

Afiliação dos autores: [†] Mestrado Profissional em Materiais do Centro Universitário de Volta Redonda – UniFOA

[‡] Centro Universitário Geraldo Di Biase – UGB

* Email para correspondência: ricardo.cabral@foa.org.br

óptica e microscópio eletrônico de varredura (MEV), comparando seus resultados com os materiais disponíveis no mercado.

Materiais e Métodos

No desenvolvimento dessa pesquisa foram utilizados 5 corpos de prova de um polímero classificado como resina acrílica, obtido no Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA).

Foram preparados corpos de prova de resina acrílica fabricado pela Redelease, por meio da resina SQ2001 e o endurecedor SQ3140. Desta forma, foram preparadas duas amostras da resina acrílica para o seu estudo, a partir do corte de um pedaço retangular de 2 cm x 1 cm (Rohde, 2010). Assim, as amostras foram embutidas a frio em uma resina para possibilitar a análise de MEV e foi metalizada com ouro para a sua análise.

Ensaio de Dureza

O durômetro Shore é usado para medir a dureza do material. O processo consiste em medir a profundidade da impressão deixada no material com a inserção da carga e é dependente de alguns fatores além da dureza. O ensaio praticado segundo a norma STM D2240-02 (Métodos Padronizados de Teste para Propriedades da Borracha – Dureza) é usado para designar a dureza alusiva de materiais balofos, geralmente de plástico ou borracha. O teste mede a penetração de um endento especificado no material em circunstâncias particulares de força e tempo. O montante de dureza é regularmente utilizado para assinalar ou classificar uma dureza peculiarizada de elastômeros ou como padrão de gestão de qualidade em diversos materiais.

As etapas desta análise consistem em por o espécime em uma região plana e com ala dureza. O endento para o instrumento é então pressionado na amostra, certificando-se de que é paralelo à superfície. A dureza é lida dentro de um segundo (ou conforme

especificado pelo cliente) de contato firme com a amostra. Os espécimes de teste são geralmente de 6,4 mm ($\frac{1}{4}$ de polegada) de espessura. É possível empilhar vários espécimes para atingir a espessura de 6,4 mm, mas uma amostra é preferida. Os números de dureza são derivados de uma escala. As tabelas de dureza Shore A e Shore D são comuns, sendo a escala A usada para mais suave e a escala D sendo usada para materiais mais rígidos. Os dados obtidos foram à execução de 05 (cinco) medidas de cada corpo de prova e retirado a media para servir como entrada de dados no equipamento. O ensaio foi realizado em um durômetro de modelo Homis TH210 com capacidade de 0 a 100 shore D e resolução 0,1 shore D.

Ensaio de tração

O Ensaio de Tração é realizado para a obtenção de resultados de tenacidade e ductilidade dos materiais a fim de se ajustar as propriedades mecânicas para um dado projeto. Por ser um ensaio simples de ser realizado e a fácil obtenção dos seus resultados, tornam-no o mais significativo de todos os ensaios mecânicos (Souza, 1987). O ensaio é feito aplicando uma carga axial progressiva a um corpo de prova e a consequente deformação do corpo de prova. A essas variações pode-se citar a tensão que consiste em uma força aplicação expressa em N sobre uma unidade de área, que pode ser representada pela equação 1. O alongamento percentual (equação 2) ocorre com a colocação de força axial de tração em um corpo de prova fixo, causando um aumento no seu comprimento e diminuição da área da seção transversal.

As amostras utilizadas para o ensaio de tração foram elaboradas acompanhando a norma ASTM D638-10 Tipo I. Antes de iniciar o ensaio foram realizadas as medidas de seu comprimento útil e de sua espessura utilizando um paquímetro analógico, com precisão de 0,01mm. O ensaio de tração foi feito na máquina universal de ensaios mecânicos EMIC modelo DL 10000, a 23°C, com velocidade de 5 mm/min, e com

Tabela 1. Medidas dos corpos de prova.

MEDIDAS	CP1		CP2		CP3
	LARGURA (mm)	ESPESSURA (mm)	LARGURA (mm)	ESPESSURA (mm)	LARGURA (mm)
1ª	12,65	4,00	13,00	4,00	12,75
2ª	12,60	4,00	12,70	4,00	13,00
MÉDIA	12,63	4,00	12,85	4,00	12,88
ÁREA (mm ²)	50,50		51,40		49,25

Fonte: os autores (2017).

o auxílio de célula de carga 5kN. Os corpos de prova utilizados para o estudo atendem à norma ASTM D638 - 10, suas dimensões estão mencionadas na Tabela 1.

