

EFEITO DO ENVELHECIMENTO AMBIENTAL EM PRFV: PROPRIEDADES DE ISOTROPIA E ANISOTROPIA

Sérgio Renan Lopes Tinô, sergiorlt@yahoo.com.br^{1,2}

Ana Claudia de Melo Caldas Batista, ana.batista@ufersa.edu.br¹

Raphael Siqueira Fontes, raphael.fontes@ifrn.edu.br^{1,3}

Eve Maria Freire de Aquino, eve@dem.ufrn.br¹

¹UFRN – DEM - Programa de Pós-graduação em Engenharia mecânica/PPGEM - Centro de Tecnologia, Campus Universitário, Lagoa Nova, Natal – RN/Brasil, CEP: 59072-970

²IFG – Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia de Goiás, Rua São Bartolomeu, s/n, Vila Esperança, Luziânia - GO, CEP: 72811-580.

³IFRN – Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte, Rua Antônia de Lima Paiva, 155 - Nova Esperança, Parnamirim - RN, 59143-455

Resumo: Os Plásticos Reforçados com Fibras de Vidro (**PRFV**) vem sendo cada vez mais utilizados nas mais diversas áreas e campos de aplicações. Pode-se destacar a fibra de vidro como o tipo de reforço mais utilizado em materiais compósitos. Buscando avaliar o efeito do envelhecimento ambiental na integridade estrutural de materiais utilizados na indústria, optou-se pela fabricação de dois tipos de **PRFV**, um constituído por 7 (sete) camadas de mantas de fibras curtas de vidro-E (uso tradicional na indústria dos plásticos reforçados, principalmente, na fabricação de reservatórios de médio porte) e outro com 4 (quatro) camadas de tecido bidirecional (escolhido de acordo com a norma ASTM D 5766), ambos utilizando a resina poliéster orto-tereftálica e fabricação Hand Lay-Up. A simulação do envelhecimento ambiental ocorreu na câmara de envelhecimento com ciclos alternados e intermitentes de vapor aquecido e radiação ultravioleta, com tempo definido em norma. Para a realização da integridade estrutural nos laminados compósito foram realizadas avaliações pela **TMVM** (Técnica de Medição de Variação de Massa) e **TMVE** (Técnica de Medição de Variação de Espessura). Os estudos mostram boa correlação entre as técnicas **TMVM** e **TMVE** em **PRFV**.

Palavras-chave: PRFV, Envelhecimento Ambiental Acelerado, Integridade Estrutural.

1. INTRODUÇÃO

Os compósitos reforçados com fibras vêm ganhando espaço em termos de aplicações estruturais devido à excelente relação peso/desempenho alcançada. Essas aplicações estão relacionadas principalmente em áreas como aeronáutica, marítima, industriais, entre outras. Dentre os compósitos mais utilizados, destacam-se os compósitos a base de matriz polimérica reforçada com fibra de vidro, também denominados de Plásticos Reforçados com Fibras de Vidro (PRFV), devido à versatilidade de suas propriedades e baixo custo da fibra quando comparado a outras fibras sintéticas como carbono, kevlar, etc.

Alguns fatores podem ser considerados como nocivos na resposta final do elemento estrutural, como a presença de meios corrosivos, altas temperaturas de serviços, etc. Neste aspecto, destaque pode ser dado se o mesmo opera em contato direto com o ambiente, ou seja, a degradação natural que o mesmo pode ser submetido, principalmente quando a essa é combinada com calor, radiação solar, poluição e cargas estáticas ou de fadiga; condições que conduzem ao envelhecimento do material com decréscimo das propriedades de resistência e rigidez (Aquino *et al.*, 2005 e 2007; Rodrigues *et al.*, 2009; Tinô e Aquino, 2015).

O estudo do envelhecimento ambiental acelerado (vapor aquecido e radiação UV) se justifica no fato da aplicabilidade dos laminados compósitos na fabricação de reservatórios e/ou elementos de conexão em elementos estruturais em contato direto com o ambiente. A degradação sob a ação simultânea de temperatura e umidade é encontradas na literatura (Cândido 2000, Costa 2002). Os tópicos geralmente discutidos referem-se à diminuição da temperatura de transição vítrea, devido ao efeito plastificante da umidade absorvida, e da resistência da interface fibra/matriz. Esses efeitos podem ser reversíveis quando a exposição ocorre por um período de curta duração. Porém,

quando a exposição ocorre por tempos prolongados com a combinação de umidade e mudanças de temperatura, os efeitos podem ser irreversíveis, causando a degradação química da matriz e o descolamento da interface (Costa, 2002).

