

PROPRIEDADES MECÂNICAS E ASPECTOS DA MICROESTRUTURA DE SISTEMAS EPOXÍDICOS DGEBA

Barros Junior, L.P.¹ Amaral, C.R.² Rodríguez, R.S.J.³

¹UENF/Laboratório de Materiais Avançados, lucivanjunior@yahoo.com.br

²UENF/Laboratório de Materiais Avançados, amaral@uenf.br

³UENF/Laboratório de Materiais Avançados, sanchez@uenf.br

Resumo - Neste trabalho apresenta-se um estudo do impacto nas propriedades mecânicas da estrutura e funcionalidade das aminas alifáticas TEPA e Jeffamina D230 utilizadas como agentes de cura da resina epoxídica DGEBA. As resinas termofixas foram preparadas a partir da mistura da resina DGEBA com as aminas na razão estequiométrica, equivalente a equivalente. Para a caracterização das propriedades destas formulações foram realizadas análises dinâmico mecânicas, ensaio de flexão e microscopia eletrônica de varredura na região de fratura dos corpos de prova utilizados nos ensaios mecânicos. Através dos resultados foi possível analisar que as diferenças estruturais introduzidas pelas aminas originaram valores diferentes nas propriedades mecânicas, como o valor da Tg, que para a amina TEPA foi de (145,3°C) e do sistema DGEBA/D230 (96,4°C).

Palavras-chave: Resinas epóxi, aminas alifáticas, propriedades mecânicas.

Área do Conhecimento: Engenharias, materiais não metálicos, polímeros aplicações.

Introdução

As resinas epoxídicas, após cura, são materiais termorrígidos muito utilizados como adesivos, revestimentos, matrizes para compósito, dentre outros. Isto é resultado de suas excelentes propriedades adesiva, mecânica, térmica e elétrica [1].

Em particular as resinas epoxídicas do tipo DGEBA (Diglicidil éter de Bisfenol A) são muito utilizadas na formulação de compósitos devido às suas características como resistência química e térmica além de geralmente apresentar boa adesividade. Por ser um polímero termorrígido, a resina epóxi também confere estabilidade dimensional ao compósito nas propriedades mecânicas [2].

Quando estes materiais são destinados para aplicações especiais que solicitam alta resistência, é comum a revisão dos parâmetros da formulação para atingir propriedades otimizadas. Os principais parâmetros incluem

a seleção do agente de cura, a utilização da proporção de resina/agente de cura e um programa adequado de cura [3].

Os agentes de cura mais comumente utilizados são as aminas, em parte, devido ao excelente desempenho e facilidade de manuseio. Dependendo da estrutura química destes agentes, é possível variar as propriedades mecânicas, de extrema flexibilidade à alta resistência e dureza [4].

Dentre as aminas alifáticas lineares a Tetraetilenopentamina (TEPA) apresenta como uma de suas características alta reatividade e uma vez utilizadas no processo de cura originam redes tridimensionais com excelentes propriedades termomecânicas, já as aminas alifáticas do tipo Jefamina (D230) também apresentam boa reatividade, entretanto as redes originadas resultam em redes flexíveis [5].

Neste trabalho o objetivo principal é o estudo da relação entre a estrutura da rede da

resina curada a base de DGEBA originada pelas diferentes aminas alifáticas (TEPA, D/230) e seu impacto nas propriedades mecânicas com vista na sua utilização na formulação de compósitos particulados, principalmente compósitos para serem utilizados como materiais abrasivos.

Metodologia

O sistema epóxi foi formulado a partir da cura da resina DGEBA com aminas alifáticas de diferentes funcionalidades, Tetraetilenopentamina (TEPA) e Jefamina D230 (Figura 1 - a e b). Estas misturas foram formuladas na razão estequiométrica, equivalente epóxi-equivalente amina e curadas a uma temperatura acima da temperatura de transição vítrea [6].

