

See discussions, stats, and author profiles for this publication at: <https://www.researchgate.net/publication/281712200>

AVALIAÇÃO MECÂNICA DE RESINA EPÓXI DGEBA PREPARADA COM AGENTE DE CURA MISTO E EXPOSIÇÃO EM ALTAS TEMPERATURAS

Conference Paper · October 2011

CITATIONS

0

READS

93

4 authors, including:



Luciano Peske Ceron

Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul

93 PUBLICATIONS 14 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



Natalia Lopes

Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul

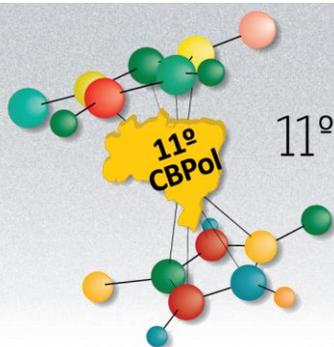
12 PUBLICATIONS 3 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)

Some of the authors of this publication are also working on these related projects:



Modelos de filtração em meios filtrantes [View project](#)



11º CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS

16 a 20 de Outubro de 2011
Campos do Jordão - SP

AVALIAÇÃO MECÂNICA DE RESINA EPÓXI DGEBA PREPARADA COM AGENTE DE CURA MISTO E EXPOSIÇÃO EM ALTAS TEMPERATURAS.

Luciano P. Ceron^{1*}, Sandra Einloft^{1,2}, Rosane A. Ligabue^{1,2}, Natália F. Lopes¹

1 - Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul - PUCRS, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais - PGETEMA, Porto Alegre - RS - ceron.luciano@gmail.com*

2 - Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul - PUCRS, Faculdade de Química, Porto Alegre - RS

Resumo: Neste trabalho o ensaio de tração buscou avaliar as propriedades mecânicas de mistura epóxi preparada entre a resina DGEBA e um agente de cura misto (90:10 poliaminoamida:amina). Numa primeira etapa compararam-se as formulações do agente de cura pesquisado com outros reticuladores usados pela indústria na construção de filtros cartuchos. A superfície de fratura dos corpos de prova foi avaliada por MEV. Na etapa final do teste a resina epóxi foi avaliada em altas temperaturas para a aplicação em processos de filtração de particulados.

Palavras-chave: *Resina Epóxi DGEBA, Agente de Cura, Teste de Tração.*

Evaluation of mechanical DGEBA epoxy resin prepared with curing agent and exposed to high temperatures.

Abstract: In this work the tensile test in order to evaluate the mechanical properties of blends prepared from epoxy resin DGEBA and curing is agent mixture (90:10 polyaminoamide:amine). As a first step we compared the formulations of the studied curing agent with others crosslinkers used in industry for the construction of filter cartridges. The fracture surface of specimens was evaluated by MEV. In the final stage of testing the epoxy resin was evaluated at high temperatures for application in filtration process of particulates.

Keywords: *DGEBA Epoxy, Curing Agent, Tensile Test.*

Introdução

A resina epoxídica diglicidil éter de bisferol-A (DGEBA) é um polímero termorrígido que pode reagir com diferentes tipos de agentes de cura, obtendo-se propriedades mecânicas diferenciadas para aplicação como adesivo em filtros cartuchos na engenharia de filtração industrial de particulados [1-2]. As composições de resina epóxi descrita neste trabalho foram preparadas por várias misturas de resina DGEBA endurecida com agente de cura misto (90% de poliaminoamida e 10% de amina).

A resina epóxi apresenta boa fluidez antes da cura permitindo fácil processamento na temperatura ambiente. Após a cura estas resinas não sofrem grande retração o que permite reproduzir com maior fidelidade a geometria do molde [3-4].

A maioria dos compósitos de resina epoxídica citados na literatura, busca a melhoria da resistência da resina à fratura. A adição de agentes tenacificante ou flexibilizante constitui a forma mais clássica de melhoria das propriedades de fratura da resina epoxídica [5]. As propriedades físicas do material (tensão, deformação e módulo de elasticidade) variam em função do percentual relativo da

razão resina DGEBA/agente de cura, do tempo e temperatura da cura. O aquecimento excessivo pode provocar alteração no polímero, causando falha no material [6-7-8].