Segundo Shokrieh e Bayat (2007) as principais características dos processos de degradação em compósitos poliméricos são o fenômeno da foto-oxidação (amarelamento) da superfície, perda de brilho com mudança de cor, perda de translucidez, fissuramento da matriz, exposição de fibras devido o desgaste da matriz polimérica e perda das propriedades mecânicas finais.

Logo, diante do dano nocivo que o envelhecimento ambiental pode acarretar em compósitos poliméricos expostos à radiação ultravioleta (UV) e vapor aquecido, a proposta do trabalho é analisar a influência na morfologia e na integridade estrutural em laminados compósitos poliméricos. Para tanto, técnicas para medição da deterioração estrutural do material foram desenvolvidas empregando análises da variação de massa (**TMVM**) e variação de espessura (**TMVE**) de dois laminados compósitos, um utilizando 4 (quatro) camadas de tecido bidirecional de fibras de vidro/E e outro utilizando 7 (sete) camadas de manta de fibras de vidro/E, ambos utilizando como matriz a resina poliéster orto-tereftálica e fabricação industrial do tipo Hand Lay-Up.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Materiais utilizados na fabricação dos Laminados

Foram utilizados como matriz a resina poliéster insaturada orto-tereftálica (com designação comercial Novapol - L20) e os reforços como sendo fibras de vidro/E, ver Fig. 1(a e b). Os laminados compósitos foram fabricados pela Tecniplas Indústria e Comércio Ltda utilizando o processo de *Hand Lay-Up*. As configurações dos mesmos são: o primeiro com mantas de fibras curtas de vidro-E, com uma gramatura de 450 g/m² e 5,0 cm de comprimento; e o segundo de tecido bidirecional (balanceado) de fibras de vidro-E com uma gramatura de 600 g/m², ambos fornecidos pela Empresa TEXIGLASS. Para um melhor entendimento e realização do estudo proposto, os laminados compósitos foram denominados de **LM** (laminado compósito com 7 camadas de manta) e de **LT** (laminado compósito de 4 camadas de tecido plano bidirecional). Enquanto que **LME** e **LTE** referem-se, respectivamente, aos corpos de prova dos laminados **LM** e **LT** no estado envelhecido.

Vale ressaltar que a propriedade de isotropia está presente no laminado compósito **LM**, enquanto a anisotropia, está presente no laminado compósito **LT**.

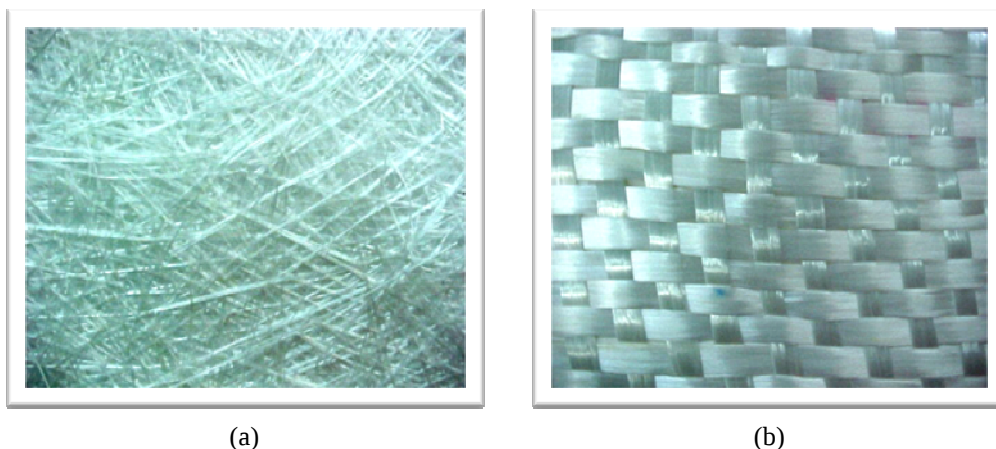


Figura 1. (a) Manta de fibras curtas de vidro-E; (b) Tecido bidirecional de fibras de vidro-E.

2.2. Ensaio de envelhecimento Ambiental Acelerado

Para a realização do processo de envelhecimento acelerado do material foi utilizada a câmara de envelhecimento construída conforme a norma ASTM G 53 e utilizado os preceitos do método de aceleração do envelhecimento conforme a norma ASTM G 154.

O ensaio de envelhecimento na câmara aconteceu em ciclos alternados e intermitentes. Para um ciclo diário, a geração de vapor aquecido foi de 6h com uma temperatura média de 48,9 °C e umidade relativa do ar 65,2% e para a radiação UV o tempo foi de 18h com temperatura média de 60,4°C e umidade relativa do ar 50,2%. Os corpos de prova foram condicionados, sendo exposta apenas uma das faces dos mesmos.

