



Serviço Público Federal
Ministério da Educação
Fundação Universidade Federal de Mato Grosso do Sul



CAROLINY PEREIRA MENDES DE LIMA MARANHÃO

**CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E MICROESTRUTURAL
DE COMPÓSITOS EPÓXI/PÓ DE SERRA (*Pinus elliottii*)**

Campo Grande
2019

CAROLINY PEREIRA MENDES DE LIMA MARANHÃO

**CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E MICROESTRUTURAL
DE COMPÓSITOS EPÓXI/PÓ DE SERRA (*Pinus elliottii*)**

Dissertação apresentada como requisito para a obtenção do título de mestre em Ciência dos Materiais ao Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais (PPGCM) da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, área de concentração em Física e Química de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Cícero Rafael Cena da Silva

Campo Grande
2019

"Somos como anões aos ombros de gigantes, pois podemos ver mais coisas do que eles e mais distantes, não devido à acuidade da nossa vista ou à altura do nosso corpo, mas porque somos mantidos e elevados pela estatura de gigantes."

BERNARDO DE CHARTRES

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha família pelo apoio e amor dedicados;

Aos meus amigos pela força e carinho empregados;

Ao meu orientador Prof. Dr. Cícero Rafael Cena da Silva pela disposição, confiança, incentivo, paciência e brilhante orientação.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por ter guiado meus passos durante toda essa trajetória;

A minha família por seu amor incondicional que me protege e inspira;

Aos meus pais Luiz e Jucileide - aos quais agradeço por terem me dado a vida e toda instrução necessária para que eu me tornasse o ser humano que sou hoje;

A minha irmã Katarina que me apoiou e auxiliou em todos os momentos;

Aos meus amigos que alegam minha vida todos os dias e que foram fundamentais em tudo:

Aos amigos de laboratório (LNNA) e os que a Pós-graduação me presenteou, Camila, Lucas, Douglas e Rafael, pela amizade e força.

Aos meus amigos e colegas de trabalho, em especial ao Pablo e a Paula por todo suporte, apoio, amizade e carinho diários na execução das minhas atividades profissionais;

A querida Enilda do LMCC-FAENG/UFMS por toda sua presteza e atenção nos ensaios de laboratório;

A Aline e o Mário do INQUI-UFMS pela colaboração nas análises térmicas dos materiais;

Ao meu orientador e amigo Prof. Dr. Cícero Rafael Cena da Silva pela confiança em mim depositada, compreensão e por compartilhar parte de seu grande conhecimento da ciência, do meio acadêmico, da vida e quem é uma grande referência para mim como profissional e como ser humano.

Ao Prof. Dr. Robson Fleming por todo apoio e dedicação através das medidas realizadas e de sua importante contribuição científica nessa pesquisa pela grande experiência que possui na área de materiais.

A todos os professores doutores do Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais - INFI/UFMS, pelos momentos de discussão e reflexão proporcionados, em especial aos professores Diogo, Anderson, Além-Mar, Samuel, Diego e Heberton.

Aos membros do colegiado da Pós-graduação e a Flávia pelo conhecimento que me foi passado nas reuniões;

A todos que colaboraram e acompanharam minha trajetória e com muito carinho torceram por mim, agradeço a vocês e essa conquista é nossa.

RESUMO

A utilização de resíduo de madeira em compósitos poliméricos isolantes destaca-se por promover significativo reforço mecânico da matriz, auxiliando na absorção das cargas mecânicas, as quais o material poderá ser submetido durante determinadas aplicações. Este trabalho tem como objetivo geral a caracterização mecânica e microestrutural de compósitos poliméricos utilizando resina epóxi como matriz polimérica, reforçados com resíduo de madeira *Pinus elliottii*. Os compósitos desenvolvidos através da resina epóxi e do resíduo de madeira com as granulometrias de 0,30 mm, 0,60 mm e 1,19 mm foram produzidos a fim de determinar a melhor resposta elástica do compósito em função da granulometria do resíduo de madeira. As propriedades dos compósitos resina epóxi/pó de serra foram analisadas por técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difratomia de raios-X (DRX), Espectroscopia de Absorção no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), Análise Térmica (TG) e análise das propriedades mecânicas. As imagens de MEV revelaram uma superfície do material lisa e homogênea livre de defeitos ou buracos, as imagens do perfil lateral mostraram bolhas e cavidades, afetando nas propriedades mecânicas das amostras. Ensaios de FTIR revelaram uma baixa interação entre a resina epóxi e o pó de serra, não havendo alteração nas bandas de absorção do compósito resina epóxi/pó de serra. A Difratomia de raios-X confirmou o comportamento amorfo do compósito resina epóxi/pó de serra, mostrando que o pó de serra não interferiu na matriz epóxi. No TG observou-se que a degradação da resina epóxi e do pó de serra ocorre em três fases, o que similarmente ocorreu no compósito resina epóxi/pó de serra. A análise das propriedades mecânicas através ensaios de tração mostraram um aumento no módulo de Young e na tenacidade do compósito devido à inserção do pó de serra. Os resultados obtidos demonstraram que os compósitos fabricados apresentaram boas propriedades mecânicas e microestruturais podendo ser utilizado em aplicações que dependam de um bom desempenho mecânico do material.

Palavras-Chave: resíduos de madeira, resina epóxi, compósitos poliméricos isolantes.

ABSTRACT

The use of wood residues in insulating polymer composites is notable for promoting a significant mechanical reinforcement of the matrix, aiding in the absorption of the mechanical loads, which the material can be submitted during certain applications. This work has the general objective of the mechanical and microstructural characterization of polymeric composites using epoxy resin as polymer matrix, reinforced with wood residue *Pinus elliottii*. The composites developed by the epoxy resin and the wood residue with the 0.30 mm, 0.60 mm and 1.19 mm granulometry were produced in order to determine the best elastic response of the composite as a function of the particle size of the wood residue . The properties of the epoxy resin / saw dust composites were analyzed by Scanning Electron Microscopy (SEM), X-ray Diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared Absorption Spectroscopy (FTIR), Thermal Analysis (TG) and analysis of mechanical properties. The MEV images revealed a smooth and homogeneous material surface free of defects or holes, the lateral profile images showed bubbles and cavities, affecting the mechanical properties of the samples. FTIR tests revealed a low interaction between the epoxy resin and the saw dust, with no change in the absorption bands of the epoxy resin / saw dust composite. X-ray diffraction confirmed the amorphous behavior of the epoxy resin / saw dust composite, showing that the saw powder did not interfere with the epoxy matrix. In TG, it was observed that the degradation of the epoxy resin and saw dust occurs in three phases, which similarly occurred in the epoxy resin / saw dust composite. Analysis of the mechanical properties through tensile tests showed an increase in the Young's modulus and the tenacity of the composite due to the insertion of the saw powder. The obtained results demonstrated that the composites manufactured had good mechanical and microstructural properties and could be used in applications that depend on a good mechanical performance of the material.

Keywords: wood residues, epoxy resin, insulating polymer composites.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Grupo funcional típico das resinas epóxi.....	19
Figura 2 - Estrutura química: resina epóxi diglicidil éter do bisfenol A (DGEBA).....	19
Figura 3 - Estrutura química de resinas multifuncionais: (a) Epóxi-novolaca (REPN), (b) Tetraglicidil metileno dianilina (TGMDA) e (c) Triglicidil tris(hidroxifenil) metano (TTHM).	20
Figura 4 - Representações esquemáticas de compósitos reforçados com fibras: (a) contínuas e alinhadas, (b) descontínuas e alinhadas, e (c) descontínuas e orientadas aleatoriamente.....	23
Figura 5 - Esquema de algumas características geométricas e espaciais das partículas da fase dispersa em um compósito: (a) concentração, (b) tamanho, (c) forma, (d) distribuição e (e) orientação.....	24
Figura 6 - Diagrama tensão-deformação ilustrando a deformação elástica linear para ciclos de carga e descarga.....	29
Figura 7 - Diagrama tensão-deformação com comportamento elástico não linear, mostrando como os módulos tangencial e secante são determinados.....	30
Figura 8 - Pó de serra na faixa granulométrica analisada: (a) 2,38 mm, (b) 1,19 mm, (c) 0,60 mm, (d) 0,30 mm, (e) 0,15 mm e (e) 0,074 mm.....	32
Figura 9 - Material utilizado para obtenção da matriz polimérica: (a) Resina epóxi e (b) Catalisador (endurecedor).....	33
Figura 10 - Fluxograma do processo de fabricação do compósito.....	34
Figura 11 - Corpos de prova formato "gravata" produzidos para os ensaios de tração de acordo com a norma ASTM D638-03, as medidas estão em mm.....	37
Figura 12 - Corpos de prova produzidos para realização dos ensaios de tração.....	37
Figura 13 - Micrografias (MEV) apresentando a morfologia das amostras: (a) Superfície da resina epóxi (EPX); (b) Seção transversal da EPX; (c) Superfície do compósito 0,30 mm; (d) Seção transversal do compósito 0,30 mm; (e) Superfície do compósito 0,60 mm; (f) Seção transversal do compósito 0,60 mm; (g) Superfície do compósito 1,19 mm e (h) Seção transversal do compósito 1,19 mm.....	38
Figura 14 - Difractogramas das amostras: a) Resina epóxi; b) Pó de serra; c) Compósito com granulometria 0,30 mm; d) Compósito com granulometria 0,60 mm; e) Compósito com granulometria 1,19 mm.....	41
Figura 15 - Espectros FTIR das amostras: (a) Compósito resina epóxi/pó de serra, (b) resina epóxi e (c) pó de serra.....	43
Figura 16 - Curva TG para a resina epóxi.....	45
Figura 17 - Curva DTG para a resina epóxi.....	46
Figura 18 - Curva TG para o pó de serra.....	47
Figura 19 - Curva DTG para o pó de serra.....	48
Figura 20 - Curvas TG para: (a) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,30 mm, (b) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,60 mm e (c) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 1,19 mm.....	49
Figura 21 - Curvas DTG para: (a) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,30 mm, (b) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,60 mm e (c) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 1,19 mm.....	50
Figura 22 - Curvas tensão-deformação dos ensaios de tração para: (a) Resina epóxi, (b) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,30 mm, (c) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,60 mm e (d) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 1,19 mm.....	51

Figura 23 - Diagrama de tensão-deformação demonstrando que para uma deformação elástica não linear não se pode calcular o módulo de Young pelo coeficiente angular da curva.	52
Figura 24 - Diagrama esquemático tensão-deformação mostrando um comportamento elástico não linear, identificando os pontos de Tensão Máxima e Tensão de Ruptura e como é determinado o Módulo secante.....	53

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Módulos de Young para diversos tipos de materiais.....	28
Tabela 2 - Classificação granulométrica dos resíduos de madeira Pinus.....	31
Tabela 3 - Bandas de absorção atribuídas à resina epóxi no compósito resina epóxi/pó de serra.....	44
Tabela 4 - Bandas de absorção atribuídas ao pó de serra no compósito resina epóxi/pó de serra.....	44
Tabela 5 - Valores das propriedades mecânicas das amostras.	54

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	American Society for Testing and Materials
DRX	Difratometria de raios-X
DTG	Derivada da termogravimetria
FTIR	Espectroscopia na região do infravermelho por transformada de Fourier
G	Giga (um bilhão de unidades de grandeza)
g	Unidade de medida de massa
M	Mega (um milhão de unidades da grandeza)
mm	Unidade de medida de comprimento
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
N	Unidade de medida de força
NBR	Norma Brasileira
Pa	Unidade padrão de tensão
TG	Termogravimetria
UFMS	Universidade Federal de Mato Grosso do Sul

SUMÁRIO

CAPÍTULO I	13
INTRODUÇÃO	13
CAPÍTULO II	15
OBJETIVOS	15
2.1. <i>Objetivo Geral</i>	15
2.2. <i>Objetivos Específicos</i>	15
CAPÍTULO III	16
FUNDAMENTAÇÃO	16
3.1 <i>Estruturas dos Materiais Poliméricos</i>	16
3.2 <i>Estruturas dos materiais compósitos</i>	17
3.2.1 <i>Matrizes</i>	17
3.2.2 <i>Resina epóxi</i>	18
3.2.3 <i>Resíduos de Madeira</i>	21
3.2.4 <i>Fase dispersa</i>	22
3.3 <i>Compósitos Poliméricos reforçados</i>	23
3.4 <i>Resíduos de madeira em Compósitos Poliméricos</i>	26
3.5 <i>Propriedades mecânicas</i>	26
CAPÍTULO IV	31
MATERIAIS E MÉTODOS	31
4.1 <i>Pó de serra</i>	31
4.2 <i>Resina Epóxi</i>	33
4.3 <i>Obtenção do compósito resina epóxi/pó de serra</i>	34
4.4 <i>Caracterização das amostras</i>	35
4.4.1 <i>Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</i>	35
4.4.2 <i>Difratometria de raios-X</i>	35
4.4.3 <i>Espectroscopia de Absorção no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)</i>	36

4.4.4 Termogravimetria (TG-DTG)	36
4.4.5 Ensaios de tração	36
CAPÍTULO V	38
RESULTADOS E DISCUSSÃO	38
5.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	38
5.2 Difratometria de raios-X	40
5.3 Espectroscopia de Absorção no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	42
5.4 Termogravimetria (TG-DTG)	45
5.5 Ensaios de tração	50
CAPÍTULO VI	55
CONCLUSÃO	55
CAPÍTULO VII	56
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	56
REFERÊNCIAS.....	57
ANEXO A - ESPECIFICAÇÕES DA RESINA EPÓXI.....	61

Capítulo I

INTRODUÇÃO

O interesse em pesquisas relacionadas a materiais compósitos poliméricos tem aumentado de forma bastante relevante nos últimos anos, isto se justifica pela necessidade da obtenção de materiais que possuam propriedades satisfatórias com custo reduzido ^(1,2).

Compósitos poliméricos fabricados com resíduos de fibras naturais tem atraído a atenção dos pesquisadores e da ampla engenharia devido às propriedades apresentadas por estes materiais tais como a como baixa densidade, alta rigidez e baixo custo, além da redução dos impactos ambientais causados pelo descarte incorreto desses resíduos ^(3,4).

Dentre estas fibras naturais, destaca-se o pó de serra que é um resíduo resultante do processamento da madeira e vem sendo utilizado como reforço em combinação com materiais de matriz não biodegradáveis, como poliéster insaturado, resina epóxi, polietileno e polipropileno, destacando a resina epóxi pela sua versatilidade na natureza. A resina epóxi pertence a uma das classes mais importantes de polímeros termorrígidos e são amplamente utilizadas como matrizes para materiais compósitos reforçados com fibras e como adesivos estruturais ⁽⁵⁾.

O objetivo deste trabalho é a caracterização mecânica e microestrutural de compósitos poliméricos utilizando resina epóxi como matriz polimérica, reforçados com resíduo de madeira *Pinus elliottii*. A análise morfológica do compósito e as possíveis interações químicas dos componentes; assim como as propriedades térmicas do material e suas características mecânicas determinadas pela tensão e deformação de ruptura e pelo módulo de Young, serão amplamente estudadas para melhor compreensão da relação estrutura/propriedades destes compósitos.

No capítulo 2, estão estabelecidos os objetivos geral e específico deste trabalho, sendo este detalhando o processo de fabricação do compósito e os procedimentos de caracterização.

No capítulo 3, estão estabelecidos os conceitos fundamentais dos materiais poliméricos, compósitos poliméricos, compósitos poliméricos utilizando resíduo de madeira como fase reforçadora e análise das propriedades mecânicas dos materiais, onde ficaram destacados os principais tópicos para fins da discussão e análise dos resultados obtidos.

No capítulo 4, estão descritos os materiais utilizados no processo de fabricação do compósito, tendo a resina epóxi como matriz polimérica e o resíduo de madeira *Pinus elliottii* como reforço. E ainda, principais técnicas utilizadas para a caracterização do material obtido.

No capítulo 5, constam os resultados obtidos e estão relacionados com a literatura para fins de comparação e entendimento.

No capítulo 6, estão as conclusões pertinentes ao que foi analisado e no capítulo 7 estão descritas sugestões para trabalhos futuros utilizando o tema deste trabalho como referência.

Capítulo II

OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

O objetivo geral deste trabalho foi a preparação do compósito resina epóxi/pó de serra e a sua caracterização mecânica e microestrutural partindo da matriz epóxi e do reforço composto pelo resíduo de madeira *Pinus elliottii*.

2.2. Objetivos Específicos

- Obter compósitos resina epóxi/pó de serra em um percentual em massa de 10% de pó de serra com granulometrias de 0,30 mm, 0,60 mm e 1,19 mm, tendo em vista que este percentual é estabelecido na literatura como o que produz compósitos que possuem propriedades mecânicas satisfatórias e essas granulometrias são as mais presentes no resíduo utilizado para fabricação dos compósitos;
- Caracterizar as propriedades físicas e mecânicas do compósito.

