

## AVALIAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E MORFOLOGICA DE DEFEITOS EM MATERIAL VULCANIZADO DA INDÚSTRIA DE PNEUMÁTICOS

Thais M. Paula<sup>1</sup> e Alex S. Sirqueira<sup>1\*</sup>

1 – Centro Universitário Estadual da Zona Oeste – UEZO, Rio de Janeiro, RJ, alexsirqueira@uezo.rj.gov.br

### ABSTRACT:

In this work the defects of a sample from the industry of tire, vulcanization's chamber, were assessed by the swelling in organic solvent, ash content and morphology, in order to infer about possible causes of defects. Through the results, it can be speculated that the defects found were probably caused by poor dispersion of vulcanization components in sample. Differences found in ash content and morphology of the material vulcanized corroborate with this hypothesis. The samples with operating cycle of 380 and 383 showed typical morphology on aging, however the samples of 9 and 154 cycles had microfracture that resulted in premature rupture of the material.

Keywords: swelling, crosslink density, elastomers

### RESUMO:

Neste trabalho os defeitos de uma peça oriunda da indústria de pneumático, câmara de vulcanização, foram avaliados através do inchamento em solvente orgânico, teor de cinzas e morfologia, a fim de inferir sobre possíveis causas dos defeitos. Através dos resultados pode-se especular que os defeitos encontrados foram ocasionados provavelmente pela má dispersão dos componentes de vulcanização na peça vulcanizada. Diferenças encontradas no teor de cinzas e na morfologia do material vulcanizado corroboraram com esta hipótese. As amostras com ciclo de operação de 380 e 383 apresentaram morfologia típica de material envelhecido, entretanto as amostras de 9 e 154 ciclos apresentaram microfratura que ocasionaram ruptura prematura do material.

Palavras-chave: inchamento, densidade de ligação cruzada, elastômeros

### INTRODUÇÃO

Os elastômeros são polímeros, que em temperatura ambiente, podem ser deformados, em níveis de deformações muito grandes e em seguida, retornarem elasticamente às suas formas originais. Estes materiais são comumente chamados de borracha, e possuem propriedades de alta elasticidade. Esta propriedade favorece a várias aplicações industriais, inclusive na fabricação de pneumáticos.

A vulcanização é o processo de formação de ligações sulfídicas entre as cadeias dos elastômeros, são estas ligações as responsáveis pelo retorno as formas originais das peças vulcanizadas após esforço mecânico.

obtenção de vários materiais como luvas cirúrgicas, o-rings, pneus e outros. Dentre os exemplos citados os pneus são os mais conhecidos e responsáveis pela elevada produção de borracha natural.

Os pneus são vulcanizados em câmaras fechadas em elevadas temperatura e pressões. A câmara utilizada na vulcanização de pneumáticos é uma ferramenta flexível que se deforma de forma progressiva e uniforme quando ela é submetida aos esforços mecânicos.

Este trabalho tem a finalidade de estudar o motivo da falha prematura deste material. Através da comparação entre o material com vida útil desejável e o que sofreu fratura antecipadamente.

## EXPERIMENTAL

Amostras da câmara de vulcanização foram gentilmente cedidas pela empresa de pneumáticos Michelin S/A. As amostras estudadas foram separadas em função do número de ciclos de serviço antes da ruptura do material, estes ciclos foram 0, 9, 154, 380 e 383. Para avaliar as possíveis causas dos defeitos produzidos nas câmaras que resultaram em diferentes ciclos de serviço, optou-se por avaliar a quantidade de ligações cruzadas. Para o ensaio de inchamento em solvente orgânico, corpos de prova foram obtidos nas dimensões 2x2x3mm aproximadamente, o tolueno foi utilizado como solvente para o inchamento das amostras. O tempo de ensaio foi de sete dias e ao abrigo da luz, para garantir as condições do equilíbrio termodinâmico. Para calcular o teor de cinza, pedaços de amostras de cada ciclo foram queimadas em forno mufla, nas seguintes condições: aquecimento até 900°C, temperatura constante de 900°C por 10 minutos e retorno a temperatura ambiente com taxa de resfriamento de 10 °/min. Para analisar a morfologia do material foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura, as amostras foram recobertas com ouro. As imagens obtidas foram com o sistema de elétrons retroespalhados a 30 kv.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Fig. 1 pode-se observar que a amostra inicial, ou seja, com ciclo de operação igual a zero, apresenta o maior valor de inchamento. Este comportamento pode ser explicado pela formação de reticulações durante o uso na câmara de vulcanização, ou seja, serão formadas com o uso do artefato que sofre o efeito da pressão e da temperatura. As amostras após o uso tem o valor inchamento reduzido, o que sugere menor quantidade de solvente na massa vulcanizada devido as

ligações cruzadas. A redução no valor de inchamento da amassa vulcanizada esta relacionada com o aumento da densidade de ligação cruzada e aumento no teor de material inorgânico ou cargas na amostra. Neste caso a redução é em função do aumento da densidade de ligação cruzada, pois a formulação utilizada é a mesma. Mas após 300 ciclos de uso o inchamento começa a aumentar, pode-se atribuir este comportamento a redução das ligações cruzadas. Pois o uso contínuo de um material vulcanizado sob o de pressão e temperatura envelhece a amostra.

