

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE TUBO DE EPÓXI REFORÇADO POR FIBRA DE VIDRO*

Lucas Coelho da Silva¹
Hélio Marques Kohler²

Resumo

Nesse artigo, foram desenvolvidos experimentos que visam determinar e avaliar a microestrutura presente em tubos de polímero reforçado por fibra de vidro. O trabalho apresenta uma breve introdução do processo de obtenção das fibras de vidro através da pultrusão e suas vantagens e aplicações. As técnicas de caracterização microestrutural são listadas e explicadas bem como a finalidade de se realizar esse procedimento. As amostras foram envelhecidas no forno a uma temperatura próxima da deterioração e depois resfriadas à água e ao ar. Após isso, foi feito ensaio de achatamento nas amostras a fim de se determinar se o envelhecimento afeta o grau de deformação da amostra até ela se romper.

Palavras-chave: Pultrusão; Caracterização microestrutural.

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF EPOXY PIPE REINFORCED BY FIBERGLASS

Abstract

In this article experiments were carried out aimed at determining and assessing the present microstructure of polymer tubes reinforced with fiberglass. The paper presents a brief introduction of the process of obtaining the glass fibers by pultrusion and their advantages and applications. The microstructural characterization techniques are listed and explained and the purpose of performing this procedure. The samples were aged in an oven at a temperature of decay and then cooled to water and air. After this has been done, flattening test was accomplished in samples in order to determine whether thermal treatment affects the sample strain degree until it ruptures.

Keywords: Pultrusion; Microstructural characterization.

¹ Engenheiro Mecânico, Mestrando Pela Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Engenheiro Metalúrgico, PhD em Eletroquímica pela Universidade de Montreal, Professor Adjunto, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

1. INTRODUÇÃO

1.1 Importância dos Compósitos na Indústria

Alguns exemplos da utilização de compósitos de fibras de vidro com amplo emprego ocorrem nas indústrias de construção civil, onde seu uso permite menor número de manutenções e a reabilitação das estruturas já existentes [1]. Outro setor onde vem crescendo muito o uso desses compósitos, é o de instalações de óleo e gás, na qual tubulações vêm sendo feitas com esse tipo de material, já que apresentam facilidade de instalação e montagem. Em relação à montagem, uma grande vantagem dos compósitos, é que a montagem pode ser feita sem ser necessário o emprego de solda.

Esses compósitos com fibras de vidro podem ser usados em plataformas de petróleo por terem menor custo de instalação e de manutenção, resistirem à corrosão, e possuírem boas propriedades mecânicas [2]. Diversas instalações offshore de produção de óleo e gás, bem como revestimentos internos e externos de dutos, vem sendo fabricados nesse tipo de compósito e são empregadas pelas diversas empresas que atuam no segmento de óleo e gás.

1.2 Pultrusão

O principal processo de fabricação de dutos compósitos é o de enrolamento filamentar, porém tubos de pequeno diâmetro também podem ser fabricados pelo processo de pultrusão. Esse processo permite obter materiais com alta resistência mecânica e com baixo peso; sendo um processo de fabricação contínuo que pode ser automatizado e que produz compósitos de seção transversal constante. A fibra de vidro é o reforço mais utilizado no processo de pultrusão. No processo de pultrusão os materiais são “puxados” através de um molde (pulltrough = pultrusion = pultrusão). As fibras de reforço são puxadas através de guias. Esta guia vai diretamente para uma área de impregnação, podendo ser por banho ou injeção de resina reformulada. Feito isso, as fibras são pré-moldadas de acordo com a forma do material desejada [3]. O material passa por uma área quente do molde de aço já contendo a forma final a ser produzida, onde se inicia uma reação exotérmica de polimerização. Na última etapa, um sistema de tração puxa o compósito polimerizado até uma estação de corte. Quando a peça é puxada do molde, ela ainda está quente, mas está rígida. Posteriormente, ocorre o resfriamento e o material pode ser cortado na medida desejada. Podem ser produzidas por pultrusão, barras e perfis sólidos reforçados por fibras de vidro e também perfis estruturais reforçados em todas as direções para garantir a resistência necessária.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Caracterização Microestrutural

