CAPÍTULO 2

RESISTÊNCIA AO IMPACTO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ EPÓXI COM INCORPORAÇÃO DE GESSO INDUSTRIAL

Data de submissão: 20/08/2023

Data de aceite: 01/09/2023

David Coverdale Rangel Velasco

Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro Campos dos Goytacazes - Rio de Janeiro http://lattes.cnpq.br/9356476964884212

Walisson Pogian de Jesus

Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro Campos dos Goytacazes - Rio de Janeiro http://lattes.cnpg.br/7454495480955258

Júlia Audrem Gomes de Oliveira

Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro Campos dos Goytacazes - Rio de Janeiro http://lattes.cnpg.br/6012000864762349

Felipe Perissé Duarte Lopes

Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro Campos dos Goytacazes - Rio de Janeiro http://lattes.cnpq.br/1944239448019813

Djalma Souza

Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro Campos dos Goytacazes - Rio de Janeiro http://lattes.cnpq.br/5013801434143344

Carlos Maurício Fontes Vieira

Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro Campos dos Goytacazes - Rio de Janeiro http://lattes.cnpq.br/6309884585355966

RESUMO: Nos últimos anos, o interesse crescente por materiais sustentáveis reflete a busca por reduzir o impacto ambiental. A estratégia de diminuir a proporção de resina epóxi em compósitos destaca-se pelo seu potencial na economia de recursos redução de emissões de carbono. especialmente ao empregar resíduos que em outrora seriam descartados. Nesse contexto, este estudo visa avaliar como a incorporação de resíduos industriais influencia a resistência ao impacto de compósitos de matriz epóxi. Foram elaboradas cinco formulações, variando de 0 a 20% de particulados de gesso industrial, originados do processo de produção de ácido lático. Além de ensaios de impacto, também se avaliou a densificação das formulações. Os resultados indicam que a adição de resíduos progressivamente reduz a densidade dos compósitos. Não obstante, observou-se que é possível substituir pericialmente a resina epoxi pelo resíduo, sem perdas significativas de resistência ao impacto, conforme evidenciado neste estudo.

PALAVRAS-CHAVE: Epóxi, Compósitos, Resíduos Industriais, Resistência ao Impacto, Sulfato de Cálcio.

IMPACT RESISTANCE OF EPOXY MATRIX COMPOSITES WITH INCORPORATION OF INDUSTRIAL GYPSUM

ABSTRACT: In recent years, the growing interest in sustainable materials reflects the quest to reduce the environmental impact. The strategy of reducing the proportion of epoxy resin in composites stands out for its potential in saving resources and reducing carbon emissions, especially when using waste that would otherwise be discarded. In this context, this study aims to evaluate how the incorporation of industrial waste influences the impact resistance of epoxy matrix composites. Five formulations were prepared, ranging from 0 to 20% of industrial gypsum particulates, originating from the lactic acid production process. In addition to impact tests, the densification of the formulations was also evaluated. The results indicate that the addition of waste progressively reduces the density of the composites. However, it was observed that it is possible to expertly replace the epoxy resin with the residue, without significant loss of impact resistance, as evidenced in this study.

KEYWORDS: Epoxy, Composites, Industrial Waste, Impact Resistance, Calcium Sulfate.

1 I INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, observa-se um interesse crescente pela busca de materiais que não apenas atendam aos requisitos de projeto, mas também sejam sustentáveis (ÓHAISEADHA *et al.*, 2020). A procura por materiais eficientes em termos de recursos está em sintonia com os esforços globais para mitigar a pegada ambiental das indústrias. A redução da proporção de resina epóxi em compósitos emerge como uma estratégia promissora. Embora as resinas epóxi exibam propriedades mecânicas notáveis, sua dependência de recursos não renováveis e processos de produção com intensivo consumo de energia levantam preocupações sobre sua sustentabilidade a longo prazo. Como resultado, a redução da quantidade de resina epóxi não apenas contribui para a conservação de recursos, mas também diminui a demanda por materiais não renováveis e reduz as emissões de carbono associadas (TISSERANT *et al.*, 2017).

Entre os avanços nesse campo, a estratégia promissora de combinar polímeros com resíduos tem se destacado, permitindo otimizar a utilização de materiais. Isso ocorre devido à redução da demanda por polímeros, uma vez que há uma substituição parcial destes pelos resíduos, bem como pelo uso de materiais que seriam descartados em outrora (ELHOUSARI *et al.*, 2019; OWA *et al.*, 2023; VELASCO *et al.*, 2023).