O ensaio de envelhecimento durou um período total de 2016h (84 dias). Os corpos de prova eram mudados de posição a cada 15 dias de exposição para que fosse garantida a uniformidade do processo de envelhecimento. A Figura 2 mostra uma foto da câmara de ensaio de envelhecimento, no qual alguns corpos de prova posicionados podem ser observados.

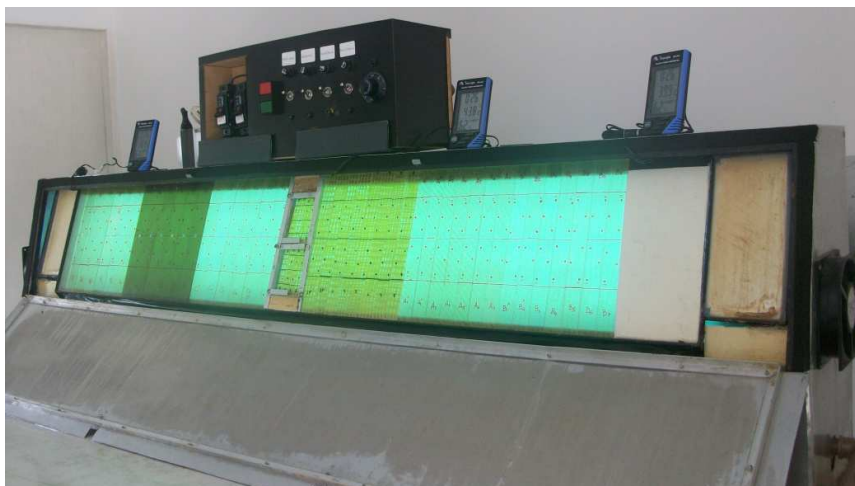


Figura 2. Câmara de envelhecimento ambiental acelerado.

2.3. Avaliação morfológica

Para a realização da avaliação morfológica foi utilizado um scanner com o objetivo de verificar as possíveis variações de cor ou qualquer alteração ocorrida na superfície dos corpos de prova quando expostos ao envelhecimento. As respectivas imagens foram capturadas antes da exposição (condição original), durante o processo de exposição (após 40 dias de exposição, ou 840h) e ao término do período de exposição (84 dias de exposição, ou 2016h). Vale lembrar que somente a face exposta foi analisada pelo procedimento de digitalização. O equipamento utilizado foi o scanner da marca HP Photosmart.

2.3.1. Técnica de Medição da Variação de Massa (TMVM)

Para aferir a variação de massa, os corpos de prova a serem usados em posteriores ensaios de tração e antes de serem condicionados na câmara de envelhecimento, foram colocados em uma estufa a temperatura de aproximadamente 50 °C durante 24 horas para que houvesse a retirada da umidade e uniformização do peso, servindo então de referência para o início do estudo comparativo posterior. Em seguida, os mesmos foram pesados e colocados na câmara de forma a ser definida como o peso da amostra original, e semanalmente, sempre após a exposição à radiação ultravioleta os corpos de prova eram pesados, sendo este procedimento de medição, efetuado até o término do período de exposição regulamentado em na norma técnica. A técnica **TMVM** objetiva analisar quantitativamente o processo de deterioração ocorrido nos laminados compósitos.

Para o uso da técnica **TMVM** foi utilizada a balança analítica Sartorius com resolução de 0,1 mg. O cálculo para a determinação da variação de massa seguiu a Eq. (1) descrita a seguir:

$$\Delta M = \left(\frac{M_0 - M_e}{M_0} \right) 100 \quad (1)$$

Onde: ΔM – Variação de massa da amostra em (%); M_e – Massa da amostra envelhecida (g); M_0 – Massa da amostra original.

2.3.2. Técnica de Medição de Variação de Espessura (TMVE)

Esta técnica foi desenvolvida por Felipe *et al.*(2012), com o objetivo de detectar variação de espessura na secção transversal dos corpos de prova, mediante a utilização do micrômetro. Para tanto, foram feitas marcações (pontos ao longo do comprimento dos corpos de prova), servindo essas marcações como referência. Desta forma, medições da espessura antes e após a finalização do período de exposição dos corpos de prova na câmara de envelhecimento foram realizadas. O equipamento de medição foi micrômetro mecânico de fricção, Starret, com resolução de 0,001 mm. Foram realizadas as respectivas medições pontuais e retirada uma média dos valores de cada corpo de prova, sendo este procedimento realizado em oito corpos de prova, em seguida calculado um valor médio da espessura. Na Figura 3 observam-se as marcações feitas nos corpos de prova para aferir a variação espessura.

