

# AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE TÉRMICA E RESISTÊNCIA AO DESGASTE DE COMPÓSITO POLIMÉRICO REFORÇADO COM PÓ QUASECRISTALINO

Erick Thiago Costa de Andrade <sup>1</sup>  
Danielle Guedes de Lima Cavalcante <sup>2</sup>

## RESUMO

Devido à busca crescente por melhores materiais, bem como o aperfeiçoamento dos já existentes, uma área de estudo importante é o desenvolvimento científico e tecnológico dos materiais compósitos visando atender as necessidades exigidas. Um tipo de compósito que é promissor, mas ainda pouco explorado, envolve polímeros com reforço de materiais quasicristalinos, onde deseja adquirir um ganho de resistência ao desgaste se comparado ao polímero puro. Este efeito pode ser alcançado devido às propriedades dos quasicristais, como baixo coeficiente de atrito, alta dureza e baixo coeficiente térmico. Desta maneira, pode se desenvolver compósitos quasicristalinos para aplicações destes materiais em recobrimento de superfícies, tais como tubulação industrial. O plano deste trabalho visa à obtenção de compósitos de quasicristais atuando como reforço em matrizes poliméricas, neste caso a resina epóxi, onde deseja adquirir melhores propriedades mecânicas. Partindo disso, foram obtidos pós quasicristalinos ( $Al_{62,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}$ ) pelo método de solidificação lenta. As misturas do epóxi foram nas seguintes proporções em volume de quasicristal: 0, 3, 5, 10 (%Vol.). O pó obtido foi caracterizado pela técnica de Difractometria de Raio-X (DRX). Após a fabricação dos compósitos foi feita análise térmica através da TG, DTG. Foi feito ensaio de pino sobre disco, para análise de resistência ao desgaste, comparado a outros materiais (CSi e  $Al_2O_3$ ), os resultados foram eficientes de acordo com a composição do quasicristal que foi o foco do ensaio.

**Palavras chaves:** Quasicristal, Compósito, Epóxi, Análise Térmica, Desgaste.

## INTRODUÇÃO

A necessidade do desenvolvimento de novos materiais, bem como o aperfeiçoamento das características dos já existentes tornou-se uma necessidade em nosso dia-a-dia. Desta maneira, o estudo de materiais compósitos bem como uso e aplicação de novos materiais tornou-se uma necessidade para o desenvolvimento científico e tecnológico.

Tendo em vista o contexto, ao qual o trabalho se desenvolveu foi traçado e obtido o objetivo principal de desenvolver um compósito com material quasicristalino atuando como reforço em matrizes poliméricas de resina epóxi e como objetivos específicos elaborar liga quasicristalina através do método de solidificação lenta; caracterizar de maneira

<sup>1</sup> Graduado do Curso de Engenharia de Materiais da Universidade Federal da Paraíba - UFPB, [ericktcandrade@gmail.com](mailto:ericktcandrade@gmail.com);

<sup>2</sup> Professor orientador: doutora, Universidade Federal da Paraíba - UFPB, [danielleguedes02@gmail.com](mailto:danielleguedes02@gmail.com), (83) 3322.3222

microestrutural (DRX, MEV) da liga obtida; produzir compósito QC/Resina Epóxi; caracterizar através de análise térmica (DTG) do compósito formado, variando o volume de quasicristal em 3, 5, 10 % em volume; adquirir melhores propriedades mecânicas; adquirir o conhecimento sobre o comportamento do compósito em relação a resistência ao desgaste; melhorar o desempenho mecânico do quasicristal, de acordo com a composição, viabilizando sua aplicação.

## **METODOLOGIA**

Trata-se de uma pesquisa exploratória, descritiva de caráter experimental. Onde, os elementos constituintes da liga (Al, Cu, Fe) com pureza superior a 99,9% foram fornecidos pelo laboratório de solidificação rápida da Universidade Federal da Paraíba (UFPB) e a Resina Epóxi, Fiberglass 4231, endurecedor, Fiberglass 5751, utilizados foram adquiridos comercialmente. Seguem os passos dessa pesquisa.