O teste de tração fornece dados de tensão-deformação, bem como o módulo de elasticidade (E), que podem quantificar propriedades mecânicas importantes de um material polimérico. Essas características e informações são usadas para o controle de especificações técnicas e de requisitos de qualidade de projetos e de produção [9-10].

O objetivo deste estudo é avaliar por teste de tração e MEV a composição ideal da resina epóxi, formada pela resina DGEBA reticulada com agente de cura misto (90% de poliaminoamida e 10% de amina), comparada com outros adesivos normalmente usados para filtros cartuchos e identificar o limite térmico de exposição do polímero sem causar danos no molde.

Experimental

Previamente foram preparados cinco diferentes razões entre resina DGEBA e agente de cura (90:10 poliaminoamida:amina), variando de 30% a 70% em peso, por processo de moldagem em borracha de silicone (Fig. 1) conforme a norma ASTM D638. Foram usados oito corpos de prova para cada composição em condições de temperatura e umidade ambiente ($25\pm 5^\circ\text{C}$ e $80\pm 10\%$). O tempo de cura foi de 15 dias à temperatura ambiente até obter os corpos de prova. Os ensaios de tração foram realizados no laboratório da Renner Têxtil em máquina universal de ensaios Frank modelo 81565 IV, com célula de carga com capacidade de 10 kN e velocidade de 1 mm/min. Outra série de três diferentes formulações de agentes de cura foi preparada com a resina DGEBA, nas mesmas condições de temperatura e umidade ambiente: com 13% em peso de amina alifática hexafuncional trietileno tetramina (TETA); com 33% em peso de diamina aromática tetrafuncional (DDM) e com 10% em peso de dietileno triamina (DETA).

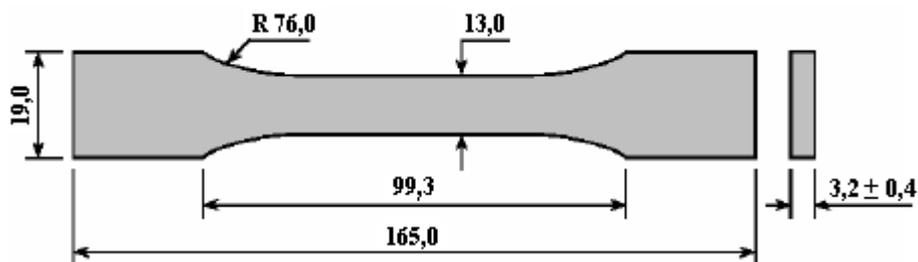


Figura 1 - Corpo de prova para tração com medidas.

A exposição térmica das amostras do epóxi estudado foi por 15 dias em estufa Genlab modelo N95SF em diferentes temperaturas (80°C , 160°C , 200°C , 240°C e 260°C), para avaliar o comportamento dúctil-frágil em posterior teste de tração.

As superfícies de fratura dos corpos de prova após o teste de tração, sem ataque térmico, foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura no Centro de Microscopia Eletrônica da PUCRS em um equipamento Philips, modelo XL 30, com tensão de aceleração de 20 kV.

Resultados e Discussão

Os resultados de tensão na ruptura, deformação máxima na ruptura e módulo de elasticidade para a resina epóxi preparada com agente de cura misto são apresentados na Tabela 1 e Fig. 2. Em função do percentual de agente de cura observou-se a existência de uma transição dúctil-frágil, com uma condição estequiométrica com 50% dos compostos, separando as formulações com excesso de agente de cura daquelas com excesso de resina DGEBA. Conforme D’Almeida e Monteiro [6] a condição está associada ao maior grau de cura e aumento da densidade de ligações cruzadas, obtendo os máximos valores de tensão na ruptura e módulo de elasticidade.

Tabela 1 - Propriedades mecânicas do epóxi com agente de cura misto.