A diferença básica quando comparada à **TMVM** (Técnica de Medição da Variação de Massa), seja o caso de perda ou ganho de massa, é que a **TMVE** é efetuada após o término do ensaio de envelhecimento (procedimento mais simples), fato que não acontece com a medição da variação de massa onde os corpos de prova são retirados da câmara de envelhecimento e recolocados em períodos pré-determinados.

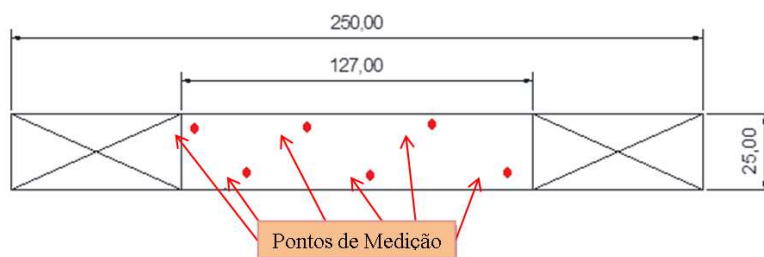


Figura 3. Pontos de Medição de Espessura dos Corpos de Prova (unidades em mm).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Morfologia e Integridade estrutural

A morfologia foi observada por meio do processo de escaneamento eletrônico, um monitoramento ao longo do período de envelhecimento, no tempo inicial e nos períodos de 840h e 2016h de envelhecimento. A condição de envelhecimento ambiental acelerado foi através de ciclos alternados e independentes de radiação UV e exposição ao vapor aquecido, conforme descrito em materiais e métodos. O objetivo do monitoramento é o de visualizar macroscopicamente, onde possível, as características referentes ao seu aspecto visual, para uma posterior análise do nível de propagação da degradação, devido ao envelhecimento, ao longo dos corpos de prova.

Enquanto que a instabilidade estrutural foi avaliada de duas formas distintas, primeiro com a técnica desenvolvida com base na determinação da variação de espessura dos corpos de prova denominada de **TMVE** e em seguida pela **TMVM** (Técnica de Medição de Variação de Massa).

3.1.1. Morfologia e Integridade estrutural do laminado compósito LM

A Figura 4 mostra as imagens dos corpos de prova **LME** que foram usados em posterior ensaio de tração uniaxial. Estas imagens mostram um estudo comparativo macrográfico após o envelhecimento no tocante à mudança de coloração (foto-oxidação) e do estado de degradação a que eles atingiram. Pela Figura 4, percebe-se que para as amostras com 840h de envelhecimento já se detecta uma degradação com a perda de matriz; além disso, um progressivo desgaste gera o aparecimento de fibras que aumenta até o término do ensaio (2016h). Continuando a análise da Fig. 4, verifica-se uma mudança considerável na cor tornando a superfície opaca, já a partir dos 35 dias de exposição. Esta variação de cor acontece exatamente devido ao processo de foto-oxidação da matriz.