Fiore *et al.* (2018) investigaram o efeito do reforço com pó de mármore, tratado e não tratado com plasma, nas características mecânicas, térmicas e viscoelásticas de compósitos epóxi. Neste trabalho, observou que o tratamento do pó de mármore melhorou

a interface com matriz, o implicou em um aumento na resistência e rigidez do compósito, tanto quando sujeito a esforços trativos, quanto flexivos. Adicionalmente, os compósitos epoxídicos reforçados com pó de mármore tratado exibiram maior estabilidade térmica e módulo de armazenamento em comparação ao epóxi puro, o que reforça que fora obtida uma boa interface com o resíduo.

Silva et al. (2020) analisaram a viabilidade do uso de resíduos de borracha de pneus como reforço em espuma de poliuretano (PU) derivada do óleo de mamona para obtenção de compósitos, como alternativa para matéria-prima petroquímica industrial. Analisando os resultados dos ensaios de impacto, foi observado que a adição de pó de borracha ao PU provocou uma melhora na resistência ao impacto devido ao aumento da energia absorvida.

Neste sentido, os sistemas epóxi se destacam por possuírem: alta aderência; baixo coeficiente de expansão, bem como boas propriedades mecânicas, químicas e de isolamento (ZHANG *et al.*, 2021).

Costa *et al.* (2017) avaliou por meio de testes mecânicos e químicos os desenvolvimentos de compósitos epóxi para desenvolvimento de rochas artificiais utilizando chamote e brita como fase dispersa. A adição de cargas particuladas tornou o material mais rígido, elevando o módulo de elasticidade. A resistência à flexão da rocha artificial (29,97 MPa) foi superior ao valor recomendado (20 MPa) para aplicações de revestimento, demonstrando a eficiência da utilização do reforço. Foi realizado também um ataque químico que indicou perda de massa frente a reagentes, sendo o ácido clorídrico o mais agressivo, onde a rocha artificial obteve melhor resistência quando comparada a mármores in natura.

O processo de produção e purificação do ácido lático gera uma significativa produção de gesso (OJO; DE SMIDT, 2023). Neste sentido, há um potencial de aplicação deste resíduo sólido em compósitos, não só visando ganhos tecnológicos, mas também a um alinhamento com os princípios da economia circular, ao desviar o gesso dos aterros sanitários e incorporá-lo em materiais compósitos (OWA *et al.*, 2023). O gesso tem demonstrado um notável potencial como agente de reforço em compósitos poliméricos. Este é capaz de aumentar à adesão em metais, bem como a sua tolerância à ambientes agressivos (DUBEY; MISHRA; SHARMA, 2021; STAROKADOMSKY, 2018; STAROKADOMSKY *et al.*, 2020).

Contudo, ao incorporar gesso como material particulado em conjunto com a resina epóxi, é fundamental reconhecer a potencial discrepância na natureza intrínseca desses elementos. A resina selecionada para esta análise, por exemplo, exibe uma característica hidrofóbica, enquanto o gesso é notório por sua propensão à hidrofilia (JEYRANPOUR; ALAHYARIZADEH; ARAB, 2015). Adicionalmente, é crucial ressaltar que a presença de umidade nos particulados pode exercer um impacto nas propriedades mecânicas, uma vez que as amostras tendem a manifestar um maior volume de vazios quando associadas a uma fase dispersa mais saturada. Dentro dessa perspectiva, o presente estudo tem como

objetivo principal a avaliação da resistência ao impacto de compósitos reforçados com gesso e resina epóxi (MEHDIKHANI *et al.*, 2019).

21 MATERIAIS E MÉTODOS

A matriz polimérica utilizada é neste trabalho pelo sistema epóxi SQ 1005/SQ 3131 (DGEBA/DETA).

O resíduo analisado nesse estudo é conhecido como gesso industrial. Este é proveniente da produção de ácido lático na empresa Corbion (Purac) em Campos dos Goytacazes, região Fluminense do estado do Rio de Janeiro. Após serem submetidos a 24 horas de secagem a 70°C em uma estufa, os particulados foram posteriormente selecionados utilizando uma peneira de 100 mesh, sendo utilizado apenas os particulados que passaram nesta.

Cinco corpos de prova foram confeccionados, em moldes de silicone, com formulações de 0, 5, 10, 15 e 20% de particulado, sendo utilizado o phr igual a 16. Após a cura, os corpos de prova retornaram a estufa para pós cura durantes 2,5 horas em 70°C.