Agente de Cura (%)	σ_m (MPa)	ϵ_r (%)	E (GPa)
70	35,38 ± 0,61	0,92 ± 0,11	2,22 ± 0,17
60	46,06 ± 0,85	2,47 ± 0,12	2,43 ± 0,16
50	54,08 ± 1,31	4,13 ± 0,25	3,90 ± 0,13
40	27,21 ± 1,18	27,93 ± 2,33	0,30 ± 0,04
30	2,80 ± 0,19	44,64 ± 6,37	0,14 ± 0,04

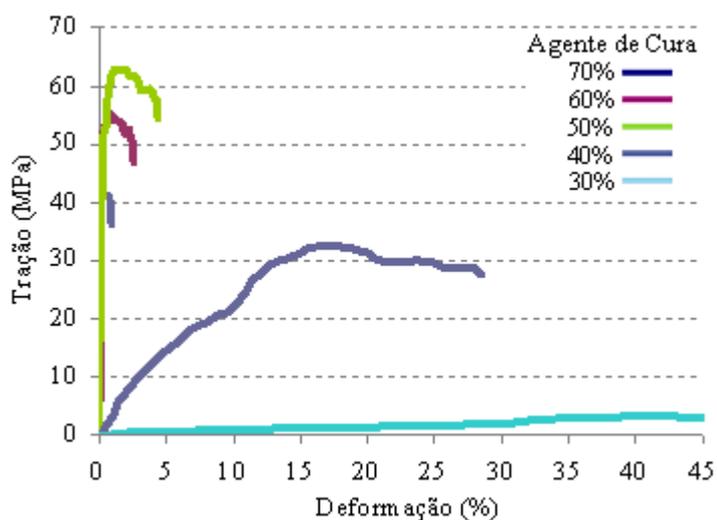


Figura 2 - Tensão x Deformação.

As superfícies de fratura dos corpos de prova em teste de tração, avaliadas por MEV com ampliação de 200 vezes, mostra uma região de maior rugosidade e bolhas cônicas nas amostras com excesso de agente de cura (Fig. 3-a-b). Diminuição no número de bolhas e formação de trincas menores, em forma de escama, na composição com 50% (Fig. 3-c). Segundo Sousa e Chaves [11] a rugosidade e microtrincas escamadas, indicam um valor significativo de energia para iniciar à fratura. Nas amostras com menor percentual de agente de cura (Fig. 3-d-e), verificaram-se maiores ondulações com estruturas repuxadas, devido à maior plasticidade. Segundo Sousa e Chaves [11] a presença de estilhaçamento é característica de fratura tipo frágil por estiramento do polímero. O aumento de camadas onduladas na superfície indica capacidade de deformação plástica.

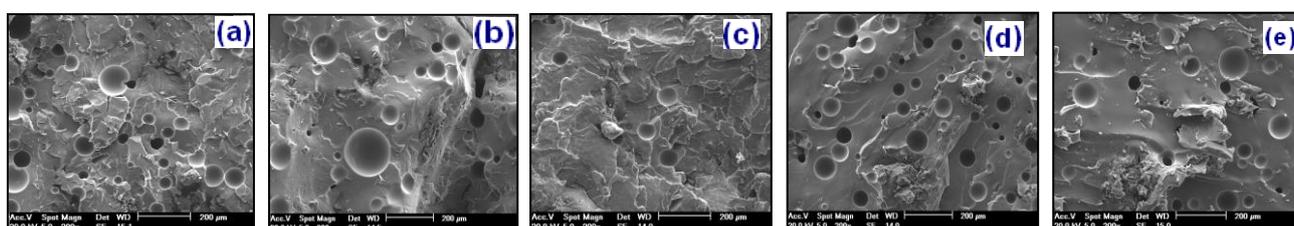


Figura 3 - (a) 70%; (b) 60%; (c) 50%; (d) 40%; (e) 30% de agente de cura.