Análise do DSC e TGA

O teste DSC é feito para indicar os atributos de temperatura de fusão (T_m), calor específico, temperatura de transição vítrea (T_g), tempo de cristalização, temperatura de cristalização (T_c), entalpia de fusão, porcentagem de cristalinidade, capacidade calorífica e a velocidade de cura dos polímeros. O método analisa a corrente de calor associada com as modificações térmicas dos materiais em relação à temperatura e tempo, conforme a norma ASTM D3818-12.

O ensaio de TGA - Análise Termogravimétrica, ou TGA (Thermogravimetric analysis) é realizado para avaliar a estabilidade térmica, dimensionar os resíduos inorgânicos, ausência de água e ausência de solventes ou plastificantes. Tal método analisa a massa da amostra em relação ao tempo ou a temperatura e sob uma atmosfera equilibrada de nitrogênio ou ar sintético. De maneira geral, a análise TGA pode ser utilizada para controlar a qualidade quanto na exploração de polímeros, argilas, fármacos e minerais.

O equipamento utilizado para esse ensaio foi STA 6000 da Perkin Elmer tendo sido preparado e configurado com os seguintes parâmetros: O ensaio de 30 °C até o patamar de 750 °C, com taxa de aquecimento e de resfriamento de 10 °C/min, atmosfera de nitrogênio em um fluxo de 20 mL/min, onde a massa da amostra foi de 9 mg que foi inserida em cadinho de alumina. A análise foi feita em Software Pyris, na versão 12.1.10106 de

2015, o equipamento descrito foi calibrado e ajustado conforme as especificações do fornecedor.

Análise do MEV

Para esse ensaio utilizou-se o equipamento de MEV da marca Hitachi e modelo TM3000 considerando a voltagem do feixe eletrônico que foi mantida entre 5 a 10 kV para mínimo efeito de carregamento da amostra. As imagens correspondem ao sinal obtido a partir do detector de elétrons secundários. Para obter o resultado desse ensaio foi necessária a preparação da amostra efetuando-se a deposição em ouro a fim melhorar a condutividade. Para isso utilizou-se o equipamento modelo K550X e marca EMITECH Gold, por 30s de deposição.

Resultados

Ensaio de dureza

O ensaio foi realizado baseado na norma STM D2240-02. Os dados obtidos foram através da execução de 05 (cinco) medidas de cada corpo de prova e retirado a media para servir como entrada de dados no equipamento de ensaio de tração, mostrado na tabela 2.

Segundo Coutinho, Costa, Guimarães & Soares (2007), a verificação da dureza é feita medindo a impressão feita por um indentador no material sob uma carga pré-determinada. Pode-se observar que as amostras possuem comportamentos semelhantes, mas o CP2 é um material com maior dureza tendo sua dureza

Tabela 2. Valores obtidos no ensaio de dureza.

MEDIDA	CP1	CP2	CP3
	DUREZA	DUREZA	DUREZA
	SHORE D	SHORE D	SHORE D
	(HSD)	(HSD)	(HSD)
1*	41,10	53,20	47,80
2*	49,80	52,80	50,20
3*	47,80	52,40	49,80
4*	50,20	51,80	51,40
5*	50,40	40,90	51,70
MÉDIA	47,86	50,22	50,18
Desvio			
Padrão	3,92	5,24	1,55

Fonte: os autores (2017).

shore D média em 50,22.

Ensaio de Tração

Após o ensaio pode-se verificar a deformação percentual das amostras, conforme mostrado na Tabela 3. Se confrontado com a tabela 2 (dureza) nota-se que o material menos duro (CP1) mostra maior ductilidade. Segundo Canevaloro (2004), os parâmetros que quantificam a resistência mecânica do polímero em análise de tensão-deformação são: módulo Young ou de elasticidade, tensão na área do escoamento, tensão máxima, tenacidade e tensão de ruptura. A Tabela 4 demonstra os resultados fornecidos pela máquina de

ensaio mecânico EMIC DL 10000.

