



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE
PRÓ - REITORIA DE PÓS - GRADUAÇÃO E PESQUISA
PROGRAMA DE PÓS - GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS
MESTRADO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

ANA PAULA DE SANTANA BOMFIM

**“FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE REVESTIMENTOS A
BASE DE RESINA EPÓXI COM AGENTES DE CARGAS
COMERCIAIS”**

SÃO CRISTOVÃO, SE

MARÇO, 2012

ANA PAULA DE SANTANA BOMFIM

**FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE REVESTIMENTOS A
BASE DE RESINA EPÓXI COM AGENTES DE CARGAS
COMERCIAIS**

Dissertação de Mestrado apresentada
ao Programa de Pós - Graduação em
Ciência e Engenharia de Materiais da
Universidade Federal de Sergipe, para
obtenção do grau de Mestre em
Ciência e Engenharia de Materiais.

Área de Concentração: Propriedades e Desenvolvimento de Materiais.
Orientador: Prof. Dr. Marcelo Andrade Macêdo

SÃO CRISTOVÃO, SE

MARÇO, 2012

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE

B695f Bomfim, Ana Paula de Santana
Fabricação e caracterização de revestimentos a base de resina epóxi com agentes de cargas comerciais / Ana Paula de Santana Bomfim ; orientador Marcelo Andrade Macedo. – São Cristóvão, 2012.
50 f. ; il.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais)– Universidade Federal de Sergipe, 2012.

1. Engenharia de materiais. 2. Resinas epóxi. 3. Compósitos particulados. 4. Pigmentos. 5. Agente de carga. I. Macedo, Marcelo Andrade, orient. II. Título

CDU: 620:678.686

AGRADECIMENTOS

A Deus primeiramente por ter me concedido a graça de ter nascido e me agraciado cada dia da minha vida com saúde, sem a fé em Deus eu nada seria.

A minha adorável e dedicada mãe por ter compreendido toda vez que eu negava algo por estar estudando ou trabalhando, por seu amor imensurável e apoio incondicional, por sempre acreditar que eu iria conseguir mais essa etapa na minha vida.

Ao meu irmão, cunhada e sobrinha que acreditam na minha força de vontade e tem orgulho de mim, da trajetória que eu escolhi.

As minhas tias, tios, primas, primos e afilhados que sempre acreditaram que eu conseguiria e compreendem a minha falta em momentos especiais por causa dos estudos. Em especial ao meu tio e tia (do coração) Josué e Ana Maria, que sempre me apoiaram desde quando eu vim morar em Aracaju pela primeira vez, me dando carinho e um lar.

As minhas amigas que estiveram comigo nos momentos bons e ruins, que não me ligaram chamando pra mais uma festinha, para não me perturbar e me deixar estudar, obrigada por tudo amigas, Tati (galega do coração) pela companhia em todos os momentos, Maria (amore) pelas missas e palavras incentivadoras, Fabiana (louca) pelos momentos de risada sem fim, Carol, Neide, Tarsyla, Ana Márcia, Katiane, desculpas se esqueci de alguém, vocês estarão sempre em meu coração.

Aos meus queridos alunos da Faculdade Pio Décimo, que compreenderão os momentos de falta por estudar para alguma prova, ou ir ao laboratório para retirada de algum material.

A coordenação da Faculdade Pio Décimo na pessoa da professora Lenalda e professor Sebastião, aos coordenadores Sandro Yuri, Wolney, Jetter, que compreenderão esse momento de estudo e me apoiaram.

Aos técnicos e funcionários da UFS que sempre estavam presente e nunca me negaram nenhum favor, não sei como agradecer a todos vocês, André, Cláudia, Adriana, Cochiran, Kaká, Shirlei, Cliffson.

Um agradecimento especial aos eternos alunos da UFS, Diego, Renata, Mayara, Mikaele, Silvando, Thiago, e aos meus colegas de pesquisa, Nilson (você é muito especial), Bruna, Aline, Anderson, Yvens, Charlene, Ivory.

Ao professor Frederico Cunha pelo apoio intelectual e emocional na escrita e defesa da dissertação, a Marcos pelo ensinamento do uso do apoio Raman.

Ao professor Marcos Sasaki pela ilustre presença na defesa da dissertação.

E finalmente, e mais do que especial ao meu orientador Marcelo Macedo, seus ensinamentos e palavras de sabedoria sempre ficarão guardados no meu coração, obrigada por não ter desistido de mim.

Escrever esse agradecimento foi um momento único e inesquecível, pois ele sela mais um ciclo cumprido na minha vida. Obrigada a todos e desculpa a todos que eu me esqueci de colocar o nome.

ABSTRACT

Epoxy resins are polymeric thermosets used for a long time in several areas of engineering. Due to its brittleness, its use is somewhat restricted and several studies are underway to improve its mechanical properties.

Particulate products such as pigments have as their primary task change the color, but in many circumstances they can also improve the matrix in which they are inserted, improving its mechanical strength and protecting it against atmospheric influence.

In this work we will use a particulate product which possesses on its formulation not only pigments but also reinforcement materials. This particular type of particulate material is commercially available under the fantasy name of “PóXadrez” and is produced by LANXESS. We chose to study the red and blue versions. The powder was analysed by x-ray fluorescence and the results indicate clearly the presence of not only pigments but also reinforcement agents. The mechanical essays, such as stress and flexion, indicated a decrease of the rupture stress of both essays when compared to the pure resin. However, surprisingly, the Young modulus has increased in the flexion essays. Scanning Electron Microscopy analysis indicated an homogeneous incorporation of the red pigment whereas the blue pigment tended to agglomerate. Raman Spectroscopy analysis indicated that the vibrational spectrum of the epoxy resin was not changed upon introduction of the pigments.

Keywords: Epoxy, particulate composites, pigments, reinforcement agents

RESUMO

Resina epóxi são polímeros termorrígidos há muito tempo utilizado em diversas áreas da engenharia, por possuir a propriedade de fragilidade o uso dessa resina são muito restritos, diversos estudos são realizados para melhorar as propriedades da resina.

