

## OBTENÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ TERMOFIXA POLIMÉRICA E $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

**BARNASKY, Ricardo<sup>1</sup>; GAIER, Marciel<sup>1</sup>; CAVA, Sérgio da Silva<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas, Curso de Engenharia de Materiais; <sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas, Curso de Engenharia de Materiais. ricardoritter@hotmail.com.br

### INTRODUÇÃO

As resinas fenólicas são polímeros termorrígidos famosos por suas propriedades mecânicas, resistência térmica e ao ataque químico.

A proposta do trabalho é desenvolver amostras tendo por base uma resina fenólica, do sistema fenol-formaldeído, do tipo comercial Novolac® e fazer a adição de 10% em massa de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  com a intenção de melhorar suas propriedades mecânicas e estruturais. O sistema fenol-formaldeído é o mais conhecido dos formadores de resinas termorrígidas, e são chamadas também, de resinas fenólicas.

Em um meio aquoso, existe um equilíbrio entre o fenol-formaldeído e o metilenoglicol. Porém, quando o pH do meio é alterado, esses dois monômeros saem do equilíbrio e podem ser formados dois tipos gerais de resinas poliméricas comercialmente conhecidas como Resol® e Novolac®.

A resina Resol® é formada em um meio alcalino e com um excesso molar de formaldeído. É uma resina líquida, geralmente solúvel em água e sua polimerização, mesmo a taxas lentas, ocorre à temperatura ambiente. A indústria normalmente se refere à resina Resol® como uma resina 'Single-Stage', pois não há necessidade de se adicionar agentes de cura.

A resina do tipo Novolac®, é formada em meio ácido, em proporções molares de excesso de fenol. É uma resina 'Double-Stage', pois primeiramente ocorre a formação de um polímero plástico, sendo necessária a adição de um agente de reticulação. O produto final é um polímero termorrígido, amorfo e sólido.

$\text{Al}_2\text{O}_3$ , também é conhecido como Óxido de Alumínio ou Alumina, e possui características interessantes de aplicação industrial, entre elas o baixo custo de matéria-prima e de produção. Também são propriedades de interesse da Alumina o ponto de fusão, condutividade térmica superior à maioria dos óxidos cerâmicos, resistência a alta temperatura e rigidez dielétrica. A  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  é uma das fases de cristalinidade da Alumina, obtida em uma certa faixa de temperatura na etapa de sinterização das partículas.

### METODOLOGIA (MATERIAL E MÉTODOS)

#### *Matérias-Primas*

Foram utilizadas quantidades significativas de Fenol, Formaldeído e Ácido Sulfúrico. Produtos estes que estavam disponíveis em nossos laboratórios, assim como as vidrarias que foram necessárias, como: béquer, balão volumétrico, manta de aquecimento, graal, pistilo, pipetas, provetas, entre outros.

Para a obtenção das partículas cerâmicas de  $Al_2O_3$  utilizamos o método de precursores poliméricos utiliza-se nitrato de alumínio  $[Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O]$  98,0% P.A. (Synth), ácido cítrico anidro ( $C_6H_8O_7$ ) 99,5% PA (Synth) e etilenoglicol ( $HOCH_2CH_2OH$ ) 99,7% PA (Synth). É utilizada uma proporção de 3 moles de ácido cítrico anídrico para 1 mol de nitrato de alumínio, onde são totalmente dissolvidos em 50 mL de água destilada a uma temperatura de aproximadamente 100 °C.

Assim é adicionado etilenoglicol para que ocorra uma reação de esterificação. Então se mantém a solução nesta temperatura e em agitação durante um tempo de 5 horas para que se forme uma resina do tipo poliéster com aparência escura e bem viscosa. Após estar pronta, a resina é levada a mufla para pré-calcinar a uma temperatura de 300 °C por 2 horas, resultando assim em um polímero pirolisado. Então o material obtido é desaglomerado e posteriormente calcinado a uma temperatura de 700 °C.

### Equipamentos

Para as análises das resinas, foram utilizados os equipamentos de difração de raios-X para análises de cristalinidade, equipamento de ensaios mecânicos, Instron ElectroPlus™, e microscópio eletrônico de varredura, MEV, para visualização da interação entre as fases do compósito.

### Preparação das amostras

As amostras de resinas foram preparadas utilizando-se um balão volumétrico de 500 mL com 3 saídas, acoplado a um termômetro. No balão foi adicionado o fenol e o ácido sulfúrico, que se aqueceram sob refluxo. A solução de formaldeído foi adicionada lentamente (30 min. aproximadamente). A quantidade de alumina foi adicionada no processo de polimerização da resina, um total de 10% de alumina em relação à massa da resina. As amostras sem a carga de alumina mantiveram a mesma esquematização descrita acima, porém, sem a adição da carga. A reação foi mantida com temperatura entre 80°C e 100°C.