### **ELABORAÇÃO DAS LIGAS QUASICRISTALINAS**

Os elementos constituintes da liga fornecidos pelo laboratório foram devidamente pesados, utilizando uma balança SHIMADZU Modelo Ay 220, com precisão de ordem  $10^{-4}$ g. Em cada fusão foram elaboradas 10g de liga. As ligas foram obtidas através do forno de indução de soleira fria, onde foi utilizado um gerador de alta frequência (40KV<sub>a</sub>) de fabricação POLITRON.

Os procedimentos de elaboração da liga e tratamento térmico foram realizados seguindo os procedimentos seguidos por Passos (2006).

As fundições das ligas foram realizadas nas seguintes condições: os componentes, na proporção correspondente à composição nominal da liga, foram colocados no cadinho de cobre do forno onde se fez o vácuo. Foram realizadas lavagens do forno com a introdução de gás inerte (argônio 5.0), até uma pressão de -60cmHg, seguindo-se do bombeamento até a pressão de aproximadamente 10-3torr. Finalmente, as fusões foram realizadas mantendo a pressão de 60cm Hg de argônio.

Foram elaboradas ligas quasicristalinas com a seguinte composição nominal  $Al_{62,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}$ .

## TRATAMENTO TÉRMICO

Foi necessário a realização do tratamento térmico para aumentar a proporção da fase quasicristalina, cujo objetivo é favorecer a transformação peritética das fases. O tratamento térmico foi realizado no forno de resistência de fabricação Nabertherm onde cada liga bruta de fusão ( $Al_{62,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}$ ) permaneceu por 24 horas a temperatura de 720 °C. A taxa de aquecimento do forno foi de 30°C/min.

## MOAGEM

Foi utilizado o Moinho de Bolas Planetário FRITTSCH PULVERISETTE com capacidade rotacional máxima de 360rpm, constituído por 4 suportes de fixação. As moagens foram conduzidas em jarras de aço inoxidável e esferas de aço Cromo. O processo foi realizado da seguinte forma: razão massa/bola 10:1, utilizando bolas de diferentes tamanhos (20, 15 e 10mm), com velocidades de 240rpm e foi adicionado 2ml de acetona nos pós antes de iniciar o processo de moagem. A moagem teve duração de 1 hora.

## CARACTERIZAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Utilizou-se difratometria de raios- X (DRX) para identificar a transformação ocorrida na liga antes e após o tratamento térmico. Foi utilizado difratômetro de raios-X-SIEMENS D5000, sendo empregado a radiação  $CuK\alpha$ , cujo comprimento de onda é  $\lambda = 1,5406\text{Å}$ . Os ensaios foram realizados à temperatura de 298K, com tensão de 40Kv, corrente de 30mA, passo de 0.01°, tempo por passo de 3s e o ângulo  $2\theta$  (*2-theta*) variando de 20 - 55°.

## ELABORAÇÃO DA RESINA EPÓXI

A preparação da resina epóxi utilizada para a formação do compósito foi promover a mistura da resina Fiberglass 4231 mais o endurecedor foi Fiberglass 5751 na proporção de 2:1 resina/endurecedor.

## ELABORAÇÃO DOS COMPÓSITOS (EPÓXI/QUASICRISTAL)

A liga de quasicristal com a composição ( $Al_{62,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}$ ) moída foi misturada manualmente com a resina epoxídica. As misturas foram nas seguintes proporções em volume de quasicristal: 0, 3, 5 e 10 (% Vol.).

## CURA DOS COMPÓSITOS

Os compósitos foram deixados exposto ao ambiente durante 24 horas para total processo de cura e eliminação de possíveis bolhas remanente do processo de mistura.

## PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Os compósitos foram misturados manualmente e depositados em recipientes de PVC, sobre uma base de teflon usinado, com o intuito de deixar as fases paralelas e facilitar o desmolde, após a cura foi usinado em forma de disco para o ensaio de desgaste.

## ANÁLISE TÉRMICA

As amostras com a resina pura 3, 5 e 10% de QC foram submetidas a análise térmica (TG e DTA), com o uso de um analisador termogravimétrico de modelo TGA 50H, da marca Shimadzu, com a temperatura partindo de 25°C até 600°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min e atmosfera controlada com vazão de arrasto de 50 mL por minuto.