A avaliação comparativa de tração com outras três diferentes formulações de agentes de cura usados normalmente com a resina DGEBA, em temperatura ambiente: com 13% em peso de amina alifática hexafuncional trietileno tetramina (TETA); com 33% em peso de diamina aromática tetrafuncional (DDM) e com 10% em peso de dietileno triamina (DETA) são apresentados na Tabela 2. Os resultados da mistura proposta de 50% resina DGEBA endurecida com 50% de agente de cura misto (90% de poliaminoamida e 10% de amina), estão muito próximos dos valores encontrados com a agente de cura TETA. Portanto, considerados normais para uso em filtro cartucho.

Tabela 2 - Propriedades mecânicas comparativas com outros agentes de cura.

Agente de Cura	σ_m (MPa)	ϵ_r (%)	E (GPa)
TETA	56,63 ± 3,95	4,75 ± 0,56	2,45 ± 0,18
DDM	36,08 ± 2,45	5,12 ± 1,10	1,10 ± 0,09
DETA	74,26 ± 0,29	7,23 ± 0,77	2,09 ± 0,20
50% Agente Cura Misto	54,08 ± 1,31	4,13 ± 0,25	3,90 ± 0,13

Os corpos de provas submetidos ao teste térmico em estufa mostraram mudança gradual de cor. A 80°C apresentaram coloração amarela, passando pelo marrom claro em 160°C, marrom escuro em 200°C, preto em 240°C e preto brilhante em 260°C conforme mostrado na Fig. 4. Este mesmo comportamento, também foi verificado nos estudos de Quintella et al. [12]. Os corpos de prova em 260°C apresentaram rugosidade e expansão de volume, condição que afeta o polímero em moldes de filtros cartuchos.



Figura 4 - Amostras submetidas à ação térmica em 260°C, 240°C, 200°C, 160°C e 80°C.

A Fig. 5 mostra os resultados do teste de tração referentes à tensão na ruptura, deformação máxima na ruptura e módulo de elasticidade após a exposição térmica dos corpos de prova. Conforme Rubio [13], as propriedades mecânicas das resinas epóxis mudam com a elevação da temperatura. Corroborando essa conclusão os gráficos mostram uma estabilidade nas propriedades até os valores entre 200°C e 240°C, com uma queda acentuada posterior devido à degradação acentuada do polímero em 260°C.