Após completa a etapa da polimerização, foi adicionada à resina uma carga de 10% em massa de hexametilenoctetramina, que age como reticulante do polímero. Ao ser aquecido, libera grupos metilênicos, que se unem aos fenóis formando uma grande ligação cruzada entre as cadeias existentes.

As amostras foram obtidas, adicionando quantidades de resina em cilindros de prensagem. Após a prensagem, foram mantidas em temperatura de 80-100°C para a obtenção dos corpos de prova completamente prontos.

Resinas	Fenol	Formaldeído	$H_2SO_4$ (%)	Alumina (%)	Hexametilenoctetramina (%)
Fenólica	1	0,625	0,5	-	10
Fenólica + Alumina	1	0,625	0,5	10	10

Tab. 1: Composições molares dos constituintes usados nas sínteses das resinas. Os valores do  $H_2SO_4$  e da alumina estão expressos em porcentagem, em relação à massa dos constituintes.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foram feitas as análises com o difratômetro de raios-X das amostras de resina fenólica [fig.1] e do compósito [fig. 2].

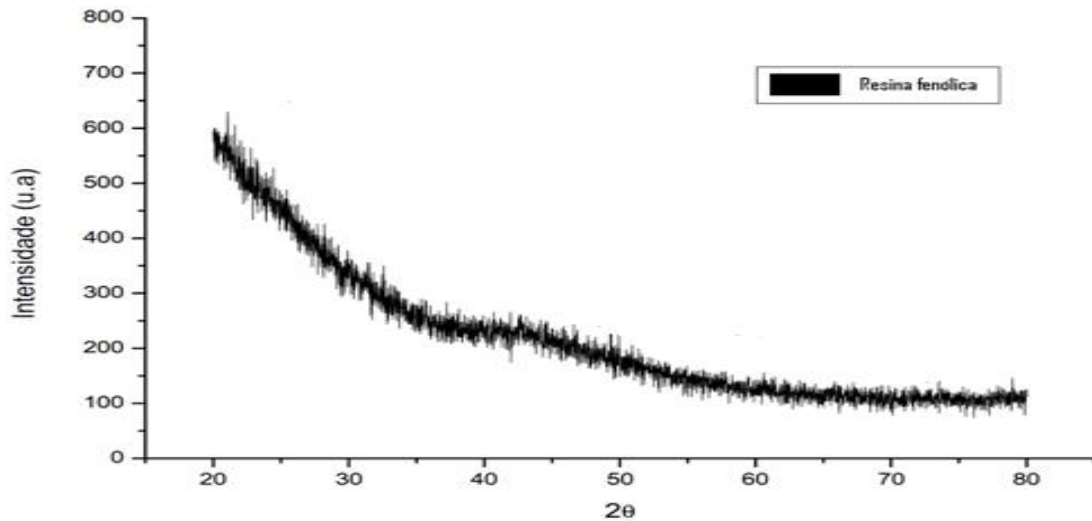


Figura 1: Análise de difração de raios-X da amostra de resina fenólica.

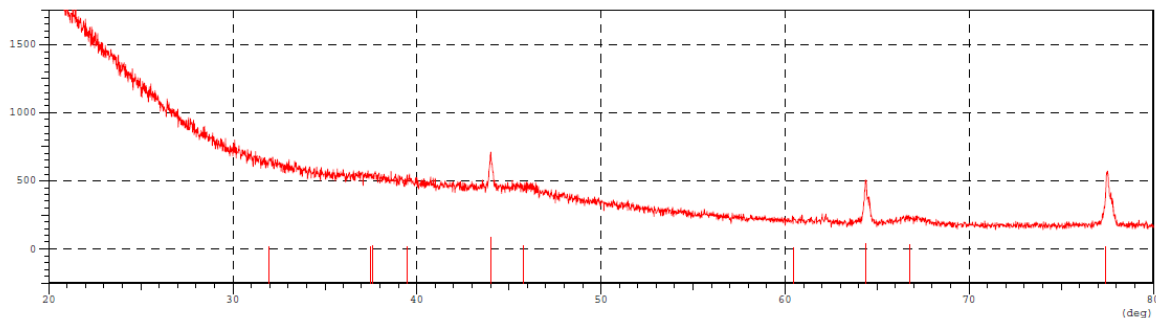


Figura 2: Análise de difração de raios-X da amostra do compósito.