Compostos particulados são em sua em boa parte pigmentos que tem com funcionalidade dá cor e em muitas vezes melhorar a matriz em que é incorporada, dando força a película e protegendo contra agentes atmosféricos.

Neste trabalho utilizaremos o composto particulado, que além de atribuir cor a matriz polimérica possui agentes de cargas na sua composição, esse compósito particulado é o pó xadrez da fabricante LANXESS na cor azul e vermelha, que é adquirido de forma comercial e analisado em fluorescência de raio X comprovando que o material adquirido não possui somente pigmentos, como também agentes de carga. Análise de ensaios mecânicos, tais como tração e flexão foram notadas decréscimo na tensão de ruptura de ambos os ensaios, mas, porém o módulo de Young aumentou nos ensaios de flexão. A microscopia eletrônica de varredura mostra uma incorporação homogênea no pigmento de cor vermelha e aglomerações no pigmento de cor azul. A espectroscopia Raman demonstrou que o pigmento não alterou as bandas de frequência da resina epóxi.

Palavras Chave: Resina epóxi, compósitos particulados, pigmento, agentes de carga.

SUMÁRIO

1-	Introdução-----	1
2-	Revisão Bibliográfica-----	3
2.1-	<i>Resina Epóxi</i> -----	3
2.2-	<i>Compósitos particulados</i> -----	5
2.3-	Técnicas Experimentais-----	7
2.3.1-	<i>Microscópio eletrônico de varredura</i> -----	7
2.3.2-	<i>Fluorescência de raios X</i> -----	8
2.3.3 –	<i>Espectroscopia Raman</i> -----	9
2.3.4 –	<i>Ensaaios Mecânicos</i> -----	10
3-	Materiais e Métodos-----	14
3.1-	<i>Resina epóxica, agente de cura e agente modificador utilizado</i> -----	14
3.2-	Preparação do compósito resina epóxi-M + pigmento-----	15
3.3-	Preparação dos Corpos de Prova para os ensaios mecânicos-----	16
3.4-	Ensaaios Mecânicos-----	17
3.5-	Fluorescência de Raios X (FRX) -----	19
3.6-	Espectrografia Raman-----	19
3.7-	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) -----	19
4-	Resultados e discussões-----	21
4.1-	<i>Fluorescência de Raios X (FRX)</i> -----	21
4.2-	<i>Ensaaios Mecânicos</i> -----	22
4.2.1 –	<i>Tração</i> -----	22
4.2.2 –	<i>Flexão</i> -----	25
4.2.3 -	<i>Módulo de Young para o ensaio de tração</i> -----	28
4.2.4 -	<i>Módulo de Young para o ensaio de flexão</i> -----	30
4.3-	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura - (MEV)</i> -----	31
4.4-	<i>Espectroscopia Raman</i> -----	36
5-	Conclusões-----	38
6-	Referências Bibliográficas-----	39

1- Introdução

Atualmente, a busca por materiais alternativos de baixo custo e boas propriedades mecânicas para aplicação na construção civil e em projetos arquitetônicos tem sido algo imperativo. Uma boa parte que encarece uma obra é o acabamento final, sobre o qual as indústrias voltadas para esse ramo tende a se especializar e investir em pesquisas, outra preocupação que abrange o mundo é o meio ambiente, fazendo com que cada dia mais utilize a menor quantidade possível de materiais não renováveis, tal como o mármore. A madeira utilizada em acabamento final na construção civil vem preocupando as entidades ambientalistas, por haver tráfico de madeira ilegal, ocasionando o desmatamento.

A aplicação de madeira de reflorestamento pode inviabilizar o preço final pelo acréscimo do valor da madeira, a aplicação do mármore sempre é uma idéia almejada, mas por ter partes da instalação de geometria complicada, limitando a sua aplicação e o custeio, por ser um material frágil.

A união de propriedades de elementos diferentes pode ser obtida pela fabricação de um material compósito. Materiais compósitos são utilizados cada vez mais na engenharia para melhorar as propriedades mecânicas dos compósitos [1]. Em nosso estudo científico estudaremos a união do material particulado com a matriz polimérica resina epóxi, averiguando assim se houve mudança em suas propriedades químicas e físicas.

Compostos particulados podem agregar a matriz polimérica muito de suas propriedades mecânicas, como também suas propriedades químicas. Muito desses compostos particulados são os pigmentos que interagem com a matriz polimérica, podendo unir as propriedades do pigmento com a da matriz polimérica, que além de dar cor à resina epóxi, pode também agregar propriedades químicas e físicas.

O composto particulado estudado em questão é o pó xadrez adquirido de forma comercial ao fabricante LANXESS, muito utilizado para a coloração de cimento que é usado com pisos de locais com muita circulação, o mesmo pigmento também é utilizado para coloração de pisos hidráulicos. O que pode ser uma vantagem ou desvantagem, é o que vamos estudar, são os agentes de carga que vem juntamente com esse pigmento.

A resina epóxi apresenta-se na forma líquida, chegando ao ponto de gel e depois da cura adquire à forma vítrea com alta rigidez. A resina epóxi é um dos polímeros mais utilizados nas engenharias aeronáuticas, navais, automobilística e civil. Por ser muito utilizada nessas áreas de engenharia e ter baixa resistência a trincas, impacto, tração o seu uso é muito restrito e por isso existem muitas pesquisas para tentar mudar esses fatores entre outros.

A resina de uso nesse presente estudo foi a DGEBA (diglicidil éter do bisfenol A), com agentes de cura do grupo amina, ambos da fabricante HUSSTMAN, com um agente modificador que reduz a formação de bolhas durante o processo de preparação [2].

No presente estudo averiguaremos o comportamento mecânico e químico da união do composto particulado pó xadrez com a resina epóxi com o agente modificador, que chamaremos de EPÓXI – M.