Análise do TGA e DSC

No Gráfico 2 pode-se verificar na primeira variação de temperatura entre 30 °C a 250°C que houve uma queda inicial de massa em 13,51 % e entre 250 a 500 °C houve uma perda de massa entorno de 81,67 %. Pela norma ASTM E2550-17, a Temperatura inicial (T_i) é a temperatura inferior em que se é capaz de identificar o começo da mudança de extensão para um aglomerado de condições práticas e temperatura final (T_f) é a temperatura inferior que determina que o processo esteja incumbido pela variação de massa que foi efetuada.

Tabela 3. Deformação Percentual.

MEDIDAS	CP1		CP2		CP3
	LO (mm)	LR (mm)	LO (mm)	LR (mm)	LO (mm)
1ª	53,50	60,00	53,00	60,00	52,50
2ª	52,00	59,80	52,00	58,90	53,00
MÉDIA	52,75	59,90	52,50	59,45	52,75
ϵ	13,55%		13,24%		11,85%

Fonte: os autores (2017).

Tabela 4. Resultados obtidos pela máquina EMIC DL 10000 no Ensaio de Tração.

Amostras	L ₀ (mm)	Área (mm ²)	Tensão		Deformação
			Escoamento (MPa)	Máxima (MPa)	específica (%)
1	50,00	50,52	0,00	5,00	133,40
2	50,00	50,40	0,00	6,00	120,60
3	50,00	49,41	0,00	6,00	132,30
Nº CPS	3,00	3,00	2,00	3,00	3,00
Média	50,00	50,11	0,10	5,58	128,80
Mediana	50,00	50,40	0,10	5,55	132,30
Desv. Padrão	0,00	0,61	0,09	0,44	7,06
Variância (%)	0,00	1,22	95,06	7,90	5,48
Mínimo	50,00	49,41	0,03	5,16	120,60
Máximo	50,00	50,52	0,17	6,04	133,40

Fonte: os autores (2017).

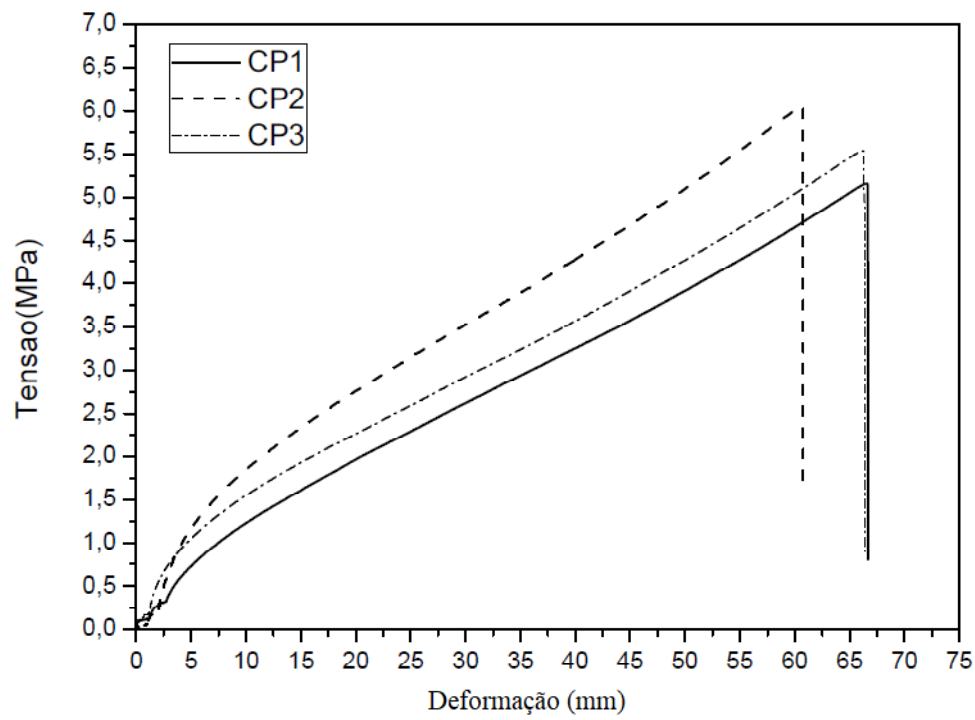


Figura 1. Resultados obtidos no ensaio de tração. Fonte: os autores (2017).

