

15º Congresso Brasileiro de Polímeros  
27 a 31 de outubro de 2019

## EFEITOS DA RADIAÇÃO IONIZANTE NO PROCESSO DE DEGRADAÇÃO DA BLENDAS DE DGEBA/EPDM

Anderson. S. Mesquita<sup>1\*</sup>, Traian Zaharescu<sup>2</sup> e Leonardo G. A. Silva<sup>1</sup>

1 – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/CNEN-SP), São Paulo, SP  
lgasilva@ipen.br

2 - INCDIE ICPE CA, 313 Splaiul Unirii, District 3, Bucharest, Romania

**Resumo:** A blenda de DGEBA/EPDM pode ser usada para revestir a superfície de outros materiais e protegê-los contra condições térmicas elevadas. O objetivo deste trabalho foi obter, caracterizar e irradiar a blenda de DGEBA/EPDM e estudar os efeitos da radiação ionizante e comparar suas propriedades com uma blenda de DGEBA/EPDM não irradiada. Os compostos possuem 0, 25 e 50% em massa da resina epóxi de DGEBA. O processo de irradiação dos compostos foi feito com doses de 30 e 60 kGy desde um acelerador de elétrons. Posteriormente, estas blendas foram caracterizadas por ensaios de quimiluminescência e espectroscopia de absorção por transformada de Fourier (FTIR). Concluiu-se que as blendas irradiadas de DGEBA/EPDM podem ser usadas em aplicações específicas de acordo com a temperatura de degradação das blendas. Suas propriedades foram satisfatórias para aplicações que necessitem desse tipo de material.

**Palavras-chave:** Blendas, quimiluminescência, degradação, FTIR.

### *Electron beam effect on the degradation process of DGEBA/EPDM blend*

**Abstract:** The DGEBA/EPDM blends may be used to cover the surface of other materials and protect them against high thermal conditions. The aim of this work was both to obtain, characterize, and irradiate the DGEBA/EPDM blends and to study the effects of the ionizing radiation by comparing their properties with non-irradiated DGEBA/EPDM blends. The compounds have 0, 25 and 50% by weight of the DGEBA epoxy resin. The irradiation process by electron beam was performed at 30 and 60 kGy at dose rate 22.41 kGy/s. The chemiluminescence analysis and Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) were performed. It was concluded that the irradiated DGEBA/EPDM blends may be used in specific applications according to the degradation temperature of the blends. Their properties were satisfactory for the applications that require this type of material.

**Keywords:** Blends, chemiluminescence, degradation, FTIR.

### **Introdução**

A resina epóxi é bastante usada como matriz para compósitos de fibras reforçadas e como adesivos. Quando curada, as resinas epóxi são amorfas e possuem um grau de reticulação alto nas cadeias poliméricas. Essa microestrutura resulta em propriedades excelentes para aplicação em estruturas de engenharia que necessitem de performance boa para temperaturas altas. A incorporação de um elastômero ou um termoplástico na resina epóxi pode aumentar sua flexibilidade (tenacidade) [1].

Pesquisas demonstraram que a resina epóxi quando carregada com um elastômero, modifica suas propriedades mecânicas quando comparado a uma resina epóxi comum [2, 3].

Em relação à irradiação de polímeros pode-se dizer que muitas vezes eles são irradiados para melhorar suas propriedades físico-químicas. A radiação ionizante, ao interagir com os polímeros, transfere energia aos átomos da cadeia polimérica, provocando modificações que podem ser permanentes na sua estrutura físico-química.

Durante as últimas décadas vem crescendo a utilização industrial da radiação ionizante para reticular termoplásticos com resultados satisfatórios em vários setores [4]. Estes plásticos modificados por radiação ionizante não competem somente com os não modificados, mas também com os não termoplásticos, os termofixos, onde o fator custo da matéria-prima deixa de ser decisivo,

dando lugar à viabilidade econômica do processo como um todo, desde o custo de produção do polímero, incluindo qualidade, armazenamento e transporte [5].

Com base nesses estudos pretendeu-se obter uma blenda polimérica com propriedades melhores do que a resina epóxi diglicidil éter de bisfenol A (DGEBA) pura e do que o polímero etileno-propileno-dieno (EPDM) isolado.