A caracterização de uma microestrutura é uma etapa importante no desenvolvimento de materiais, pois as propriedades do material estão diretamente relacionadas à microestrutura. Materiais metálicos são cristalinos e a caracterização da microestrutura visa determinar as fases presentes, defeitos cristalinos e contornos de grãos. As cerâmicas tradicionais possuem fases amorfas e poros. Já os

polímeros podem ser totalmente amorfos, como é o caso das resinas termorrígidas e de alguns termoplásticos.

Algumas dessas técnicas são: microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, microscopia eletrônica de transmissão e microscopia de campo iônico.

O microscópio óptico é constituído por um conjunto de lentes, ocular e objetiva, e um tubo óptico. É usado para ampliar e avaliar estruturas pequenas ou grandes que seriam impossíveis de serem vistas à olho nu. A vantagem da microscopia óptica é que essa técnica permite a observação de áreas maiores em um tempo menor em relação às outras técnicas [4]. Os microscópios para análise de polímeros ou vidros usam normalmente a luz transmitida; enquanto que para os metais utilizam a luz refletida. A análise microestrutural de compósitos se faz necessária, pois após se preparar o corpo de prova é necessário avaliar as propriedades da amostra, fases presentes, microconstituintes e defeitos de fabricação como bolhas, distribuição não uniforme de partículas, distribuição de cargas na matriz, aderência entre matriz e reforço, por exemplo, e a composição química.

2.2 Avaliação da Microestrutura.

O material escolhido foi um tubo de epóxi reforçado por fibra de vidro, conhecido também por PRFV(polímero reforçado por fibra de vidro). As amostras foram divididas em 3 grupos: primeiro grupo com 4 amostras como recebido, segundo grupo envelhecidas e temperadas à água com 7 amostras, e terceiro grupo envelhecidas e resfriadas lentamente ao ar com 6 amostras. O envelhecimento foi realizado numa estufa, controlado por um termopar à 185°C (temperatura essa próxima da degradação da matriz polimérica), como mostra a figura 1 abaixo:



Figura 1. Estufa

O ensaio de achatamento foi realizado sobre as amostras, de acordo com a norma ASTM D2412-11 [5], até o ponto onde as amostras romperam. E assim foi possível analisá-las no microscópio óptico nos pontos de fratura.

Depois, seguiram-se algumas etapas em laboratório para definição e avaliação da microestrutura presente no material: Lixamento, polimento e avaliação no microscópio óptico.

A amostra precisou ser embutida em um molde, para que fosse possível lixá-la sem que danificasse a amostra pela força ou pressão exercida pela mão. Um arco do tubo foi cortado, para possibilitar a realização de uma análise longitudinal da espessura do tubo.

Primeiramente, foi misturada resina com água até obter um material de consistência pastosa. Esse material foi despejado no molde já com a parte cortada do tubo para análise, como mostram as figuras 2 e 3 a seguir.