2- Revisões da Literatura

2.1- Resina Epóxi

O uso comercial das resinas epóxi começou por volta da década 30, logo em seguida na década de 40 outras patentes foram registradas fazendo estudos complementares da resina epóxi. A partir dessas patentes, o uso dessa resina foi apenas para revestimentos [3], logo em seguida outras pesquisas científicas geraram até o momento vários tipos de polímeros com diversas aplicações. As resinas epóxicas são amplamente utilizadas como adesivos, matrizes para compósitos, revestimentos eletrônicos, construção civil, engenharia naval [4]. Essa variedade se dá pela diversidade de comportamentos que os polímeros podem atingir, um desses comportamentos é o mecânico, onde entra os termoplásticos que sob o efeito de temperatura e pressão amolecem e podem ser moldadas, e quando voltam a ser aquecidas voltam a ser moldadas, são recicladas. Os termorrígidos ou termofixos que sob o efeito da temperatura e pressão subsequentes não retornam a amolecer, não são recicláveis. [5].

As resinas epóxis são polímeros termorrígidos formados de moléculas com o anel C – O – C rígido [6]. As resinas epóxis são convertidas em polímeros termorrígidos pelo processo de cura, a reação de cura poderá ser a temperatura ambiente ou em temperaturas preestabelecidas de acordo com as características finais do produto [7]. Agentes de cura mais conhecidos são os anidridos e as aminas, existem outros tipos de agentes de cura que apresentam alta resistência química à base de aminas modificadas ou poliaminoamidas [8]. Durante o processo de cura, as moléculas C – O – C são abertas e rearranjadas para unir as outras moléculas [6]. A resina epoxídica mais comum é a DGEBA (diglicidil éter do bisphenol A), que resulta da reação entre a epícloridrina e

o bisphenol A, que possui dois grupos epóxi nas extremidades das cadeias, como mostra a figura 1 [3].

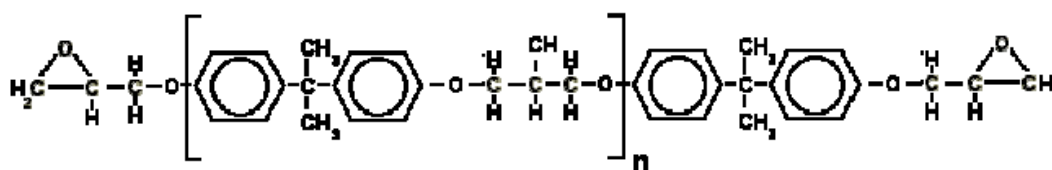


Figura1: Estrutura química de uma resina epóxi

A resina produzida da reação entre o Bisphenol A e a epícloridrina é a resina epóxicas mais utilizada comercialmente [3], o “n” indica o grau de polimerização, quando o “n” está entre 0 e 1 é líquida e números superiores a esse valor indicam que ela é sólida [7], a cura da resina epóxi dar-se-á pela união de amins primárias ou pelos ácidos de Lewis [9].O endurecedor escolhido para esse estudo foi à amina (figura 2), pois oferece boa estabilidade química curada a temperatura ambiente ou até uma temperatura de 153°C [3].

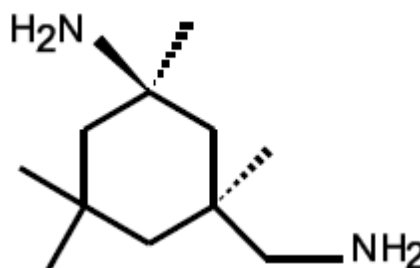


Figura 2: endurecedor Aradur 2963

2.2 – Compósitos particulados

Um material compósito “*é um material formado por dois ou mais componentes, com identidade química e formas diferentes, que se conservam distintos após o processamento e que são separados por uma interface mais ou menos definida. A adesão entre esses componentes é tal que as cargas são transferidas para os elementos de maior resistência mecânica/módulo, geralmente disperso no componente que atua como matriz*” [10].

Materiais compósitos devem apresentar melhorias nas suas propriedades mecânicas, agregando a matriz polimérica original benefícios aos ensaios mecânicos [11]. Esses enchimentos podem ser escolhidos dentro de milhares de opções, como por exemplo, fibras, carbono, cerâmicas e pós. Os pós e cerâmicas na sua grande maioria possuem tamanhos nanométricos [11].

A grande vantagem de adicionar aditivos particulados na matriz polimérica é alterar para melhor suas propriedades, tais como: rigidez, resistência mecânica, dureza, resistência ao desgaste, resistência ao calor e ultravioleta, etc. A depender da partícula adicionada à matriz pode alterar uma dessas propriedades ou todas elas. Outra grande vantagem da adição de partículas é a redução de custo, como vai ser adicionada em certas quantidades para que não altere as propriedades da matriz polimérica, será utilizada uma quantidade menor da matriz, não alterando também suas propriedades.

Muitas dessas partículas adicionadas a matriz polimérica são pigmentos, esses pigmentos também podem dar cores, força a película, resistência aos agentes atmosféricos e a resistência química, e são classificados como: naturais, sintéticos, orgânicos e inorgânicos [9]. As resinas não são totalmente impermeáveis e os pigmentos podem impedir a permeabilidade de agentes corrosivos, vapores de gases, neutralizando-os. As maiores dos pigmentos na forma de pó, aqueles que não são

naturais, vêm com agentes de cargas de cores brancas e que é inerente a corrosão, mas que ajudam a baratear o custo do pigmento, alguns dos agentes de cargas são: mica, talco, caulim, óxido de ferro, micáceo, sílicas, quartzo e óxido de alumínio [12].

Vários fatores devem ser considerados em um estudo de compósitos poliméricos, tais como: comportamento óptico, comportamento mecânico, comportamento térmico, comportamento magnético, elétrico e outros fatores podem ser incluídos no estudo de um compósito particulado, para averiguar a veracidade do compósito [13].

2.3 – Técnicas Experimentais

2.3.1- *Microscópio eletrônico de varredura*

Existem vários tipos de microscópio, o microscópio de eletrônico de transmissão (MET), o microscópio eletrônico de transmissão e varredura (METV) e o microscópio eletrônico de varredura (MEV). O microscópio óptico (MO) usa a luz a formação de imagens e os outros utilizam elétrons para quebrar a barreira da luz visível, a grande vantagem em utilizar um microscópio eletrônico é a resolução da imagem, ficando muito mais próxima [1].