Capítulo III

FUNDAMENTAÇÃO

3.1 Estruturas dos Materiais Poliméricos

Nas últimas décadas, os estudos relacionados aos polímeros e seus compósitos tem atraído a atenção das áreas das engenharias de um modo geral devido às propriedades que estes materiais apresentam quando comparados a outros que são aplicados de forma análoga. Componentes aeronáuticos, automotivos e náuticos, estruturas marítimas, tubulações, componentes eletrônicos e ainda equipamentos militares e esportivos, particularmente em situações onde elevada relação entre resistência mecânica (ou rigidez) e massa é desejada, são exemplos de aplicações de materiais compósitos poliméricos ⁽⁶⁾.

O plástico e a borracha são materiais muito utilizados no cotidiano das pessoas, e pertencem ao grupo de materiais classificados como polímeros. Grande parte dos polímeros são compostos orgânicos constituídos de carbono e hidrogênio como elementos químicos básicos. Cadeias moleculares extensas, baixa densidade e alta flexibilidade são características típicas de materiais poliméricos ⁽⁷⁾.

Os polímeros são materiais que possuem muitas propriedades interessantes, tais como a elevada massa molecular, alongamento antes da ruptura, alta resistividade elétrica, baixa condutividade térmica e baixo coeficiente de expansão térmica. Podem ser classificados em dois principais grupos: naturais e sintéticos. Os polímeros naturais são aqueles derivados de plantas e animais podendo ser representado pela madeira, algodão, couro, lã, etc. Há também os que são responsáveis pelos processos biológico e fisiológico dos animais e plantas como as proteínas, amidos, enzimas e celulose. Os sintéticos são fabricados a partir de pequenas moléculas orgânicas e podem ter um baixo custo em sua produção. As propriedades físicas e mecânicas dos polímeros sintéticos podem ser controladas tornando o material mais satisfatório em suas aplicações comparado aos análogos naturais ⁽⁷⁾.

De origem grega, polímero significa inúmeras (poli) unidades (meros) ligadas entre si, formando assim grandes moléculas podendo ser ligadas de três formas diferentes, sendo elas por adição ou condensação. O resultado dessas ligações é a formação de polímeros composto por várias entidades estruturais conhecidas como unidades (meros) que se repetem ao longo

de sua cadeia. Geralmente, as moléculas dos polímeros tem um tamanho considerado grande e são chamadas com frequência de macromoléculas. O processo de polimerização é a combinação das pequenas unidades (meros), onde as macromoléculas são formadas por ligações covalentes. Durante este processo ocorrem ligações químicas, as interações primárias tais como as cadeias lineares, ramificadas, com ligações cruzadas e em rede ocorrem nas macromoléculas dos polímeros, podendo ser observadas também as ligações físicas que são conhecidas como Forças de van der Waals e ligações de hidrogênio que seriam as interações secundárias ocorridas entre suas moléculas. Estas estruturas podem ser controladas no processo de fabricação dos materiais poliméricos resultando em propriedades desejáveis ⁽⁸⁾.

3.2 Estruturas dos materiais compósitos

Um material é considerado compósito quando exhibe duas fases sendo constituído por uma quantidade considerável das propriedades existentes em cada uma das fases que o compõe. Uma das fases é a matriz, que é contínua e envolve a outra fase comumente conhecida como fase dispersa ⁽⁸⁾.

3.2.1 Matrizes

As matrizes dos materiais compósitos compõem a fase contínua e sua principal função é transferir as solicitações dos esforços mecânicos para as fibras servindo de barreira de proteção contra possíveis agentes externos. O tipo de matriz a ser utilizada na produção de um compósito irá variar de acordo com o processo de fabricação e a finalidade de sua aplicação. A classificação das matrizes é feita de acordo com sua estrutura e natureza química podendo estas ser poliméricas, cerâmicas, metálicas, dentre outras ⁽⁹⁾.

Matrizes poliméricas são componentes orgânicos e inorgânicos de elevada massa molecular, produto de reações de polimerização por adição ou condensação de diferentes componentes básicos, podendo utilizar vários sinônimos como: polímeros e plásticos ⁽¹⁰⁾.

Os polímeros utilizados na matriz de compósito podem ser classificados em polímeros termoplásticos ou termorrígidos. Os termoplásticos são largamente utilizados em processos de injeção polimérica devido ao fato de deformarem com a elevação da temperatura, além disso, apresentam maiores tenacidade à fratura, resistência ao impacto e tolerância a danos, tornando-se uma alternativa para aplicações em estruturas. Por outro lado, os termorrígidos entram num regime chamado de cura (endurecimento) quando aquecidos, sendo essa uma

reação irreversível. No processo de cura, os polímeros termorrígidos adquirem resistência pelo fato de ocorrer uma interligação química em suas cadeias moleculares, ainda são responsáveis pela maior demanda de matrizes para compósitos estruturais, podendo ter seu desempenho satisfatório quando submetido à altas temperaturas. *Matrizes termoplásticas* são resinas de alta massa molecular, constituídas de cadeias lineares e, em alguns casos apresentam alguma ramificação. As cadeias são emaranhadas permitindo que o material apresente integridade física, porém possuem facilidade de deformar-se plasticamente quando submetidos a tensões. Esse tipo de matriz tem como característica o aumento de sua plasticidade em altas temperaturas e após o resfriamento torna-se rígida. Compósitos termoplásticos podem atingir tenacidade à fratura interlaminar máxima aproximadamente 16 vezes maiores que os termorrígidos. Os termoplásticos são materiais relativamente moles, a maioria dos polímeros lineares e os que possuem algumas estruturas ramificadas com cadeias flexíveis se enquadram no grupo dos termoplásticos ^(10, 11).

Matrizes termorrígidas são polímeros que se tornam permanentemente duros quando há a aplicação de calor. A polimerização se desenvolve em uma estrutura tridimensional, onde são formadas ligações cruzadas covalentes entre as cadeias moleculares adjacentes. Essas ligações prendem as cadeias uma às outras para resistir aos movimentos de vibração e de rotação da cadeia em temperaturas elevadas. Para estes tipos de polímeros a plasticidade não aumenta com a temperatura. São resinas que quando curadas não se consegue mais fundi-las nem dissolvê-las ⁽¹⁰⁾. Em geral, os polímeros termorrígidos são mais duros, possuem maior resistência e uma melhor estabilidade dimensional quando comparado aos termoplásticos. Polímeros formados por ligações cruzadas e em rede tem sua maioria classificada como termorrígidos, como as borrachas vulcanizadas, os epóxis, as resinas fenólicas e algumas resinas poliéster.

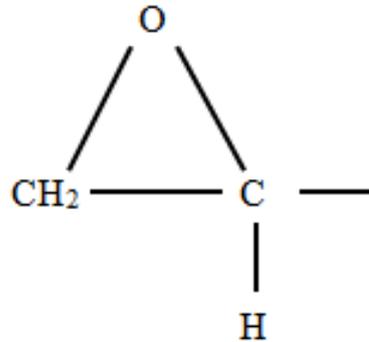
3.2.2 Resina epóxi

A resina epóxi é um material que possui diversas aplicações, sendo bastante utilizada como adesivo estrutural e como material de construção nas indústrias aeronáuticas, devido às suas propriedades tais como boa adesão a diversos tipos de substratos, excelente propriedades mecânicas, relativa resistência ao calor e a umidade, além de propriedades elétricas satisfatórias ⁽¹²⁾.

O grupo químico formado por um átomo de oxigênio ligado a dois átomos de carbono unidos entre si representa o termo geral epóxi, conforme a Figura 1. O óxido de

etileno, também conhecido como oxirano, é um exemplo de um grupo epóxi simples constituído de um anel de três membros ⁽¹³⁾.

Figura 1 - Grupo funcional típico das resinas epóxi.

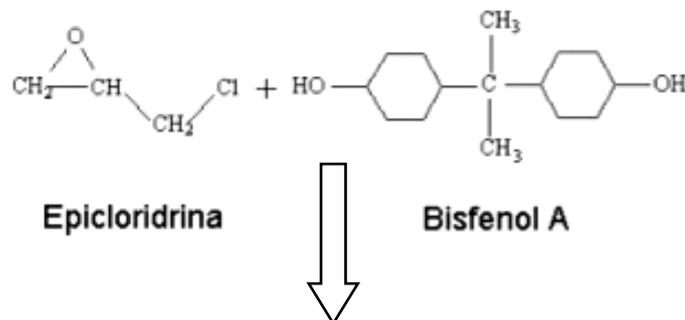


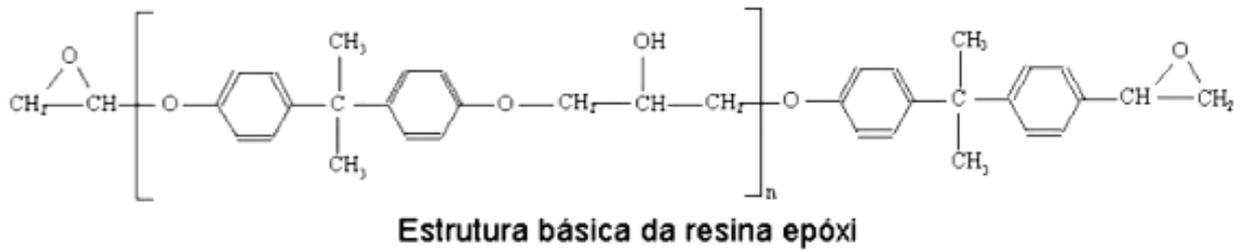
Fonte: Adaptado ⁽²⁴⁾.

Comumente, é resultante da reação entre os monômeros Bisfenol-A e Epicloridrina, sendo um polímero considerado como matriz termorrígida, pois endurece quando misturado a um agente catalisador capaz de endurecê-la ⁽¹⁴⁾.

O Bisfenol-A e a Epicloridrina quando sintetizados podem formar uma das bases utilizadas nas resinas epóxi que é o diglicidil éter do bisfenol A (DGEBA) (Figura 2).

Figura 2 - Estrutura química: resina epóxi diglicidil éter do bisfenol A (DGEBA).





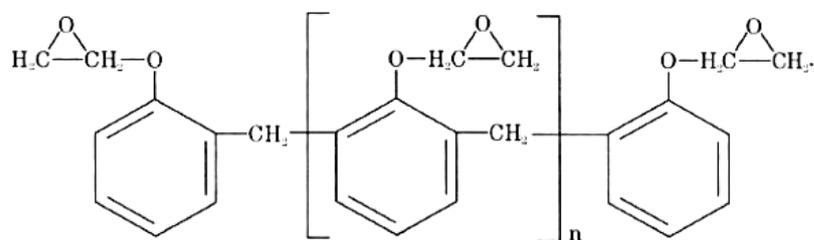
Fonte: Adaptado ⁽²⁵⁾.

A relação molar entre epícloridrina/bisfenol A pode variar em uma gama de valores entre 10:1 e 1,2:1 variando assim a viscosidade nas resinas produzidas, ou seja, desde resinas líquidas podendo chegar ao ponto de se comportar como uma resina sólida ⁽¹⁰⁾.

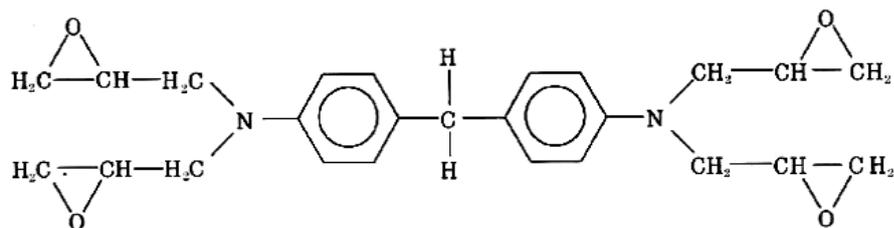
Diversos sistemas epóxi com características físicas, mecânicas e térmicas podem ser obtidos dependendo do processo de cura, da proporção resina/endurecedor, tempo e temperatura de preparo. O número de locais reativos na estrutura e a distância entre eles também influenciam muito nas propriedades do material. Quanto menor a quantidade e maior a distância de um local reativo do outro, mais macio e flexível será o material. Porém, com uma maior quantidade e proximidade entre eles, maior a rigidez e fragilidade ^(15, 16, 17).

A Figura 3 representa resinas epóxi multifuncionais como as glicidil éter novolaca, glicidil de aminas trifuncionais ou tetrafuncionais, onde, normalmente, possuem alta viscosidade a temperatura ambiente, permitindo obter materiais com maior grau de reticulação comparadas com as resinas do tipo DGEBA, tornando o desempenho de seus artefatos mais satisfatórios quando submetidas à temperaturas mais elevadas ⁽¹⁰⁾.

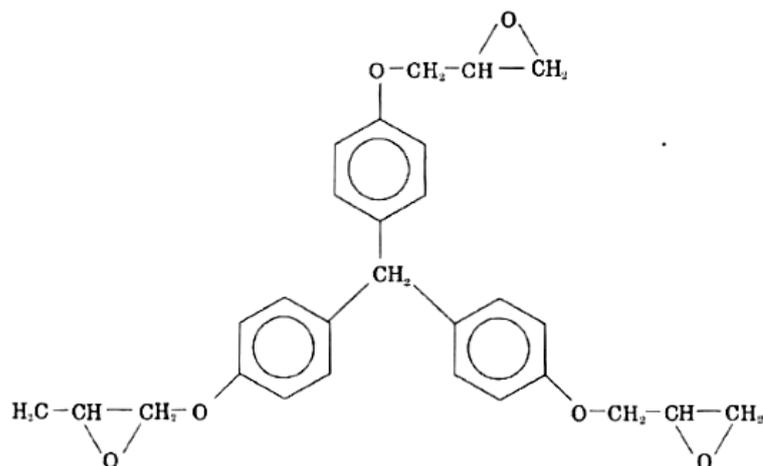
Figura 3 - Estrutura química de resinas multifuncionais: (a) Epóxi-novolaca (REPN), (b) Tetraglicidil metileno dianilina (TGMDA) e (c) Triglicidil tris(hidroxifenil) metano (TTHM).



(a)



(b)



(c)

Fonte: Adaptado ⁽⁷⁾.

Estas resinas possuem elevada viscosidade à temperatura ambiente o que faz com que seus pré-impregnados adquiram boa adesibilidade e conformabilidade a superfícies complexas no momento de sua moldagem. Uma vasta gama de agentes de cura pode ser utilizada no processamento de resinas epóxi e cada um possui seu respectivo ciclo de processamento. O tipo de reação que acontecerá é determinada pelo agente de cura utilizado e tem relação direta com a cinética de cura e com seu e o ciclo de processamento ⁽¹⁰⁾.

A transição vítrea, o módulo de Young e a resistência mecânica da resina epóxi após o seu processo de cura tem grande influência da estequiometria da mistura, tendo resistência à tração variando de 40 a 90 MPa, o módulo de Young de 2,5 a 6 GPa, deformação de ruptura de 1 a 6% e resistência à compressão de 100 a 220 MPa ⁽¹⁰⁾.

3.2.3 Resíduos de Madeira

Uma grande quantidade de resíduos é gerada diariamente pelo setor madeireiro resultando em alguns problemas que geram impactos ambientais. Isso se dá devido à forma inadequada de descarte dos resíduos que não são aproveitados pela indústria. O Brasil é um

grande produtor e consumidor de madeira, sendo assim gera uma grande quantidade de resíduos, aproximadamente 60 milhões de toneladas de resíduos por ano. As indústrias madeireiras tem um alto desperdício e quase 2/3 de todas as árvores exploradas acabam virando “sobras” ou serragem, e esses resíduos acabam por não terem destino correto. Todo esse resíduo que não serve para o comércio regular vai para o lixo ou é queimado, contribuindo para uma maior poluição, As indústrias madeireiras agem de forma ineficiente com a coleta da matéria prima, na produção e no descarte dos resíduos e isso faz com que o meio ambiente seja danificado ⁽¹⁸⁾.

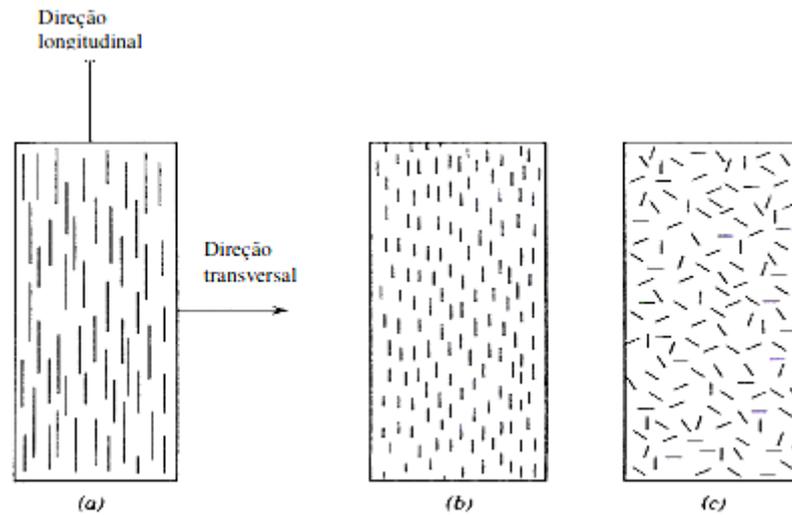
Um dos principais resíduos resultantes de processamentos realizados com madeira é o pó de serra que é gerado através da ação de serrar e forma partículas menores que 1 mm de diâmetro e pode chegar a até 12% do volume total da matéria prima. Usado muitas vezes como adubo, o pó de serra produzido pela serragem de aglomerados e MDF, são usados muitas vezes em granjas, como adubos, e incinerados em controle para produção de energia. Essas técnicas para esse tipo de material são incorretas, pois são resíduos que deveriam ter outros destinos, para não serem descartados no meio ambiente ⁽¹⁹⁾.