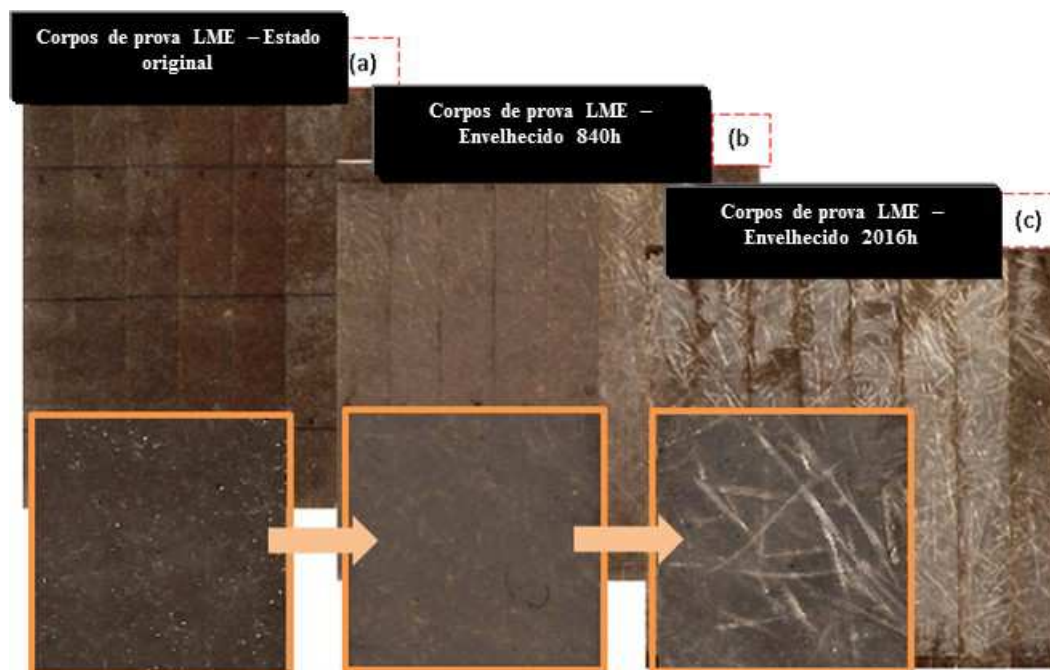


Figura 4. Corpos de prova do laminado compósito LM: (a) no estado original, (b) Corpos de prova LME envelhecido por 35 dias, (c) Corpos de prova LME envelhecido por 84 dias, com seus respectivos detalhamentos.

Para o estudo da **TMVE**, os resultados são apresentados na Fig. 5. Pela figura é possível verificar a variação de espessura ocasionada pelo efeito do envelhecimento nos corpos de prova **LME**, ao final do envelhecimento total. Foi observada uma perda de 0,052mm, o que representa uma perda de espessura de 0,77%.

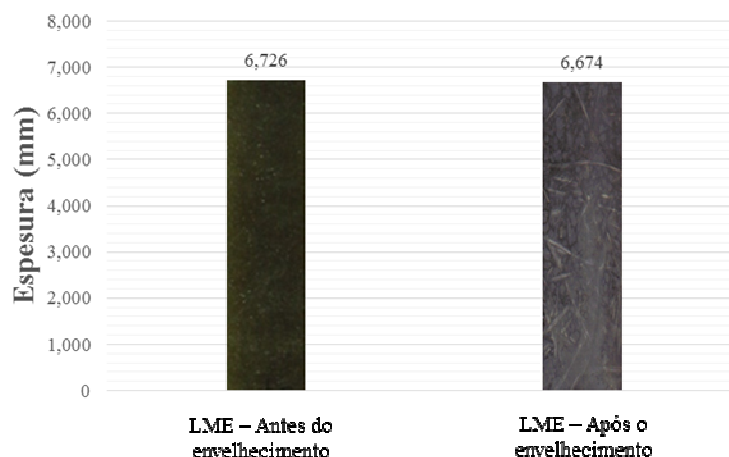


Figura 5. Valores de espessura - Corpos de prova LME antes e após o envelhecimento.

Quanto à análise da **TMVM**, a variação de massa ocorrida nesses corpos de prova **LME** após o término do ensaio de envelhecimento total pode ser observada na Fig. 6. No comportamento da perda de massa em função do tempo de exposição, se constata que os corpos de prova iniciaram a perda de massa a partir do 14º dia (aproximadamente 336 h de exposição). Outro aspecto a ser considerado é que nos corpos de prova **LME** foi obtida uma perda de massa média de 0,78 % e dispersão absoluta de 5,7 %.

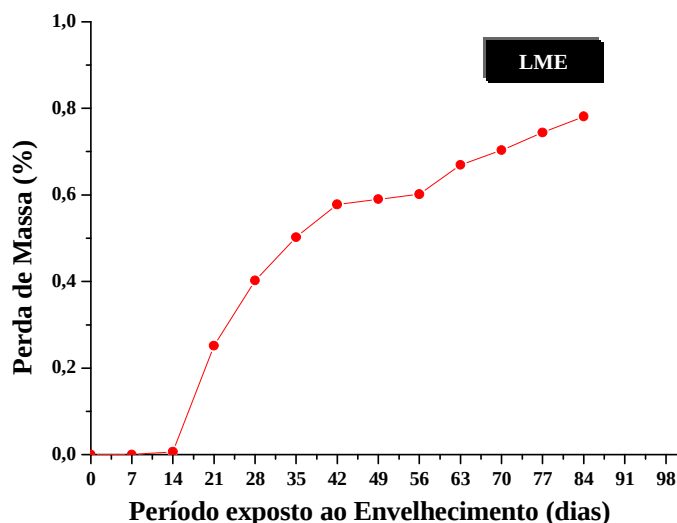


Figura 6. Variação de massa ao longo do período de envelhecimento - LME.