A microscopia eletrônica de varredura tem sido muito utilizada por suas características, análises superficiais ou subsuperficiais, as imagens tornam-se grandes e em três dimensões sendo de fácil análise [1]. A clareza da profundidade do foco que produz imagem em três dimensões ajudou muito o estudo das fraturas em polímeros, o MEV tem a função básica de analisar a morfologia, a microestrutura química e estrutural do mineral ou material. A superfície da amostra é varrida por um feixe de elétrons e os elétrons refletidos são captados por tubos catódicos [14], podendo assim a imagem ser fotografada e aumentada de 20 – 100.000 x. Na figura 3, mostra o esquema do caminho percorrido pelos elétrons.

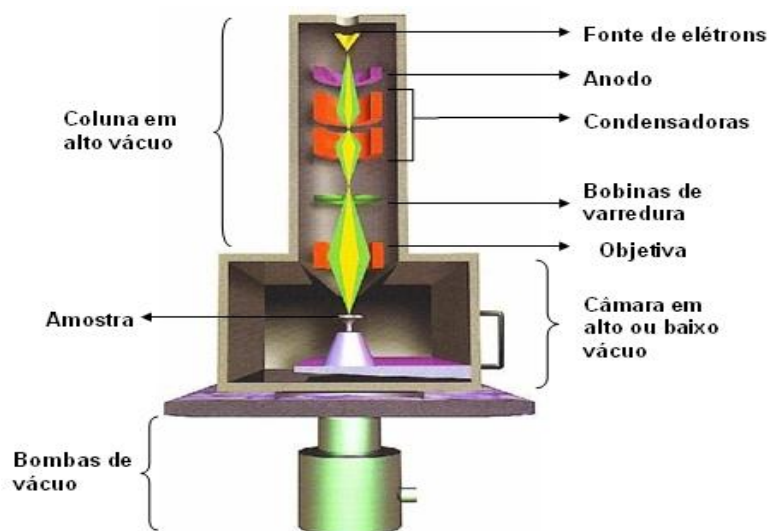


Figura 3: Diagrama esquemático mostrando os principais componentes de um microscópio eletrônico de varredura[15]

2.3.2- Fluorescência de raios X

A Fluorescência de raios X é uma técnica não destrutiva que analisa a composição química do material. Essa técnica foi utilizada nesse presente estudo para analisar a composição química dos pós utilizados, já que o fabricante dos pós não mencionou a composição.

Na fluorescência de raios X uma fonte de raios X que excita os elétrons a subirem a um nível superior após receberem uma energia, por efeito fotoelétrico, figura 4, o elétron estimulado logo em seguida desce a um nível inferior, liberando uma energia que é captada por um detector e lida pelo software, que analisa o espectro de energia liberada, que é típico para cada elemento e assim analisado a quantidade do elemento que possui na amostra [16].

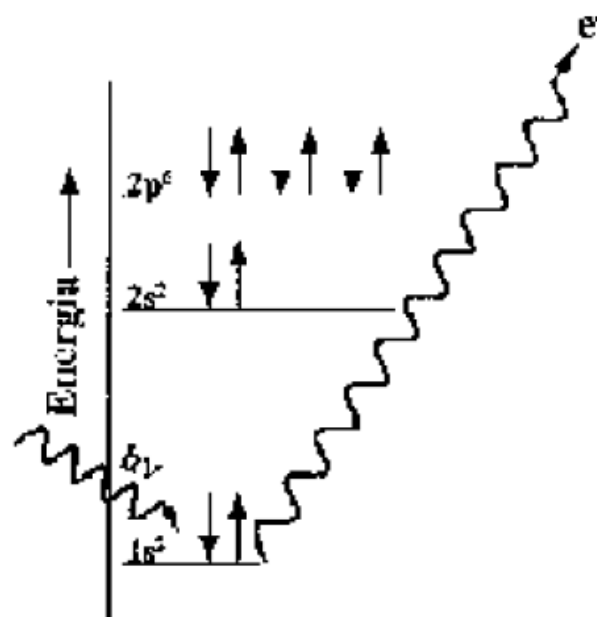


Figura 4: Sistema esquemático da fluorescência de raios X [17].

2.3.3 – Espectroscopia Raman

A espectroscopia Raman é baseada da dispersão não elástica da luz que analisa estrutura de líquidos, gases ou sólidos (amorfos ou cristalinos), analisando também pequenas quantidades de materiais, sendo uma de suas vantagens [16].

Um feixe de luz monocromática interage com o material por meio de radiação eletromagnética, uma luz monocromática, determinando os níveis vibracionais dos átomos e moléculas produzindo uma “impressão digital” de cada tipo de vibração, sendo que as ligações possuem o seu modo vibracional, rotacional, eletrônicos ou combinados [12].

A luz monocromática incide sobre o material e uma parte dessa luz é transmitida, e uma parte é dispersa. A luz dispersada é captada e coletada analisando o comprimento de onda dispersado em função do comprimento de onda da radiação incidente [16]. A energia total analisada pode ser descrita pela equação 1:

$$E = E_{\text{ele}} + E_{\text{vib}} + E_{\text{rot}} \quad (1)$$

Cada pico da espectroscopia Raman pode indicar várias modalidades vibracionais da rede cristalina de um sólido. Esses picos podem fornecer várias informações, forças interatômicas ou intermoleculares, a tensão mecânica atual em um sólido, dentre vários tipos de informações.

Existem vários estudos para a cinética de cura das resinas epóxicas, estabelecendo assim os modos vibracionais das mesmas [18;12]. Na base desses estudos podemos definir os modos vibracionais do composto em análise, sabendo assim se houve mudanças após a adição do corante-carga a resina epóxi, de uma simples mistura ou um novo material.

2.3.4 – Ensaios Mecânicos

Estudos de tração, flexão e compressão pode ser analisado através do gráfico tensão versus deformação figura 5. Durante o ensaio o corpo de prova é colocado sob deformação em condições controladas, velocidade constante até que haja deformação ou até a deformação ou tensão pré-estabelecida. Os gráficos obtidos podem ser do tipo tensão sob flexão ou tensão sob tração de acordo com o tipo de ensaio realizado [1].

