

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE CARBONIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES DE RESINA FENÓLICA NOVOLACA PRENSADA.

E. S. Sojo^{1,2,*}; F. D. Origo²; J. L. Reis¹; L. C. Pardini³; M. A. M. Souza³

1 - Faculdade de Tecnologia de São José dos Campos – Professor Jessen Vidal
Av. Cesare Mansueto Giulio Lattes, 1350 – Eugênio de Melo, São José dos Campos/SP,
CEP: 12.247-014 Brasil. Telefone: (12) 3905-2423.

2 – Instituto de Estudos Avançados (IEAv)

Trevo Coronel Aviador José Alberto Albano do Amarante, 1 – Putim, São José dos Campos/SP, CEP: 12.228-001, Brasil. Telefone: (12) 3947-5360

3 - Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial (DCTA)

Praça Marechal Eduardo Gomes, 50 - Vila das Acácias, São José dos Campos/ SP, CEP: 12.228-901, Brasil. Telefone: (12) 3947-3000

*elder.sojo@hotmail.com

RESUMO: No presente trabalho foi utilizada a tecnologia do pó para se obter o carbono vítreo a partir da compactação do pó de resina fenólica, produzindo peças com baixo encolhimento após o processo de carbonização. As peças foram produzidas por meio de mistura e prensagem uniaxial de diferentes frações de pós de resina fenólica comercial em pó do tipo novolaca, com a mesma resina, porém tratada termicamente e pulverizada em moinho de bolas de baixa energia. Foi estudada a variação de tamanho das peças em função da temperatura máxima atingida durante a carbonização parcial. As amostras apresentaram baixa redução de tamanho e volume, e baixa densidade.

PALAVRAS-CHAVE: resina fenólica; novolaca; carbono vítreo; tecnologia do pó.

ABSTRACT: In the present study, powder technology was used to obtain glassy carbon compacting phenolic resin powder, producing samples with low shrinkage after the carbonization process. The samples were produced by mixing and uniaxial pressing of different powder fractions of commercial novolac phenolic resin powder, with the same resin, but thermally treated and milled in a low energy ball mill. Shrinking was studied as a function of the maximum temperature reached during partial carbonization. The samples presented low volume reduction and low specific mass.

KEYWORDS: phenolic resin; novolac; glassy carbon; powder technology.

1. INTRODUÇÃO

A resina fenol-formaldeído, ou resina fenólica, é um polímero termorrígido reticulado obtido da reação entre fenóis e soluções de formaldeídos, possuem larga aplicação na indústria aeronáutica e aeroespacial, usada como matriz de materiais compósitos e ainda como precursora de materiais carbonosos devido ao baixo custo e facilidade de processamento [1]. As resinas fenólicas podem ser do tipo resol ou novolaca, dependendo da razão fenol/formaldeído empregada na síntese [2]. As resinas fenólicas resol curam por ação de temperatura enquanto as resinas fenólicas novolaca necessitam de catalisador e temperatura para o processo de cura [2]. As resinas fenólicas têm baixa inflamabilidade e baixa emissão de fumaça, comparadas com outras resinas de baixo custo. Além disso, possuem boa estabilidade dimensional em altas faixas de temperatura e boas propriedades adesivas [3].

O pó de resina fenólica novolaca é um precursor utilizado para aplicações como ligante na fabricação de rebolos, discos de corte e de desbaste [4]. Quando submetido a um tratamento térmico de carbonização até 1000°C, se obtém o carbono vítreo, que por sua vez serve para aplicações que demandam alta temperatura, condução de eletricidade, uso em ambiente corrosivo ou biocompatibilidade [5]. Durante a carbonização, essa resina perde voláteis com maior intensidade em temperaturas próximas a 500°C, diminuindo sua massa e especialmente o seu volume [1]. A redução significativa de tamanho é, portanto, uma das características intrínsecas da carbonização de peças obtidas a partir de resinas fenólicas.

O presente trabalho utiliza a tecnologia do pó para produzir peças com baixa redução de volume após o tratamento térmico. As peças foram obtidas por mistura e prensagem uniaxial de resina fenólica comercial em pó do tipo novolaca, com a mesma resina, porém tratadas em diferentes condições térmicas e em seguida pulverizada em moinho de bolas. Foram analisadas a compactação, a variação de tamanho e a densidade aparente, relacionadas com os parâmetros de prensagem, de mistura dos pós e de temperaturas máximas atingidas durante a carbonização das amostras.