Após o processo de cura, os corpos de prova foram lixados até atingir as dimensões de 10x12,5x60mm e fresados para criação de um chanfro, onde posteriormente foram submetidos ao ensaio de impacto Izod, em conformidade com a norma ASTM D256-10, por meio de uma máquina de ensaio de impacto PANTEC Pendulum modelo XC-50, de acordo com a Imagem 1 (ASTM, 2023).



Figura 1: Máquina de ensaio de impacto PANTEC Pendulum modelo XC-50.

Visto que a ASTM D256 possibilita expressar os resultados em duas unidades, J/m e kJ/m², fora calculado o valor da resistência ao impacto em (kJ/m²) de maneira convencional, dividindo a energia pela área, e resistência ao entalhe por meio da multiplicação do valor supracitado pelo valor médio da largura dos corpos de prova. Isto foi realizado visando proporcionar maior precisão e comparabilidade de resultados.

Visando mensurar a quantidade de vazios nas amostras, foi realizada uma análise de densificação através da relação entre densidade real e teórica. A densidade real foi obtida através do método de Arquimedes, de acordo com a norma ASTM D792, e a densidade teórica foi calculada pelas regras das misturas. Para a regra das misturas, levou-se em consideração a densidade da resina, que também foi obtida através de Arquimedes e a densidade dos particulados de gesso, que foi obtida por meio de Picnometria, segundo a norma ISO 1183-1 (ASTM, 2020; ISO, 2019).

Com o objetivo de discernir disparidades estatisticamente significativas na resistência ao impacto das formulações em consideração, foi implementada uma análise de variância (ANOVA), juntamente com o teste de Tukey, para discernir grupos que manifestam divergências estatísticas entre si. O nível de significância estatística foi estabelecido em 5%. Estas estimativas estatísticas foram executadas utilizando o software PAST, seguindo a metodologia preconizada pelo algoritmo desenvolvido por Copenhagen e Holland (1988).

31 RESULTADOS

A Tabela 1 exibe os resultados dos ensaios de impacto, juntamente com os respectivos desvios padrões que foram obtidos neste estudo.

Quantidade de particulados	Resistência ao entalhe (J/m)	Resistência ao impacto (kJ/m²)
0%	2,037 ± 0,075	25,46 ± 0,93
5%	1,554 ± 0,194	19,42 ± 2,42
10%	1,655 ± 0,071	20,68 ± 0,89
15%	1,777 ± 0,134	22,22 ± 1,68
20%	2,02 ± 0,129	25,25 ± 1,62

Tabela 1. Resultados dos ensaios de impacto.

A Figura 2 exibe de forma gráfica a Tabela 1, onde ser observa uma redução de resistência alcançada com uma incorporação em até 15% de resíduos, sendo esta significativa segundo a ANOVA. Por outro lado, a formulação com uma proporção maior de partículas (20%) apresenta um aumento médio de resistência, embora não atinja significância estatística devido a variância que fora observada.

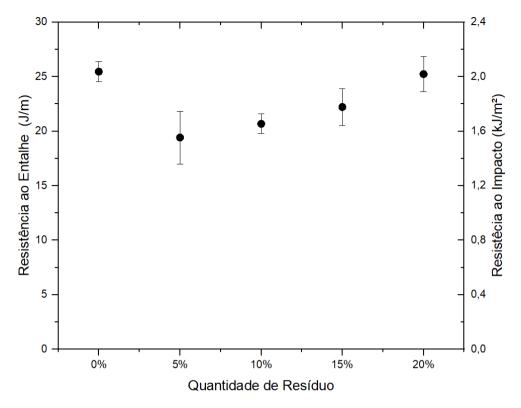


Figura 2. Resultados dos ensaios de impacto.

Aperda de resistência pode ser explicada pela natureza frágil do gesso que é observada na literatura (BOCCARUSSO *et al.*, 2021). Não obstante, a inserção de particulados tende a elevar a viscosidade do sistema epóxi e proporcionar uma maior formação de vazios nos compósitos (LUO *et al.*, 2021; RUEDA *et al.*, 2017). Tais vazios podem ensejar em ganhos de resistência ao impacto, fazendo o material ter um comportamento menos frágil (COLLIAS; BAIRD; BORGGREVE, 1994; SISODIA *et al.*, 2019).

Isto é evidenciado pela densificação dos compósitos que pode ser observada na Figura 3. Nesta é observado que a inserção de particulados tende a diminuir a densificação do compósito, sendo observada uma tendência de que isto se intensifique com a adição de particulados. O que corrobora com o que fora observado na literatura anteriormente (LUO et al., 2021; RUEDA et al., 2017).