3.2.4 Fase dispersa

Os compósitos podem ser classificados, em compósitos laminados (reforçados por fibras) e compósitos particulados (reforçados por partículas) podendo ser materiais metálicos, poliméricos ou cerâmicos e também sintéticos ou naturais, quando se trata da fase reforçadora ⁽²⁰⁾.

As fases dispersas ou reforços em materiais compósitos apresentam-se na forma de fibras contínuas e alinhadas, descontínuas e alinhadas, descontínuas e orientadas aleatoriamente e na forma de partículas (Figura 4). Os reforços são adicionados à matriz, geralmente, para melhorar as propriedades mecânicas do material como o aumento do limite de resistência à tração, à compressão, de estabilidade dimensional e térmica do material ⁽²¹⁾.

Figura 4 - Representações esquemáticas de compósitos reforçados com fibras: (a) contínuas e alinhadas, (b) descontínuas e alinhadas, e (c) descontínuas e orientadas aleatoriamente.



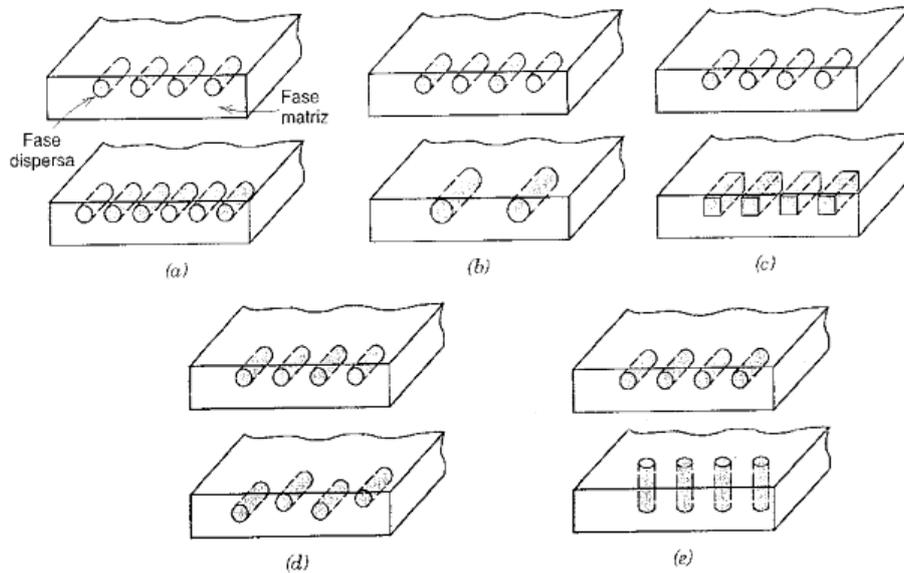
Fonte: Adaptado ⁽⁷⁾.

Materiais compósitos obtidos por meio de matrizes poliméricas e partículas rígidas, em geral, possuem um valor residual interno de tensões ocasionado no seu processo de fabricação. Isso acontece devido às diferenças na expansão térmica característico em um sistema bifásico. Para uma matriz epóxi com carga metálica, a diferença de expansão térmica do material é elevada. O comportamento mecânico do compósito sofre grande influência desta tensão interna dependendo diretamente do processo de cura, tipo de carga, formato, proporção e dispersão ^(9, 10).

3.3 Compósitos Poliméricos reforçados

A micromecânica dos compósitos se dá em função das propriedades das fases que os formam, da quantidade inerente a cada uma e da geometria da fase dispersa. A geometria da fase dispersa está diretamente ligada à forma das partículas, ao tamanho que possuem e à forma de como eles são distribuídas no compósito ⁽⁷⁾. A Figura 5 representa esquematicamente as características geométricas citadas:

Figura 5 - Esquema de algumas características geométricas e espaciais das partículas da fase dispersa em um compósito: (a) concentração, (b) tamanho, (c) forma, (d) distribuição e (e) orientação.



Fonte: Adaptado ⁽⁷⁾.

Compósitos bifásicos são formados por dois elementos classificados como matriz e reforço, ou seja, a matriz é o meio geral do compósito no qual será depositada a fase reforço. O módulo de Young está diretamente relacionado com a fração volumétrica das fases constituintes do compósito, como mostram as Equações 1 e 2 ⁽⁷⁾:

$$E_c (u) = E_m V_m + E_p V_p \quad (1)$$

$$E_c (l) = \frac{E_m E_p}{V_m E_p + V_p E_m} \quad (2)$$

Sendo:

E_m - módulo de Young da matriz

E_p - módulo de Young do particulado

$E_c (u)$ - módulo de Young superior do compósito

$E_c (l)$ - módulo de Young inferior do compósito

V_m - fração volumétrica da matriz

V_p - fração volumétrica do particulado

As Equações 1 e 2 são chamadas de *regras de misturas* e indicam que para compósitos particulados os limites das propriedades do material estão dispostos da seguinte maneira: Equação (1) - limite superior e Equação (2) - limite inferior, utilizadas para encontrar o módulo de Young do material compósito. Um exemplo deste tipo de compósito é o concreto armado utilizado amplamente na construção civil, onde há a intersecção das propriedades do concreto (resistência à compressão) com as propriedades do aço (resistência à tração), resultando em um compósito com propriedades satisfatórias para aplicações em elementos estruturais que serão submetidos aos esforços de compressão e tração ⁽⁷⁾.

Compósitos reforçados com fibras possuem a fase dispersa em forma de fibra. Geralmente, apresentam elevada resistência e rigidez, ou seja, são materiais compósitos frágeis com matriz que apresenta muita ductilidade e para um desempenho satisfatório de suas propriedades é necessário que as fibras estejam fixadas na matriz ⁽¹⁰⁾.

Através das Equações (3) e (4) é possível calcular o módulo de Young na direções longitudinal e transversal de um compósito reforçado com fibras ⁽⁹⁾.

$$E_{cl} = E_m V_m + E_f V_f \quad (3)$$

$$E_{ct} = \frac{E_m E_f}{V_m E_f + V_f E_m} \quad (4)$$

Sendo:

E_{cl} - módulo de Young do compósito longitudinalmente

E_{ct} - módulo de Young do compósito transversalmente

E_f - módulo de Young da fibra

V_f - fração volumétrica da fibra

Quando realiza-se o reforço com fibras descontínuas aleatoriamente dispersas, o módulo de Young é estimado pela Equação (5) ⁽²⁾.

$$E_{cd} = K E_f V_f + E_m V_m \quad (5)$$

Sendo:

E_{cd} - módulo de Young do compósito de fibras descontínuas aleatoriamente dispersas

K - parâmetro de eficiência da fibra dependente de E_f/E_m e V_f , normalmente, variando entre 0,1 e 0,6

3.4 Resíduos de madeira em Compósitos Poliméricos

Materiais compósitos poliméricos reforçados com fibras de madeira oferecem uma combinação interessante de propriedades como um menor custo aliado a excelentes propriedades mecânicas, além de possuir processos de fabricação menos complexos quando comparado a outros que produzem materiais que desempenham funções análogas. Existem estudos realizados com diversas fibras, tais como bambu, cacho de frutas vazias de óleo de palma, e cinzas de resíduos de madeira. Estudos foram feitos sobre a utilização de partículas de madeira como reforço em termoplásticos, onde pode-se destacar o estudo realizado usando polipropileno composto e farinha de madeira. Por modificação da carga utilizou-se o hidróxido de sódio para carga tratada e também a farinha de madeira, com dois tamanhos diferentes (grosso e fino). A superfície da farinha de madeira utilizada como reforço em compósitos de polipropileno/ madeira foi modificada com sucesso por benzilação ⁽²²⁾.

Há um estudo onde foram desenvolvidos materiais compósitos em resina epóxi reforçados por resíduos de produtos de madeira obtidos da indústria madeireira originários de vários tipos de madeira em três tamanhos diferentes, sendo caracterizados na tração. A análise de variância acusou ser significativo o tamanho das fibras no módulo de elasticidade e resistência à tração, apresentando os maiores valores os compostos fabricados com as fibras de maior comprimento ⁽⁵⁾.

A diversidade das formas de aplicação de materiais compósitos poliméricos reforçados com resíduos de madeira fica evidente devido ao crescimento ocorrido na quantidade de trabalhos produzidos nos últimos anos, variando desde a produção como reforços estruturais até a aplicação como sensores piezoresistíveis.

3.5 Propriedades mecânicas

Os materiais fabricados para engenharia possuem características que são objeto de estudo e causam grande interesse do ponto de vista industrial. Geralmente, em suas

aplicações, sofrem deformações ocasionadas devido às cargas as quais são submetidos. Tais deformações não podem ser excessivas, pois isso pode levar à ruptura do material.

As condições reais de serviço dos materiais podem ser simuladas em laboratório, sendo verificadas as propriedades mecânicas do material levando em consideração a natureza da carga empregada, bem como o tempo de aplicação e as condições ambientais. Ensaios padronizados são realizados para que haja consistência nas realizações de testes em materiais, bem como na interpretação dos resultados obtidos. No Brasil, a organização mais ativa neste sentido é a Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) e nos Estados Unidos é a Sociedade Americana para Ensaio e Materiais (ASTM - *American Society for Testing and Material*)⁽⁷⁾.

Os ensaio de tração são os mais utilizados para determinar a resistência e a deformação de um material, quando submetido a uma carga pré-determinada. A carga aplicada é observada até que a deformação causada resulte na falha ou rompimento do material e resulta em um gráfico ou uma tabela da carga ou força em função do alongamento do corpo-de-prova do material.

Um conceito importante, muito utilizado nas propriedades mecânicas dos materiais, é o de tensão, que significa a diferencial de força por um diferencial de área⁽²³⁾. A tensão, σ , é definida pela Equação 6.

$$\sigma = \frac{dP}{dA} \quad (6)$$

onde σ é a tensão aplicada ao material, expressa em $\text{N/m}^2 = \text{Pa}$, dP é a diferencial da força exercida no material, expressa em newton (N) e dA é a diferencial de área que corresponde a área da seção transversal do material e é expressa em m^2 .

As estruturas se deformam em vários materiais de acordo com a magnitude das tensões as quais são submetidas, estabelecendo assim uma relação de proporcionalidade conforme a Equação 7.

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (7)$$

A Equação 7 é conhecida como a lei de Hooke, onde E é o módulo de elasticidade, ou também conhecido como *módulo de Young*, expresso em unidades de GPa ou psi.

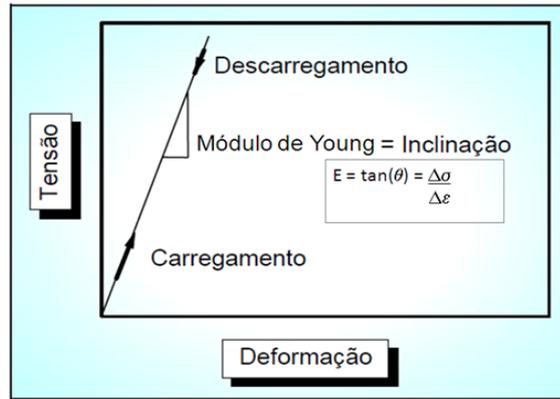
Materiais poliméricos possuem um módulo de Young menor quando comparados aos metais e as cerâmicas, geralmente são estabelecidos na faixa entre 0,007 e 4 GPa (10^3 e $0,6 \times 10^6$ psi). A Tabela 1 mostra valores do módulo de Young para diversos materiais como metais, cerâmicas e polímeros. A deformação elástica ocorre quando há uma proporcionalidade entre os valores de tensão e deformação de um material, sendo expressa como um gráfico linear ⁽⁷⁾, conforme a Figura 8.

Tabela 1 - Módulos de Young para diversos tipos de materiais.

Material	Módulo de Elasticidade	
	GPa	10^6 psi
	Ligas Metálicas	
Tungstênio	407	59
Aço	207	30
Níquel	207	30
Titânio	107	15,5
Cobre	110	16
Latão	97	14
Alumínio	69	10
Magnésio	45	6,5
	Materiais Cerâmicos	
Óxido de alumínio Al_2O_3	393	57
Carbeto de silício (SiC)	345	50
Nitreto de silício (Si_3N_4)	304	44
Espinélio ($MgAl_2O_4$)	260	38
Óxido de magnésio (MgO)	225	33
Zircônia (ZrO_2) ^a	205	30
Mulita ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$)	145	21
Vitrocerâmico (Piroceram)	120	17
Sílica fundida	73	11
Vidro de cal de soda	69	10
	Polímeros ^b	
Fenol-formaldeído	2,73-4,83	0,40-0,70
Cloreto de polivinila (PVC)	2,41-4,14	0,35-0,60
Poliéster	2,76-4,14	0,40-0,60
Poliestireno (PS)	2,28-3,28	0,33-0,48
Polimetil metacrilato (PMMA)	2,24-3,24	0,33-0,47
Policarbonato (PC)	2,38	0,35
Náilon 6,6	1,58-3,80	0,23-0,55
Polipropileno (PP)	1,14-1,55	0,17-0,23
Polietileno - alta densidade (HDPE)	1,08	0,16
Politetrafluoroetileno (PTFE)	0,40-0,55	0,058-0,080
Polietileno - baixa densidade (LDPE)	0,17-0,28	0,025-0,041

Fonte: Adaptado ⁽⁷⁾.

Figura 6 - Diagrama tensão-deformação ilustrando a deformação elástica linear para ciclos de carga e descarga.



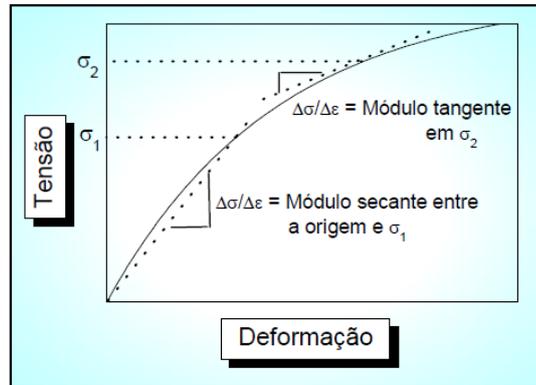
Fonte: Adaptado ⁽⁷⁾.

O módulo de Young, E , corresponde à inclinação do segmento linear (Figura 8), podendo ser considerado como a resistência do material à deformação elástica. Quanto maior é o módulo de Young menor será a deformação do material quando submetido à determinada tensão, ou seja, mais rígido será o material analisado. É um parâmetro fundamental em projetos que dependam de cálculos de flexões elásticas ⁽²³⁾.

Deformações elásticas não são permanentes, ou seja, ocorrem quando a tensão está sendo aplicada; quando a tensão é retirada, o material retorna a sua condição inicial. A Figura 8 demonstra o gráfico tensão-deformação de um material, onde uma carga é aplicada e o carregamento ocorre ao longo da reta, após a retirada da carga o movimento do material ocorre na direção oposta da reta ⁽⁷⁾.

Grande parte dos polímeros apresenta a deformação elástica na forma não linear (Figura 9), não sendo possível determinar o módulo de Young da forma descrita anteriormente. Utiliza-se o *módulo tangente* ou *módulo secante* para determinar o módulo de Young, sendo o módulo tangencial a inclinação da curva tensão-deformação em um nível de tensão específico e o módulo secante é a inclinação de uma secante tirada desde a origem até algum ponto específico sobre a curva $\sigma - \varepsilon$ ⁽²³⁾.

Figura 7 - Diagrama tensão-deformação com comportamento elástico não linear, mostrando como os módulos tangencial e secante são determinados.



Fonte: Adaptado ⁽⁷⁾.

A deformação elástica apresenta pequenas alterações entre os átomos e na extensão das ligações atômicas, resultando em uma magnitude do módulo de Young representada por uma medida de resistência à separação exibida por átomos/íons/moléculas adjacentes, ou seja, forças de ligação interatômicas ⁽⁷⁾.

Capítulo IV

MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Pó de serra

Os resíduos de madeira *Pinus elliottii* foram fornecidos pela Marcenaria Arca de Noé, empresa do ramo madeireiro do município de Campo Grande/MS.

O pó de serra foi peneirado por dez minutos seguindo os parâmetros da norma brasileira NBR 7181:2016⁽²⁶⁾, com o auxílio de um agitador mecânico de peneiras vibratórias disponível no Laboratório de Materiais de Construção Civil da UFMS, sendo possível classificar os resíduos na faixa granulométrica 4,75 - 0,074 mm de acordo com as aberturas das peneiras e a porcentagem de material retida em cada uma delas (Tabela 2). A Figura 8 mostra o pó de serra para a faixa granulométrica analisada.