2. METODOLOGIA

2.1. Materiais

O material utilizado para a preparação das peças foi a resina fenólica tipo novolaca em pó, CR2611 fornecida pela SI Group Crios, usada como base para todas as amostras.

2.2. Métodos

O material foi curado em forno, permanecendo por 30 min. a 150°C. Após seu resfriamento, o material curado foi mecanicamente triturado em pedaços milimétricos (Figura 1).



Figura 1. Resina fenólica curada e triturada para ser dirigida ao forno tubular.

Após a cura, o material foi lentamente aquecido (com taxa de aquecimento de 1 °C/min) até temperaturas máximas de 250 °C, 500 °C, 750 °C ou 1000 °C, onde permaneceram neste patamar por 2 horas em atmosfera inerte de nitrogênio.

O material parcialmente carbonizado foi transferido para um moinho de bolas de baixa energia, que consiste em um cilindro metálico com bolas duras de alumina. Conforme o cilindro gira com uma velocidade de 100 rpm, as bolas atingem e pulverizam o material. Foi empregado um tempo de moagem de 8 horas.

Diferentes amostras de pó moído são mostradas na Figura 2.

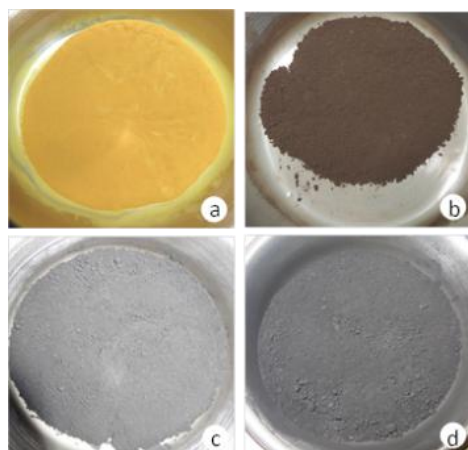


Figura 2. Pós de resina fenólica carbonizada parcialmente e processada em moinho de bolas de baixa energia. a) 250 °C; b) 500 °C; c) 750 °C; d) 1000 °C.

O pó de resina fenólica moído foi então misturado em um almofariz com a resina não curada e 15 gotas de uma solução aquosa de 4% de álcool polivinílico (PVA) servindo como ligante com o auxílio de um pistilo. As proporções de pó utilizado são mostradas na Tabela 1.

Tabela 1. Composição das amostras (massa/massa).

Temperatura de Carbonização	Fração pó parcialmente carbonizado	Fração de pó não curado
250 °C	60%	40%
500 °C	60%	40%
750 °C	60%	40%
1000 °C	60%	40%

Após a mistura dos pós, foi feita a prensagem uniaxial do material para produzir as amostras. Foram utilizados uma prensa hidráulica manual e um molde. Durante a prensagem uniaxial foi usada estearina como desmoldante, que foi espalhada em toda a superfície do molde.

A carga aplicada foi de 11 kN (pressão de 35 Mpa). Foram produzidas peças com dimensões de 2,0 cm de diâmetro e espessura variando entre 0,4 a 0,8 cm.

As amostras foram conduzidas ao forno a 180 °C, onde o material foi curado em 10 ciclos de 1 min dentro e 1 min fora do forno, além de um ciclo longo de 30 min dentro do forno para cura completa.

Em seguida, a resina foi submetida a uma recarbonização parcial em forno tubular, assim, as amostras foram finalizadas, onde todo o material contido nas mesmas se encontra nas mesmas condições.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

As proporções de material utilizadas possibilitaram a obtenção de peças que apresentaram boa compactação, boa aglomeração entre as partículas de pó e possuem uma textura uniforme. O material finalizado é mostrado na Figura 3.

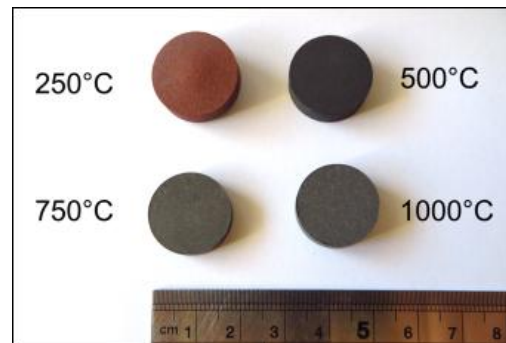


Figura 3. Amostras finalizadas, recarbonizadas até às temperaturas máximas de 250 °C, 500 °C, 750 °C e 1000 °C.