## ENSAIO DE DESGASTE PINO-DISCO

Foram realizados ensaios para os corpos de prova compostos com os compósitos, com a resina pura, o quasicristal, o CSi, e  $Al_2O_3$ , para efeito de comparação, durante o tempo de 1801 s (~30 minutos), com rotação constante. Houve desgaste da ferramenta de ensaio para o compósito composto por 10% de liga quasicristalina. Em todos os ensaios a ferramenta de ensaio (esférica), o ponto fixo era alterado para evitar que o desgaste de um ensaio prejudicasse o resultado dos ensaios subsequentes.

**Figura 1** - Equipamento onde fora realizado o ensaio desgaste Pino-disco.



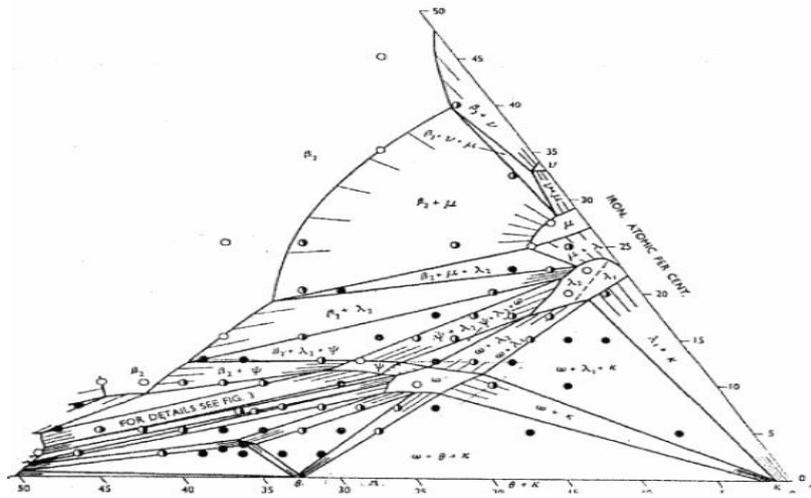
**Fonte:** Arquivo pessoal, 2017.

## DESENVOLVIMENTO

Uma descoberta, ainda considerada recente, de um pesquisador israelense chamado Daniel Schechtman foi o estudo de uma nova classe de materiais metálicos. Estas ligas metálicas, hoje denominadas de ligas quasicristalinas, apresentam uma estrutura que não se encaixava na classificação convencional adotada. Estes novos materiais apresentam em suas microestruturas simetria rotacional incompatível com a cristalografia convencional, bem como características especiais, completamente diferente das ligas cristalinas, mesmo aquelas com composições estequiométricas bem próximas. Os quasicristais são cristais cujo ordenamento atômico é quase-periódico com estruturas bastante complexas, quase-periodicidade com simetrias rotacionais estruturais não permitidas pela cristalografia clássica (BRADLEY; DE LIMA, 2011; CALLISTER, 2008).

Para a obtenção de ligas quasicristalinas é necessário precisão da composição química dos constituintes, já que a existência das mesmas está contida em uma faixa composicional muito estreita. Essa fase é formada a partir de uma reação peritética das fases  $\beta_2$ - ( $AlFe_3$ ) com o líquido remanescente, que é representada pela letra  $\Psi$  (psi) a qual está contida numa região média do diagrama terciário Al-Cu-Fe (Fig. 2). Grande parte das suas ligas quasicristalinas é metaestável e algumas são estáveis, tendo a maioria como base o alumínio (TURQUIER et al., 2007; BRADLEY; GOLDSMITH, 1939).

**Figura 2** - Diagrama de fases ternário AlCuFe em alumínio.



**Fonte:** BRADLEY; GOLDSMITH, 1939.

Pode-se dizer que o equipamento da análise termogravimétrica é composto basicamente pela termobalança. O equipamento pode mudar de configuração de um fabricante para outro, mas os fundamentos de todos eles são os mesmos. A termobalança é um instrumento que permite a pesagem contínua de uma amostra em função da temperatura, ou seja, à medida que ela é aquecida ou resfriada. (DENARI; CAVALHEIRO, 2012)

Os principais componentes de uma termobalança são: a balança registradora, o forno, o suporte de amostra e o sensor de temperatura, o programador de temperatura do forno, o sistema registrador e o controle da atmosfera do forno.