Tabela 2 - Classificação granulométrica dos resíduos de madeira Pinus.

Abertura da peneira (mm)	Massa retida M_1 (g)	% Retida individual	% Retida acumulada
4,75	-	-	-
2,38	17,5	5,835	6
1,19	128,3	42,781	49
0,60	87,0	29,010	78
0,30	43,6	14,538	93
0,15	18,6	6,202	99
0,074	-	-	-
FUNDO	4,9	1,634	-
TOTAL	299,9	-	-
		Dimensão máxima (mm)	2,38
		Módulo de finura	3,25

Fonte: O autor (2018).

A Equação 8 expressa o cálculo realizado para obtenção do *módulo de finura* do material, sendo esta uma grandeza adimensional.

$$\text{Módulo de finura} = \frac{\Sigma \% \text{ retidas acumuladas}}{100} \quad (8)$$

Figura 8 - Pó de serra na faixa granulométrica analisada: (a) 2,38 mm, (b) 1,19 mm, (c) 0,60 mm, (d) 0,30 mm, (e) 0,15 mm e (f) 0,074 mm.



Fonte: O autor (2018).

Após a classificação, os resíduos de madeira foram colocados na estufa para que fosse efetuada a correção do teor de umidade em 12%, conforme as recomendações da norma brasileira ABNT NBR 7190:1997 ⁽²⁷⁾.

4.2 Resina Epóxi

A resina epóxi utilizada como matriz polimérica na fabricação do compósito resina epóxi/pó de serra foi a SQ-2001® obtida da reação de bisfenol-A e epiclоридrina e o catalisador (endurecedor) da resina epóxi foi o SQ-3154®, ambos da marca Redelease®, fornecidos pela empresa Redecenter localizada na cidade de São Paulo/SP. A Figura 9 ilustra a resina epóxi e o catalisador, especificações e informações técnicas referentes aos produtos estão descritas no Anexo B.

Figura 9 - Material utilizado para obtenção da matriz polimérica: (a) Resina epóxi e (b) Catalisador (endurecedor).



(a) (b)

Fonte: O autor (2018).

A resina epóxi utilizada possui uma viscosidade elevada sendo necessária a adição de um solvente para um resultado satisfatório. Os solventes usados na tentativa de reduzir a viscosidade da resina epóxi foram o álcool isopropílico, a acetona e a água, dentre estes, somente a acetona foi capaz de dissolver a resina epóxi com êxito.

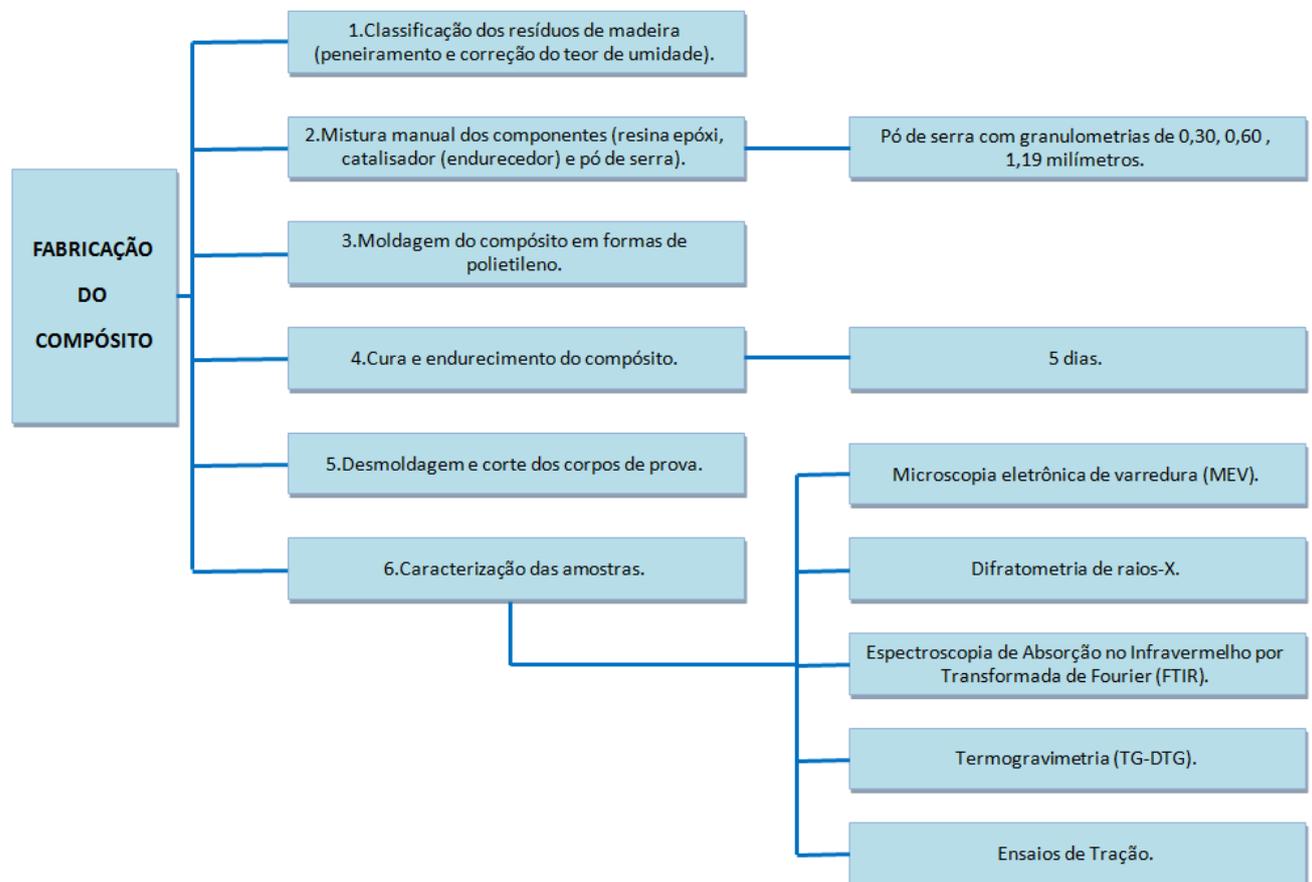
A proporção utilizada entre a resina epóxi, o catalisador e o solvente foi de duas partes da resina epóxi para uma de catalisador adicionando 15% de solvente, conforme a especificação do fabricante.

Com relação ao substrato, foram feitos alguns testes em busca de um material que permitisse que a resina epóxi se desprendesse após o processo de cura. Os materiais testados foram forma de polipropileno, forma metálica e placa de vidro, onde somente a forma de polipropileno produziu resultado positivo, não aderindo à resina epóxi.

4.3 Obtenção do compósito resina epóxi/pó de serra

Para a obtenção do compósito resina epóxi/pó de serra foi utilizado o pó de serra em diferentes granulometrias, de acordo com a análise granulométrica realizada previamente, empregando o material retido nas peneiras de 0,30 mm, 0,60 mm, 1,19 mm. A porcentagem em massa do pó de serra adicionada à matriz polimérica foi de 10% da massa total do compósito devido à influência exercida pela madeira nas propriedades mecânicas do compósito ⁽¹⁸⁾.

Figura 10 - Fluxograma do processo de fabricação do compósito.



Fonte: O autor (2018).

A Figura 10 explicita a sequência das etapas envolvidas na fabricação dos corpos de prova do compósito. Na etapa 2, onde ocorreu a mistura dos materiais, vale ressaltar que foi realizada de forma manual devido ao rápido processo de polimerização da resina epóxi juntamente com o catalisador com início em aproximadamente 18 min após a mistura, de

acordo com o fabricante, onde este tempo também foi constatado experimentalmente. Tal fato, não gerou impacto nas amostras, onde foi obtida uma total homogeneização entre os componentes.

As granulometrias do pó de serra (0,30 mm, 0,60 mm e 1,19 mm) foram definidas de acordo com a classificação do resíduo, sendo estas as que possuem um maior percentual dentro do material peneirado. A utilização de três tipos de granulometrias do pó de serra permitiu identificar características e propriedades mecânicas distintas nas amostras obtidas de acordo com o tamanho do grão podendo ser correlacionadas no estudo do material.

Os cortes dos corpos de prova (etapa 5) foram realizados de acordo com a norma americana ASTM D638-03 ⁽²⁹⁾, sendo realizado o procedimento de forma manual e através de moldes metálicos, após a cura total do polímero, a fim de tentar obter melhores propriedades mecânicas do material. Para a extração de valores mais precisos, foram produzidos cinco corpos de prova para cada amostra analisada, onde foi utilizada a média aritmética simples dos valores obtidos.

4.4 Caracterização das amostras

A caracterização das amostras produzidas foi realizada por meio das técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difratomia de raios-X, Espectroscopia de Absorção no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), Análise Térmica (TG/DTG) e Ensaio de tração.

4.4.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As micrografias de MEV foram obtidas em um microscópio eletrônico de varredura da JEOL modelo JSM - 6380LV disponível no Instituto de Física da UFMS. As amostras foram previamente dispostas sobre fitas de carbono em suporte adequado e metalizadas com ouro por evaporação de alto vácuo "sputtering" para posteriormente serem analisadas.

4.4.2 Difratomia de raios-X

O difratograma de raios-X para os compósitos foram obtidos em um difratômetro de Shimadzu (Co Radiation), modelo XRD-6100, com intervalo de 2Θ de 10° a 80° , com taxa de $0,02^\circ/\text{min}$.

4.4.3 Espectroscopia de Absorção no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

O equipamento utilizado foi um espectrômetro da marca PerkinElmer® modelo Spectrum® 100 FT-IR e a faixa de análise foi de 4000 a 600 cm^{-1} . Foram feitas medidas no modo de transmissão com acessório de ATR, onde as amostras foram colocadas em cima de um cristal e pressionadas de tal modo que se obteve o máximo contato com o cristal, com resolução de 4 cm^{-1} e 32 varreduras.

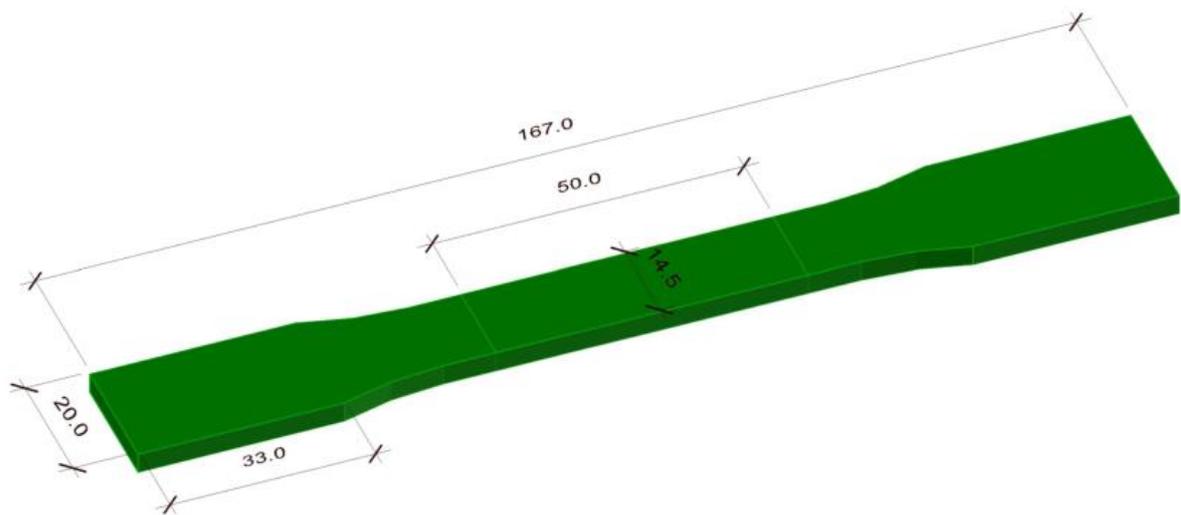
4.4.4 Termogravimetria (TG-DTG)

As curvas TG/DTG foram obtidas em um equipamento da marca TA Instruments® modelo TGA Q50®, com razão de aquecimento de 10°C min^{-1} , partindo da temperatura ambiente até 800 °C em atmosfera de nitrogênio (N_2), com o suporte de cadinho de platina.

4.4.5 Ensaio de tração

Para a realização dos ensaios mecânicos de tração e caracterização das propriedades mecânicas, utilizou-se uma máquina universal de ensaios, modelo DL-10000 da marca EMIC - Equipamentos e Sistemas de Ensaio Ltda., célula com capacidade máxima de 100kN (10000 kgf.) e velocidade de 10 mm/min, disponível no Laboratório de Materiais e Máquinas Térmicas do Centro Universitário Anhanguera - Unidade II.

Figura 11 - Corpos de prova formato "gravata" produzidos para os ensaios de tração de acordo com a norma ASTM D638-03, as medidas estão em mm.



Fonte: O autor (2018).

A realização do ensaio foi feita em corpos de prova compostos por resina epóxi, catalisador (endurecedor) e solvente, e para os compósitos formados com as granulometrias de 0,30 mm, 0,60 mm e 1,19 mm, sendo produzidos cinco corpos de prova para cada tipo de amostra. A Figura 14 ilustra alguns dos corpos de prova utilizados.

Figura 12 - Corpos de prova produzidos para realização dos ensaios de tração.



Fonte: O autor (2018).

Capítulo V

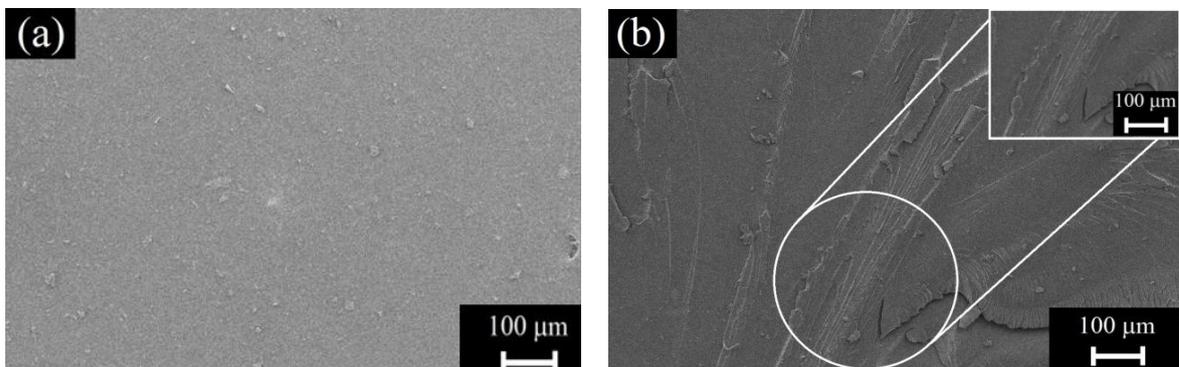
RESULTADOS E DISCUSSÃO

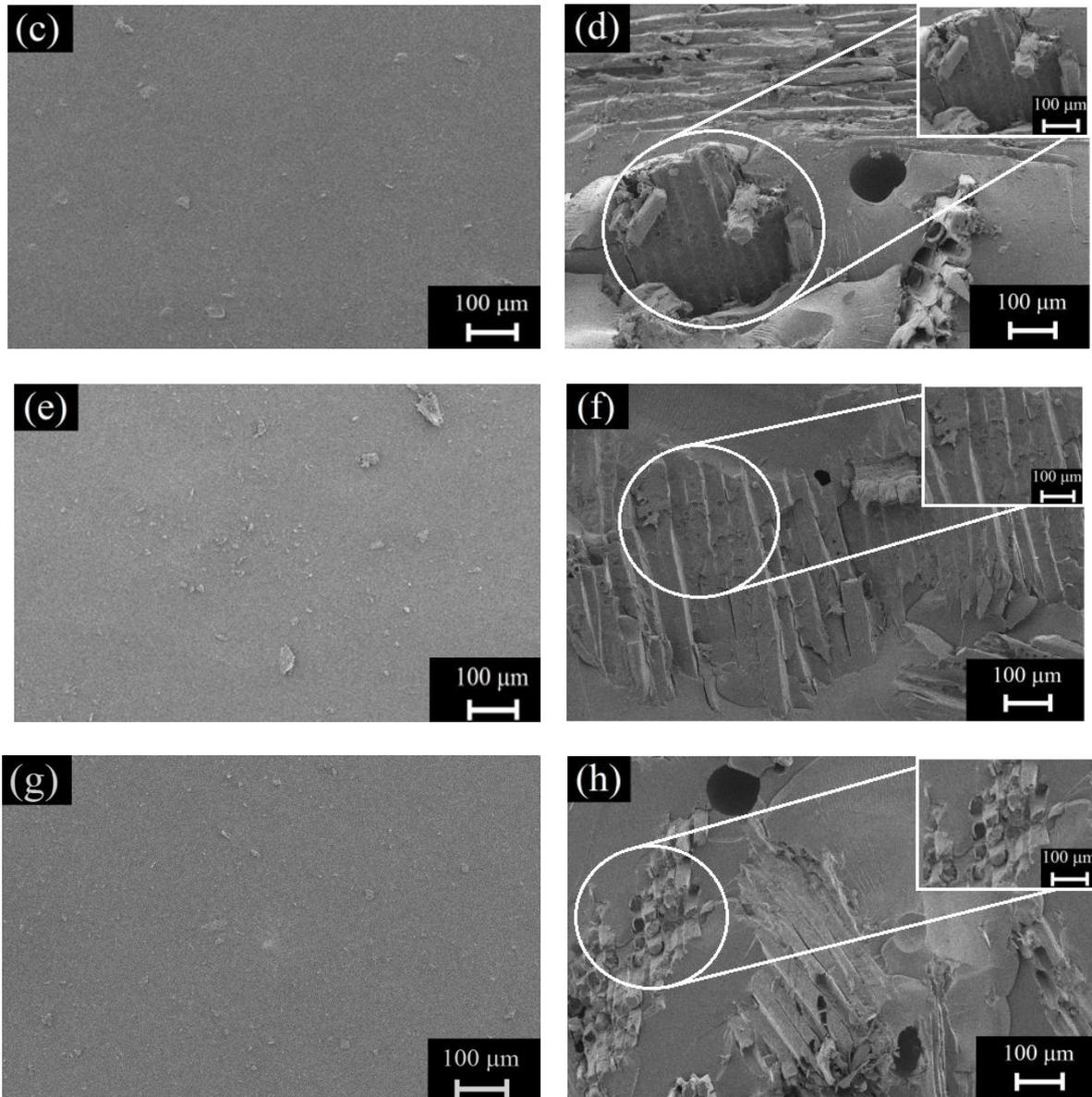
5.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As análises de MEV foram feitas com a finalidade de avaliar a morfologia das superfícies e das faces laterais fraturadas dos corpos de prova. As amostras foram imersas no nitrogênio, em seguida, fraturadas manualmente com a ajuda de dois alicates. As micrografias dos compósitos foram feitas com uma ampliação de 100 vezes e resolução de 100 μm , sendo as seções transversais das superfícies fraturadas representadas pelas Figuras 13 (b), (d), (f) e (h) e obtidas através do processo de fratura.