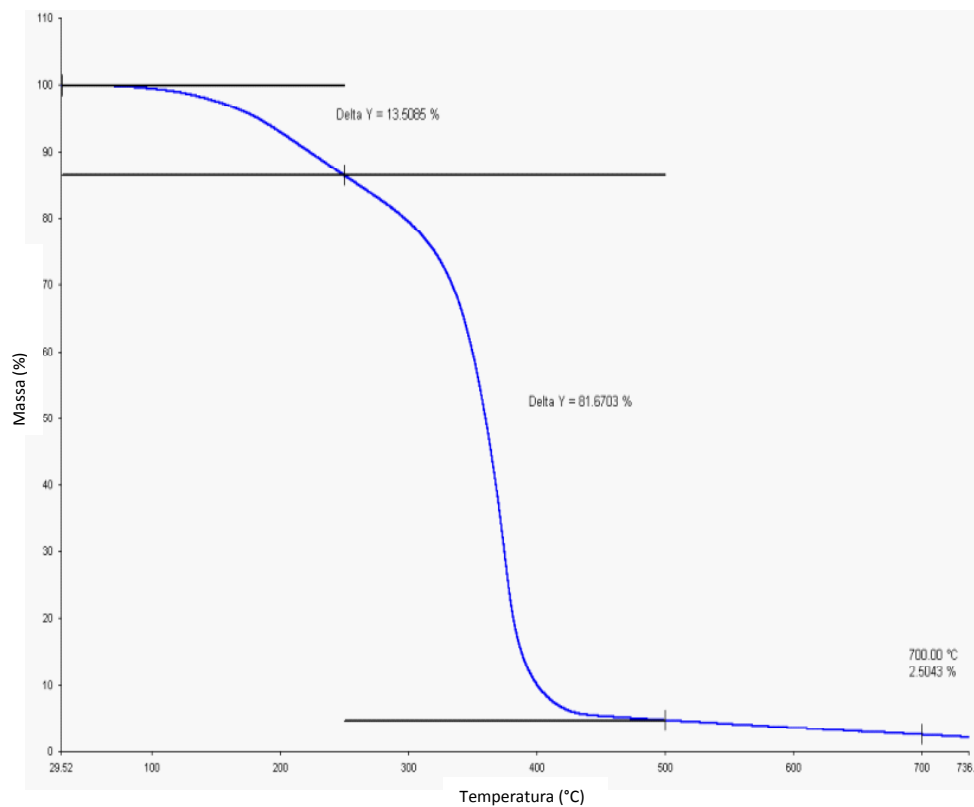


Figura 2. DSC – Perda de massa. Fonte: os autores (2017).

Análise do MEV

Nas análises das microestruturas das Figuras 6 (a), (b) foram evidenciados porosidades podendo ser oriundas das impurezas devido ao processo de extrusão das amostras comparado ao de outros artigos como Coutinho *et al.* (2007).

Discussões

Ensaio de dureza

Tal análise também pode ser confrontadas a alguns ensaios de outros artigos como Coutinho *et al.* (2007), que representa uma dureza abaixo de outros compostos.

Ensaio de tração

Se confrontado com a tabela 2 (dureza) nota-se que o material menos duro (CP1) mostra maior ductilidade. Os resultados do Gráfico 1 apresentam os valores obtidos do ensaio de tração em que se pode notar que os comportamentos dos CP'S são semelhantes, com uma tensão máxima 6,04MPa (Tabela 4). Segundo, Mendes, Rossini, Simon, Lahr & Pacioni (2007), a partir do ponto máximo de escoamento começa a região de deformação permanente e o material se deforma até chegar no máximo de resistência, logo após tem-se a ruptura do material (Canto, 1995).

Com esse ensaio conseguiu-se concluir que os materiais ensaiados apresentaram valores diferentes, mas bem próximos e como isso pode-se dizer que o material da primeira amostra (CP1), segundo Canevarolo & Sebastião (2006), tem-se um material mais dúctil e com

isso evidenciou-se claramente que a sua deformação foi maior.

Na segunda amostra (CP2) mostra-se um material com maior dureza, dado que o alongamento foi bem menor em relação ao primeiro experimento, possuindo um comportamento de caráter frágil e na terceira amostra (CP3) tem-se um material intermediário entre os dois primeiros experimentos, em relação às propriedades de dureza e ductilidade. Esses resultados podem ser comparados com os trabalhos de Abreu Junior & Pimentel (2016), Amaral, Barra, Barcia & Soares (2001) e o de Correa (1995).

