

CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA E ESTRUTURAL DE UM SISTEMA EPÓXI - OBTENÇÃO DO EQUIVALENTE PESO EPÓXI POR ¹H-RMN

Mariane C. Schnitzler (PQ)*, Wellington M. Silva (PG), Kássio A. Lacerda (PG), Adelina P. Santos (PQ), Clascídia A. Furtado (PQ).

E-mail: mcs@cdtn.br; clas@cdtn.br

Laboratório de Química de Nanoestruturas
Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear - CDTN/CNEN
Caixa Postal 941, 30123-970, Belo Horizonte, MG.

Palavras Chave: resina epóxi, agente de cura, caracterização estrutural, equivalente peso epóxi, RMN

Introdução

As resinas epoxídicas são largamente utilizadas como matrizes poliméricas por sua facilidade de impregnação, estabilidade dimensional, baixa concentração de cura, bom comportamento térmico e resistência à abrasão. A sua estrutura química aliada à baixa toxicidade faz com que este material seja padrão em qualquer aplicação estrutural de alta tecnologia onde, força, rigidez, leveza e durabilidade são parâmetros desejáveis. As resinas epoxídicas possuem dois ou mais grupos epóxi, sendo que esses grupos podem sofrer reações de adição e polimerização com inúmeros agentes de cura. Nesse trabalho, a reticulação da resina ocorre através de uma reação de adição entre uma amina primária e os grupos epóxi da resina, como mostrado na figura 1.

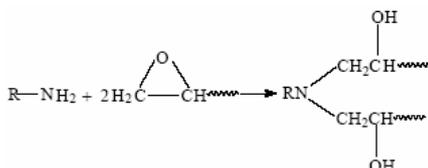


Figura 1 – Reação de reticulação

Dependendo do grau de polimerização n ($n = 0,1,2,3...$), as resinas epoxídicas podem ser sólidas ou líquidas. Para estudos científicos e aplicações tecnológicas, é muito importante determinar o valor médio de n bem como o equivalente peso epóxi (EEW - massa de resina em gramas que contém um grama de equivalente), parâmetro que estabelece uma melhor relação estequiométrica entre a resina e o agente de cura. Neste trabalho, utilizamos a ressonância magnética nuclear de próton (¹H-RMN) para determinação do equivalente peso epóxi de uma resina epóxi líquida comercial, de alta viscosidade e à base de diglicidil éter de bisfenol A – DGEBA. A caracterização estrutural e térmica da resina e do agente de cura à base de diamino difenil metano – DDM, por RMN, espectroscopia na região do infravermelho (FTIR) e termogravimetria (TG e DSC), foi também explorada.

Resultados e Discussão

O ¹H-RMN é uma técnica muito utilizada para determinação do equivalente peso epóxi, por permitir um experimento sem reações químicas e

que requer apenas uma pequena quantidade de amostra. Com base no trabalho de Garcia e Soares^[1], utilizamos esta técnica para determinar as propriedades da resina epóxi (listadas na tabela I).

Tabela I: Determinação do equivalente peso epóxi:

\overline{Mn} (g/mol)	EEW (g/eq)	n	F
372,2	186,1	0,1136	2

Os espectros de absorção na região do IV da resina e do DDM apresentaram bandas características dos grupamentos epóxi e amina, respectivamente. Os resultados estão sumarizados na Tabela II. Ambos os espectros apresentam ainda outras bandas (não mostradas aqui).

Tabela II: Atribuições das bandas observadas nos espectros IV da resina epóxi e do DDM.

Amostra	Absorção (cm ⁻¹)	Atribuições
Resina Epóxi (DGEBA)	1297	ν_s C-C e C-O
	916	ν_s C-C, C-O
Agente de Cura (DDM)	3447-3414	$\nu_s - \nu_{as}$ N-H (NH ₂)
	1625	δ_s N-H
	1280-1317	ν_s N-H

ν_s : Estiramento simétrico; ν_{as} : Estiramento assimétrico; δ_s : Deformação simétrica.

Sistemas epóxi-DDM com diferentes relações estequiométricas foram processados. Os resultados de TG/DTG indicaram o grau de reticulação dos sistemas avaliados. Através da DSC verificou-se que praticamente não ocorreram mudanças nas temperaturas de transição vítrea (Tg) das amostras obtidas com menores valores de Phr. Exceto para amostra com Phr 53,2.

Conclusões

Através da caracterização dos componentes individuais e dos diversos sistemas epóxi com diferentes relações estequiométricas, observa-se que o sistema de Phr 10 possui a maior estabilidade térmica, portanto, esta relação será usada na elaboração de compósitos de alto desempenho.

Agradecimentos

CNEN, Rede Nacional de Pesquisa em Nanotubos de Carbono, Instituto do Milênio de Nanotecnologia, AEB, CNPq e FAPEMIG.

¹ GARCIA, F. G.; SOARES B. G. Determination of the epoxy equivalent weight of resins based on diglycidyl ether of bisphenol A (DGEBA) by proton nuclear magnetic resonance, *Polymer Testing*, v. 22, p. 51, 2003.

