

ESTUDO EXPERIMENTAL DO SISTEMA DE CURA DA RESINA DE POLIÉSTER ORTOFTÁLICA

Raimundo Nonato Barbosa Felipe

Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio Grande do Norte - GETIN, Avenida Senador Salgado Filho, 1559, Lagoa Nova, Natal – RN, Brasil, CEP 59.015-000, nonatofelipe@cefetrn.br

Francioli da Silva Dantas de Araújo

Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio Grande do Norte, Avenida Senador Salgado Filho, 1559, Lagoa Nova, Natal – RN, Brasil, CEP 59.015-000, francioliaraujo@hotmail.com

Edivan Costa Bezerra

Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio Grande do Norte, Avenida Senador Salgado Filho, 1559, Lagoa Nova, Natal – RN, Brasil, CEP 59.015-000, edivancosta016@hotmail.com

Lana Lopes de Souza

Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio Grande do Norte, Avenida Senador Salgado Filho, 1559, Lagoa Nova, Natal – RN, Brasil, CEP 59.015-000, lanalopesrn@hotmail.com

Renata Carla Tavares dos Santos Felipe

Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio Grande do Norte-GETIN, Avenida Senador Salgado Filho, 1559, Lagoa Nova, Natal – RN, Brasil, CEP 59.015-000, rcfelipe@cefetrn.br

Resumo. Nos materiais compostos, em especial os plásticos reforçados por fibras (PRF), um dos parâmetros a ser observado é quanto ao sistema de cura a ser utilizado durante a fabricação de peças, neste contexto o objetivo deste trabalho foi desenvolver um estudo experimental do comportamento dos parâmetros de cura da resina de poliéster insaturada ortoftálica, quando submetida ao processo de cura. Foram analisados os parâmetros: tempo de gel, tempo de endurecimento e temperatura durante a polimerização, para cada composição do sistema de cura. Foi utilizado como catalisador o metil-etil-cetona (MEKP) e como acelerador o octoato de cobalto (cobalto) em várias composições, os corpos de prova foram confeccionados em molde único de madeira para padronizar os ensaios. Para monitoramento do tempo foi utilizado cronômetro e para medição da temperatura foi utilizado um termopar do tipo Cromel-Alumel. Observou-se que o tempo de gel e o tempo de endurecimento são fortemente influenciados pela composição do sistema de cura empregado, podendo variar de minutos até horas, como também a temperatura, podendo chegar a valores em torno de 95°C.

Palavras-chave: tempo de gel, tempo de cura, tempo de endurecimento, tempo de polimerização.

1. INTRODUÇÃO

Nos processos de fabricação dos plásticos reforçados em especial os que utilizam resina termofixa como matriz, os parâmetros tais como: mecanismo de cura (teores de catalizador e acelerador); tempo de gel; pico exotérmico; viscosidade e o tempo de cura, tem que ser controlados, pois estes parâmetros influenciam na qualidade do acabamento superficial e nas

propriedades mecânicas das peças moldadas, segundo (Hull, 1988; Herz et al, 1988; Felipe et al, 1997).

A cura (polimerização) de uma resina é a transformação do estado líquido para o estado sólido. Trata-se de um processo de adição que ocorre sem a liberação de materiais voláteis Rampazzo (1988). O processo tem início assim que adicionamos elementos catalisadores à resina. A velocidade da reação depende da resina e do grau de atividade do catalisador. Ao longo da reação de cura, a massa líquida catalisada passa a exibir uma consistência gelatinosa, que irá se solidificando progressivamente. Ao tempo transcorrido entre a adição do catalisador e o início do estágio gelatinoso da massa, dá-se o nome de “tempo de gel”. Entretanto, esse tempo de gel é muito longo para fins práticos, sem a adição de um elemento acelerador, podendo ser de horas ou mesmo dias. À temperatura ambiente é comum a adição de agentes aceleradores para abreviar essa reação. A quantidade de acelerador adicionado é que irá controlar o tempo de gel e o endurecimento da resina.

A reação de cura é exotérmica, e a resina pura, sem carga, pode atingir temperaturas superiores a 150°C em moldados tridimensionais, embora, num laminado, o aumento na temperatura seja consideravelmente menor.