## Experimental

### Matérias-primas

Para realização deste trabalho, foram utilizadas amostras extrudadas de compostos de diglicidil éter de bisfenol A (DGEBA) fornecido pela Silaex Química Ltda e o EPDM em frações de 25% e 50% em massa, cedido pelas Indústrias Éspere da Lanxess. O DGEBA possui de 195-215 *epoxy equivalent weight* (EEW) e sua densidade é de 1,12 g/cm<sup>3</sup>. O EPDM utilizado possui granulometria de 63-100 µm e dureza de 40 Shore A. A porcentagem em massa de etileno presente é de 70% e sua viscosidade *Mooney ML* (1+4) a 125°C está entre 50-59.

### Métodos

As blendas foram obtidas pela mistura em uma extrusora dupla rosca modelo AX16LD40 da AX Plásticos Máquinas Técnicas Ltda, localizada no Centro de Tecnologia das Radiações (CTR) do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/CNEN-SP). As amostras foram preparadas de acordo com as porcentagens dos materiais apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Amostras e porcentagens das matérias-primas utilizadas

<b>AMOSTRAS</b>	<b>MATÉRIA-PRIMA</b>
Composto 1 – C1	100% EPDM
Composto 2 – C2	25% DGEBA+75% EPDM
Composto 3 – C3	50% DGEBA+50% EPDM

Após os materiais terem sido extrudados, os compostos foram colocados um a um em uma prensa térmica do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Presbiteriana Mackenzie a uma temperatura controlada de 80°C por 10 min. Essa temperatura controlada permitiu alcançar a completa cura e obter a blenda de DGEBA/EPDM termicamente estável com espessura de 1 mm.

As amostras das blendas de DGEBA/EPDM foram irradiadas com doses de 30 e 60 kGy a uma taxa de dose fixa de 22,41 kGy/s no acelerador de elétrons Dynamitron JOB188 do CTR do IPEN-CNEN/SP. Posteriormente as amostras foram submetidas aos mesmos processos de caracterização realizado para as blendas não irradiadas.

Após o processo de irradiação, as blendas irradiadas e não irradiadas foram submetidas ao ensaio de quimiluminescência realizado no Departamento de Materiais Avançados do Instituto Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento para Engenharia Elétrica (ICPE-CA) em Bucareste na Romênia. A espectroscopia de absorção por transformada de Fourier (FTIR) foi realizada no equipamento modelo Spectrum One da Perkin Elmer, acoplado com dispositivo universal ATR *Sampling Accessory*, no modo de transmitância com frequência média (MIR) e resolução de 2 cm<sup>-1</sup>, localizado no laboratório de análises do CTR do IPEN-CNEN/SP.

## Resultados e Discussão

### Quimiluminescência

Os resultados obtidos para a quimiluminescência (CL) das blendas estão mostrados nas Figuras 1 e 2. As curvas isotérmicas exibiram a intensidade da emissão de quimiluminescência em função do tempo e as curvas não isotérmicas exibiram a intensidade da emissão de quimiluminescência em função da temperatura.

Na curva isotérmica dos compostos C1, observou-se que o composto não irradiado iniciou o processo de oxidação a partir de 200 min atingindo o seu ápice de oxidação depois de 670 min. No

composto C1 – 60 kGy, a oxidação iniciou-se logo nos primeiros minutos e atingiu o seu ápice aos 100 min e no composto C1 – 30 kGy, a oxidação iniciou-se também logo nos primeiros minutos e atingiu seu ápice aos 145 min. Na curva não isotérmica, observou-se que a oxidação iniciou-se simultaneamente para os três compostos a 180°C, havendo uma variação na intensidade da CL entre 200 e 250°C, porém, o pico de emissão de CL para os três compostos ocorreu a 250°C.

Na curva isotérmica dos compostos C2, o composto não irradiado também iniciou o processo de oxidação a partir de 200 min atingindo o seu ápice de oxidação a 900 min. No composto C2 – 30 kGy, a oxidação iniciou-se logo nos primeiros minutos e atingiu o seu ápice aos 130 min e no composto C2 – 60 kGy, a oxidação iniciou-se também logo nos primeiros minutos e atingiu seu ápice aos 100 min. Na curva não isotérmica, observou-se que a oxidação iniciou-se simultaneamente para os três compostos a 160°C, havendo uma variação na intensidade da CL entre 185 e 250°C, porém, o pico de emissão de CL para os três compostos ocorreu a 250°C.