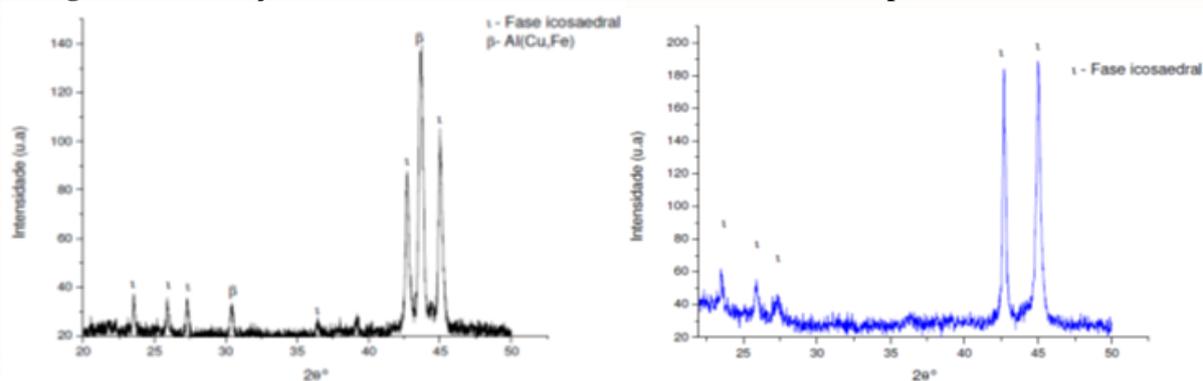
As aplicações que envolvem tribologia têm importância na seleção de materiais. Para tanto, novos estudos nessa área como testes em laboratório e desenvolvimento de pesquisas com vários tipos de materiais com intuito de verificar o comportamento térmico e a resistência ao desgaste sob condições controladas são necessárias tendo em vista a classificação dos materiais de acordo com as aplicações (BRESSAN, 2011).

Outra possibilidade do ensaio é a medição do efeito do atrito local, o qual é de total interesse quando existem medições relativas às simulações, o que é uma vantagem. Além disso, pode ser controlados parâmetros, tais como a temperatura, os gases do ambiente (ar, nitrogênio, oxigênio, etc.) (SOUZA, 2015).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A liga fundida via solidificação lenta contém pelo menos duas fases do sistema AlCuFe detectados via DRX. O difratograma apresentado na Figura 3 permitiu distinguir a fase icosaedral i-AlCuFe, e a fase cúbica (solução sólida  $\beta$ ). Pode-se observar, ainda o difratograma do pó antes e após o tratamento térmico. Vê-se, neste DRX, a fase icosaedral quase pura, podendo apresentar uma fração inferior a 0,5% da fase  $\beta$ .

**Figura 3** – Difração de Raios-X das amostras fundidas – antes e após tratamento térmico.

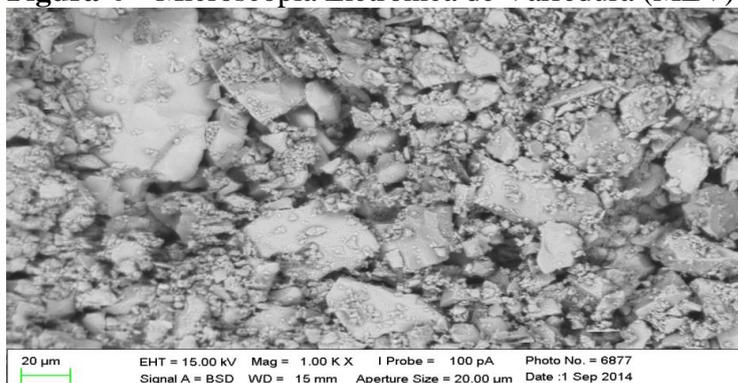


**Fonte:** Dados da pesquisa, 2017.

Analisando os resultados de DRX fica claro que a liga obtida após tratamento térmico está praticamente pura. As ligas moídas por 1 h não sofrem desestabilização, mantém-se quasicristalina sendo apta a ser usada no compósito a ser testado. Este resultado corrobora os resultados apresentados no trabalho de (CAVALCANTE, 2011).