Existem três fases distintas na reação de cura:

Tempo de gel – É o período compreendido entre a adição do catalisador e a transformação da resina, previamente acelerada em massa gelatinosa;

Tempo de endurecimento – É o período compreendido entre a gelatinização da resina e o momento em que ela estiver suficientemente consistente para que a peça, ou laminado, possa ser retirada do molde;

Tempo de cura – Pode ser de horas, dias ou semanas, dependendo da resina e do sistema de cura. É o período em que a peça moldada, ou laminada, atinge o endurecimento completo, estabilidade e resistência química. Esse tempo de cura pode ser acelerado por um tratamento de pós-cura.

Quando analisamos o tempo de cura e a temperatura resultante das reações químicas, podemos determinar o tempo de gel, pico exotérmico e a temperatura de pós-cura.

Esses parâmetros são importantes, pois, sabendo-se o tempo de gel, podemos determinar para a configuração resina + catalisador + acelerador (se aplicável) o tempo máximo em que a resina mantém a sua trabalhabilidade. O pico exotérmico é a temperatura máxima que a resina atinge quando catalisada e/ou acelerada. A temperatura de pós-cura nos fornecerá o tempo, após o qual a resina atingirá a temperatura ambiente, estando com suas propriedades químicas e de resistência estabilizadas.

Nossa experiência objetiva o levantamento dos gráficos para determinação do Tempo de gel e Pico exotérmico da resina de Poliéster Insaturada Ortoftálica, curada a temperatura ambiente, com diferentes proporções de catalisador e acelerador, afim de verificar o efeito destes na cura da resina.

2. MATERIAIS E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para o presente estudo confeccionou-se corpos de prova com resina de poliéster insaturada ortoftálica sem adição de monômero para diluição, elemento catalisador metil-etil-cetona (MEKP) e como elemento acelerador o octoato de cobalto (cobalto) combinados em diferentes proporções como apresentado na Tab. (1).

A densidade da resina foi determinada em densímetro modelo John Hammer, para a qual obtive-se o valor de 1,152 g/cm³.

Foram confeccionados 10 (dez) corpos de prova, com as dimensões 100x50x10 mm (comprimento, largura e espessura) respectivamente, em molde de madeira com aplicação prévia de elemento desmoldante.

Após a mistura da resina com o catalisador e/ou acelerador a mesma foi vazada no molde onde um termopar cromel-alumel, conectado a um multímetro digital, monitorava a corrente gerada pela

variação de temperatura sendo esta posteriormente convertida segundo manual de conversão do fabricante.

A cura da resina foi monitorada, minuto a minuto, acompanhando a variação da temperatura ao longo do tempo, estabelecendo depois os gráficos do comportamento destas variações e chegando-se aos valores dos parâmetros de controle.

Tabela 1. Configurações para confecção dos corpos de prova.

<i>Corpo de Prova</i>	<i>COMPONENTES</i>		
	<i>Resina (ml)</i>	<i>Catalisador (% de volume)</i>	<i>Acelerador (% de volume)</i>
01	50	0,5 %	0,5 %
02	50	1,0 %	-
03	50	1,0 %	0,2 %
04	50	1,0 %	0,5 %
05	50	2,0 %	-
06	50	2,0 %	0,2 %
07	50	2,0 %	0,5 %
08	50	3,0 %	-
09	50	3,0 %	0,2 %
10	50	3,0 %	0,5 %

3. RESULTADOS

De acordo com os dados obtidos no monitoramento do tempo e temperatura nos corpos de prova confeccionados segundo Tab. (1) pudemos determinar os parâmetros: tempo de gel, pico exotérmico e tempo de cura em todos os casos.

No estudo em questão elegemos 45°C como sendo a temperatura de desmolde pois a peça já apresentava estabilidade para ser desmoldada. Essa temperatura serviu também como parâmetro para determinar o tempo de endurecimento da resina.

Para o corpo de prova n° 01, de configuração 0,5% de catalisador e 0,5% de acelerador, observou-se um tempo de gel de 1 min e 50 seg e um pico exotérmico de 39°C. Como pudemos observar o pico exotérmico para essa configuração ficou abaixo da temperatura eleita para o tempo de endurecimento. A peça atingiu uma estabilidade para desmolde aos 59 min e 45 seg embora ainda apresentasse em sua superfície porções não curadas de consistência gelatinosa que só atingiram homogeneidade após dois dias. Dessa maneira concluímos que proporções iguais ou inferiores de catalisador e/ou acelerador inviabilizam, na indústria, a confecção de peças, devido ao seu longo tempo de cura, que em peças com maiores dimensões poderia chegar a semanas. A Fig. (1) mostra o comportamento da temperatura em função do tempo para a configuração adotada.