Foi possível observar uma estrutura fibrosa típica formada pelas fibras lignocelulósicas. Na Figura 13 (a), (c), (e) e (g) estão representadas as superfícies da resina epóxi e dos compósitos produzidos.

Figura 13 - Micrografias (MEV) apresentando a morfologia das amostras: (a) Superfície da resina epóxi (EPX); (b) Seção transversal da EPX; (c) Superfície do compósito 0,30 mm; (d) Seção transversal do compósito 0,30 mm; (e) Superfície do compósito 0,60 mm; (f) Seção transversal do compósito 0,60 mm; (g) Superfície do compósito 1,19 mm e (h) Seção transversal do compósito 1,19 mm.





Fonte: O autor (2018).

Nas imagens das superfícies, é possível observar uma grande homogeneidade das amostras e a formação de pequenos clusters que pode ser atribuída à presença de impurezas no material ⁽²³⁾ ocorrendo tanto nas amostras de resina epóxi quanto nos compósitos produzidos conforme as Figuras 13 (a), (c), (e) e (g).

Na Figura 13 (b) é possível observar que a ruptura, ocorrida no processo de fratura do material, se deu em planos preferenciais podendo ser justificado pela formação de monocristais de polímeros que cresceram a partir da diluição da resina epóxi ⁽⁷⁾. Estes cristais são plaquetas delgadas com formatos regulares, onde as cadeias moleculares existentes em

cada plaqueta se desdobram para frente e para trás sobre elas mesmas com dobras e ocorrem nas faces, sendo definido pela literatura como o *modelo da cadeia dobrada* ⁽⁷⁾.

Nas regiões analisadas através da microscopia eletrônica de varredura foi possível verificar uma característica importante que é a presença de aglomerados e de certa heterogeneidade na morfologia das fibras que compõem o resíduo ⁽³⁰⁾ como mostra as Figuras 13 (d), (f) e (h). Tal fato pode ser justificado pelo processo de geração do resíduo de pó de serra constituído por fibras descontínuas de madeira *Pinus elliottii*.

As seções transversais das superfícies fraturadas das amostras (Figuras 13 (d), (f) e (h)) apresentaram a formação de bolhas de ar, podendo ser observado que o tamanho e a quantidade de bolhas variam de acordo com granulometria do pó de serra utilizado para a fabricação das amostras ^(23, 31).

É possível observar um importante mecanismo de falhas caracterizado pelo desprendimento das fibras da matriz durante a fratura ⁽³⁰⁾ resultando na presença de cavidades entre a matriz polimérica e as fibras do pó de serra, sendo estas cavidades o local onde as fibras deveriam estar embutidas conforme as Figuras 13 (d), (f) e (h).

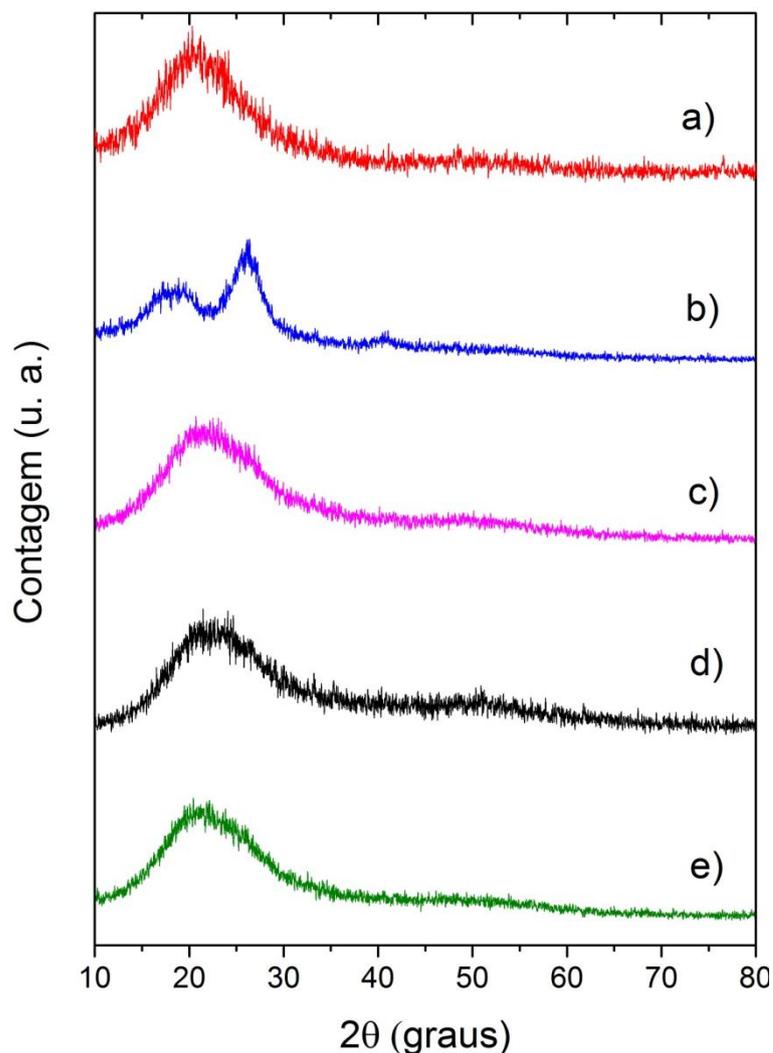
A presença destas cavidades indica uma fraca adesão interfacial entre os polímeros da matriz epóxi ⁽²²⁾. Há um aumento no tamanho e uma redução na quantidade dessas cavidades à medida que cresce a granulometria do pó de serra utilizado ⁽²²⁾, ou seja, para compósitos produzidos com a menor granulometria analisada, 0,30 mm, há a presença de grande quantidade de cavidades com o menor tamanho encontrado (Figura 13 (d)), por outro lado, nos compósitos fabricados com a maior granulometria analisada, 1,19 mm, observa-se uma pequena quantidade de cavidades que possuem o maior tamanho encontrado no estudo (Figura 13 (f)).

Em todos os compósitos analisados foi verificada a ausência de penetração de resina epóxi nas cavidades interna dos resíduos de pó de serra, fator que pode contribuir para uma menor adesão junto a matriz polimérica bem como para a absorção de água ⁽³⁰⁾.

5.2 Difractometria de raios-X

O difratograma de raios-X mostrado na Figura 14 (a) corresponde à amostra da resina epóxi, onde é possível observar um alargamento de pico, comportamento típico em materiais amorfos.

Figura 14 - Difratogramas das amostras: a) Resina epóxi; b) Pó de serra; c) Compósito com granulometria 0,30 mm; d) Compósito com granulometria 0,60 mm; e) Compósito com granulometria 1,19 mm.



Fonte: O autor (2018).

No difratograma do pó de serra (Figura 14 (b)), onde os picos mais importantes estão em valores aproximados de 2θ em $18,34^\circ$, $26,12^\circ$ e $40,86^\circ$ que são pontos referentes à posições características dos planos cristalográficos $(101)/(10\bar{1})$, (002) e (004) correspondentes à celulose tipo I ⁽³²⁾, sendo esta uma forma polimórfica da celulose de ocorrência natural o que é um resultado esperado, pois o pó de serra é constituído em sua grande parte de lignina e celulose ⁽³⁰⁾.

A partir da análise dos picos encontrados nos difratogramas da resina epóxi e do pó de serra (Figura 14 (a) e (b)) é possível concluir que em todos os compósitos (Figura 14 (c), (d) e (e)) há a presença destes picos característicos constatando assim que a inclusão de resíduos de

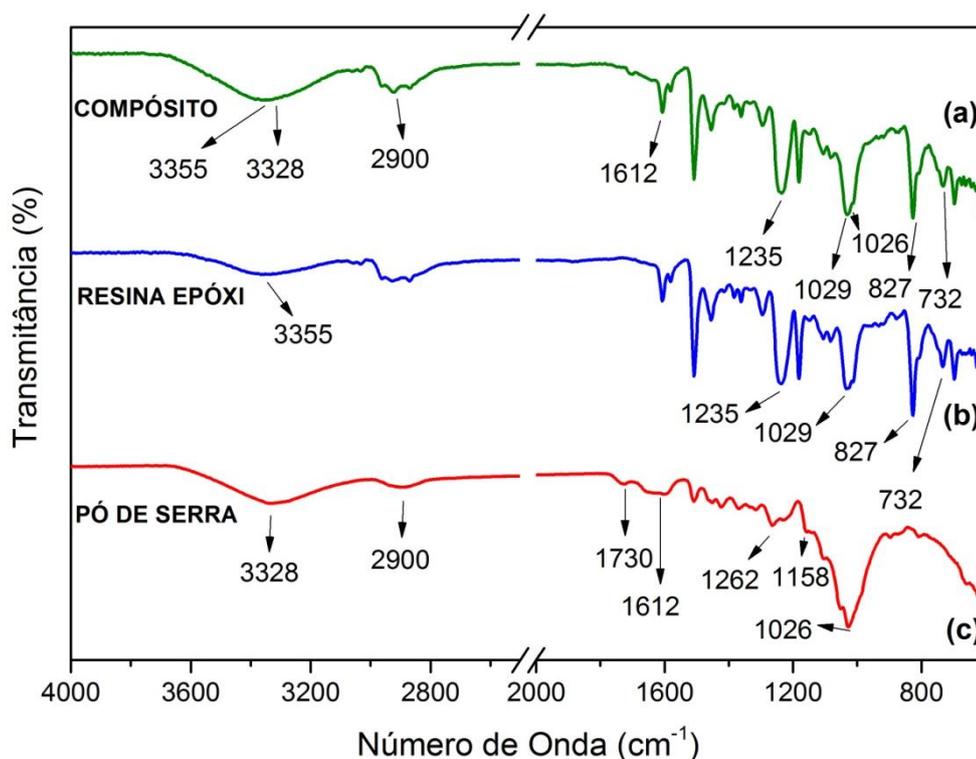
pó de serra não alterou a estrutura da resina epóxi bem como também foi preservada a estrutura do pó de serra conforme a Figura 14.

5.3 Espectroscopia de Absorção no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A técnica de espectroscopia FTIR foi empregada como uma ferramenta para a realização de uma análise estrutural da resina epóxi, do pó de serra e do compósito resina epóxi/pó de serra. A análise foi centrada na identificação das bandas de absorção na região espectral do infravermelho utilizando como referência os espectros reportados na literatura e buscando a visualização de possíveis alterações de comportamento das bandas frente à adição de fibras de pó de serra na resina epóxi. As amostras utilizadas foram a resina epóxi, o pó de serra com granulometria de 0,60 mm e o compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,60 mm.

O grupo epóxi é caracterizado por três bandas de absorção no infravermelho típicas: 1250 cm^{-1} , 916 cm^{-1} e $840\text{-}750\text{ cm}^{-1}$ (33, 34, 35). A primeira banda situada na região próximo à 1250 cm^{-1} , está relacionada à deformação axial simétrica, na qual todas as ligações do anel expandem-se e contraem-se em fase. Uma segunda banda aparece em torno de 916 cm^{-1} , que é atribuída à deformação axial assimétrica do anel, na qual a ligação C-C aumenta e há contração da ligação C-O e a terceira banda aparece na região em torno de 830 cm^{-1} e está associada à deformação simétrica no plano da ligação C-O-C (33, 34, 35). Os espectros do compósito resina epóxi/pó de serra, da resina epóxi e do pó de serra estão plotados na Figura 15.

Figura 15 - Espectros FTIR das amostras: (a) Compósito resina epóxi/pó de serra, (b) resina epóxi e (c) pó de serra.



Fonte: O autor (2018).

A análise dos espectros permitiu uma determinação preliminar da estrutura e dos grupamentos químicos da resina epóxi e do pó de serra presentes no compósito. O compósito resina epóxi/pó de serra é resultado da síntese da resina epóxi com o pó de serra, portanto no espectro do compósito foram identificadas bandas características do grupo epóxi e do resíduo de madeira e apresentou pontos de absorção bem distintos facilitando a identificação da estrutura química, os quais foram enumerados, atribuídos e descritos nas Tabelas 3 e 4 conforme a literatura ^(33, 34, 35, 36).

No espectro do compósito resina epóxi/pó de serra foi identificada a presença ativa das bandas características do grupo epóxi, portanto um aspecto bem coerente com a literatura e a região em 3355 cm⁻¹ é atribuída ao grupo hidroxila (OH), proveniente da reação entre a resina e o catalisador ^(35, 36).

Nos aspectos encontrados no compósito resina epóxi/pó de serra que estão relacionados com o pó de serra é possível observar que a região encontrada em 3328 cm⁻¹ corresponde à deformação axial de O-H que estão presentes na celulose e que a região em

2900 cm^{-1} caracterizam vibrações simétricas e assimétricas de grupos $-\text{CH}_2-$ presentes na lignina ⁽³⁷⁾.

É possível concluir que não houve interação entre a resina epóxi e o pó de serra, tendo em vista que foi possível identificar no compósito, bandas características de ambos, não havendo nenhuma supressão ou surgimento de bandas.

Tabela 3 - Bandas de absorção atribuídas à resina epóxi no compósito resina epóxi/pó de serra.

Número de Onda (cm^{-1})	Grupo Funcional	Modo Vibracional
3355	O-H	Deformação axial da ligação O-H
3036	C-H	Deformação axial da ligação C-H de anéis aromáticos
2962	CH_2 e CH_3	Deformação axial simétricas e assimétricas
2921	CH_2CH_3	Deformação axial
1610	C=C	Ligações C=C
1509	Ar	Deformação axial simétrica
1435	CH_2	Deformação angular no plano CH_2
1361	CH_3	Deformação angular
1294	C-O	Estiramento do grupo éter
1235	OAr	Deformação axial simétrica do anel epóxi em que todas as ligações do anel expandem-se e contraem-se em fase
1029	-Ar-	Deformação axial ou estiramento
827	C-O-C	Deformação axial assimétrica do anel epóxido na qual a ligação C-C aumenta e há uma concentração das ligações C-O
732	C-O-C	Deformação simétrica no plano

Fonte: O autor (2018).

Tabela 4 - Bandas de absorção atribuídas ao pó de serra no compósito resina epóxi/pó de serra.