A seguir, apresenta-se as micrografias dos pós moídos por 1h, na amostra as partículas apresentam tamanhos e formas irregulares de tamanho médios da ordem de 2-30 $\mu$ m. Onde, as perdas de massa e estabilidade térmica são apresentadas na figura 5, através das curvas de TG e DTG para os determinados compósitos.

**Figura 4** – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do pó moído por 1h.

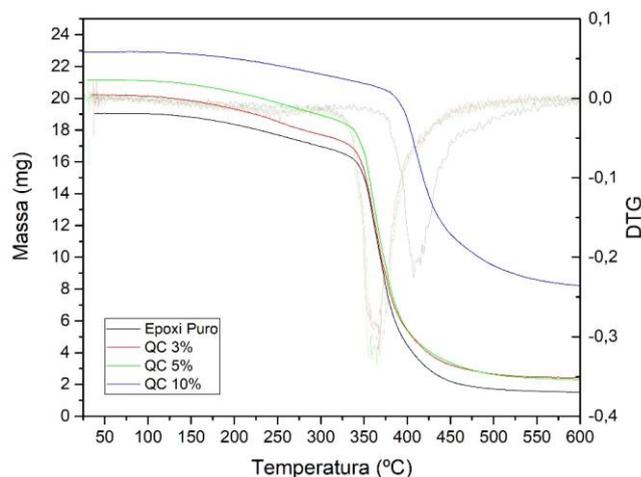


**Fonte:** Dados da pesquisa, 2017.

Como pode-se ver na Fig.11 o pó apresenta fratura frágil, comprovando a característica intrínseca do material, este aspecto é fácil de ver nas partículas maiores, suas bordas apresentam as bordas retas, quebradiças. Observa-se, no entanto, em partículas menores a tendência à esfericidade, à medida que os fragmentos vão diminuindo. Este resultado sugere que tempo maiores de moagem pode vir a gerar partículas mais homogêneas quanto ao tamanho, com tendência a tornarem-se mais arredondadas. Segundo CAVALCANTE, 2011 quanto mais esféricas a partícula, menor área de superfície e, provavelmente, mais fácil de agregar o pó à matriz epoxídica.

Analisando as curvas de DTG observa-se apenas uma perda de massa significativa no composto, o que faz sentido, já que existe somente duas fases presentes - Figura 5.

**Figura 5** - TG e DTG do Epóxi puro e com 0, 3, 5 e 10% de QC.

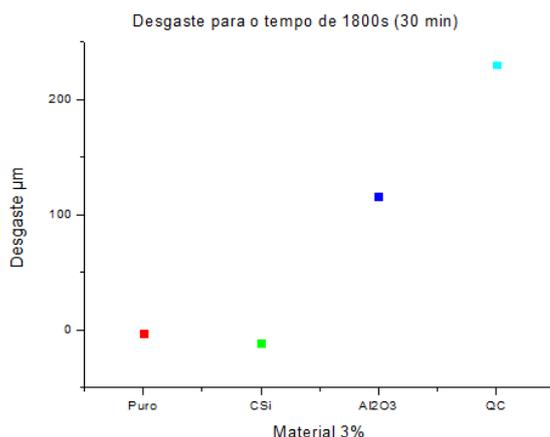


**Fonte:** Dados da pesquisa, 2017.

Os compósitos com Epóxi puro, 3% e 5% de QC apresentaram curva de eventos de perda de massa semelhantes que ocorreram entre 340 e 400°C, esse evento é caracterizado pela decomposição da resina Epóxi. A amostra com 10% de QC apresentou um deslocamento na curva para a direita tendo em vista que esse corpo de prova possui maior quantidade de pó de quascristal, ocorreu esse deslocamento da curva, assim o evento de decomposição do Epóxi aconteceu entre 410 e 460°C. As curvas de DTG mostram uma semelhança entre os compósitos com epóxi puro 3% e 5% de pó, enquanto para o de 10% de pó de quascristal a reação teve menor perda de massa, tendo em vista que a mesma possuía menor quantidade de resina epóxi.