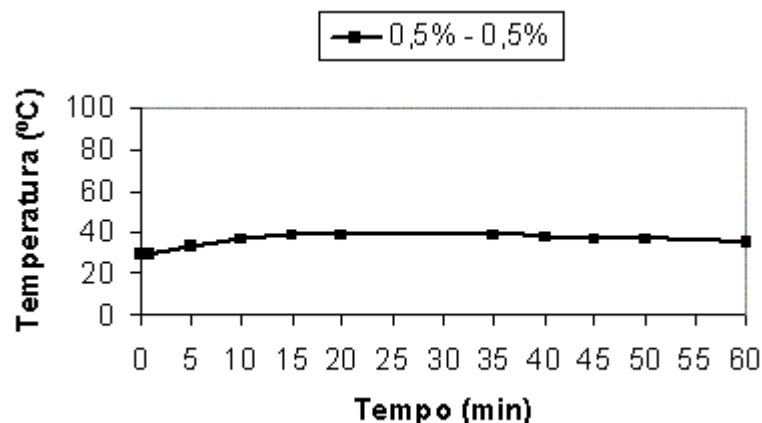


Figura 1. Comportamento da temperatura com tempo de cura, para o corpo de prova com 0,5 % catalisador - 0,5% acelerador

Os corpos de prova 02, 03 e 04 foram confeccionados com 1% de catalisador, variando as concentrações de acelerador. Os parâmetros avaliados sofreram variações de acordo com a configuração adotada, tendo valores para tempo de gel variando de 58 seg (na peça 04) a 1 min e 51 seg (no corpo de prova 03). Os picos exotérmicos também variaram muito como descrito na Tab. (2). O corpo de prova nº 02 apresentou seu pico exotérmico na temperatura de 72,2 °C e o nº 04 alcançou 76,5 °C. Contrariando as expectativas de aumento progressivo do pico exotérmico devido ao aumento da quantidade de elemento acelerador o corpo de prova nº 03 apresentou um pico exotérmico de apenas 47,3 °C e um maior tempo de gel. O comportamento dos corpos de prova estão apresentados na Fig. (2).

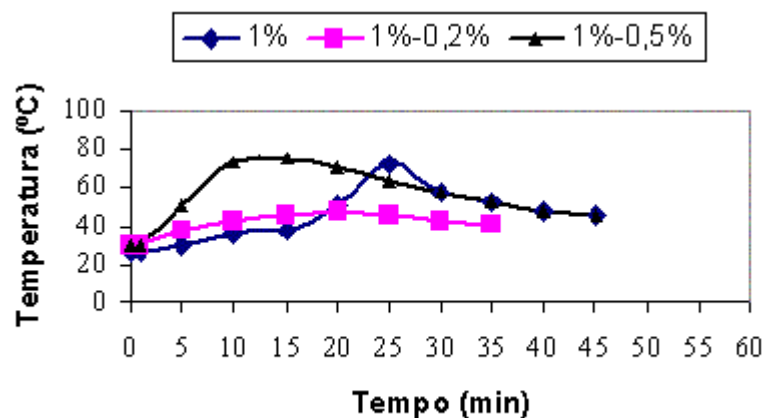


Figura 2. Comportamento da temperatura com tempo de cura, para os corpos de prova com 1,0 % catalisador variando quantidade de elemento acelerador

Para os corpos de prova 05, 06 e 07, Confeccionados com 2% de catalisador e variando-se as quantidades de acelerador, estes corpos de prova apresentaram picos exotérmicos variando de 76,5 °C a 94,6 °C. Novamente, a teoria do aumento progressivo dos pontos exotérmicos foi contrariado quando o corpo de prova com maior quantidade de acelerador (corpo de prova nº 07) apresentou um pico exotérmico inferior aos demais. A Fig. (3) traduz o comportamento dos três corpos de prova para as configurações apresentadas.