Número de Onda (cm^{-1})	Grupo Funcional	Modo Vibracional
3328	O-H	Grupos O-H relacionadas à celulose
2900	CH_2	Estiramento de vibração do grupo CH_2 (alifático + aromático) presentes na lignina
1730	-	Grupos carboxílicos presentes na lignina
1612	-	Grupos carboxílicos presentes na hemicelulose
1262	C-O	Vibrações C-O que se estende aos éteres e alcoóis presentes na lignina
1158	C-O	Vibrações C-O que se estende aos éteres e alcoóis presentes

		na lignina
1026	C-O	Vibrações C-O que se estende aos éteres e alcoóis presentes na lignina

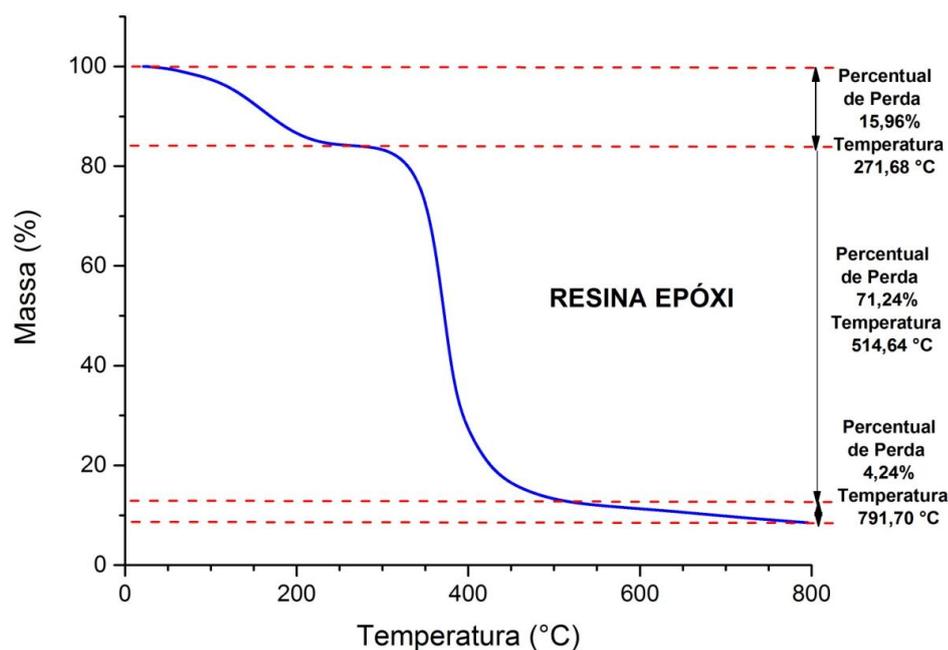
Fonte: O autor (2018).

5.4 Termogravimetria (TG-DTG)

A análise de TG para o compósito foi realizada com objetivo de avaliar a influência do pó de serra sobre a estabilidade térmica da resina epóxi. A Figura 16 contém a curva termogravimétrica da resina epóxi e apresenta perda de massa em três principais estágios.

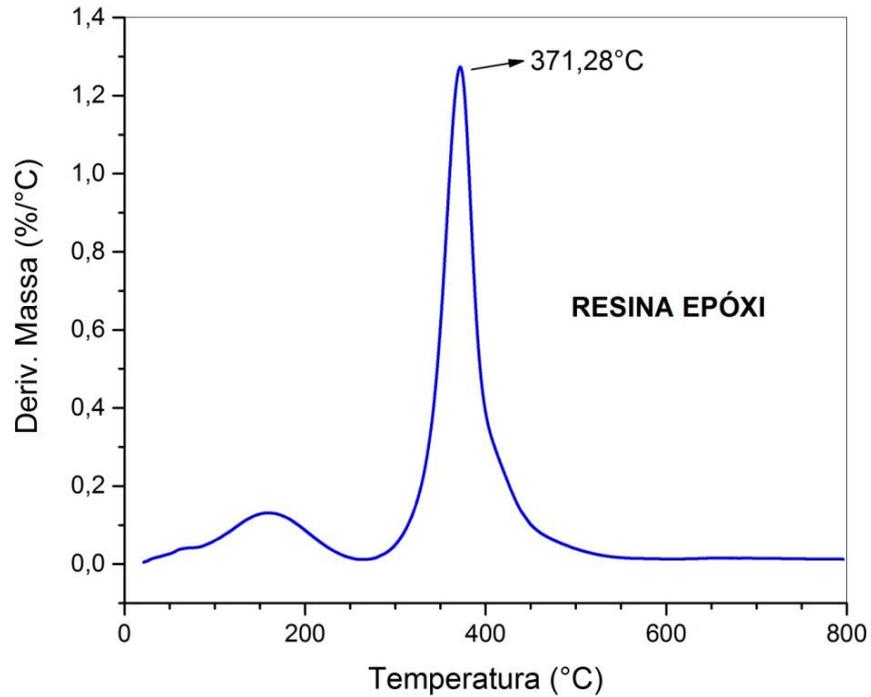
O primeiro estágio ocorre numa temperatura que vai de 34,41°C até 271,68°C com um percentual de perda de massa de 15,96% que pode estar relacionado com a degradação de constituintes da resina epóxi como o bisfenol A e/ou monômeros que não reagiram completamente ⁽³⁵⁾ e também a presença residual de umidade e/ou solvente ⁽³⁸⁾. No segundo estágio a temperatura varia entre 271,68°C até 514,64°C onde ocorre a maior perda de massa do processo com o valor de 71,24% e está relacionada com primeira etapa de degradação dos grupos epóxi presentes na resina ⁽³⁵⁾. Entre as temperaturas 514,64°C e 791,70°C ocorre uma perda de massa pequena de 4,24% indicando que o material já possui uma estabilidade térmica ⁽³⁶⁾.

Figura 16 - Curva TG para a resina epóxi.



Fonte: O autor (2018).

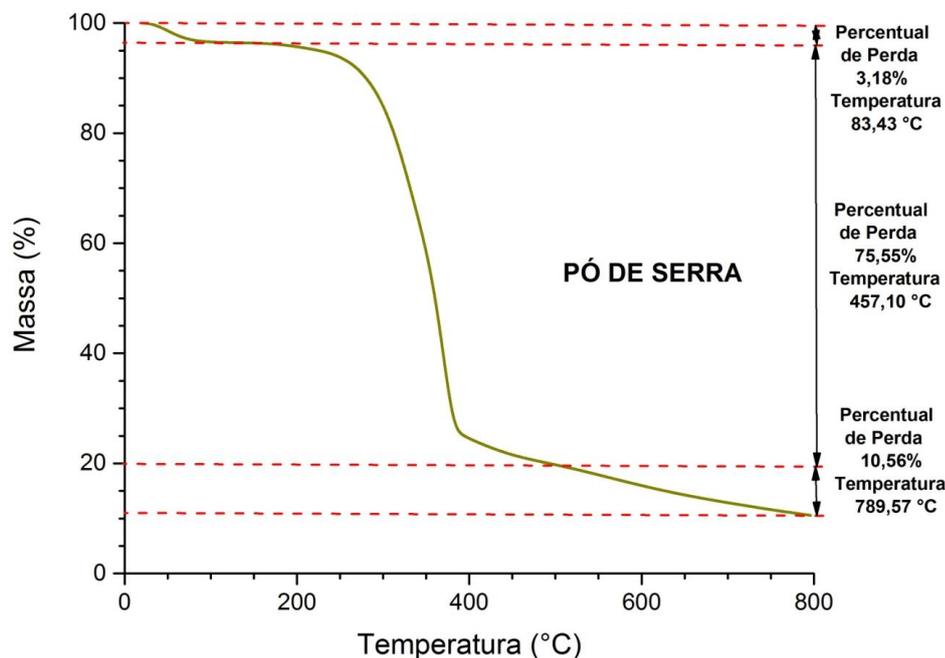
Figura 17 - Curva DTG para a resina epóxi.



Fonte: O autor (2018).

A análise realizada na derivada da curva termogravimétrica (DTG) (Figura 17) evidencia que o processo de degradação da resina epóxi ocorreu em três fases, onde o pico máximo ocorre na temperatura de 371,28°C representando a maior velocidade de variação de massa ocorrida ⁽³⁹⁾.

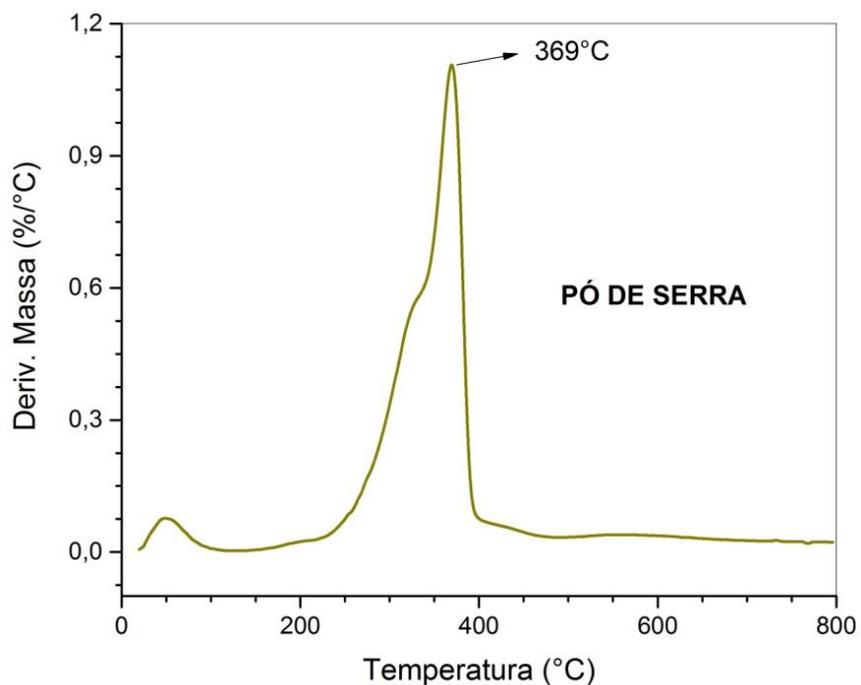
Figura 18 - Curva TG para o pó de serra.



Fonte: O autor (2018).

Materiais lignocelulósicos possuem como principais componentes das suas composições químicas: a celulose, as hemiceluloses e a lignina, onde estes influenciam diretamente nas características de degradação térmica do material ⁽⁴⁰⁾. A Figura 18 mostra a curva de TG obtida para o pó de serra e revela que o material possui três etapas de degradação, o que está de acordo com a literatura ⁽⁴¹⁾.

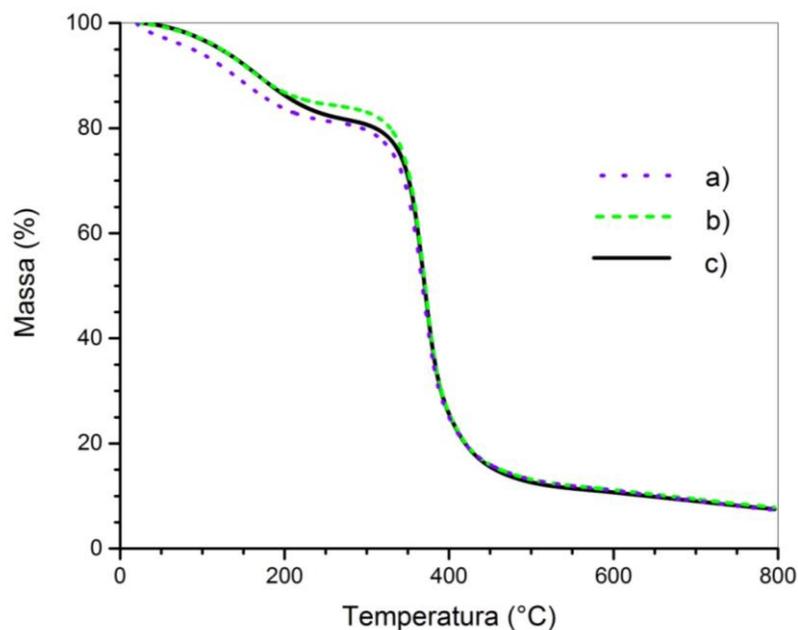
A primeira etapa acontece entre as temperaturas de 19,84°C e 83,43°C onde ocorre uma pequena perda de massa de 3,18% que pode ser atribuída à perda de água do material. A segunda etapa vai de 83,43°C até 457,10°C onde ocorre a maior perda de massa do material com valores ficando em torno de 75,55% e ocorre devido à degradação das hemiceluloses, celulosas e lignina presentes no material ^(42, 43, 44). Na terceira etapa fica evidenciada a estabilidade térmica do material ocorrendo uma perda de massa de 10,56% em temperaturas mais elevadas que variam entre 457,10°C e 789,57°C ^(42, 43, 44).

Figura 19 - Curva DTG para o pó de serra.

Fonte: O autor (2018)

A análise realizada na derivada da curva termogravimétrica (DTG) ratifica que o processo de degradação do pó de serra ocorreu em três etapas e o pico máximo ocorre na temperatura de 369°C representando a maior velocidade de variação de massa ocorrida ⁽³⁹⁾, conforme ilustra a Figura 19.

Figura 20 - Curvas TG para: (a) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,30 mm, (b) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,60 mm e (c) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 1,19 mm.

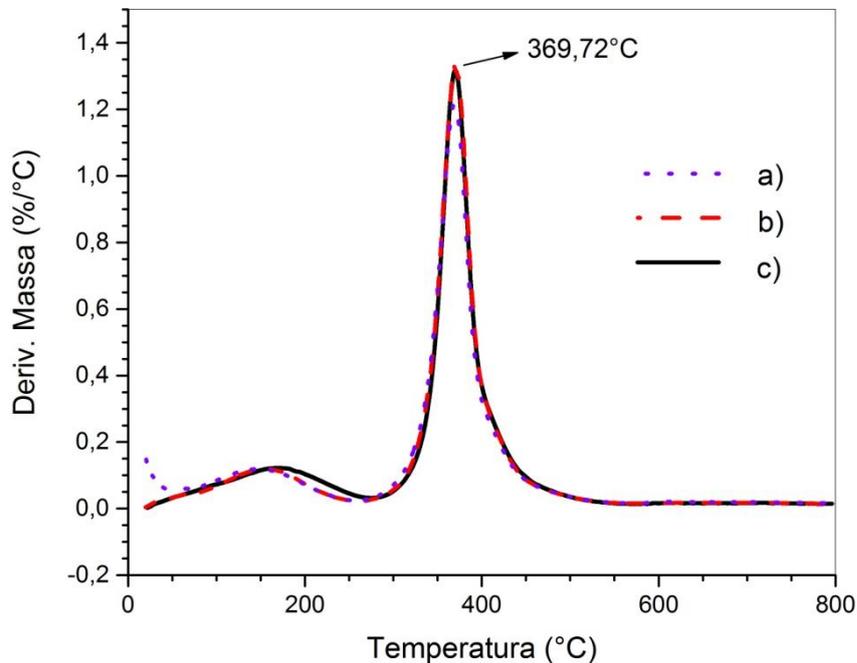


Fonte: O autor (2018).

As curvas de TG para os compósitos (Figura 20) apresentaram o mesmo perfil, apesar de serem produzidos com granulometrias diferentes (0,30, 0,60 e 1,19 mm), tendo como principal etapa uma grande perda de massa com valor médio de 71,37% em uma faixa aproximada de temperatura de 267,42°C à 517,48°C.

A Figura 21 ilustra as curvas de DTG obtidas para os compósitos analisados e evidenciam que todos possuem três fases de degradação, onde o pico máximo ocorre na temperatura de 369,72°C representando a maior velocidade de variação de massa ocorrida incomum para os três compósitos e coerentes com a literatura correspondente dos materiais presentes na composição dos compósitos (resina epóxi e pó de serra).

Figura 21 - Curvas DTG para: (a) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,30 mm, (b) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,60 mm e (c) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 1,19 mm.



Fonte: O autor (2018).

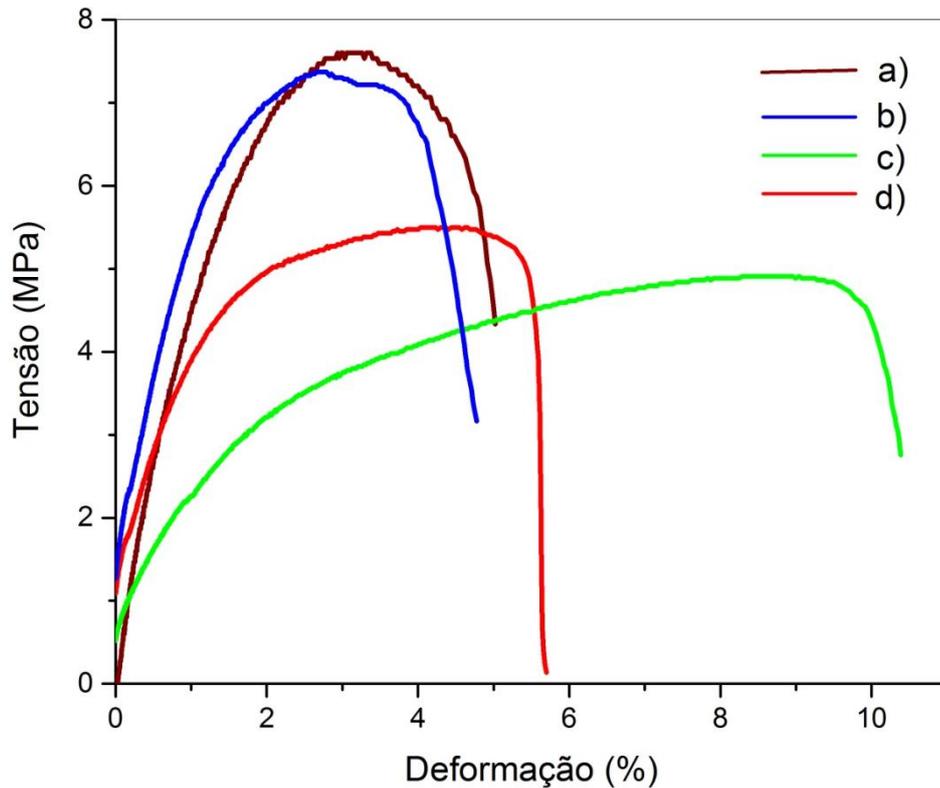
5.5 Ensaios de tração

As propriedades mecânicas de um material são de fundamental importância para a determinação de suas aplicações e precisam ser conhecidas para que se possa determinar a eficiência do material quando em uso. Diante disso, as propriedades mais relevantes são o *módulo de Young* (módulo de elasticidade), a *Tensão Máxima* (limite de resistência à tração), a *Tensão de Ruptura* (resistência na ruptura) e a *Tenacidade*.