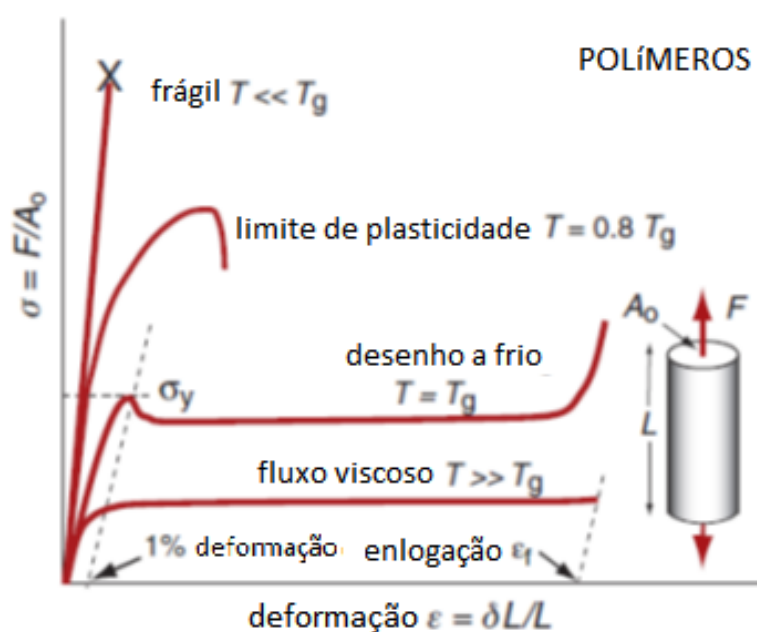


Figura 5: Curva tensão versus deformação[19]

Podemos classificar os polímeros em dúctil ou frágil somente analisando a curva de tensão *versus* deformação. Polímeros com comportamento frágil não tem ponto de escoamento no gráfico, já os polímeros com comportamento dúctil apresentam um ponto de escoamento acentuado. Para saber a tenacidade do material basta calcular a área abaixo da curva. [1].

Tração - Os ensaios são feitos na máquina Universal de Ensaio, que é composta de duas travessas, um móvel e uma fixa, uma célula de carga, mecanismos de direcionamento, fixadores do corpo de prova e extensômetros (figura 6).



Figura 6: Ensaios mecânicos de Tração

Os ensaios e os corpos de prova são regidos por normas técnicas, tais como ISO e ASTM que podem variar de acordo com o comportamento mecânico do polímero. Existe uma questão a ser analisada, são os agregados adicionados ao polímero. Esses agregados são particulados, fios, e de outros vários tipos. Existe uma norma técnica para cada tipo de agregado com o polímero específico, no presente estudo utilizamos as

normas técnicas de polímeros termorrígidos com compostos particulados, **ISO 527-2B**, **ASTM D638** (figura 7).



Figura 7: Corpos de prova seguindo a norma ISO 527-2B.

Flexão – Os ensaios de flexão foram realizados na máquina universal de ensaios que consta de um aparato de três pontos, a parte superior com um pontomóvel, a parte inferior com dois pontos fixos (figura 8).

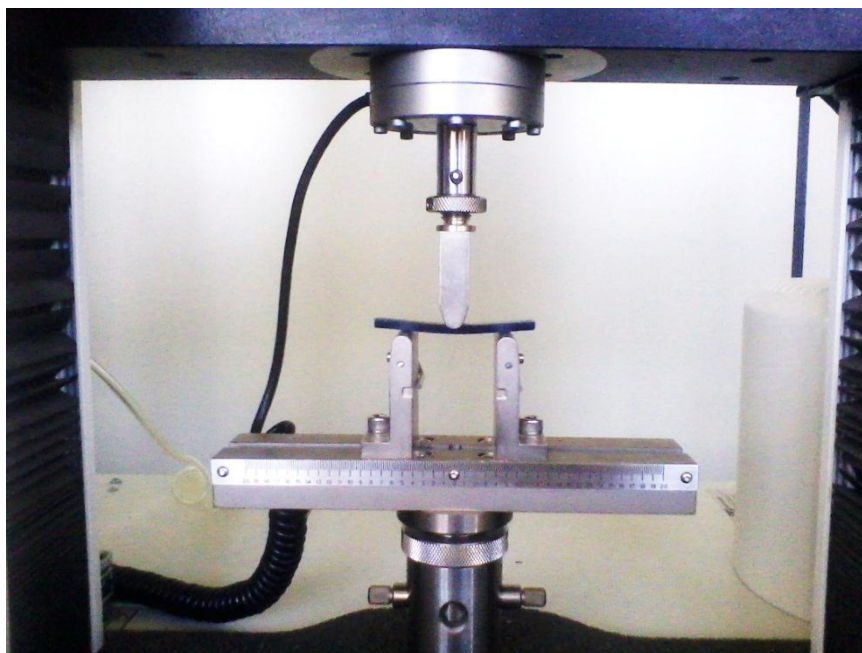


Figura 8: Máquina Universal de ensaios Mecânicos para flexão.

Os corpos de prova são feitos de acordo com cada norma que rege para a matriz polimérica e o seu agregado, no presente estudo a norma seguida foi a **ISO 178**, para compósitos particulados moldados (figura 9).