3.1.2. Morfologia e Integridade estrutural do laminado Compósito LT

A Figura 7 mostra as imagens dos corpos de prova **LTE** que foram usados em posterior ensaio de tração uniaxial. As imagens mostram um estudo comparativo macrográfico após o envelhecimento no tocante à mudança de coloração e do estado de degradação a que eles atingiram devido à foto-oxidação. Pela figura é possível verificar a variação de cor, além do aparecimento de fibras para o ciclo de envelhecimento a partir dos 840h dias de exposição, ficando mais acentuado para o tempo máximo de exposição de 2016h.

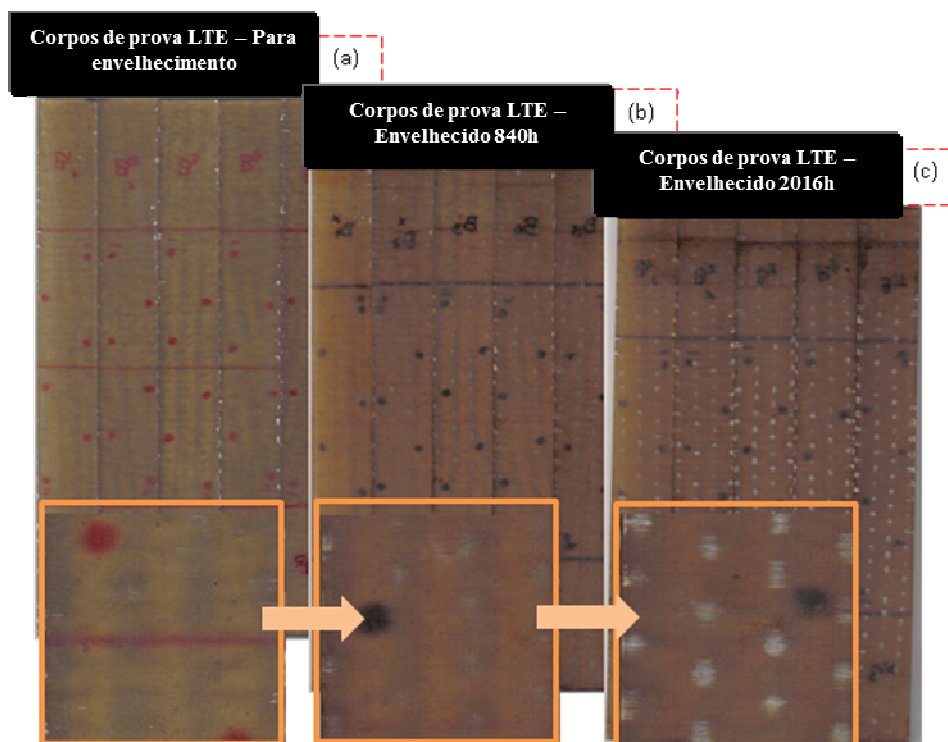


Figura 7. Corpos de prova do LTE para envelhecimento: (a) no estado original, (b) envelhecido por 35 dias, (c) envelhecido por 84 dias, com seus respectivos detalhamentos.

Com a **TMVE** é possível perceber, pela Fig. 8, uma variação média de 0,029mm na espessura do corpo de prova. Este valor corresponde a 0,82% de perda de espessura.

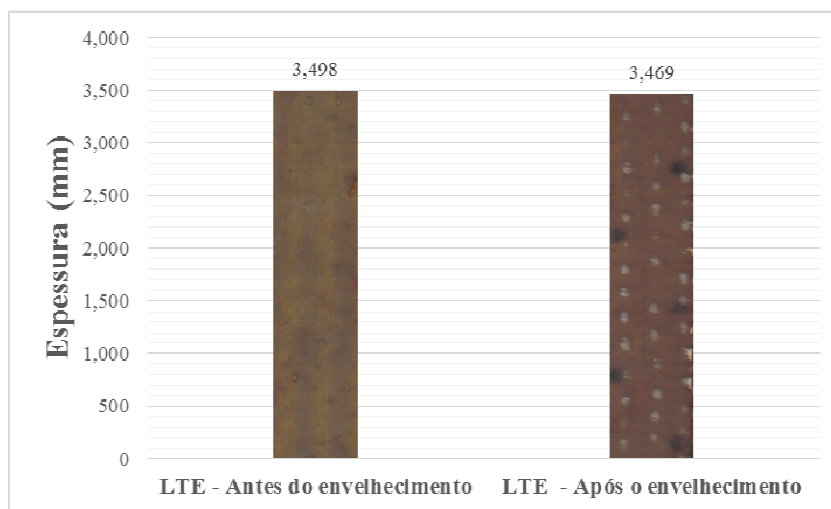


Figura 8. Valores de espessura – Corpos de prova LTE antes e após o envelhecimento.