A densidade aparente das amostras antes e depois da recarbonização em função da temperatura de tratamento térmico é mostrada na Figura 4. As amostras apresentaram valores entre 0,80 e 0,95 g/cm³, sensivelmente menores do que aqueles apresentados após a carbonização de resina fenólica líquida, tipo resol, onde a densidade varia de 1,3 a 1,5 g/cm³ [6].

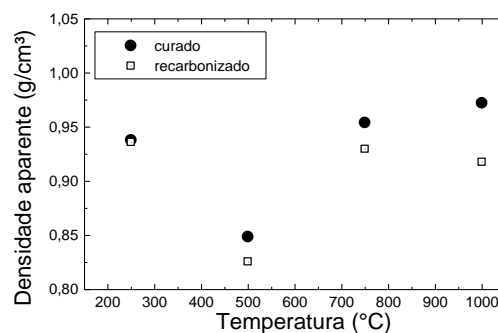


Figura 4. Comparação da densidade aparente das amostras curadas e recarbonizadas de acordo com a máxima temperatura de tratamento térmico.

As peças apresentaram baixa contração de volume e baixa retração linear após o tratamento térmico de carbonização. A Tabela 2 mostra a contração de volume em função da temperatura de carbonização que foi de 2,1% e 13,8% para as amostras tratadas a 250 °C e 1000°C respectivamente. A Tabela 3 mostra a medida de retração linear em função da temperatura de tratamento térmico, conforme observado, a retração linear das peças aumentou de 0,4%, a partir da temperatura de 250 °C até 4,5%, para a temperatura de 1000 °C.

Tabela 2. Contração média de volume das peças após a recarbonização.

Temperatura de Carbonização	Contração de volume
250 °C	2,1%
1000 °C	13,8%

Tabela 3. Retração linear média no diâmetro das amostras após recarbonização.

Temperatura de Carbonização	Retração linear
250 °C	0,4%
500 °C	1,6%
750 °C	5,7%
1000 °C	4,5%

O aumento da retração linear em função da temperatura é devido à perda de materiais voláteis, entretanto, foi demonstrado por esse método que a retração linear é menor que 6%, valor inferior ao obtido pela carbonização de uma resina fenólica líquida, em que as peças exibem encolhimento em torno de 30% [7].

Quanto à contração de volume, foram obtidos valores menores que 14%, em comparação ao que é apresentado após a carbonização de uma resina fenólica líquida, onde o material apresenta contração de cerca de 60% do volume inicial [7].

3. CONCLUSÕES

Foi possível a obter peças de carbono vítreo a partir da resina fenólica novolaca em pó com o método apresentado.

As proporções empregadas de pó não tratado termicamente permitiram a obtenção de amostras compactas e homogêneas.

A contração linear apresentada pelas peças carbonizadas estudadas foi baixa, inferior a 6%. Já as contrações de volume das amostras foram inferiores a 14%.

As amostras apresentaram baixa densidade, inferiores a 0,95 g/cm³. Essa baixa densidade pode estar relacionada à significativa porosidade do material, que deverá ser estudada nas próximas etapas deste trabalho.

5. REFERÊNCIAS

- [1] LEVY NETO, F.; PARDINI, L. C. *Compósitos estruturais: ciência e tecnologia*. São Paulo: Blücher, 2006.
- [2] GOODMAN, S. H. *Handbook of Thermoset Plastics*. New Jersey: Noyes Publications, 1998.
- [3] BARBERO, E. J. *Introduction to Composite Materials Design*. New York: Taylor & Francis Group, 1999.
- [4] SI GROUP. CR-2611. Disponível em <<http://www.siigroup.com/notlisted.asp?Prod=CR-2611>>. Acesso em: 22/08/2017.
- [5] ZARZYCKI, J. *Materials Science and Technology: A Comprehensive Treatment – Vol. 9 Glasses and Amorphous Materials*. Weinheim, New York, Basel, Cambridge: VHC, 1991.
- [6] SCHUELLER, O. J. A.; BRITTAIN, S. T.; MARZOLIN, C.; WHITESIDES, G. M. *Chem. Mater.* v.9, p. 1399-1406, 1997.
- [7] JENKINS G. M.; KAWAMURA K. *Polymeric carbons – carbon fibre, glass and char*. Cambridge, New York: Cambridge University Press, 1976.