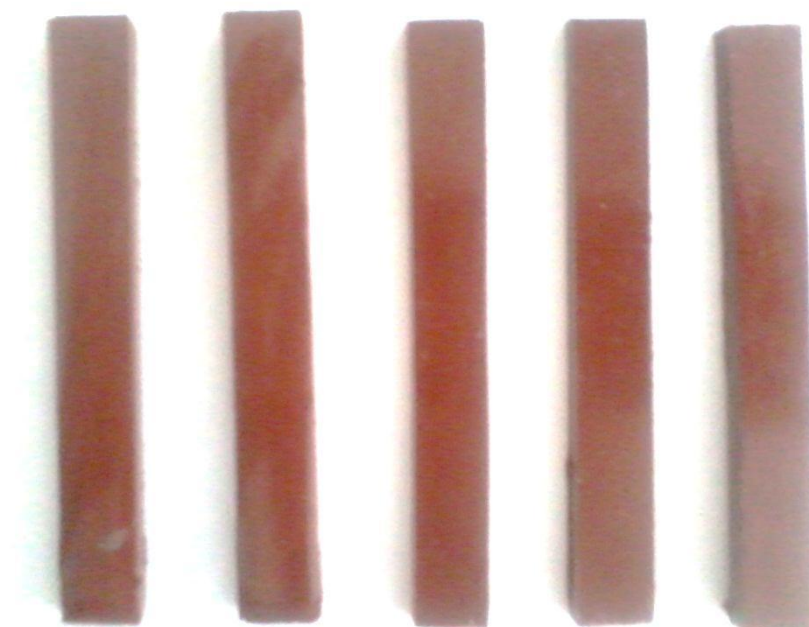


Figura 9: Corpos de prova para ensaios mecânicos de flexão.

3- Materiais e Métodos

3.1 – Resinaepóxica, agente de cura e agente modificador utilizado

Para a fabricação dos corpos de prova, obtivemos uma reação entre a *Araldite* GY 279 (resina) e o *Aradur* 2963 (endurecedor), ambos da fabricante HUNTSMAN. Os dados característicos da *Araldite* e do *Aradur* são representados na tabela 1 e 2 respectivamente que foram cedido pelo fabricante.

Tabela 1: Dados característicos da Araldite GY 279 [HUNSTMAN, 2009]

Estado Físico		Líquido
Viscosidade a 25° C	mPas	500 - 700
Equivalente Epoxi	g/Eq	192 - 213
Teor Epoxi	Eq/kg	4,70 - 5,20
Cor (Gardner)	-	≤ 3
Peso Específico a 20°C.	g/cm ³	1,10

Tabela 2: Dados característicos do Aradur 2963 [HUNSTMAN, 2009]

Aspecto	visual	Líquido claro
Cor (Gardner)	-	2 max.
Índice de amina	Eq-kg	5,80 – 6,20
Viscosidade à 25°C (ISO12058-1)	MPas	30 – 70
Hidrogênio ativo – H ⁺	g	85
Densidade à 25 °C (ISO1675)	g/cm ³	1,00
Ponto de fulgor (ISO2719)	°C	> 108

A proporção de mistura foi de uma relação de 3:1, sendo 3 partes de massa de araldite e 1 parte de massa de aradur, em seguida, foi adicionado 5% do agente modificador em relação a massa total (araldite + aradur). Essa mistura foi obtida em partes de peso, adicionadas em um Becker de vidro e misturadas com um agitador mecânico por 3 minutos até obter uma mistura homogênea, obtendo-se finalmente a resina epóxi-M.

3.2 – Preparação do compósito resina epóxi-M + pigmento

As partículas adicionadas à resina epóxi foram escolhidas de uma forma que barateasse o custo da fabricação em grande escala, por isso foi escolhido o pó xadrez da marca LANXESS, já que a venda em atacado proporciona um baixo custo, na fabricação do compósito em grande escala. Após testes iniciais, para esse estudo foi escolhido às cores azul e vermelho já que tiveram o pior e melhor desempenho respectivamente. O “color index” fornecido pelo fabricante é o “Pigment blue” 15 (74160) e o “pigment red” 101 (77491), azul e vermelho, respectivamente.

O percentual de pigmento para a elaboração dos corpos de prova foi escolhida da seguinte forma, 5, 10, 15, 20 e 30%. Essas porcentagens foram calculadas a partir da massa total do sistema, seguindo a equação 2.

$$D = \frac{res \times por}{100 - por} \quad (2)$$

Onde D é a quantidade em massa (gramas) do pigmento, res é o valor em massa (gramas) total da resina, por é a porcentagem do pigmento a ser utilizado na mistura. Após a homogeneização por 3 minutos da araldite com o aradur e o agente modificador, a massa do pigmento é adicionada a mistura e homogeneizado por mais 3 minutos com agitação mecânica.

3.3 – Preparação dos Corpos de Prova para os ensaios mecânicos

As misturas descritas acima foram vertidas logo após o tempo de homogeneização em moldes confeccionados de acordo com normas para cada tipo de ensaio.

- **TRAÇÃO** – o molde de inox fabricado de acordo com as com a norma ISO 527-2/1B/5 para ensaios de tração que é previamente revestido com um desmoldante a base de PVC, Figura 10



Figura 10: Molde de inox fabricado de acordo com a norma ISO 527-B

Os corpos de provas foram confeccionados de acordo com a norma ISO 527-2/1B/5, cujas dimensões estão descritas na figura 11.

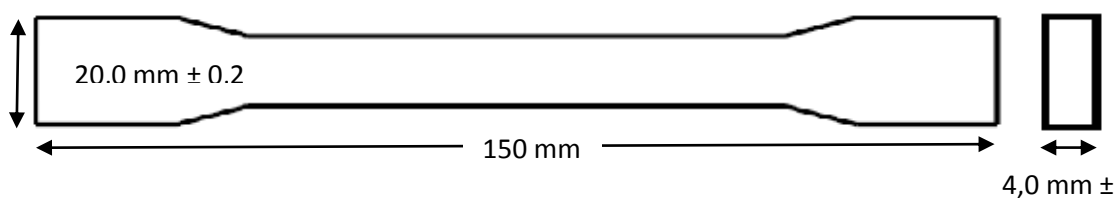


Figura 11: Dimensões dos corpos de prova para ensaios de tração.

- **FLEXÃO** - Para os corpos de prova dos ensaios de flexão foi confeccionado um molde de teflon comacrílico, como prediz a norma ISO 178:1993 (E) figura 12.