Os ensaios de tração axial realizados foram ensaios destrutivos à tração centrada⁽⁴⁾ em amostras produzidas com resina epóxi, catalisador (endurecedor) e acetona, e também em compósitos constituídos por resina epóxi, catalisador, acetona e pó de serra em diferentes granulometrias.

A Figura 11 representa o molde dos corpos de provas produzidos, conforme a granulometria do pó de serra aumentava se tornava mais difícil realizar os cortes dos corpos de prova e muitos foram descartados por apresentarem falhas em suas bordas. Na Figura 22 estão plotados gráficos das amostras analisadas.

Figura 22 - Curvas tensão-deformação dos ensaios de tração para: (a) Resina epóxi, (b) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,30 mm, (c) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,60 mm e (d) Compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 1,19 mm.



Fonte: O autor (2018).

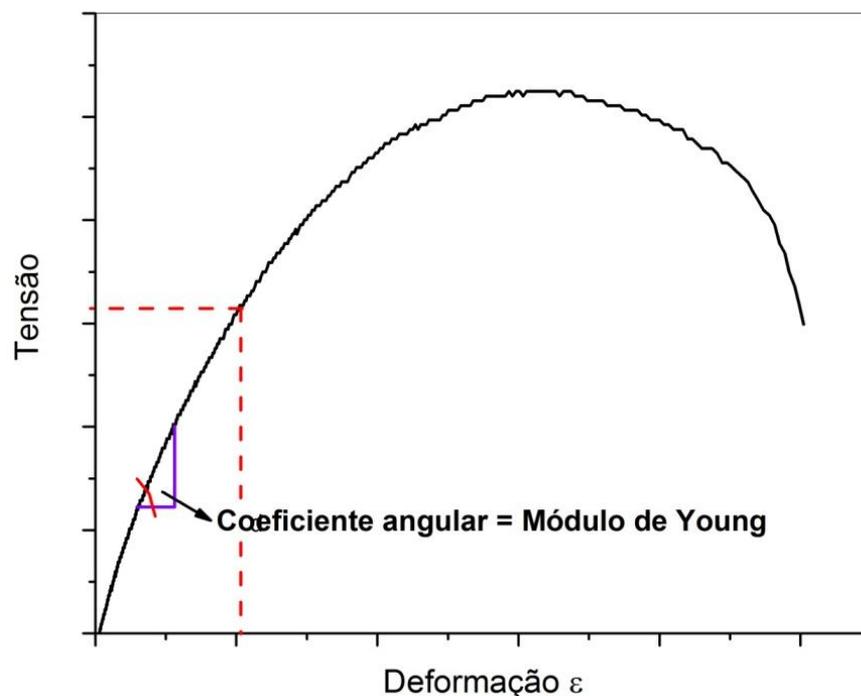
Os dados das amostras analisadas nos ensaios de tração revelaram que houve uma variação nos valores de resistência à tração conforme a granulometria do pó de serra adicionado nos compósitos.

Observou-se que a resistência do material diminuiu quando adicionado o pó de serra com granulometria de 0,30 mm à matriz (Figura 22 (b)), devido à quantidade de cavidades encontradas no material vistas através das imagens de MEV, em seguida, continuou havendo perda de resistência no material para os compósitos com granulometria de 0,60 mm (Figura 22 (c)), devido ao aumento no tamanho das cavidades do compósito, mesmo havendo uma pequena redução na quantidade de cavidades. A resistência do material volta a aumentar nos compósitos produzidos com granulometrias de 1,19 mm de pó de serra, devido à redução significativa do número de cavidades, ainda que possuam um tamanho maior do que as presentes nos compósitos fabricados com pó de serra com granulometrias de 0,30 mm e 0,60

mm. Tal fato pode ser explicado devido à presença destas cavidades que indicam que o material possui uma fraca adesão interfacial entre os polímeros da matriz epóxi ⁽²²⁾ e também pelo fato de que as partículas do pó de serra tendem a se agregarem dentro da matriz polimérica fazendo com que aconteça a formação de estruturas maiores resultando no aumento de vazios ou pontos de fissuras dentro do compósito ⁽²³⁾.

É possível observar através da Figura 22 que as curvas tensão-deformação das amostras ensaiadas não apresentam uma deformação elástica linear, ou seja, os valores das tensões e das deformações não são proporcionais. Diante disto, não é possível determinar o módulo de Young conforme a Figura 23.

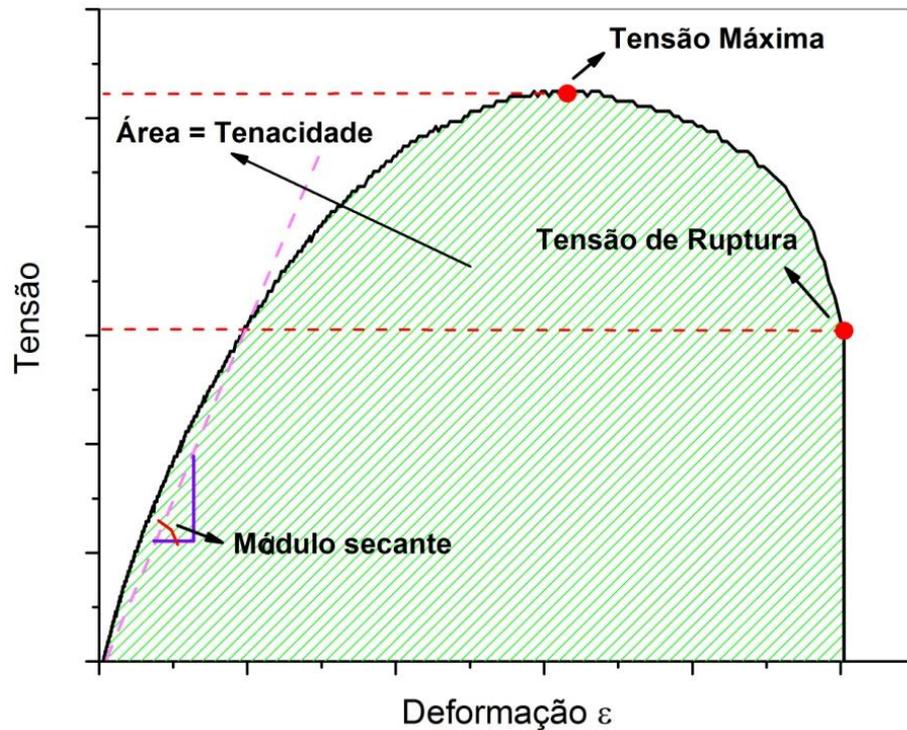
Figura 23 - Diagrama de tensão-deformação demonstrando que para uma deformação elástica não linear não se pode calcular o módulo de Young pelo coeficiente angular da curva.



Fonte: O autor (2018).

Para o comportamento apresentado pelas amostras analisadas foi utilizado o *módulo secante* para obtenção dos módulos de Young, sendo o cálculo realizado através da inclinação (coeficiente angular) de uma secante tirada desde a origem até um ponto específico sobre a curva $\sigma-\epsilon$ ⁽⁷⁾. A Figura 24 mostra como é determinado o módulo secante na curva tensão-deformação quando a porção elástica não é linear, bem como identifica os pontos de tensão máxima, tensão de ruptura e a tenacidade do material.

Figura 24 - Diagrama esquemático tensão-deformação mostrando um comportamento elástico não linear, identificando os pontos de Tensão Máxima e Tensão de Ruptura e como é determinado o Módulo secante.



Fonte: O autor (2018).

Na Tabela 5 estão expressos os valores das propriedades mecânicas obtidos nos ensaios de tração das amostras.

Os compósitos foram produzidos com teor de 10% em massa de pó de serra, os valores do módulo de Young variou de acordo com a granulometria do pó de serra utilizado. É possível observar também que a tensão máxima dos compósitos apresentou valores inferiores quando comparados aos da matriz epóxi, esse resultado indica que o material sofreu uma perda de resistência devido à adição do pó de serra.

É possível observar que dentre os compósitos produzidos, o com granulometria de 0,30 mm apresentou melhores propriedades mecânicas para ser utilizado em aplicações que solicitem propriedades específicas do material e isso pode ser justificado devido ao fato de possuir o maior módulo de Young, tendo em vista a relevância desta propriedade em materiais que quando submetidos a determinados esforços sofrerão deformações. Apresentou também o melhor valor para a tensão de máxima, o compósito possui a maior resistência à tração dentre

as amostras analisadas e maior tenacidade, ou seja, maior capacidade de absorção de energia mecânica até sua ruptura.

As amostras foram produzidas da forma mais homogênea possível, porém os resultados mostrados foram inferiores aos encontrados na literatura, isso é explicado devido ao fato dos ensaios de tração terem sido feitos sem o extensômetro, pois as amostras deslizavam das garras na tentativa de fixação no equipamento.

Tabela 5 - Valores das propriedades mecânicas das amostras.

	Resina Epóxi	Compósito Resina epóxi/pó de serra (granulometria 0,30 mm)	Compósito Resina epóxi/pó de serra (granulometria 0,60 mm)	Compósito Resina epóxi/pó de serra (granulometria 1,19 mm)
Módulo de Young (MPa)	4,07	4,66	2,65	4,50
Desvio Padrão	0,22	0,81	0,40	0,26
Tensão Máxima (MPa)	7,60	6,97	5,02	6,82
Desvio Padrão	0,12	1,47	0,16	0,41
Tensão de Ruptura (MPa)	4,33	0,41	2,77	1,74
Desvio Padrão	0,35	0,27	0,01	0,87
Tenacidade (N.mm/mm³)	29,44	36,70	33,05	25,93
Desvio Padrão	10,45	11,25	8,13	1,74

Fonte: O autor (2018).

Capítulo VI

CONCLUSÃO

A matriz utilizada na fabricação das amostras demonstra uma versatilidade muito grande podendo ser empregada com várias proporções em diversos compósitos. O pó de serra é um resíduo de madeira que foi utilizado na fase reforçadora do compósito tornando-o sustentável e de baixo custo.

Na caracterização das amostras houve grande interação nos resultados obtidos, ficando evidenciado nas propriedades mecânicas o que foi observado nas imagens de MEV, a presença de cavidades em diferentes tamanhos e quantidades que ocasionaram uma variação nas resistências das amostras.

De acordo com os resultados dos ensaios mecânicos, o pó de serra apresentou-se apenas como enchimento ao compósito resina epóxi/pó de serra quando comparado à matriz polimérica de origem, devido ao fato de não ter havido melhoras significativas nas propriedades de resistência a tração que é um resultado da baixa adesão entre o pó de serra e a matriz podendo ser observado nas medidas de MEV. Por outro lado, ao analisar o ganho do módulo de Young é possível afirmar que o pó de serra teve a função de reforço na matriz polimérica.

Por fim, o compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,30 mm apresentou a fórmula mais viável para aplicações por possuir melhores propriedades mecânicas com destaque para o melhor módulo de Young com a vantagem de reduzir a quantidade de resina epóxi e utilizar resíduos de madeira para sua fabricação.

Capítulo VII

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir da obtenção do compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,30 mm com propriedades mecânicas satisfatórias, pode-se ter como sugestão para continuidade da pesquisa as etapas descritas nos itens abaixo:

1. Introduzir percentuais de partículas condutoras que variem de 0 à 5% no compósito resina epóxi/pó de serra com granulometria de 0,30 mm;
2. Obter o compósito resina epóxi/pó de serra/partículas condutoras;
3. Caracterizar as propriedades físicas e mecânicas do compósito;
4. Determinar o limiar de percolação;

REFERÊNCIAS

1. KUMAR, R. et al. Study of Mechanical Properties of Wood Dust Reinforced Epoxy Composite. **Procedia Materials Science**, v. 6, n. Icmpe, p. 551–556, 2014.
2. M. H. DE F. FONSECA, U. P. DE LUCENA JUNIOR, R. O. C. LIMA. Análise das propriedades mecânicas de um compósito natural Desenvolvido com fibra de carnaúba. 22º **CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**. Natal, RN, Brasil. n. 2, p. 3230–3240, 2016.
3. SANDRA, M. et al. Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Compósitos de Polipropileno Reforçado com Celulose de Bagaço e Palha de Cana. **Revista Matéria**, v. 11, n. 2, pp. 101 – 110, 2006.
4. LÍBANO, E. V. D. G. , VISCONTE, L. L. Y., PACHECO, E. B. A. V. Propriedades Térmicas de Compósitos de Polipropileno e Bentonita Organofílica. **Polímeros**, vol. 22, n. 5, p. 430-435, 2012.
5. MISSAGIA, Z. M. V. **Compósitos particulados em resina epóxi reforçados com serragem, cimento e silicato de magnésio**. 56 f. Dissertação (mestrado). Universidade Federal de São João del-Rei - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica (Departamento de Engenharia Mecânica), 2013.
6. GUTIÉRREZ, H. et al. Usinabilidade de Materiais Compósitos Poliméricos para Aplicações Automotivas. **Polímeros**, vol. 24, n. 6, p. 711-719, 2014.
7. CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 8. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012. p. 817.
8. CANEVAROLO JÚNIOR, S. V. **Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. 2. ed. 2. reimpr. São Paulo: Artliber, 2010.
9. SHACKELFORD, J. F.; **Ciência dos materiais**. Editora Pearson, 6 ed, p. 575, 2008.
10. NETO, F. L.; PARDINI; L. C. **Compósitos Estruturais: Ciência e Tecnologia**. Editora Blucher. 1ed. p. 313, 2006.
11. KAW, A. K., **Mechanics of composite materials**, vol.1, CRC Taylor & Francis, 1997, p. 335.
12. HAMED, A. A.; SAAD, G. R.; ELSABEE, M. Z. Synthesis and characterization of modified epoxy resins and novel E-glass-/spectra-reinforced composites. **High Performance Polymers**, v. 29, n. 3, 2016.
13. BAUER R. S.; CORLEY S. Epoxy resins. In: LEE, S. M (Ed.) Reference **Book for Composites Technology**. Lancaster: Yecomic, vol. 1, p. 17-48, 1989.
14. RIBEIRO, B.; OLIVEIRA, G. H.; MITSUSAWA, L. G. **Caracterização Mecânica de Compósitos Termoplásticos e Termorrígidos para Aplicação Aeroespacial**. 2008. 156 f.

Trabalho de Graduação, Faculdade Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2008.

15. AMARAL, C. R., RODRIGUEZ, R. J. S., GARCIA, F. G., JUNIOR, L. P. B. (2013) Impact of Aliphatic Amine Comonomers on DGEBA Epoxy Network Properties. **Polymer Engineering and Science**. 54: 2132 – 2138.

16. MENEZES, G. W., MONTEIRO, S. N., D'ALMEIDA, J. R. M., NETO, H. S. N. (2004) Análise térmica da resina epóxi DGEBA/TETA para formulações diferentes da razão estequiométrica. **ABM**. 1: 12 – 16.

17. MILAGRES, K. I. **Formulação e caracterização de uma resina epóxi com memória de forma**. Campos dos Goytacazes, 2015. viii, 78 f. : il. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ciência dos Materiais) -- Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados.

18. SILVA, T.; CAMPUS, U.; MOURÃO, D. C. Desenvolvimento de materiais produzidos com os resíduos de madeira , soja , milho e aveia. **XI Encontro de engenharia de produção agroindustrial**, p. 7, 2009.

19. CASSILHA, A. C. et al. Indústria moveleira e resíduos sólidos: considerações para o equilíbrio ambiental. Minas Gerais: **CEFET**, 2003.

20. RATNA, D. Handbook of Thermoset Resins. **iSmithers. Shawbury, Shrewsbury, Shropshire, SY4 4NR**, United Kingdom. 2009.

21. TORRES, R. B. **Desenvolvimento de compósito híbrido de fibra de vidro e micropartículas de sílica e cimento para uso em caneleiras**. 2013. 63f.. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de São João del-Rei. Departamento de Engenharia Mecânica.

22. HISHAM, S. et al. Flexural Mechanical Characteristic of Sawdust and Chipwood Filled Epoxy Composites. **Composite Science and Technology, Pts 1 and 2**, v. 471–472, p. 1064–1069, 2011.

23. ANDREGHETTO, D. H. **Filmes piezo-resistivos de resina epoxídrica com partículas de negro-de-fumo**. 2017. 75 f. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Mato Grosso - Programa de Pós-Graduação em Ciência de Materiais, 2017.