Análise do TGA e DSC

Pode-se ver que através desse ensaio tem-se algumas características determinadas, como se pode ver no Gráfico 3, como a temperatura onset, que seria a temperatura de início da perda de massa. A primeira queda é devido à desidratação do material e a segunda é devido à perda de massa, ou seja, a fusão do material. Essa alteração pode acontecer em uma temperatura definida quando o material for extremamente translúcido (pico estreito e de grande amplitude) ou suceder em uma barra de temperatura, correspondente à disposição da dimensão das regiões cristalinas contidas nas macromoléculas.

A temperatura na qual não aparece a forma cristalina é definida como local de fusão do material em questão e refere-se, aproximadamente, ao ponto máximo de fusão na sinusidade de DSC. A caloria de fusão consegue ser delineada pela seção composta sob o pico endotérmico, comparando-a com a massa de amostra usada. A norma para se estabelecer a temperatura e a entalpia de liquefação é a ASTM E794-06, para polímeros.

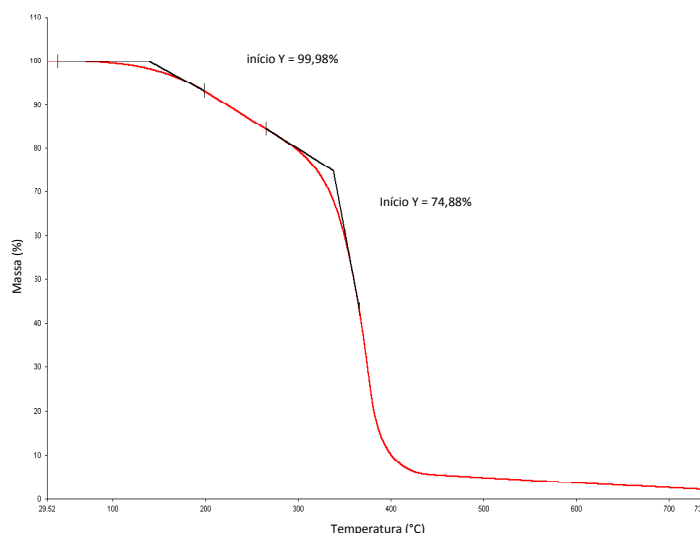


Figura 3. Temperatura de início. Fonte: Os autores (2017).

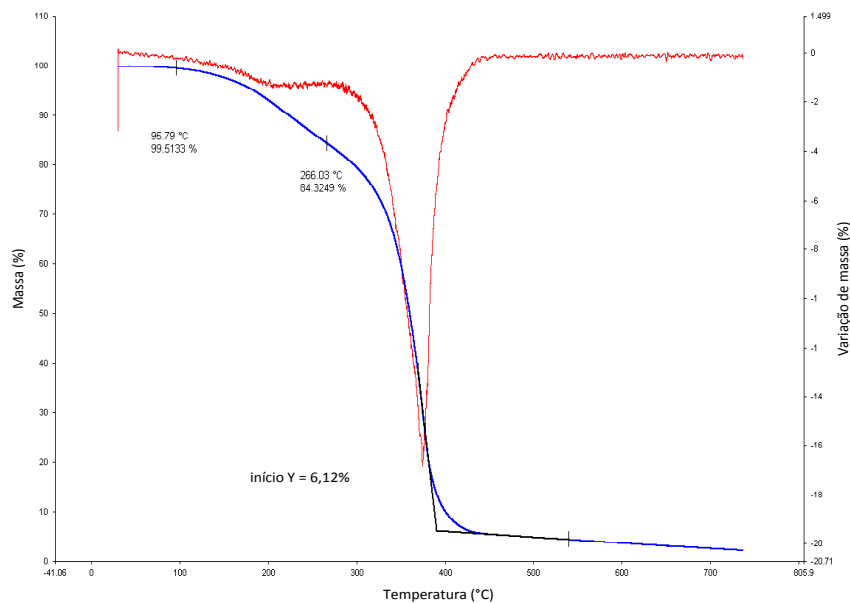


Figura 4. Curva DSC inserida na curva TGA Temperatura Inicial.