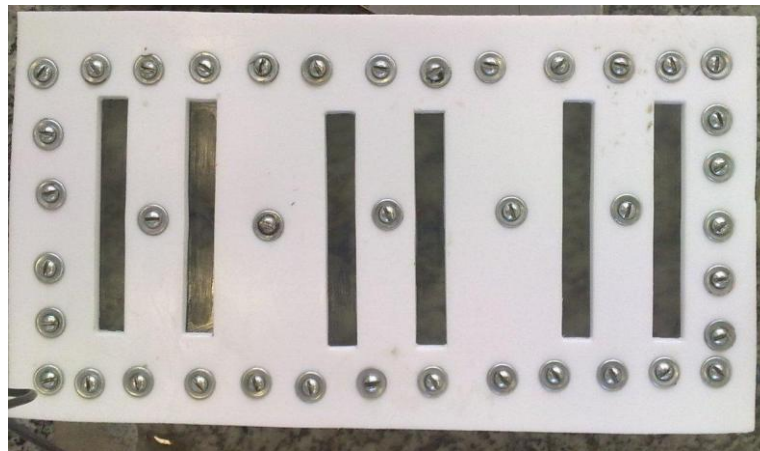


Figura 12: Molde de flexão fabricado com teflon eacrílico.

Os corpos de prova foram confeccionados de acordo com a norma ISO 178:1993 (E), cujas dimensões estão descritas na figura 13.

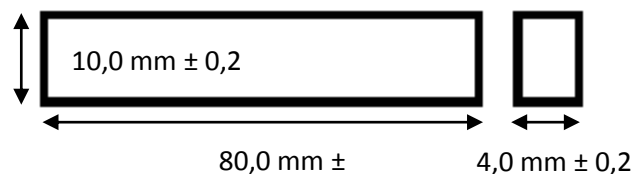


Figura 13: Dimensões dos corpos de prova para ensaios de flexão

Após o tempo de cura de 24 horas, os corpos de prova são removidos dos moldes e armazenados por 21 dias de tempo de cura em temperatura ambiente (28°C) logo após serem realizados os ensaios mecânicos, as medidas de espectroscopia Raman e de Microscopia eletrônica de varredura (MEV).

3.4 – Ensaios Mecânicos

Todos os ensaios mecânicos foram feitos na máquina universal da fabricante INSTRON 3367. Alternando as células de carga para os ensaios de tração e de flexão, todas as medidas foram feitas em temperatura ambiente de 20°C. Para os ensaios de

tração a célula de carga utilizada foi de 30 kN, com velocidade 5 mm/min e para os ensaios de flexão as células de carga foi de 5 kN, com velocidade de 1 mm/min.

Nos ensaios mecânicos de tração e flexão foi calculado em conjunto o módulo de Young, que mede a rigidez do polímero e depende fundamentalmente das ligações interatômicas. A medida do módulo de Young é calculada a partir da inclinação da reta, assim que começa a deformação do corpo de prova, como ilustra a figura 14.

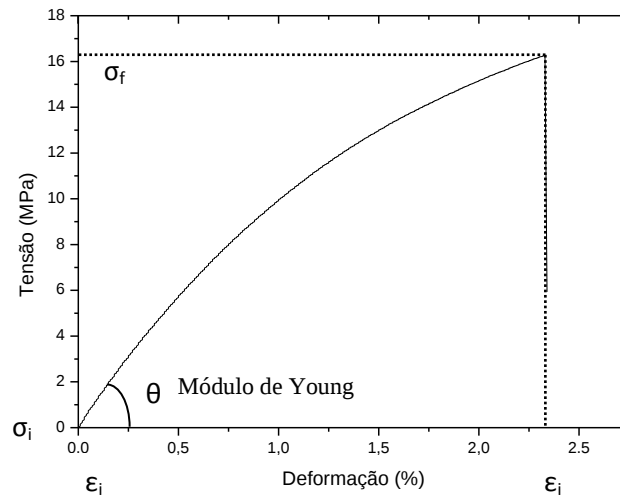


Figura 14: Curva demonstrando o módulo de Young

Outra forma de determinar o Módulo de Young (E) é pela a fórmula determinada através da equação 3.

$$E = \frac{\sigma_f - \sigma_i}{\epsilon_f - \epsilon_i} \quad (3)$$

Onde σ_f é a tensão de ruptura, σ_i é a tensão onde inicia a deformação do corpo de prova, ϵ_f é a deformação final onde ocorre a ruptura do corpo de prova, ϵ_i é a deformação onde começa ocorrer a tensão aplicada.

3.5 – Fluorescência de Raios X (FRX)

A medida de Fluorescência de Raios X foi realizada no modelo S4 PIONNER da fabricante BRUKER, as amostras dos pigmentos foram preparadas em um pastilhador de 40,4 mm de diâmetro, utilizando 10 gramas de pó para cada cor, a espessura de cada pastilha foi de 4 mm para o pó azul e 3,6 mm para o vermelho. As medidas foram realizadas com o intuito de determinar a composição dos pigmentos, já que os mesmos não são sintetizados em nosso laboratório e sim comprados da forma comercial.

3.6 – Espectrografia Raman

As amostras para a medida da espectroscopia Raman foram dispersas em lâminas de vidro para microscópio, as medidas foram realizadas no Espectrômetro RAMAN Dispersivo com software OPUS 6,5 modelo SENTERRA fabricado pela BRUKER, localizado no departamento de Engenharia de Materiais no laboratório Nanobiocida, foram seguidos os seguintes parâmetros para a obtenção dos dados: Laser de excitação: 785 nm e potência 10 mW, resolução espectral: ≈ 3 a 5 cm^{-1} , faixa espectral: 1.200 d , 400 – 1.800, canal de medição: microscópio, abertura: 50 μm , objetiva do microscópio: 20X.

3.7 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As medidas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas no modelo JCM – 51700 do fabricante JEOL, com diversas aproximações, as amostras escolhidas para serem feitas as medidas do MEV foi os pigmentos (pós azul e

vermelho) e os corpos de prova rompidos logo após o ensaio de tração, os corpos de provas com os pigmentos (azul e vermelho) e os pós foram metalizados com prata, e o corpo de prova epóxi-M puro sem pigmento foi metalizado com ouro. A região metalizada foi à secção do rompimento, para analisar o tipo de fratura e a composição interna dos corpos de prova.