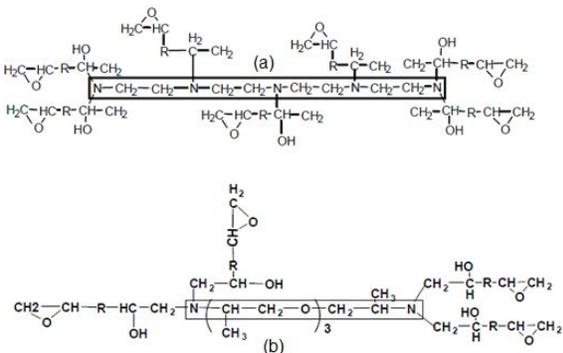


Figura 1- Representação dos pontos de entrecruzamento do sistema epoxídico curado (a) DGEBA/TEPA e (b) DGEBA/D230

Para a caracterização das propriedades mecânicas destas formulações foi utilizada a técnica de Análise Dinâmico Mecânica (sistema DMA 2980 da TA Instruments, (LAMAV)), utilizando uma garra de flexão em três pontos e corpos de provas retangulares, com dimensões medias de 60x 12,5x 2,5 mm³. As condições de ensaios foram frequência de 1 Hz, taxa de aquecimento de 2^oC/min e faixa de temperatura de 20 a 190^oC.

Foram realizados ensaios de flexão em um sistema de três pontos utilizando uma máquina universal de ensaios mecânicos, marca Instron, modelo 5582 (LAMAV).

Realizou-se a análise fractográfica após o ensaio de flexão para cada formulação na região da fratura. As amostras foram metalizadas com ouro utilizando uma corrente de 6mA durante 5 minutos. A análise foi realizada em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) Shimadzu, modelo SSX-550, com uma voltagem de 15kV (LAMAV).

Resultados e Discussões

As curvas comparativas dos módulos de armazenamento, módulos de perda e tangente de delta com a temperatura das formulações DGEBA/TEPA e DGEBA/D230 são apresentados na Figura 2.

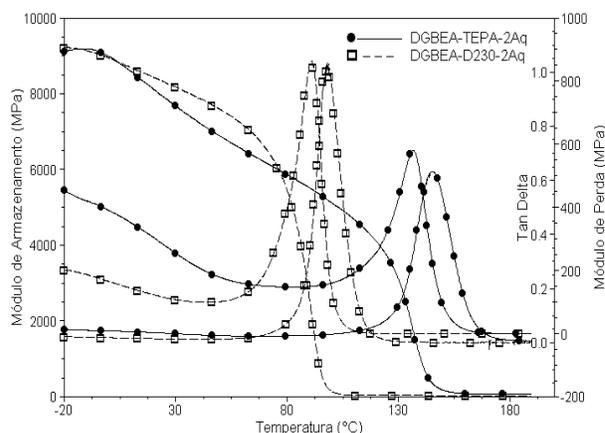


Figura 2- Curvas dos módulos de armazenamento e perda e tangente delta versus temperatura para os sistemas epoxídicos DGEBA/TEPA e DGEBA/D230.

Observa-se uma maior temperatura de transição vítrea (Tg) para o sistema DGEBA/TEPA (145,3^oC) em relação ao sistema DGEBA/D230 (96,4^oC). Esta diferença é consequência das diferenças estruturais que introduzem as aminas TEPA e

Jefamina D230 na estrutura das resinas termorrígidas. Os segmentos de cadeia entre os pontos de ancoragem na TEPA são menores que na D230 o que origina uma maior restrição dos movimentos segmentares e por outro lado na estrutura da D230 (Figura 1) existe a contribuição do grupo -O- flexibilizante.

Os sistemas epoxídicos DGEBA/D230 (8306 MPa) e DGEBA/TEPA (7899 MPa) à 30°C apresentam valores comparáveis entre 20 e 25° C o que não permite apreciar as diferenças estruturais destes termorrígidos. A explicação pode ser dada considerando que nesta região, estado vítreo, existe restrição dos movimentos segmentares acoplados, os quais se encontram “congelados”, ou seja, não existe a energia necessária para mudanças de conformação.

Os resultados dos ensaios de flexão (Tabela 1) mostram um maior módulo pra a resina curada com a amina D-230 que para a TEPA. Esta diferença pode ser explicada pelas diferenças de funcionalidade [7] das aminas. Para a amina TEPA é encontrada uma funcionalidade maior que a D230.