24. CHUNG, DEBORAH D. L. Carbon Fiber Composites. **Butterworth-Heinemann, USA**, 1994.

25. SILVA, W. M. **Compósitos resina epóxi/nanotubos de carbono de paredes múltiplas: caracterização dos materiais de partida e avaliação das condutividades elétrica e térmica**. 126 f. Dissertação (mestrado). Centro de Desenvolvimento Nuclear - Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia das Radiações, Minerais e Materiais, Belo Horizonte/MG, 2009.

26. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 7181:2016 incorpora a Errata 1, de 09.08.2017: Solo - Análise granulométrica**. Rio de Janeiro, p. 12, 2016.
27. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 7190: Projeto de estruturas de madeira**. Rio de Janeiro, p. 107, 1997.
28. HILLIG, E; IWAKIRI, S.; ANDRADE, M. Z.; ZATTERA, A. J. **Caracterização de compósitos produzidos com polietileno de alta densidade (hdpe) e serragem da indústria moveleira**. Sociedade de Investigações Florestais, Árvore, Viçosa-MG, v.32, n.2, p. 299-310, 2008.
29. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASMT. **ASTM, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics: D638-03**. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2003.
30. GOMES, J. W. et al. Absorção de água e propriedades mecânicas de compósitos poliméricos utilizando resíduos de MDF Water absorption and mechanical properties of polymer composites using waste MDF. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Paulo, v. 27, p. 48–55, 2017.
31. KU, H. et al. Flexural properties of sawdust-reinforced epoxy composites post-cured in microwaves. **Journal of Composite Materials**, v. 46, n. 22, p. 2879–2890, 2012.
32. HU, X.; HSIEH, Y. Crystalline Structure of Developing Cotton Fibers. **Journal of Polymer Science**. Part B, Polymer Physics 34 (8) p. 1451–1459, [s.d.], 1996.
33. PIRES G. ET AL. Caracterização físico-química e mecânica do sistema éster de Silsexquioxano/Resina Epóxi Dgeba/Dietilenotriamina. **Revista Matéria**, São Paulo, v. 10, n. 2, p. 317–330, 2005.
34. PESSANHA M. C. R. et al. Caracterização de tubo e adesivo utilizados em tubulações de plástico reforçado com fibras de vidro aplicados em plataformas marítimas. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Paulo, v. 18, n. 1, p. 70-75, 2008.
35. SANTOS, E. T. **Inserção de nanopartículas metálicas em resina epóxi: estudos espectroscópicos**. 81 f. Dissertação (mestrado). Universidade Federal de Sergipe - Cidade Universitária "Prof. José Aloísio de Campos". Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais - São Cristóvão/SE Ilha Solteira/SP, 2011.
36. SILVA, W. L. L.; OLIVEIRA, S. P. Modificação das características de adsorção do bagaço de cana para remoção de azul de metileno de soluções aquosas. **Scientia Plena**, v. 8, n. 7, p. 1–9, 2012.
37. CASTRO, G. R. **Síntese, caracterização e aplicação de celulose funcionalizada com ligante p-Aminobenzoico em pré-concentração de íons metálicos**. 57 p. Dissertação (mestrado). Universidade de São Paulo. São Paulo/SP, 2003.

38. DA SILVA, D. D.; DOS SANTOS, W. F.; PEZZIN, S. H. Nanocompósitos de matriz epoxídica com reforços produzidos a partir do grafite natural. **Revista Materia**, v. 18, n. 2, p. 1260–1272, 2013.
39. STROPA, J. M. et al. Thermoanalytical Evaluation of Essential Oils of the Leaves From. **Brazilian Journal of Thermal Analysis**, v. 5, n. 1, p. 6–11, 2016.
40. ANTAL, M. J.; VARHEGY, G. Cellulose pyrolysis kinetics: the current state of knowledge. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, Whashington, v. 34, n. 3, p. 703 - 717, Feb. 1995.
41. SHEBANI, A. N. A. J.; VAN REENEN, A. J.; MEINCKEN, M. The effect of wood extractives on the thermal stability of different wood species. **Thermochimica Acta**. Amsterdam, v. 471, n. 1-2, p. 43-50, May, 2008.
42. ÓRFÃO, J. J. M.; ANTUNES, F. J. A.; FIGUEIREDO, J. L. Pyrolysis kinetics of lignocellulosic materials: three independent reactions model. **Fuel Processing Technology**, Amsterdam, v. 78, n. 3, p. 349-358, Feb. 1999.
43. ÓRFÃO, J. J. M.; FIGUEIREDO, J. L. A simplified method for determination os lignocellulosic materials pyrolysis kinetics from isothermal thermogravimetric experiments. **Thermochimica Acta**, Amsterdam, v. 380, n. 3, p. 67-78, Nov. 2001.
44. BRANCA, C.; DI BLASI, C. D. Kinetics of the isothermal degradation of wood in the temperature range 528-708 K. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, Amsterdam, v. 67, n. 2, p. 207-219, May 2003.

ANEXO A - Especificações da Resina Epóxi



RESINA EPÓXI SQ-2001

APRESENTAÇÃO

SQ-2001 é uma resina epóxi de aspecto líquido obtido da reação de bisfenol-A com epicloridrina.

APLICAÇÃO

SQ-2001 é largamente utilizada, devido suas excelentes propriedades físicas de adesão, resistência química e baixa contração, em revestimentos de pisos industriais, argamassas especiais, encapsulamentos, adesivos, tubulações, laminados reforçados com fibra de vidro, etc..

CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS

Densidade (25°C)	1,16 g/ml
Viscosidade cinemática (25°C)	11000 – 14000 cps
Cor APHA, máx.	125
Peso equivalente em epóxi	182 –192 eew
Cloretos hidrolizáveis, máx.	500 ppm
Epiclorohidrina, máx.	5 ppm
Água, máx.	700 ppm

ARMAZENAGEM / EMBALAGEM

Armazene o produto em local seco e em temperatura ambiente. Recomenda-se a estocagem por um período máximo de 24 meses. SQ-2001 encontra-se disponível nas embalagens de 200 kg, 20 kg, 5 kg e 1 kg.

Resinas epóxi líquidas, não curadas, podem eventualmente causar sensibilização na pele, porém podem ser manipuladas sem nenhum risco acentuado, desde que sejam manuseadas com cuidado, de acordo com os procedimentos normais recomendados para resinas epóxi em geral.

Revisado: 26.05.2011 por Alcides P. Filho

Atenção

Todas as informações contidas neste manual são baseadas em nossas experiências e observações e visam apenas à orientação daqueles que pretendem utilizar nossos materiais. Não nos responsabilizamos, portanto, por quaisquer resultados obtidos nas aplicações, uma vez que tais resultados estão sujeitos as variações decorrentes das condições atmosféricas, da superfície tratada, da mão-de-obra, etc.



São Paulo – Vila Guilherme: (11) 2907-1840
 São Paulo – Freguesia do Ó: (11) 3931-9755
 Campinas – Via Anhanguera, km 98 - sentido interior: (19) 3212-2396

Redelease
 www.redelease.com.br



Redelease®

**FISPQ -FOLHETO DE INFORMAÇÕES DE SEGURANÇA DE PRODUTOS QUÍMICOS
SQ 3154**

1. IDENTIFICAÇÃO DO PRODUTO E DA EMPRESA

NATUREZA QUÍMICA

Endurecedor para Resina Epóxi a base de Poliaminas

SILAEX QUÍMICA LTDA.

Tel.: (0xx11) 3766-7202

Fax: (0xx11) 3766-7202

Rua Santa Ubaldesca, 191

São Paulo - Brasil

TELEFONE DE EMERGÊNCIA ABIQUIM

0800 11 8270

2. COMPOSIÇÃO E INFORMAÇÕES SOBRE OS INGREDIENTES

CONTÉM

< 10 % 4,4'-isopropilidenedifenol

CAS nº = 38294-69-8

< 25 % Álcool benzílico

CAS nº = 100-51-6

< 25 % 3-Metilamino-3,5,5-trimetilciclohexamina

CAS nº = 2855-13-2

EEC - Símbolo: Xi, N

R frases = 36/38-43-51/53

3. IDENTIFICAÇÃO DE PERIGOS

Risco de danos aos olhos e pele.

Pode provocar irritação e reações alérgicas através de contato com a pele.

Pode causar efeitos adversos a longo prazo para o ambiente aquático

4. MEDIDAS DE PRIMEIROS SOCORROS

CONTATO COM A PELE

Remover vestimentas contaminadas, enxugar com papel absorvente ou toalha. Lavar com água e sabão abundante. Não utilizar solventes orgânicos. No caso de dermatites e sensibilização, procurar imediatamente auxílio médico com esta fispq.

CONTATO COM OS OLHOS

Lavar imediatamente com água durante, no mínimo, 10 minutos e procurar auxílio médico imediatamente com esta fispq.

INALAÇÃO

Remover a pessoa afetada ao ar livre. Em caso de irritação do sistema respiratório, membranas ou mucosas, ou em caso de indisposição prolongada, procurar auxílio médico com esta fispq.

INGESTÃO

Não induzir ao vômito. No caso de vômito espontâneo, assegure a drenagem total devido ao perigo de sufocamento. A indução ao vômito deve ser realizada apenas pela equipe médica. No caso de inconsciência ou convulsão, não colocar nada na boca da pessoa afetada. Procurar auxílio médico com esta fispq.

5. MEDIDAS DE COMBATE A INCÊNDIO

Meios Extintores Apropriados

Névoa de água, dióxido de carbono, espuma e pó seco.



Redelease®

FISPQ - FOLHETO DE INFORMAÇÕES DE SEGURANÇA DE PRODUTOS QUÍMICOS

SQ 3154

Meios Extintores Não Apropriados

Jato de água de alta pressão.

Riscos de Exposição

A decomposição térmica ou química pode liberar óxidos de carbono e outros gases ou vapores tóxicos. Não liberar a água quimicamente contaminada para a terra, canalizações, etc. Medidas de retenção da água de extinção devem ser tomadas. Enviar a água contaminada e a terra de acordo com as regulamentações locais.

Proteção dos Bombeiros

Utilizar roupas de proteção para produtos químicos e aparatos para respiração individual.

6. MEDIDAS DE CONTROLE PARA DERRAMAMENTO OU VAZAMENTO

Precauções Pessoais

Não inalar os vapores. Evitar fontes de ignição. Não fumar. Evitar o contato com a pele, olhos e roupas.

Precauções ao Meio Ambiente

Evitar a contaminação da terra, canalização e águas superficiais.

Métodos para a Limpeza

Recolher com material absorvente e inerte, colocar em recipientes adequados, que possam ser fechados, e enviados para destruição.

7. MANUSEIO E ARMAZENAMENTO

Manuseio

Irritante e sensível. Assegure boa ventilação e exaustão do local. Não comer, beber ou fumar no local de trabalho. Manipular e abrir o recipiente com cuidado.

Armazenamento

Manter longe de alimentos e bebidas. Armazenar no recipiente original seguramente fechado à temperatura ambiente.

8. CONTROLE DE EXPOSIÇÃO E PROTEÇÃO INDIVIDUAL

Medidas de Controle de Engenharia

Não requer medidas de segurança especial.

Limites de Controle de Exposição

1 ppm, 6mg/m³.

Proteção Respiratória

No caso de ventilação insuficiente, utilizar equipamento respiratório adequado.

Proteção das Mãos

Utilizar luvas adequadas.

Proteção dos Olhos

Utilizar óculos ou protetor facial adequado.

Proteção da Pele

Utilizar avental ou uniforme completo de mangas compridas e sapatos fechados.

9. PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS

Ponto de Ebulição	> 140° C
Solubilidade em água à 20 °C	moderado, até 5% solúvel
Aspecto	líquido viscoso



Redelease

FISPQ -FOLHETO DE INFORMAÇÕES DE SEGURANÇA DE PRODUTOS QUÍMICOS

SQ 3154

Odor	amoniacal
Densidade à 25 °C	1,01 +/- 0,005 g/cm ³
Ponto de Inflamabilidade	140° C
Viscosidade à 25°C	40 – 100 cPs

10. ESTABILIDADE E REATIVIDADE

Decomposição Térmica:	> 180 °C
Condições que devem ser evitadas:	Descargas estáticas.
Materiais que devem ser evitados:	Ácidos fortes, bases fortes e agentes oxidantes fortes.
Produtos de decomposição perigosos :	A decomposição térmica ou química pode liberar óxidos de carbono e outros gases ou vapores tóxicos.

11. INFORMAÇÕES TOXICOLÓGICA

LD 50 toxicidade oral aguda em ratos:	> 1030 mg/kg
LD 50 toxicidade cutânea em coelhos:	> 2000 mg/kg
LC 50 toxicidade nasal em névoa em ratos:	> 4178 mg/kg
Sensibilização da pele em porcos-da-índia:	não avaliado

12. INFORMAÇÕES ECOLÓGICAS

12.1. Toxicidade

Utilizar segundo os bons usos profissionais, evitando de dispersar o produto no ambiente.

Nocivo para organismos aquáticos, podendo causar efeitos nefastos a longo prazo no ambiente aquático.

álcool benzílico - CAS: 100-51-6

Teste: LC50 - Espécies: Peixes - Duração / h: 48 - mg/l: 646

Teste: LC50 - Espécies: Peixes - Duração / h: 96 - mg/l: 460

Teste: EC50 - Espécies: Algas - mg/l: 16

Teste: EC50 - Espécies: Daphnia - mg/l: 400

3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina - CAS: 2855-13-2

Teste: LC50 - Espécies: Peixes - Duração / h: 96 - mg/l: 110

Teste: EC50 - Espécies: Daphnia - Duração / h: 48 - mg/l: 23

Teste: EC50 - Espécies: Algas - Duração / h: 72 - mg/l: 37

12.2. Persistência e degradabilidade: Nenhum - N.A.

12.3. Potencial de bioacumulação: N.A.

12.4. Mobilidade no solo: N.A.

13. CONSIDERAÇÕES SOBRE TRATAMENTO E DISPOSIÇÃO

A incineração ou envio ao depósito de lixo deve ser realizado de acordo com as regulamentações locais. O material de embalagem contaminado deve receber o mesmo tratamento que o produto. Os materiais de embalagem que não estiverem contaminados, devem ser tratados como lixo doméstico ou lixo reciclável.

14. INFORMAÇÕES SOBRE TRANSPORTE

14.1. Número ONU

ADR-UN Number: 2735

IATA-UN Number: 2735

IMDG-UN Number: 2735

14.2. Denominação de expedição ONU

ADR-Shipping Name: AMINAS ou POLIAMINAS LÍQUIDAS, CORROSIVAS, S.E.D.



Redelease®

FISPQ -FOLHETO DE INFORMAÇÕES DE SEGURANÇA DE PRODUTOS QUÍMICOS

SQ 3154

(3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, nonilfenol)

IATA-Shipping Name: AMINAS ou POLIAMINAS LÍQUIDAS, CORROSIVAS, S.E.D.

(3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, nonilfenol)

IMDG-Shipping Name: AMINAS ou POLIAMINAS LÍQUIDAS, CORROSIVAS, S.E.D.

(3-aminometil-3,5,5-trimetilciclohexilamina, nonilfenol)

14.3. Classe(s) de perigo para o transporte

ADR-Class: 8

ADR - Número de identificação do perigo: 80

IATA-Class: 8

IATA-Label: Corrosive

IMDG-Class: 8

14.4. Grupo de embalagem

ADR-Packing Group: III

IATA-Packing group: III

IMDG-Packing group: III

14.5 Perigos para o ambiente

ADR-Poluento ambiental: Sim

IMDG-Marine pollutant: Marine Pollutant

14.6. Precauções especiais para os utilizadores

ADR-Código de restrição em galeria: (E)

IATA-Passenger Aircraft: 852

IATA-Cargo Aircraft: 856

IATA-ERG: 8L

IMDG-EmS: F-A , S-B

IMDG-Storage category: A

IMDG-Storage notes: ""Separated from"" acids."

15. REGULAMENTAÇÕES

EEC Símbolo: Xi - Irritante.

Contém Produto: Endurecedor para resinas epóxi a base de poliamida

R 36/38: Irritação para os olhos e pele.

R 43: Pode provocar sensibilização através de contato com a pele.

R 51/53: Tóxico para organismos aquáticos. Pode causar efeitos adversos a longo prazo para o meio ambiente.

S 28: Após o contato com a pele, lavar imediatamente com bastante água e sabão.

S 37/39: Utilizar luvas e proteção facial adequados.

S 61: Evitar a liberação para o ambiente.

16. OUTRAS INFORMAÇÕES

Nenhuma.

Edição: 03

de acordo com a norma NBR 14725-4

Este produto deve ser armazenado, manipulado e utilizado de acordo com as boas práticas de higiene industrial e em conformidade com quaisquer regulamentações legais. As informações aqui contidas são baseadas no atual estágio de nossos conhecimentos e descrevem o nosso produto do ponto de vista de segurança. Portanto, estas informações não devem ser consideradas garantias de propriedades específicas.