Na curva isotérmica dos compostos C3, observou-se que o composto não irradiado iniciou o processo de oxidação a partir de 200 min atingindo o seu ápice de oxidação e emissão da CL a 700 min. No composto C3 – 60 kGy, a oxidação iniciou-se logo nos primeiros minutos e atingiu o seu ápice aos 100 min. No composto C3 – 30 kGy, a oxidação iniciou-se também logo nos primeiros minutos e atingiu seu ápice de emissão da CL aos 135 min. Na curva não isotérmica, observou-se que a oxidação e emissão da CL iniciou-se simultaneamente para os três compostos a 180°C, havendo uma variação na intensidade da CL entre 180 e 250°C, porém, o pico da emissão de CL para os três compostos ocorreu a 250°C.

Figura 1 - Curvas isotérmicas de quimiluminescência para os compostos de DGEBA/EPDM

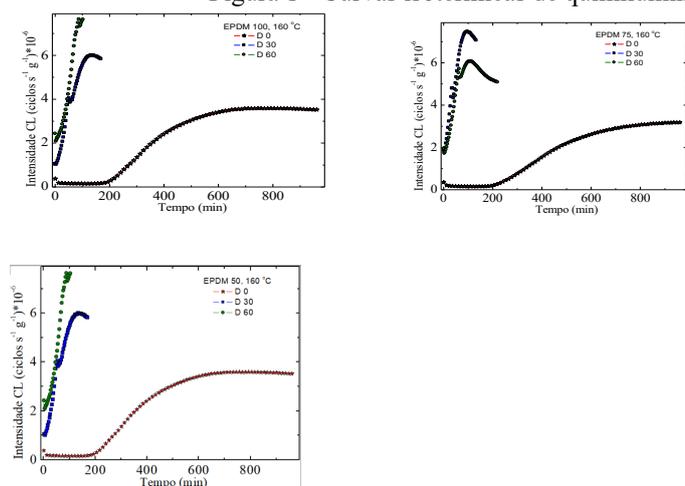
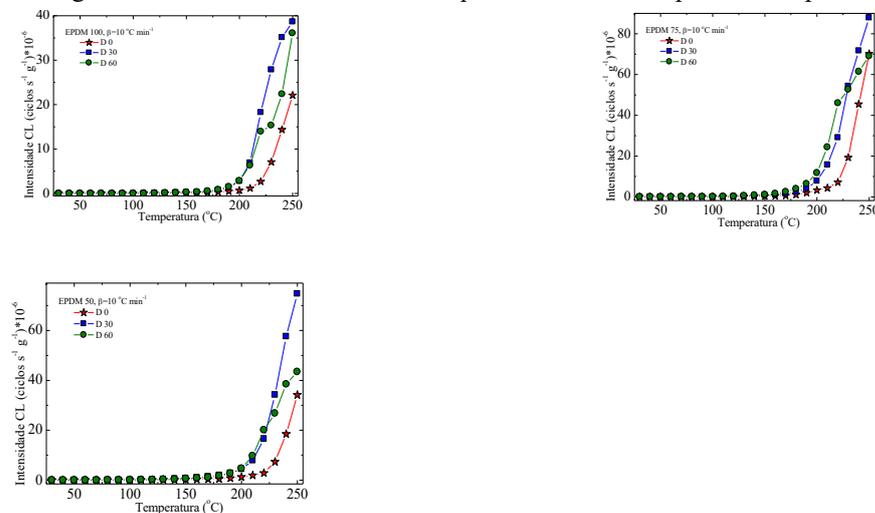


Figura 2 - Curvas não-isotérmicas de quimiluminescência para os compostos de DGEBA/EPDM



### *Espectroscopia de absorção por transformada de Fourier (FTIR)*

Os espectros de absorção no infravermelho por transformada de Fourier estão mostrados nas Figuras 3 a 5.

Nos compostos C1, observou-se picos de alta frequência caracterizando grupos alcenos ( $3000\text{ cm}^{-1}$  a  $3200\text{ cm}^{-1}$ ) e picos de baixa frequência caracterizando compostos aromáticos ( $1400\text{ cm}^{-1}$  a  $1600\text{ cm}^{-1}$ ).

Na análise dos espectros dos compostos C2 e C3, observou-se picos de alta frequência caracterizando grupos éter ( $1275\text{ cm}^{-1}$  a  $1200\text{ cm}^{-1}$ ) e ( $1075\text{ cm}^{-1}$  a  $1020\text{ cm}^{-1}$ ), picos de alta frequência caracterizando grupos alquilas não aromáticos ( $900\text{ cm}^{-1}$  a  $650\text{ cm}^{-1}$ ), picos de alta frequência caracterizando grupos aromáticos ( $1400\text{ cm}^{-1}$  a  $1600\text{ cm}^{-1}$ ) e grupos de baixa frequência caracterizando grupos metil ( $2926\text{ cm}^{-1}$  a  $2853\text{ cm}^{-1}$ ).