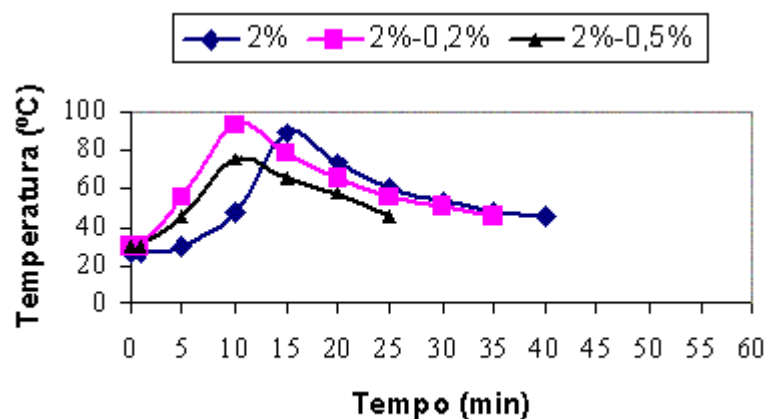


Figura 3. Comportamento da temperatura com tempo de cura, para os corpos de prova com catalisador 2,0% variando quantidade de elemento acelerador

No caso dos corpos de prova 08, 09 e 10 que foram confeccionados com 3,0 % de elemento catalisador variando-se a quantidade de elemento acelerador. O comportamento assemelhou-se aos corpos de prova confeccionados com 2,0 % de catalisador embora os seus picos exotérmicos tenham apresentado uma variação menor, de 77,5 °C a 86,1 °C. A Fig. (4) mostra o comportamento desses corpos de prova de acordo com o tempo. A Tabela (2) apresenta um quadro resumo dos valores dos parâmetros obtidos no estudo.

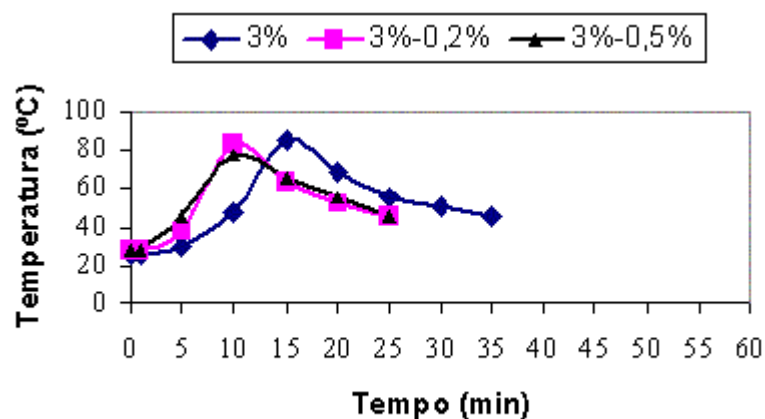


Figura 4. Comportamento da temperatura com tempo de cura, para os corpos de prova com 3,0% catalisador variando quantidade de elemento acelerador

Tabela 2. Quadro resumo das configurações – parâmetros obtidos

Corpo de prova	Configuração Cat. / Acel.	Tempo de Gel	Pico Exotérmico	Tempo de Endurecimento*
01	0,5 % - 0,5 %	1 min 50 seg	39,0 °C	59 min 45Seg
02	1 % - 0 %	1 min 26 seg	72,2 °C	44 min 10Seg
03	1 % - 0,2 %	1 min 51 seg	47,3 °C	36 min 39Seg
04	1 % - 0,5 %	58 seg	76,5 °C	42 min 21Seg

05	2 % - 0 %	1 min 39 seg	89,3 °C	38 min 48Seg
06	2 % - 0,2 %	1min 24 seg	94,6 °C	35 min 53Seg
07	2 % - 0,5 %	2 min	76,5 °C	31 min 58Seg
08	3 % - 0 %	1 min 55 seg	84,8 °C	35 min 18Seg
09	3 % - 0,2 %	1 min.	86,1 °C	26 min 13Seg
10	3 % - 0,5 %	45 seg.	77,5 °C	23 min 06Seg

* Para o tempo de endurecimento, consideramos a temperatura de 45°C, temperatura na qual a peça já apresentava estabilidade para ser desmoldada.