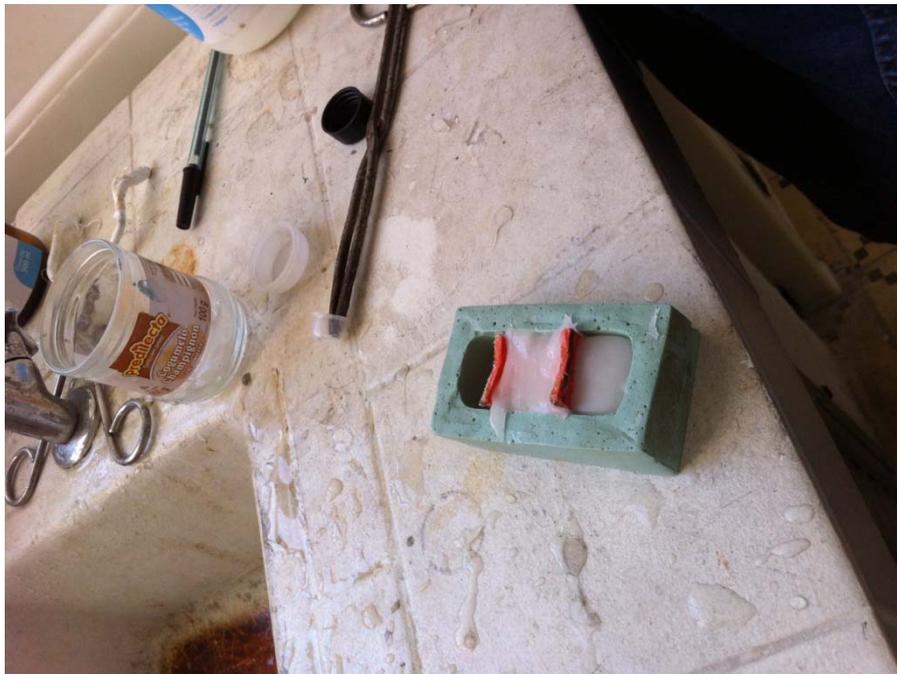


Figura 2. Molde

Após alguns minutos de exposição ao ar:



Figura 3. Material Embutido

O material demorou em média 10 minutos para secar e apresentou a seguinte aparência (4) depois de seco:



Figura 4. Amostra pronta para o lixamento

Aguardou-se um pouco antes de retirar a amostra do molde pois a resina apresenta uma reação exotérmica, liberando calor e portanto deve-se tomar todo o cuidado possível. As rebarbas e descontinuidades do material foram eliminadas na etapa de lixamento a seguir.

Foram usadas lixas de granulometria 80,220,420, 600,800,1200 como mostra a figura 5:



Figura 5. Lixas

Esses números se referem ao número padrão da lixa, em que quanto maior esse número é, menor o tamanho do grão do cerâmico presente na lixa. Sendo assim, foi utilizado primeiramente a lixa de menor número até que se chegasse ao maior, e assim foi possível obter uma região planificada da amostra preparada. Ou seja, a

troca de lixa se deu em ordem crescente da numeração das lixas, para que fosse possível eliminar o máximo de rugosidade possível do material. O tempo de lixamento de cada amostra durou em média 50 minutos, e no final ela apresentou a seguinte aparência, como mostra a imagem 6:



Figura 6. Amostra após o lixamento

A seguir realizou-se o polimento das amostras para minimizar as discontinuidades das amostras. O material usado foi uma garrafa pequena de álcool e uma pasta de Alumina da ordem de 1 micrometro como mostram as figuras 7,8,9,e 10 a seguir:



Figura 7. Material de polimento (alumina)



Figura 8. Máquina de polimento

**Figura 9.** Amostra com alumina**Figura 10.** Processo de polimento

Após aproximadamente 5 minutos para cada amostra, realizou-se a limpeza delas com álcool, e imediatamente foram expostas ao ar por tempo suficiente para a completa secagem. A seguir, finalmente as amostras seguiram para o microscópio digital para análise, como mostras as figuras 11,12,13:

**Figura 11.** Microscópio digital**Figura 12.** Avaliação microestrutural**Figura 13.** Início da avaliação

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Imagens no Microscópio:

Usaram-se 3 amostras para a análise longitudinal e uma apenas para análise transversal no primeiro grupo, 4 para análise longitudinal e 3 análise transversal no segundo grupo, e no terceiro grupo 3 tanto para análise longitudinal como transversal. Em branco, as fibras de vidro dispersas em uma matriz polimérica (cor preta). Uma observação interessante na análise longitudinal é que em duas amostras observou-se que a distância da matriz até a resina sólida, é em média 500 micrometros, enquanto que apenas uma apresentou distância de 1000 micrometros. A seguir, imagens 14,15,16,17,18,19,20 e 21.