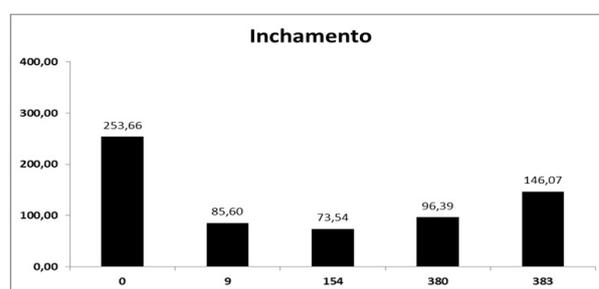


Figura 1. Percentual de inchamento vs ciclo de uso dos materiais vulcanizados.

A Fig. 2 apresenta os resultados do teor de cinza das amostras vulcanizadas após diversos ciclos de uso. Nota-se uma ligeira variação no teor de cinzas de 2 a 3,5 %, esta diferença pode ser um indicativo de má dispersão da massa elastomérica, o que resultaria em pontos com elevado teor de cargas inorgânicas ou negro de fumo. Estes pontos facilitariam o surgimento de falhas no material como a ruptura. Para confirmar esta especulação é necessário realizar a análise de microscopia eletrônica de varredura para analisar a morfologia das amostras. Era de se esperar que não houvesse variação no teor de cinza, ou esta variação fosse abaixo de 1,0 % o que garantiria a integridade total da amostra.

A Fig. 3 apresenta as morfologias das amostras vulcanizadas em diferentes tempos de operação obtidas pelo microscópio eletrônico de varredura.

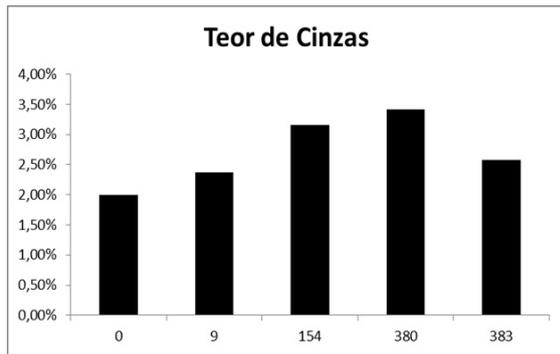


Figura 2. Teor de cinzas vs ciclos de operação das amostras vulcanizadas.

Nota-se substancial diferença entre as morfologias obtidas, um perfil mais uniforme para a amostra antes do ciclo de operação foi observado. As amostras com defeito apresentaram microruptura o que corrobora com os resultados do teor cinza, provavelmente oriundo de alto teor de cargas ou negro de fumo localizado. As amostras com 380 e 383 ciclos apresentam morfologia típica de um material envelhecido com fraturas superficiais.

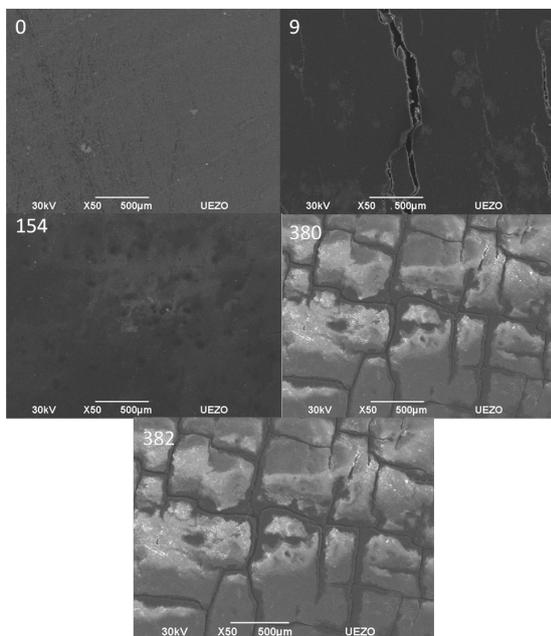


Figura 3. Morfologia das amostras vulcanizadas em diferentes ciclos de operação

## CONCLUSÕES

Pode-se inferir com os resultados obtidos que as amostras apresentaram defeitos durante o uso devido a má dispersão dos componentes da formulação estudada.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a empresa Michelin pela doação das amostras, FAPERJ pelo apoio financeiro.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. A. S. Sirqueira; L. Sireli; M. V. O. Silva Revista polímeros. 2008, 19, 3.
2. H. M. da Costa Revista polímeros. 2010, 21, 37.
3. A. S. Sirqueira, Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2005.
4. M. Cossa in Anais do 1o Jornada de Ciência e Tecnologia da UEZO, Rio de Janeiro, 2011, Vol. 1, 343.