Figura 3 - Espectros de absorção no infravermelho por transformada de Fourier do EPDM puro não irradiado e irradiado

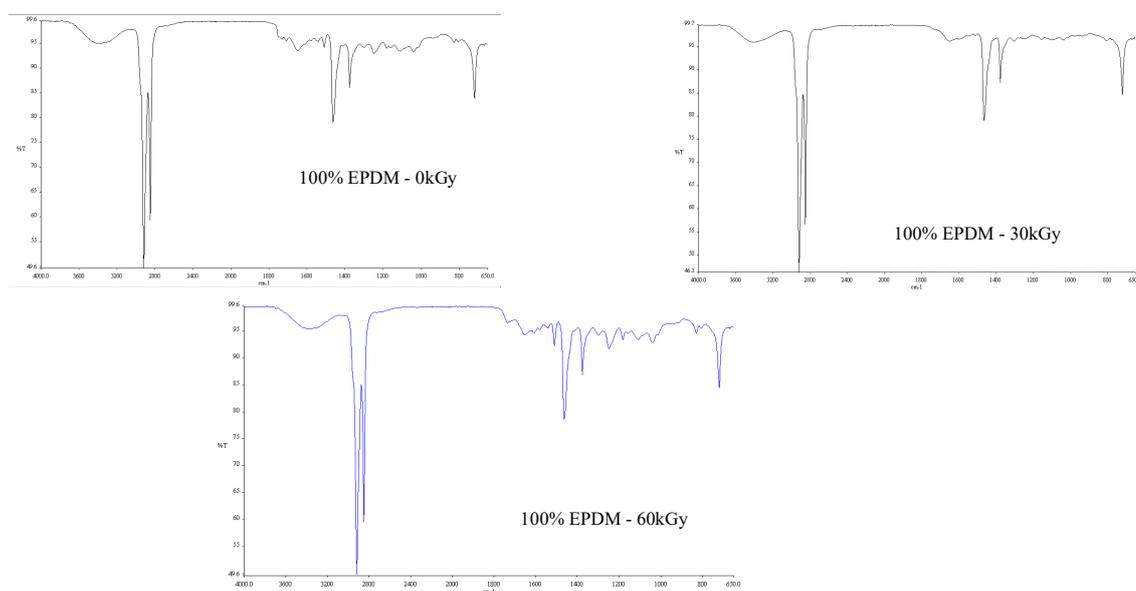


Figura 4 - Espectros de absorção no infravermelho por transformada de Fourier das blendas de 25%DGEBA/75% EPDM não irradiadas e irradiadas