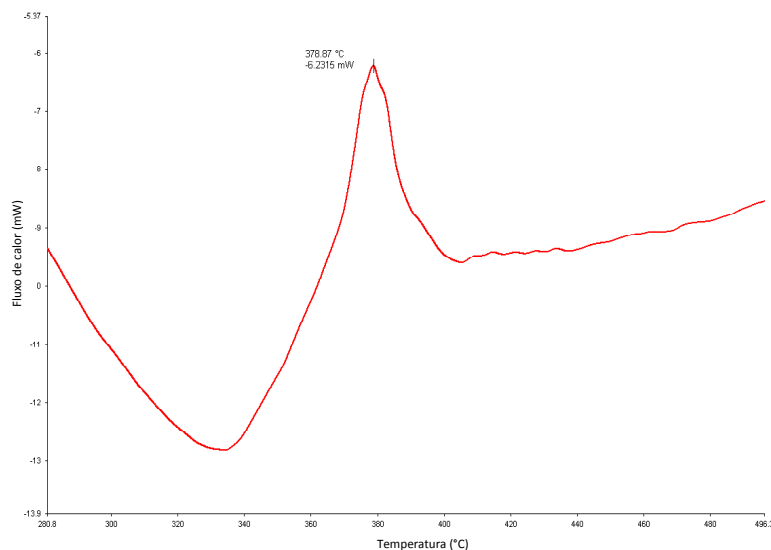


Figura 5. Análise realizada no ensaio de DSC/TGA. Fonte: Os autores (2017).

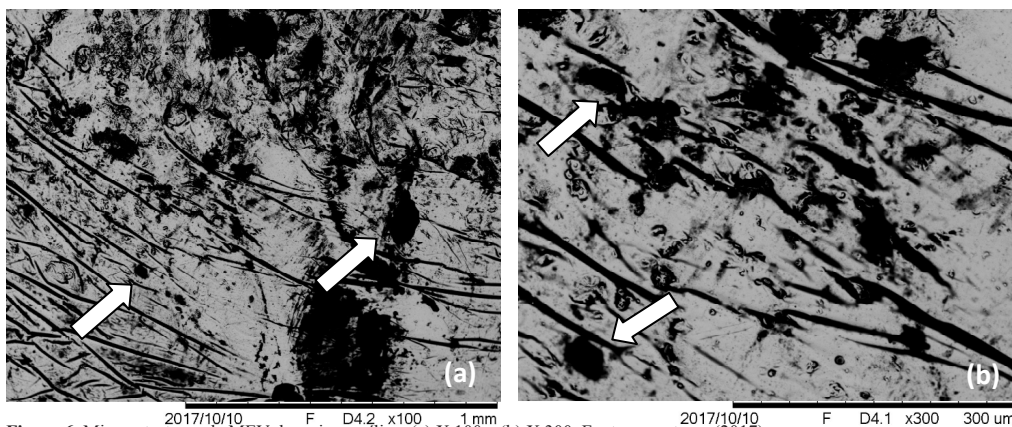


Figura 6. Microestruturas de MEV da resina acrílica: (a) X 100 e (b) X 300. Fonte: os autores (2017).

Segundo Canevarolo & Sebastião (2004), no Gráfico 4, foi feita uma sobreposição das curvas de DSC e TGA, e pode-se ver que há duas reações, uma ocorrendo lentamente e em seguida, outra que ocorre rapidamente. Na curva pode-se ver entre todas as características as temperatura *onset* e *endset*, onde mostra perfeitamente quais as temperaturas nas quais ocorrem a desidratação do material, que poderia ser a perda da umidade da amostra. O ponto de fusão onde ocorre a grande perda volume no local de inflexão fica evidente na curva de TGA, à 390,45 °C e na temperatura *endset* à 410 °C, marcada na curva DSC onde ocorreu a degradação total do material, conforme norma ASTM D3418.

Conforme mostrado no Gráfico 5 ficou evidente que o pico de degradação apresentou um elevado valor. Desta forma, no momento da degradação foi apontado pelo intenso pico exotérmico com uma temperatura de 378,87 °C e logo depois da fusão do compósito mostra-se uma alta oxidação do material (Canevarolo et al. 2004).

Análise do MEV

Pelo processamento das imagens através do MEV apresentado nas figuras 6a e 6b trata-se de um polímero semicristalino, pois segundo Marques, Souza & Esperandio (2010), parte das cadeias poliméricas organizam-se e se formam cristais, isso comparado aos polímeros amorfos que não tem nenhum grau de ordenação em suas cadeias.