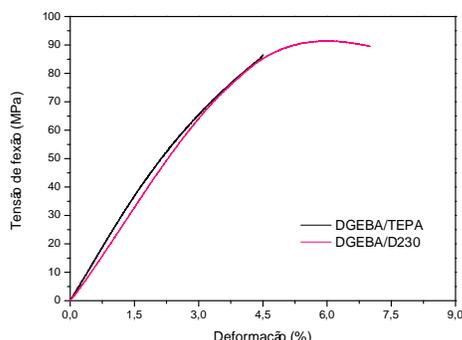


Figura 3- Curvas tensão de flexão versus deformação para os sistemas epoxídicos DGEBA/D230 e DGEBA/TEPA

Tabela 1- Módulo de elasticidade dos sistemas epoxídicos

Sistemas epoxídicos	E (GPa)
DGEBA/TEPA	2,6
DGEBA/D230	3,3

A análise da região da fratura por microscopia eletrônica de varredura (Figura 4) do sistema epoxídico utilizando a amina D230 como agente de entrecruzamento permite complementar o comportamento observado nos gráficos de tensão-deformação.

Observa-se que ambas as matrizes (Figura 4-5) tem aspecto denso regularmente formado por camadas planas.

Na Figura 4, resina DGEBA/D230, a superfície lateral dos degraus formados tem um aspecto deformado. Este aspecto é uma característica de um material com capacidade de deformação plástica.

Na Figura 5 relativa à região de fratura, da resina DGEBA/TEPA, observa-se que as camadas planas e arredondadas na região final de propagação, os planos geométricos são maiores. Isto indica o rompimento brusco do material (menor deformação). Esta característica pode ser correlacionada com a estrutura mais frágil da matriz DGEBA/TEPA que a matriz DGEBA/D230.

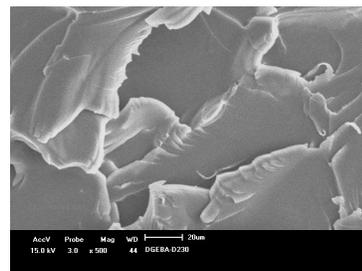


Figura 4- MEV da fratura DGEBA/D230 (500x).



Figura 5- MEV da fratura DGEBA/TEPA (500x).

Conclusão

As propriedades mecânicas das resinas termorrígidas DGEBA/TEPA e DGEBA/D230 e as temperaturas de transição vítrea, associada às redes tridimensionais formadas nestes sistemas, evidenciam as diferenças estruturais introduzidas na rede, assim como o impacto nessas propriedades, pelo uso de diferentes aminas como agentes de entrecruzamento. Enfatizando a diferença nas temperaturas de transição vítrea pela densidade de pontos de entrecruzamento na rede tridimensional e o impacto nas propriedades mecânicas pela funcionalidade de cada agente de cura utilizado.

Agradecimentos

Ao CNPq pelo apoio financeiro.

Referências

- [1] GONZÁLEZ, F.G., SOARES, B.G., PITA, V.J.R.R., SÁNCHEZ, R., RIEUMONT, J. Mechanical Properties of Epoxy Networks Based on DGEBA and Aliphatic Amines. **Applied Polymer Science** 106: 2047-2055, 2007.
- [2] OTHMEN, K. Composite material to detergency. **Encyclopedia of Chemical Technology**, 4 ed, 1993. New York: Wiley.
- [3] GARCIA, F.G., MIGUEZ, E., SOARES, B.G. Caracterização do sistema Éter Diglicidil do Bisfenol A/Poliâminas Alifáticas. **Polímeros: Ciência e Tecnologia** 15: 261-267, 2005.
- [4] NOHALES, A., SOLAR, L., PORCAR, I., VALLO, C.I., GÓMEZ, C.M. Morphology, flexural, and thermal properties of sepiolite modified epoxy resins with different curing agents. **European Polymer Journal** 42: 3093-3101, 2006.
- [5] MAY, C.A., TANAKA, Y. Epoxy Resins, Chemistry and Technology. Marcel Dekker, 1987.
- [6] Processo de Patente. Oficinas de patente. Universidade Estadual Norte Fluminense-UENF, 2009.
- [7] GARCIA, F.G., MATUSALÉM, F., LEYVA, M.E., QUEIROZ, A.A.A., OLIVEIRA, M.G. Material compósito epóxi-amina para restauração dentária. *Revista Matéria* 14: 1154-1161, 2009.