As figuras seguintes reproduzem o comportamento do pico exotérmico em função da quantidade de acelerador na mistura. Para os corpos de prova com 1 % de catalisador fica demonstrado que há uma diminuição no pico exotérmico até um percentual de 0,2 % de acelerador e em seguida um aumento até 0,5 % de acelerador chegando ao pico exotérmico máximo, já para os corpos de prova com 2 % e 3% de catalisador, o pico exotérmico máximo dentro dessa composição ficou com o teor de 0,2 % de acelerador como mostra a Fig (6). e Fig (7).

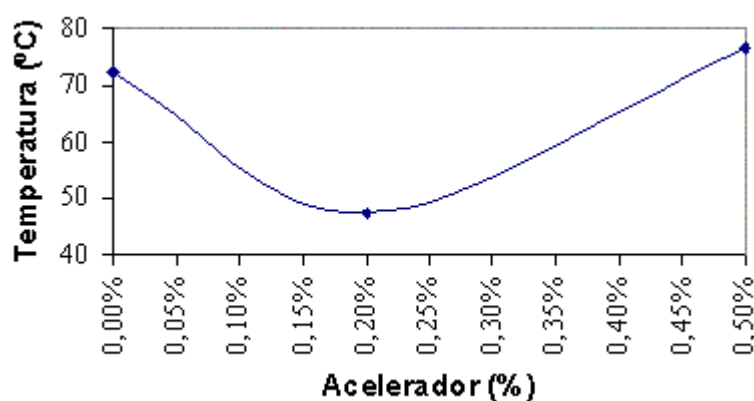


Figura 5. Comportamento do pico exotérmico em função do teor de acelerador para os corpos de prova com 1,0 % catalisador.

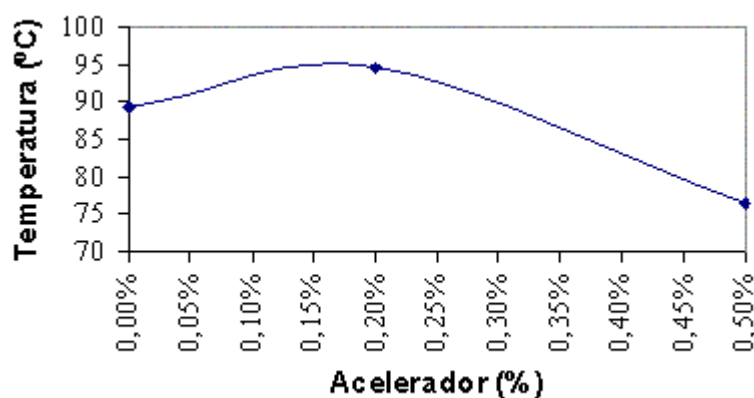


Figura 6. Comportamento do pico exotérmico em função do teor de acelerador para os corpos de prova com 2,0 % catalisador.

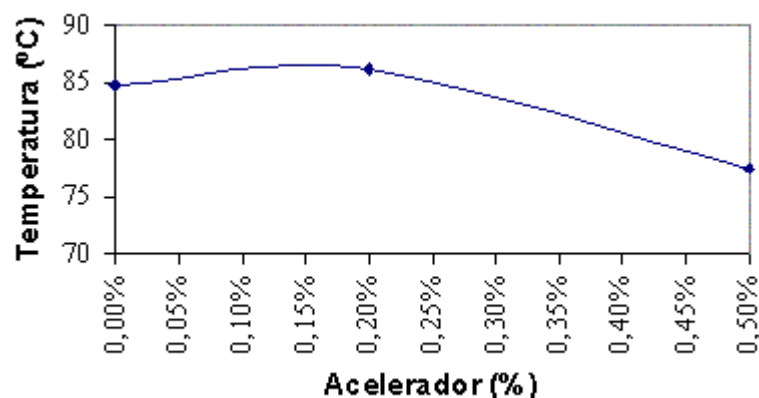


Figura 7. Comportamento do pico exotérmico em função do teor de acelerador para os corpos de prova com 3,0 % catalisador.

4. CONCLUSÃO

Concluimos ao final do estudo que é verdadeira a afirmação que o tempo de gel é controlado pela quantidade de acelerador e não pela quantidade de catalisador.