No ensaio de desgaste foram feitas comparações em relação a outros materiais, nesse caso foram utilizados além da resina pura e o quasicristal, o carbeta de silício e a alumina. Os resultados comparativos estão expressos nas figuras 6,7 e 8.

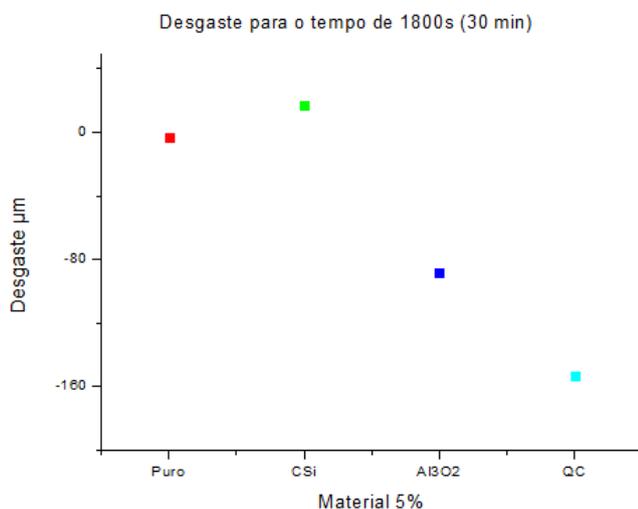
**Figura 6** – comparativo dos valores médios de desgaste para resina pura e materiais com 3% de composição em volume.



**Fonte:** Dados da pesquisa, 2017.

Para as quantidades de 3% em fração volumétrica de cada material, podemos observar que o compósito com reforço de quasicristal, houve desgaste superior aos demais, próxima a 250 $\mu\text{m}$  (Figura 6), possivelmente por conta da quantidade de reforço que influenciou no tipo de desgaste ocorrido.

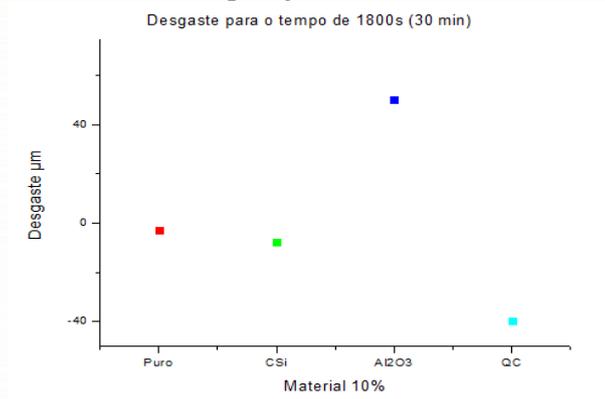
**Figura 7** – comparativo dos valores médios de desgaste para resina pura e materiais com 5% de composição em volume.



**Fonte:** Dados da pesquisa, 2017.

Para a composição de 5% de reforço, nota-se que o desgaste passou a ser negativo, com valores maiores para o quase cristal, para este, o desgaste mostra-se na figura 7, o valor de  $-158\mu\text{m}$ , isso se explica pelo desgaste da ferramenta ao invés do disco do material.

**Figura 8** – comparativo dos valores médios de desgaste para resina pura e materiais com 10% de composição em volume.



**Fonte:** Dados da pesquisa, 2017.

A Figura 8, mostra que para o quase cristal na proporção de 10% em volume, obteve um valor negativo menor, próximo a  $40\mu\text{m}$ , o que implica que a partir de uma certa quantidade o reforço não influencia positivamente essa propriedade.