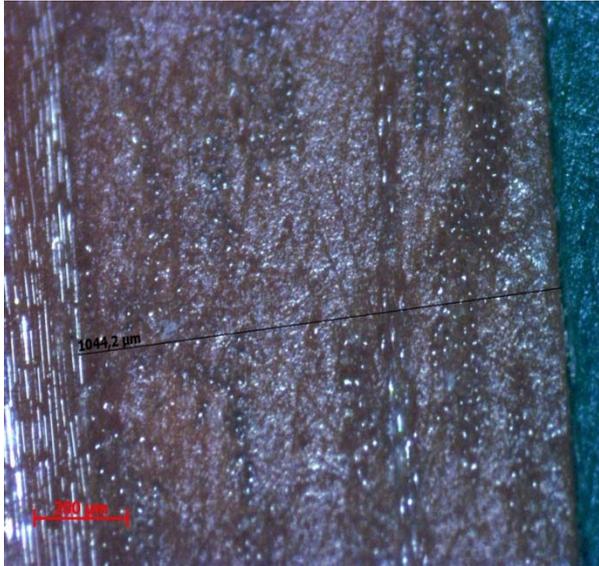


Figura 14. Microestrutura da Amostra 1

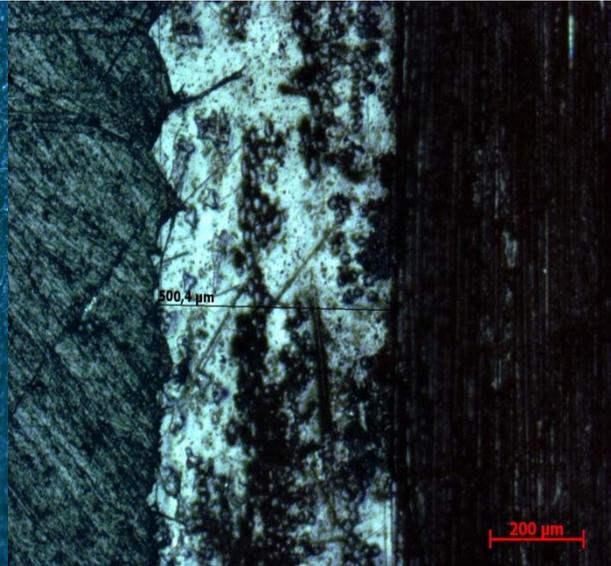


Figura 15. Amostra 2 – aumento em 50x

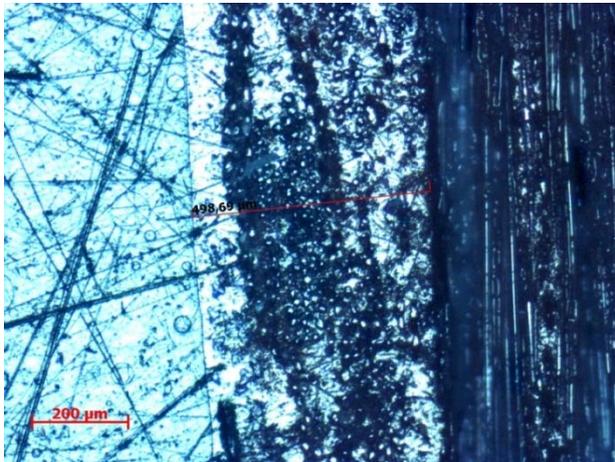


Figura 16. Borda externa – aumento em 50x

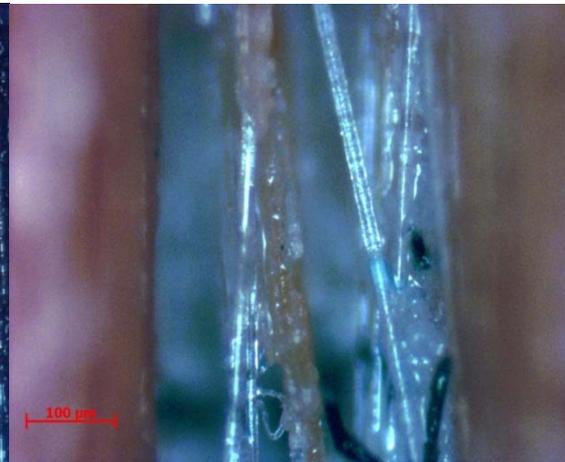