Considerações finais

Os polímeros são muito importantes em algumas áreas industriais. Está área tem desenvolvido cada dia mais, precisando, portanto de mão de obra qualificada. Um dos grandes desafios dos polímeros é com relação a sustentabilidade, sendo os sintéticos provenientes de fontes fósseis, e a elevada preocupação com o descarte desses materiais, tornando o setor de pesquisa e desenvolvimento para soluções como biopolímeros, polímeros biodegradáveis, polímeros verdes, crescente.

Logo, pode-se afirmar que os ensaios de dureza, de tração, análises TGA e DSC praticados foram bastante satisfatórios. Dentre os valores encontrados, como dureza shore D média de 50,22 HS, ensaio de tração com tensão de escoamento 0,17 MPa e tensão máxima de 6,04 MPa, foi possível investigar as correlações presentes entre as características dos elementos poliméricos, como entre elas a sua estrutura morfológica.

Também foi possível entender que tais características precisam ser conceituadas para que o material mais conveniente para um dado serviço seja escolhido levando em consideração a união de outros fatores como: custo, disponibilidade e vida útil.

Referências Bibliográficas

- Abreu Junior, A. L. S, Pimentel, L. S. (2016). Análise experimental do comportamento mecânico do polipropileno em ensaio de tração uniaxial. Niterói, RJ.
- Amaral, T. P., Barra, G. M. O., Barcia, F. L. & Soares, B. G. (2001). *Estudo das propriedades de compósitos de polianilina e resina epoxídica*.
- ASTM E2550 -17. Standard Test Method for Thermal Stability by Thermogravimetry. (2017).
- ASTM D3818-12. Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry. (2012).
- ASTM D638 – 10. Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics (2010).
- ASTM E794 – 06. Standard Test Method for Melting And Crystallization Temperatures By Thermal Analysis (2006).
- Candian, L. M. (2007). *Estudo do polietileno de alta densidade reciclado para uso em elementos estruturais*. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Estruturas) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos.
- Canevarolo, Jr. & Sebastião, V. (2006). *Ciência dos Polímeros*. 2ª ed. São Paulo: Artliber Editora, 2006.
- Canevarolo, Jr. & Sebastião, V. (2004). *Técnicas de Caracterização de polímeros*. 1ª ed. São Paulo: Artliber Editora.
- Cangemi, J. M., Santos, A. M. & Neto, S. C. (2009). Poliuretano: de travessieiros a Preservativos, um Polímero Versátil. *Química Nova na Escola*, 31 (3), 159-164.
- Canto, E. L. (1995). *Plástico: bem supérfluo ou mal necessário?* 3ª ed. São Paulo: Editora Moderna.
- Correa, C. A. (1995). Polímeros: Ciência e Tecnologia, – www.revistapolimeros.org.br, acessada em 10/12/2017.
- Coutinho, F. M. B., Costa, M. P. M., Guimarães, M. J. O. C. & SOARES, B.G. (2007). Estudo Comparativo de Diferentes Tipos de Polibutadieno na Tenacifi cação de Poliestireno. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, 17 (4), 318-324.
- Mano, E. B. & Mendes, L. C. (2004). *Introdução a Polímeros*. 2.ed. rev. e ampl. São Paulo: Edgard Blücher.
- Mano, E. B. & Seabra, A. P. (1987). *Práticas de química Orgânica*. 3. ed. São Paulo: Edgard Blücher.
- Marques, F. D., Souza, F. G. & Esperandio, G. O. (2010). Síntese e caracterização de resinas alquídicas: Efeito da presença de água em rota sintética sem uso de solvente e catalisador. Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química.
- Mendes, A. M, Rossini, G. H., Simon, H. J. B. D, Lahr, M. & Pacioni, T. R. (2007). “Resistência dos Materiais Trabalho: Relatório de ensaio de tração com materiais poliméricos.” Faculdade de Engenharia Mecânica - UNICAMP, Campinas.
- Rohde, R. A. (2010). Metalografia: preparação de amostras, LEMM Laboratório de Ensaios Mecânicos e Materiais.
- Souza, S. A. (1987). *Ensaio Mecânicos de Materiais*. 5.ed. São Paulo: Editora Blücher.