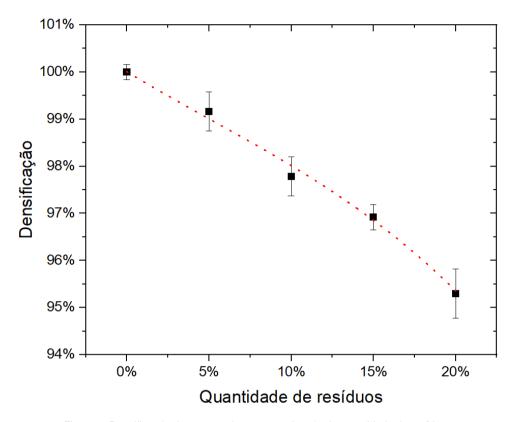


Figura 3. Densificação dos corpos de prova em função da quantidade de resíduos.

Neste sentido, há a presença de dois fatores, sendo inicialmente prevalecido o efeito de fragilização ocasionado pela inserção dos particulados de gesso (reduzindo a resistência) e posteriormente prevalecido o efeito dos vazios que tornaram o material mais dúctil.

41 CONCLUSÕES

Por meio deste trabalho pode-se concluir que caso utilizado em baixa quantidade, à natureza frágil do gesso, acarreta perda de absorção de energia durante o ensaio de impacto. Não obstante, caso este resíduo seja incorporado em quantidade maiores, é possível observar um pequeno ganho de resistência média.

Acrescenta-se ainda que, o fator de demandar mais resíduo para confecção do compósito não é negativo, vistos as vantagens ambientais e econômicas decorrentes da substituição parcial da resina epóxi por um resíduo industrial.

REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. D256-23e1: Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics. West Conshohocken: **ASTM International**, 2023. DOI: 10.1520/D0256-23E01

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, D792-20 Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement. **West Conshohocken.** ASTM International. 2020. DOI: 10.1520/D0792-20

BOCCARUSSO, L.; MOCERINO, D.; DURANTE, M.; IUCOLANO, F.; MINUTOLO, F. M. C.; LANGELLA, A. Recyclability Process of Gypsum Reinforced with Hemp Fabrics: Impact and Flexural Behaviour. **ESAFORM 2021**, 2021. DOI: 10.25518/esaform21.4044

COLLIAS, D. I.; BAIRD, D. G.; BORGGREVE, R. J. M. Impact toughening of polycarbonate by microcellular foaming. **Polymer**, v. 35, n. 18, p. 3978–3983, 1994. DOI: 10.1016/0032-3861(94)90283-6

COPENHAVER, M. D.; HOLLAND, B. Computation of the distribution of the maximum studentized range statistic with application to multiple significance testing of simple effects. **Journal of Statistical Computation and Simulation**, v. 30, n. 1, p. 1-15, 1988. DOI: 10.1080/00949658808811082

COSTA, E.A.S.; GOMES, M.L.P.M.; SOBRINHO, L.N.; MONTEIRO, S.N.; RODRÍGUEZ, R.J.S; FONTES, C.M.V. Produção e caracterização de rocha artificial a partir de chamote e brita em matriz epoxídica. **Anais do Congresso Anual da ABM**. São Paulo: Editora Blucher, 2017. DOI: 10.5151/1516-392X-30549

DUBEY, S. C.; MISHRA, V.; SHARMA, A. A review on polymer composite with waste material as reinforcement. **Materials today: proceedings**, v. 47, p. 2846–2851, 2021. DOI: 10.1016/j. matpr.2021.03.611.

ELHOUSARI, A. M.; RASHAD, M.; ELSHEIKH, A. H; DEWIDAR, M. The effect of rubber powder additives on mechanical properties of polypropylene glass-fiber-reinforced composite. **Mechanical sciences**, v. 12, n. 1, p. 461–469, 2021. DOI: 10.5194/ms-12-461-2021

FIORE, V.; DI BELLA, G.; SCALICI, T; Valenza, A. Effect of plasma treatment on mechanical and thermal properties of marble powder/epoxy composites. **Polymer composites**, v. 39, n. 2, p. 309–317, 2018. DOI: 10.1002/pc.23937

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. 1183-1: Plastics — Methods for determining the density of non-cellular plastics — Part 1: Immersion method, liquid pycnometer method and titration method. Genebra: **ISO**, 2019.