Figura 17. Falha – aumento 100x

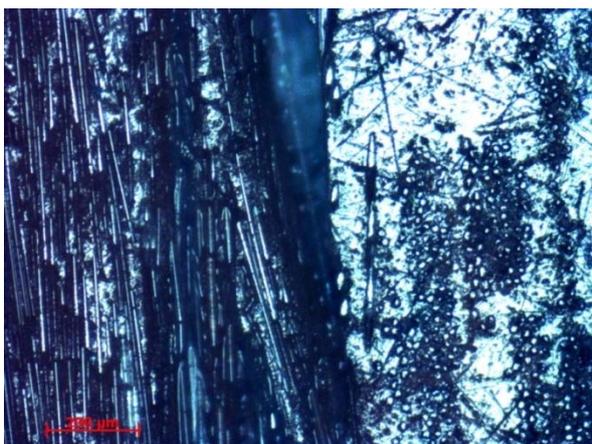


Figura 18. Interface externa - Aumento 50x

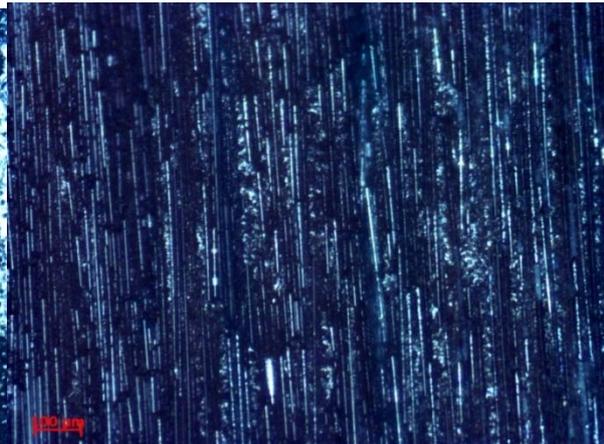


Figura 19. Parede da matriz polimérica contendo fibras de vidro dispersas – aumento 100x