Nas análises de difratometria foram verificadas amostras amorfas de resina fenólica, e na análise do compósito visualizamos picos característico da  $Y-Al_2O_3$ , de acordo com a ficha cristalográfica JCPDS 29-0063.

Os testes mecânicos de compressão foram feitos utilizando a Instron ElectroPlus™.

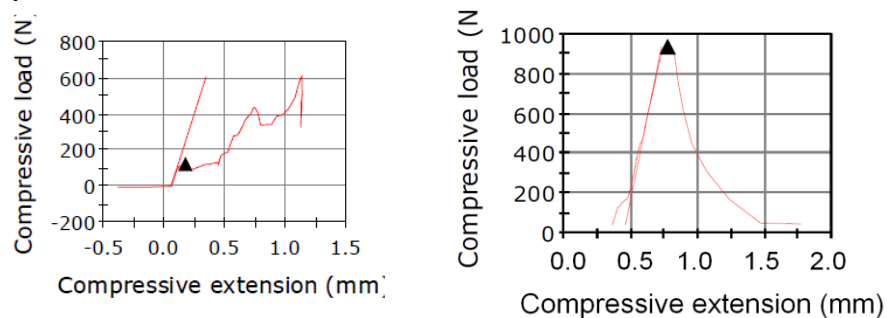


Figura 3: Testes mecânicos do polímero e do compósito, respectivamente.

Os testes mecânicos mostraram uma maior resistência do material com adição de alumina. A partir dos dados gerados podemos perceber um aumento na força resistida de 600 N para aproximadamente 1000 N, uma pressão resistida de 6,5 MPa para 12 MPa, e um aumento no módulo de elasticidade de 21 MPa para 32 MPa.

Para as análises de micrografias utilizamos um Microscópio Eletrônico de Varredura.

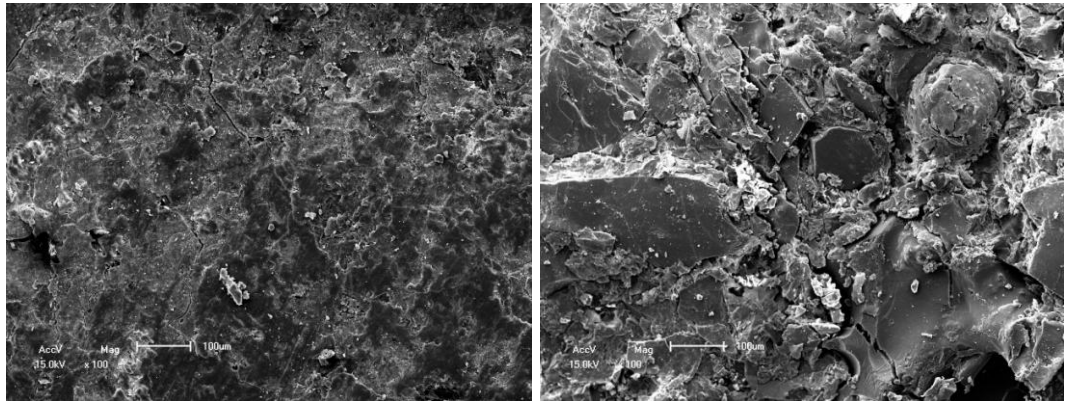


Figura 4: Micrografias (X100) das amostras sem e com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, respectivamente.

Nas análises de microscopia é percebida a presença e a interação das partículas cerâmicas com o substrato polimérico. Essa interação auxilia no aumento da resistência mecânica.

## CONCLUSÃO

Os procedimentos realizados e os resultados já obtidos estão satisfatórios. A síntese da resina fenólica ocorreu como o esperado, e os resultados foram condizentes com o proposto. O projeto se encaminha de acordo com o seu cronograma inicial. Conclui-se então, que as partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> aumentaram significativamente a resistência mecânica de compressão das amostras. A análise das micrografias mostra uma boa interação entre a matriz de resina e a carga.

## REFERÊNCIAS

### Livro

ASKELAND, Donald R. **Ciência e Engenharia dos Materiais**. Local de Edição: Cengage Learning, 2008.

### Artigos:

DA-PENG, Z.; HONG F., Mechanical and High-Temperature Properties of Glass Fibers Reinforced Phenolic Composites, **J. Reinf. Plast. Compos.**, v.27, n.13, p.1449-1460, 2008.

BORIS M. C. C., Técnicas e procedimentos de caracterização estrutural de resinas fenólicas novolac, **QuimModel**, BR, 2006.

SÁ, G.M.; CARDOSO, A. V., **R. Esc. Minas**, 2009, 45-52, 62.

Ferrari, P.E.; Rezende, M.C., **Polímeros**, 1998, 22-30, 4.