JEYRANPOUR, F.; ALAHYARIZADEH, Gh; ARAB, B. Comparative investigation of thermal and mechanical properties of cross-linked epoxy polymers with different curing agents by molecular dynamics simulation. **Journal of molecular graphics & modelling**, v. 62, p. 157–164, 2015. DOI: 10.1016/j.jmgm.2015.09.012

LUO, X.; GAO, J.; LIU, C; HE, Z. Effects of polymers on workability and early microstructure of gypsum-based materials. **ACI materials journal**, v. 118, n. 5, p. 29–34, 2021. DOI: 10.14359/51732929

MEHDIKHANI, M.; GORBATIKH, L.; VERPOEST, I; LOMOV, V. S. Voids in fiber-reinforced polymer composites: A review on their formation, characteristics, and effects on mechanical performance.

Journal of composite materials, v. 53, n. 12, p. 1579–1669, 2019. DOI: 10.1177/0021998318772152

ÓHAISEADHA, C.; QUINN, G.; CONNOLLY, R.; CONNOLLY, M.; SOON, W. Energy and climate policy—an evaluation of global climate change expenditure 2011–2018. **Energies**, v. 13, n. 18, p. 4839, 2020. DOI: 10.3390/en13184839

OJO, A. O.; DE SMIDT, O. Lactic acid: A comprehensive review of production to purification. **Processes**, v. 11, n. 3, p. 688, 2023. DOI: 10.3390/pr11030688

OWA, A. F.; ADESINA, F.; BODEDE, O. R.; OLUPONA, M. D.; FAPETU, O. F.; AKINNIBI, B. O. Mechanical properties of granite / pulverized coconut shell particulate hybrid reinforced epoxy composites. **UNIOSUN Journal of Engineering and Environmental Sciences**, v. 5, n. 1, 2023. DOI: 10.36108/ujees/3202.50.0161

RUEDA, M. M.; AUSCHER, M. C.; FULCHIRON, R.; PÉRIÉ, T.; MARTIN, G.; SONNTAG, P.; CASSAGNAU, P. Rheology and applications of highly filled polymers: A review of current understanding. **Progress in polymer science**, v. 66, p. 22–53, 2017. DOI: 10.1016/j.progpolymsci.2016.12.007

SILVA, N. G.; CORTAT, L. I.; ORLANDO, D.; MULINARI, D. R. Evaluation of rubber powder waste as reinforcement of the polyurethane derived from castor oil. **Waste management**, v. 116, p. 131–139, 2020. DOI: 10.1016/j.wasman.2020.07.032

SISODIA, S. M.; BULL, D. J.; GEORGE, A. R.; GAMSTEDT, E. K.; MAVROGORDATO, M. N.; FULLWOOD, D. T.; SPEARING, S. M. The effects of voids in quasi-static indentation of resin-infused reinforced polymers. **Journal of composite materials**, v. 53, n. 28–30, p. 4399–4410, 2019. DOI: 10.1177/0021998319858024

STAROKADOMSKY, D. L. Physic-mechanical properties and nano-microstructure of epoxy-composites with cement, chalk and gypsum. **Kompozity i Nanostruktury**, v.10, n. 1(37), p. 39–51, 2018. Disponível em: https://www.elibrary.ru/item.asp?id=35085460. Acesso em: 15 ago. 2023.

STAROKADOMSKY, D., RASSOKHIN, D., ISHCHENKO, A., SIGAREVA, N., & RESHETNYK, M. Strength and chemical resistance of composites based on epoxy resins, filled with gypsum in the original and water-hardened forms. **Eastern-European journal of enterprise technologies**, v. 5, n. 12(107), p. 73–80, 2020. DOI: 10.15587/1729-4061.2020.214399

TISSERANT, A.; PAULIUK, S.; MERCIAI, S.; SCHMIDT, J.; FRY, J.; WOOD, R.; TUKKER, A. Solid waste and the circular economy: A global analysis of waste treatment and waste footprints: Global analysis of solid waste and waste footprint. **Journal of industrial ecology**, v. 21, n. 3, p. 628–640, 2017. DOI: 10.1111/jiec.12562

VELASCO, D.C.R.; LOPES, F.P.D.; SOUZA D.; LOPERA, H.A.C.; MONTEIRO, S.N.; VIEIRA, C.M.F. Evaluation of composites reinforced by processed and unprocessed coconut husk powder. **Polymers**, v. 15, n. 5, p. 1195, 2023. DOI: 10.3390/polym15051195

ZHANG, F.; ZHANG, L.; YASEEN, M.; HUANG, K. A review on the self-healing ability of epoxy polymers. **Journal of applied polymer science**, v. 138, n. 16, p. 50260, 2021. DOI: 10.1002/app.50260