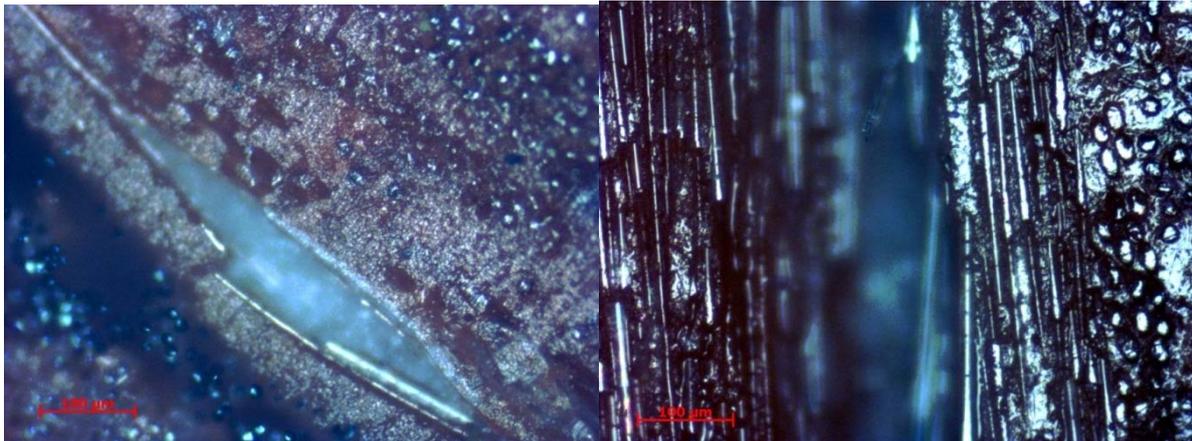


Figura 20. Trinca transversal – aumento 100x

Figura 21. Trinca longitudinal – 100x

Foi preparada a tabela 1 com os resultados após o ensaio de achatamento e observados no microscópio óptico:

Tabela 1. Mecânica da fratura

Amostras	Observações
01	Trincou lateralmente à 90° e depois embaixo à 180°
02	Semelhante à amostra 1
03	Trincou somente à 180°
04	Trincas à 0° e depois à 180°
05	A falha manifestou-se primeiramente no lado esquerdo.
06	A falha ocorre primeiro no lado direito
07	Ocorre delaminação na parte de baixo da amostra inicialmente
08	Ocorre delaminação de lado a lado simultaneamente
09	Semelhante a amostra 08, onde as trincas se iniciam de lado a lado
10	Trincas aparecem primeiramente em cima e depois de um tempo embaixo.
11	Semelhante à amostra 10, com trincas primeiramente na parte de cima.
12	Delaminação na parte de baixo do tubo
13	Delaminação de lado a lado
14	Delaminação na parte de baixo da amostra
15	Trincas em cima e embaixo do tubo ou à 0° e 180°
16	Semelhante ao corpo de prova 15
17	Presença de trincas embaixo da amostra ou à 0°

4. CONCLUSÃO

Percebeu-se que as amostras envelhecidas romperam com um grau de deformação menor em relação às amostras não-envelhecidas. Logo elas se tornaram menos dúcteis. As amostras envelhecidas apresentaram poros e trincas mais visíveis do que aquelas como recebido, sendo uma quantidade maior de poros para as amostras resfriadas ao ar. A coloração das amostras envelhecidas também mudou ,

se tornando mais escuras. Na análise longitudinal das amostras, percebeu-se pelas imagens do microscópio óptico também, que a distância entre a matriz polimérica e a resina sólida, foi maior para as amostras como recebido quando embutidas no molde. As técnicas de caracterização microestrutural são muito importantes pois visam a determinação da estrutura cristalina, tamanho, forma, quantidade, composição química e fases presentes. Também é possível se determinar os defeitos e descontinuidades do material. Quando submetemos o material a altas temperaturas, há o aparecimento de novas fases na sua microestrutura, e que vão influenciar diretamente no seu comportamento mecânico, e conseqüentemente na sua aplicação em campo. Por isso a caracterização microestrutural se faz necessária no desenvolvimento e estudo de materiais.

REFERÊNCIAS

- 1 Ventura, Ana Mafalda F.M.. Os Compósitos e a sua aplicação na Reabilitação de Estruturas metálicas. C.Tecn. Mat.[online]. 2009, vol.21, n.3-4, pp. 10-19.
- 2 d'Almeida, J.R.M. – Apostila do curso de Materiais Compósitos (MET 2840), Departamento de Engenharia de Materiais, PUC-Rio, 2013.
- 3 Site - www.cogumelo.com.br/pultrusao.aspx - acessado no dia 08/11/2013 as 14:45 horas.
- 4 Site - bdtd.ufrn.br/tde_busca/arquivo.php?codArquivo=1050 – acessado no dia 24/02/2014 as 15:30.
- 5 Norma ASTM D2412-11 – Standard Test Method for Determination External Loading Characteristics of Plastic Pipe by Parallel-Plate Loading.