Os corpos de prova apresentaram colorações diferentes em virtude das diferentes quantidades de Acelerador, variando do magenta (para maiores quantidades de acelerador) para o incolor (ausência de acelerador).

Outra verificação importante é sobre os picos exotérmicos em relação as quantidades de acelerador aplicados. Ao contrário do esperado os maiores picos exotérmicos não ocorreram nas amostras com maiores quantidades de acelerador, e sim, quantidades intermediárias.

Baseado nesse estudo pode-se determinar, para operações diversas, a melhor configuração nas quantidades de Catalisador – Acelerador para atender as necessidades na fabricação de laminados utilizando resinas com baixo tempo de gel e baixo tempo de cura.

5. REFERÊNCIAS

- Rampazzo, D. 1988. “Adaptação de Crystic Polyester Handbook”. Scott Bader Company Limited. Alba Química Indústria e Comércio Ltda. São Paulo. Brasil.
- Jimenez, P. A. L., Miravette, A. 1991. “Los materiales compuestos de fibra de vidrio”. Secretariado de Publicaciones de la Universidad de Zaragoza. Espanha. Zaragoza.
- Felipe, R. C. T. S., 2000. Tecnologia dos materiais compostos. Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio Grande do Norte. Natal, Brasil.
- Willian, D. C, Jr. “Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma introdução”, 5ª Edição. Verlag, C. H., 1995. Tecnologia dos Plásticos. Munchen-Wien. Editora Edgard Blucher Ltda.
- Albuquerque, J. A. C., 1999. “O plástico na prática”. Editora Sagra Luzzato.
- Felipe, R. N. B., Felipe, R. C. T. S., Aquino, E. M. F., 1997. “Influência de alguns parâmetros do processo de moldagem a vácuo na qualidade das peças acabadas”. COBEM. Bauru. São Paulo.
- Herz, P., Gilberto, M. 1988. “Tecnologias em resinas de poliéster”. Livraria Cultura Editora. São Paulo. São Paulo.
- Hull, D., 1988. “An introduction to composite materials”. Cambridge University Press. USA. Cambridge.

EXPERIMENTAL STUDY OF THE SYSTEM OF CURE OF POLIESTER ORTOFTALIC RESIN

Raimundo Nonato Barbosa Felipe

Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio Grande do Norte - GETIN, Avenida Senador Salgado Filho, 1559, Lagoa Nova, Natal – RN, Brasil, CEP 59.015-000, nonatofelipe@cefetrn.br

Francioli da Silva Dantas de Araújo

Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio Grande do Norte, Avenida Senador Salgado Filho, 1559, Lagoa Nova, Natal – RN, Brasil, CEP 59.015-000, francioliaraujo@hotmail.com

Edivan Costa Bezerra

Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio Grande do Norte, Avenida Senador Salgado Filho, 1559, Lagoa Nova, Natal – RN, Brasil, CEP 59.015-000, edivancosta016@hotmail.com

Lana Lopes de Souza

Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio Grande do Norte, Avenida Senador Salgado Filho, 1559, Lagoa Nova, Natal – RN, Brasil, CEP 59.015-000, lanalopesrn@hotmail.com

Renata Carla Tavares dos Santos Felipe

Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio Grande do Norte, Avenida Senador Salgado Filho, 1559, Lagoa Nova, Natal – RN, Brasil, CEP 59.015-000, rcfelipe@cefetrn.br

Abstract. *In the composed materials, especially the plastics reinforced by fibers (PRF), one of the parameters to be observed is with relationship to the cure system to be used during the production of pieces, in this context the objective of this work was developing an experimental study of the behavior of the parameters of cure of the polyester non saturate resin, when submitted to the cure process. The parameters were analyzed: time of gel, time of hardening and temperature during the polimerization, for each composition of the cure system. It was used as catalyst the methyl-etil-cetona (MEKP) and as accelerator the octoato of cobalt (cobalt) in several compositions, the proof bodies were made in only mold of wood to standardize the rehearsals, for monitoring of the time chronometer was used and for measurement of the temperature a termopar was used Cromel-Alumel. It was observed that the time of gel and the time of hardening are influenced strongly by the composition of the cure system used, could vary from minutes to hours, as well as the temperature, could arrive to you value around 95°C.*

Key words: *gel time, cure time, hardening time, polimerization time.*