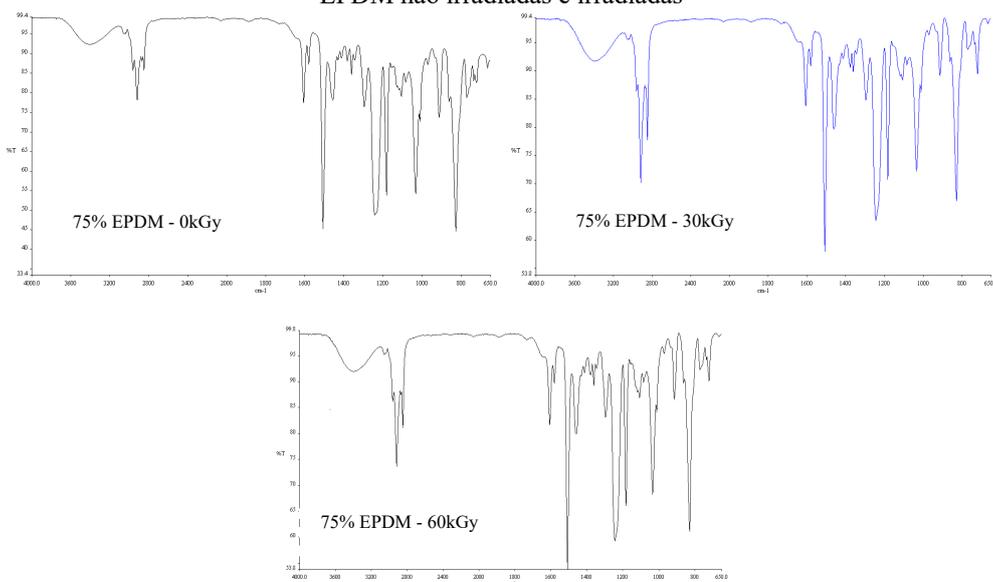
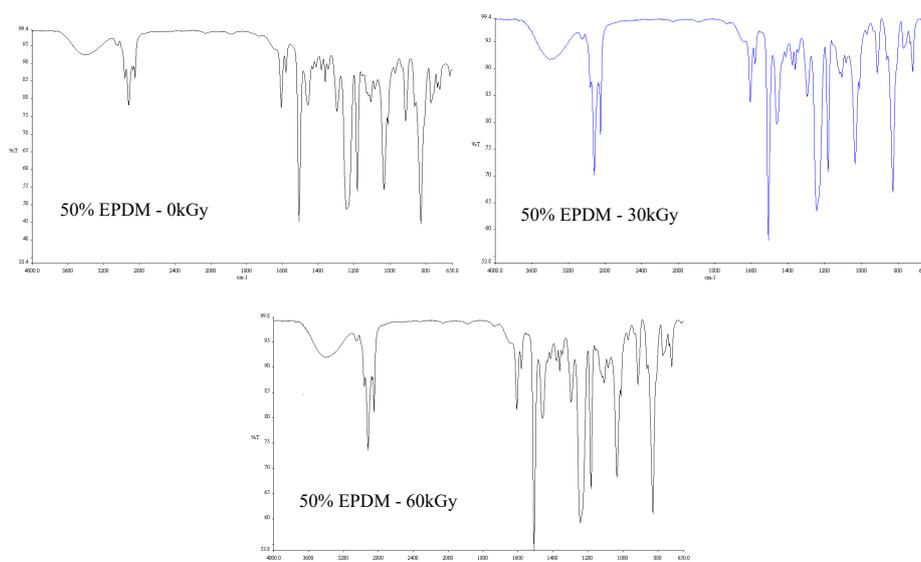


Figura 5 - Espectros de absorção no infravermelho por transformada de Fourier das blendas de 50% DGEBA/50% EPDM não irradiadas e irradiadas



De acordo com os resultados obtidos observou-se que não houve variação nos picos de absorção das blendas de DGEBA/EPDM irradiadas e não irradiadas.

### Conclusões

A análise da espectroscopia de absorção por transformada de Fourier, indicou que o processo de irradiação não alterou os picos de absorção das blendas de DGEBA/EPDM. A análise de quimiluminescência demonstrou que o processo de irradiação nas blendas de DGEBA/EPDM, reduziu o tempo de emissão de luz, que corresponde ao momento em que ocorreu a cisão das cadeias moleculares no processo de oxidação. O processo de irradiação aumentou a oxidação e consequentemente a degradação da blenda, certamente devido a reticulação e enrijecimento da mobilidade das cadeias moleculares. Assim sendo, pode-se concluir que as blendas irradiadas de DGEBA/EPDM podem ser usadas em aplicações específicas de acordo com a temperatura de degradação das blendas.

### Agradecimentos

Às Indústrias Éspere e em especial ao Prof. Dr. Fábio Éspere pelas amostras cedidas de EPDM para a realização desse trabalho.

À Universidade Presbiteriana Mackenzie e em especial aos técnicos Cabral e Mauro do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Presbiteriana Mackenzie.

À FAPESP, processo n° 2019/01231-2, pelo apoio financeiro para a realização deste trabalho e ao auxílio coletivo de n° 2019/16450-1 para a participação no 15° CBPol.

### Referências

1. B. B. Johnsen; A. J. Kinloch; R. D. Mohammed; A. C. Taylor; S. Sprenger, *Polymer*. 2006, 48, 530-541.
2. A. B. Saleh; Z. A. Ishak; A. S. Hashim; W. A. Kamil; U. S. Ishiaku. *Physicsprocedia*. 2014, 55, 129-137.
3. C. Schoberleitner; V. M. Archodoulaki; T. Koch; S. Luftl; M. Werderitsch; G. Kuschning. *Materials*, 2013, 6, 5490-5501.
4. A.J. Domb; J. Slager. *Polymers for Advanced Technologies*, 2003, 13, 951-959.
5. M. C. Evora, Dissertação de Mestrado, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, 2001.