Os ensaios demonstraram que com o aumento da composição dos materiais abrasivos, seja o Carbetto de Silício (CSi), a  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ou a liga quasicristalina, temos um incremento significativo da propriedade, com a ressalva que entre as composições de 5 e 10% não há aumento da resistência ao desgaste. O aumento em alguns casos foi, a tal ponto, expressivo que teve desgaste negativo, ou seja, ao invés de ser riscado pelo equipamento, o corpo de prova, desgastou a ferramenta de ensaio. Não houve ganho significativo de resistência ao desgaste para o compósito com 3%, em volume, de liga quasicristalina, ao invés disso tivemos um maior desgaste para essa composição, pois o desgaste da pista ultrapassou  $200\mu\text{m}$ . Para 5% de QC obtivemos valores altos de resistência, também foi observado que nos corpos de prova com 10% de QC esses valores negativos diminuíram, possivelmente pela mudança no tipo de desgaste.

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

Nesse trabalho foram desenvolvidos compósitos de matriz polimérica (Resina Epóxi) reforçado com carga metálica (liga quasecristalina AlCuFe), com diferentes percentuais volumétricos (epóxi puro, 3%, 5% e 10%) da carga metálica. As análises térmicas nos mostraram como resultado que com o aumento da porcentagem de quasecristal as amostras adquiriram maior estabilidade térmica, facilitando assim a utilização desse tipo de reforço nesse aspecto. Em relação a resistência ao desgaste, os valores de composição em fração volumétrica do reforço quasecristalino, houve um aumento muito significativo, quando acrescentado valores acima de 3%. Se faz necessário estudo com quantidades maiores de reforço entre 5 e 10% de quasecristal com intervalos menores entre eles, para entender o comportamento e tipo específico de desgaste no compósito.

A resina epóxi reagiu muito bem durante o processo de cura, aparentemente sem formações de bolhas e boa interação com o reforço. Infelizmente, tivemos alguns problemas e não foi possível fazer e analisar imagem de MEV do material após os ensaios. Trabalhos futuros utilizando a mesma resina e carga nas mesmas condições já estão sendo desenvolvidos para analisar outras propriedades mecânicas e tribológicas desse material.

## REFERÊNCIAS

BRADLEY, A. J.; GOLDSMITH, H. J. **J. Inst. Met.**, v. 65, pp. 403-418. 1939.

BRESSAN, J.; SHOPF, R. A. **Resistência ao Desgaste Abrasivo de Aços Ferramenta Avaliada por Meio do Ensaio Pino-Disco**. 6º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO. Caxias do Sul. 2011.

CALLISTER, WILLIAN. **Ciência e engenharia de materiais uma introdução**. 7ªed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

CAVALCANTI, D. G. L. **Estabilidade de pós quasicristalinos de uma liga  $Al_{62,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}$  obtidos por moagem de alta energia**. (Dissertação de mestrado), Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa-Paraíba. 2007.

DE LIMA, B. A. S. G. **Propriedades mecânicas da liga Al-Cu-Fe-B com estrutura icoadral através da técnica de indentação instrumentada**. (Dissertação de mestrado), Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa-Paraíba. 2011.

DENARI, G, B; CAVALHEIRO, T, G. **Princípio e aplicações de análise térmica**. Universidade de São Paulo, Instituto de Química de São Carlos. 2012.

PASSOS, T. A. **Estudo da viabilidade tecnológica de fabricação de compósitos alumínio-quasicristal por extrusão a quente.** (Tese de doutorado), Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa-Paraíba. 2006.

SCHECHTMAN, D.; BLENCH, I.; GRATIAS, D.; CAHN, J. W. Metallic Phase with Long-Range Orientational Order and No Translational Symmetry. **Physical Review Letters**, v.53, pp. 1851. 1984.

SILVA, B.K.A. **Estudo das propriedades tribomecânicas de compósitos de politetrafluoretileno com quasicristal.** (Dissertação de mestrado), Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa – PB 2018.

SOUZA, J. R. **Desenvolvimento de compósitos tribologicamente eficazes.** (Tese de Doutorado- PPGEM), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal – RN – Brasil. 2015.

STOETERAU, R. L. **Apostila: Tribologia**, UFSC, 2004.

TURQUIER, F.; COCARU, V. D.; STIR, M.; NICULA, R.; BURKEL, E. Synthesis of single-phase Al-Cu-Fe quasicrystals using high-energy ball milling, **Journal of Non-crystalline Solids**, v.353, pp. 3417-3420. 2007.