Para a **TMVM**, a variação de massa registrada nos corpos de prova **LTE**, após o término do ensaio de envelhecimento total, pode ser observada na Fig. 9. O comportamento da perda de massa em função do tempo de exposição se constata que os corpos de prova iniciaram a perda de massa a partir do 14º dia (aproximadamente 336 h de exposição). Foi registrada uma perda média de 0,77 % e dispersão absoluta de 4,7 %.

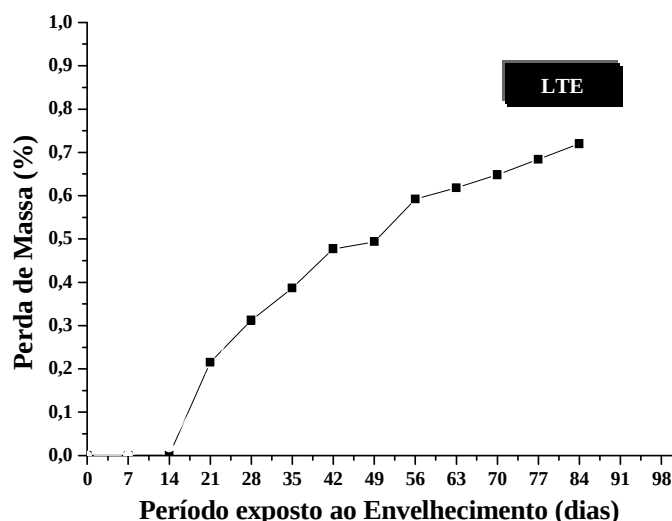


Figura 9. Variação de massa ao longo do período de envelhecimento dos corpos de prova LTE .

3.1.3. Comparativo entre a TMVM e TMVE

A degradação medida pela **TMVE** apresentou uma variação percentual bastante aproximada a da obtida pela técnica **TMVM**, para o laminado **LM**, o que indica consistência nos levantamentos feitos e sendo possível ser aplicadas em condições satisfatórias no monitoramento de estruturas reforçadas com manta de fibra de vidro (compósito isotrópico) em condições ambientais próximas as da pesquisa realizada. O resultado foi coerente com o obtido por Felipe *et al.*(2012), que realizou o envelhecimento ambiental em uma lâmina de manta de fibra de vidro/E.

Para o laminado **LT** (compósito anisotrópico) os resultados de ambas as técnicas foram coerentes, porém apresentou uma diferença maior que a registrada para o laminado **LM**.

Se comparados os valores da perda de massa para ambos os laminados compósitos **LM** (perda de 0,78%) e **LT** (perda de 0,77%), percebe-se que a propriedade de anisotropia não influenciou no resultado obtido, visto que a diferença foi de um centésimo, que considerando as dispersões, pode ser negligenciada. Com relação à perda de espessura, a propriedade de anisotropia teve maior influência já que a diferença foi ligeiramente maior, cerca de cinco centésimos.

4. CONCLUSÕES

Com a realização deste trabalho foi possível concluir que:

- Todos os laminados envelhecidos sofreram o processo de foto-oxidação;
- A degradação se mostrou mais perceptível para 840h de exposição ao envelhecimento;
- Em média as maiores perdas de massa e de espessura foram no laminado compósito isotrópico (corpos de prova **LME**), após o envelhecimento, considerando todas as condições analisadas no trabalho;
- As **TMVM** e **TMVE** se mostraram coerentes no tocante a integridade estrutural dos laminados compósitos estudados quando submetidos à ação de envelhecimento ambiental;
- A relação entre as técnicas obteve um melhor resultado para os corpos de prova **LME** (laminado compósito isotrópico);
- A utilização da **TMVE** facilita a análise da integridade estrutural ocorrida no laminado após envelhecimento, uma vez que a sua medição se verifica apenas no final do ensaio, embora a mesma precise ser aprimorada com um número maior de pontos de medição; e
- A degradação medida pela técnica **TMVE** e pela técnica **TMVM**, apresentou uma coerência nos dados originados; sendo então possível a sua utilização no monitoramento de estruturas fabricadas em **PRFV**, no entanto para as mesmas condições de exposição ao envelhecimento.

5. AGRADECIMENTOS

Ao suporte financeiro (bolsas) proveniente do CNPq.

6. REFERÊNCIAS

Aquino, E.M.F., Sarmiento, L.P.S., Oliveira, W. and Silva, R.V., 2007, "Moisture effect on degradation of jute/glass hybrid composites", Journal of Reinforced Plastics and Composites, Vol. 26, No 2.