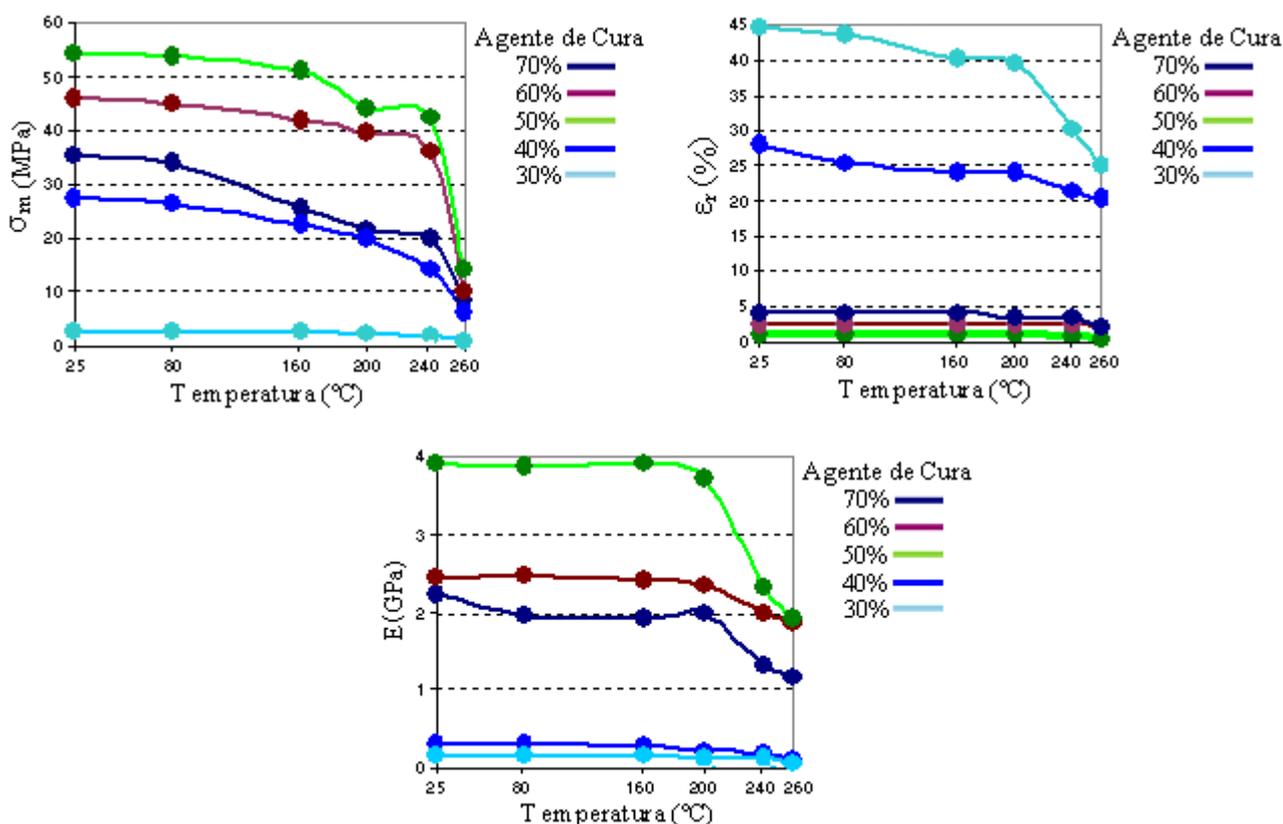


Figura 5 - Resultados do teste de tração após ação térmica.

Conclusões

Os ensaios de tração com diferentes proporções do reticulador misto de poliaminoamida e amina sugerem que a melhor formulação epoxídica é com 50% de agente de cura e 50% de resina DGEBA. O excesso de agente de cura nas amostras atuou como um plastificante na rede de ligações cruzadas, porém os resultados de tração ficaram comprometidos.

A formulação com 50% agente de cura misto apresentou resultados normais de tensão, deformação e módulo de elasticidade comparada com outros tipos de adesivos usados normalmente para construção de filtros cartuchos. A degradação do polímero ocorreu na faixa de 200°C, condição que não afeta a aplicação. A temperatura limite para uso do agente de cura misto em filtros cartuchos é 240°C, pois em 260°C ocorreu a expansão do volume do polímero.

Referências Bibliográficas

1. Z. Sixum; Z. Naibim; L. Xiaolie; M. Dezhu *Polymer*. 1995, 36, 3609.
2. F. G. Garcia; E. Míguez; B. G. Soares *Polímeros: Ciência e Tecnologia*. 2005, 15, 261.
3. J. R. M. D'Almeida; S. N. Monteiro *Polymers for Advanced Technologies*. 1998, 9, 216.
4. S. N. Monteiro; G. W. Menezes; A. L. Skury; F. P. D. Lopes; R. J. S. Rodrigues; G. S. Bobrovnichll. *Jornal Matéria*, 2006, 11, 385.
5. F. L. Barcia; B. G. Soares in *Anais do Congresso Latino Americano de Polímeros de Polímeros, Cuba, 2000*, 276.
6. J. R. M. D'Almeida; S. N. Monteiro *Polymers for Advances Technologies*. 1998, 9, 216.
7. M. P. Stevens in *Polymer Chemistry and Introduction*, Oxford University, Ed.; New York, 1999, Vol. 3.
8. G. F. Gonzáles; E. Míguez; B. G. Soares *Polímeros: Ciência e Tecnología*. 2005, 5, 261.
9. J. M. F. Paiva; S. Mayer; M. C. Rezende *Materials Research*. 2006, 9, 83.
10. J. F. Shackelford in *Introduction to materials science for engineers*, Pearson Prentice, Ed.; New York, 2008, Vol. 7.
11. A. F. Souza; A. L. Chaves *Technologia*, 2004, 5, 83.
12. C. M. Quintella et al. in *Anais do Rio Oil & Gas Expo and Conference, Rio de Janeiro, 2006*, Vol. 1.
13. M. V. Rubio, Tese de Doutorado, Universidade de Madrid, 2002.