Aquino, E.M.F., Silva, R.V., Rodrigues, L.P.S. and Oliveira, W., 2005, "Hybrid Composites with Synthetic and Natural Fibers: Degradation by Moisture Absorption". Proceedings of the 18th International Congress of Mechanical Engineering, Ouro Preto - COBEM 2005, Vol. 01. pp. 01-06.

ASTM D 5766, 2007, "Standard Test Method for Open Hole Tensile Strength of Polymer Matrix Composite Laminates." ASTM International, Philadelphia.

ASTM G154, 2006, "Standard Practice for Operating Fluorescent Light Apparatus for UV Exposure of Nonmetallic Materials", ASTM International, Philadelphia.

ASTM G53, 1996, "Standard Practice for Operating Light- and Water- Exposure Apparatus (Fluorescent UV-Condensation Type) for Exposure of Nonmetallic Materials", ASTM International, Philadelphia.

Cândido, G.M., Almeida, S.F.M. e Rezende, M.C., 2000, "Processamento de Laminados de Compósitos Poliméricos Avançados com Bordas moldadas", Polímeros: Ciência e Tecnologia, Vol.10, No.1, pp.31-41.

Costa, R.: "Compósitos poliéster-juta efeitos de modificações químicas no reforço e na matriz poliéster", Tese de mestrado, Universidade Federal da Paraíba, 137 p, 2002.

Felipe, R.C.T.S., Felipe, R.N.B., Aquino, E.M.F., 2012, "Laminar composite structures: Study of environmental aging effects on structural integrity", Journal of Reinforced Plastics and Composites, vol. 31, 21: pp. 1455-1466.

Rodrigues, L.P.S., Aquino, E.M.F, Silva, R.V., 2009, "Accelerated Environmental Aging in Hybrid Composite with Synthetic and Natural Fibers". Proceedings of the 20th International Congress of Mechanical Engineering - COBEM, Vol. 1. pp. 1-10.

Shokrieh, M.M. and Bayat, A., 2007, "Effects of Ultraviolet Radiation on Mechanical Properties of Glass/Polyester Composites", Journal of Composite Materials, Vol. 41, No. 20, pp. 2443-2455.

Tinô, S.R.L. and Aquino, E.M.F, 2015, "Polymer composites: Effects of environmental aging and geometric discontinuity in the isotropic and anisotropic behaviors". Journal of Composite Materials, 0021998315596454, first published on July 20.

7. RESPONSABILIDADE

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo deste trabalho.

EFFECT OF ENVIRONMENTAL AGING IN GFRP: ISOTROPY AND ANISOTROPY PROPERTIES

Sérgio Renan Lopes Tinô, sergiorlt@yahoo.com.br^{1,2}

Ana Claudia de Melo Caldas Batista, ana.batista@ufersa.edu.br¹

Raphael Siqueira Fontes, raphael.fontes@ifrn.edu.br^{1,3}

Eve Maria Freire de Aquino, eve@dem.ufrn.br¹

¹UFRN – DEM - Programa de Pós-graduação em Engenharia mecânica/PPGEM - Centro de Tecnologia, Campus Universitário, Lagoa Nova, Natal – RN/Brasil, CEP: 59072-970

²IFG – Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia de Goiás, Rua São Bartolomeu, s/n, Vila Esperança, Luziânia - GO, CEP: 72811-580.

³IFRN – Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte, Rua Antônia de Lima Paiva, 155 - Nova Esperança, Parnamirim - RN, 59143-455

Abstract: The glass fiber reinforced plastics (GFRP) has been increasingly used in several application fields. It may be noted fiberglass as the most used type reinforcement in composite materials. Seeking to evaluate the effect of environmental aging in the structural integrity of materials used in the industry, it was decided to manufacture two types of GFRP, one consisting of seven layers of short E-type fiber-glass mats (traditional use in the industry of reinforced plastics, mainly in the production of medium-sized reservoirs) and the other with four layers of the E-glass fiber plain bidirectional fabric (chosen according to ASTM D 5766), both using as matrix the ortho-terephthalic resin polyester and manufacturing by hand lay-up. The simulation of environmental aging occurred in the aging chamber with alternating and intermittent cycles of heated steam and ultraviolet radiation, with time set in standard. To perform the structural integrity of the laminate composite evaluations were performed by MTMV (measurement technique for mass variation) and MTTV (measurement technique for thickness variation). Studies showed good agreement between MTMV and MTTV techniques for GFRP.

Keywords: GFRP, Environmental Aging, Structural Integrity.