4- Resultados e discussões

Nesse capítulo tem como objetivo analisar as medidas obtidas em laboratório, considerando as variações de concentrações do pó xadrez com a resina epóxi-M, para a análise de resistência a tração, flexão, módulo de Young, como também o comportamento químico do compósito por meio da espectroscopia Raman. Os resultados de cada técnica são mostrados em tabelas e em gráficos.

4.1 – Fluorescência de Raios X (FRX)

As medidas foram realizadas no intuito de descobrir a composição dos pigmentos, já que os mesmos não são sintetizados em nosso laboratório e sim comprados da forma comercial, a maioria dos pigmentos vem com agentes de carga e como não sabemos ao certo o que possui nos pigmentos utilizados para esse trabalho, nos auxiliamos ao FRX e como esperados os pigmentos apresentaram alguns tipos carga com o óxido de cálcio (cal) no pigmento azul com maior intensidade e menor intensidade no pigmento vermelho. Os percentuais em massa de cada elemento são listados nas tabelas 3 e 4.

Tabela 3: Percentuais em massa do pigmento azul

O	Ca	Si	Al	Mg	Cu	K	Fe	S	Ti	Mn	C	Total %
48,25	23,32	10,36	8,26	6,88	1,80	0,45	0,42	0,14	0,074	0,022	0,012	100,0

Tabela 4: Percentual em massa dos elementos contidos no pigmento vermelho.

Fe	O	Ca	S	Al	Si	Zn	Mn	Mg
65,11	31,38	1,17	0,66	0,39	0,35	0,25	0,21	0,18
K	Ti	Cu	C	N	Cl	Ba	Total%	

0,1	0,05	0,03	0,022	0,021	0,021	0,023	100	
-----	------	------	-------	-------	-------	-------	-----	--

A coloração vermelha do pó xadrez vermelho se dá pela presença do óxido de ferro, os outros materiais que aparecem são agentes de carga adicionados ao pó, já que o material pode ter sido extraído de uma fonte natural e não ser sintetizado em laboratório. A coloração azul ocorre devido a uma combinação de elementos químicos na composição do pó xadrez.

4.2- Ensaios Mecânicos

Os ensaios mecânicos escolhidos para esse estudo foi o de flexão e de tração e juntamente com esse ensaio, foram calculados o módulo de Young, os resultados obtidos estão dispostos em tabelas e em gráficos. Os corpos de prova foram feitos em quintuplicadas seguindo as normas ISO específicas para ensaios de tração e de flexão e com as concentrações de 0%, 5%, 10%, 25% e 30% pigmento escolhida para esse trabalho.

4.2.1 – Tração

O resultado obtido para os ensaios de tração para os corpos de prova da cor vermelha são mostradas na figura15 e na tabela 5.

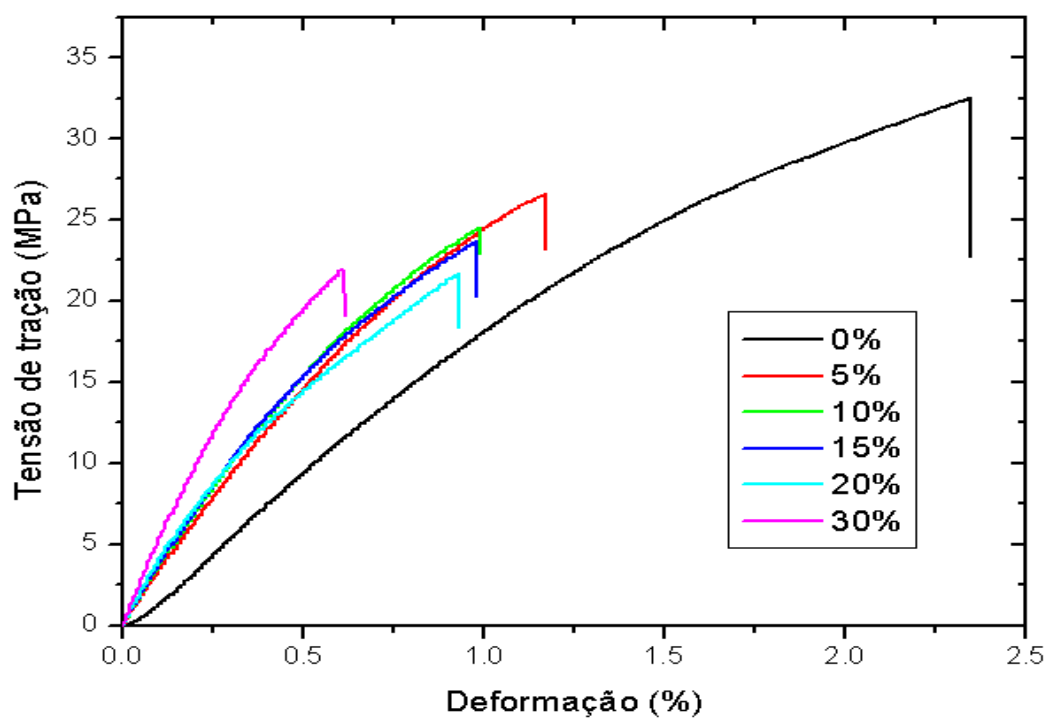


Figura15:Médias das concentrações 0, 5, 10, 15, 20 e 30% para o pó xadrez da cor vermelho.

Tabela5: Valores da tensão de ruptura das concentrações 0, 5, 10, 15, 20 e 30% do pó xadrez vermelho.

	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5	Média (Mpa)	Desvio Padrão
0%	29,99	32,98	36,49	21,48	30,02	30,02	3,63
5%	27,42	26,5	27,54	26,67	27,5	27,42	0,43
10%	24,88	25,38	25,63	26,31	24,48	25,38	0,52
15%	27,44	26,47	25,77	27,12	24,76	26,47	0,83
20%	26,56	23,09	23,3	23,39	20,91	23,3	1,2
30%	24,53	22,41	22,86	25,74	25,32	24,5	1,23

Abaixo está demonstrada a figura 16 e a tabela 6 para os resultados obtidos para o ensaio de tração dos corpos de prova com o pó xadrez azul.

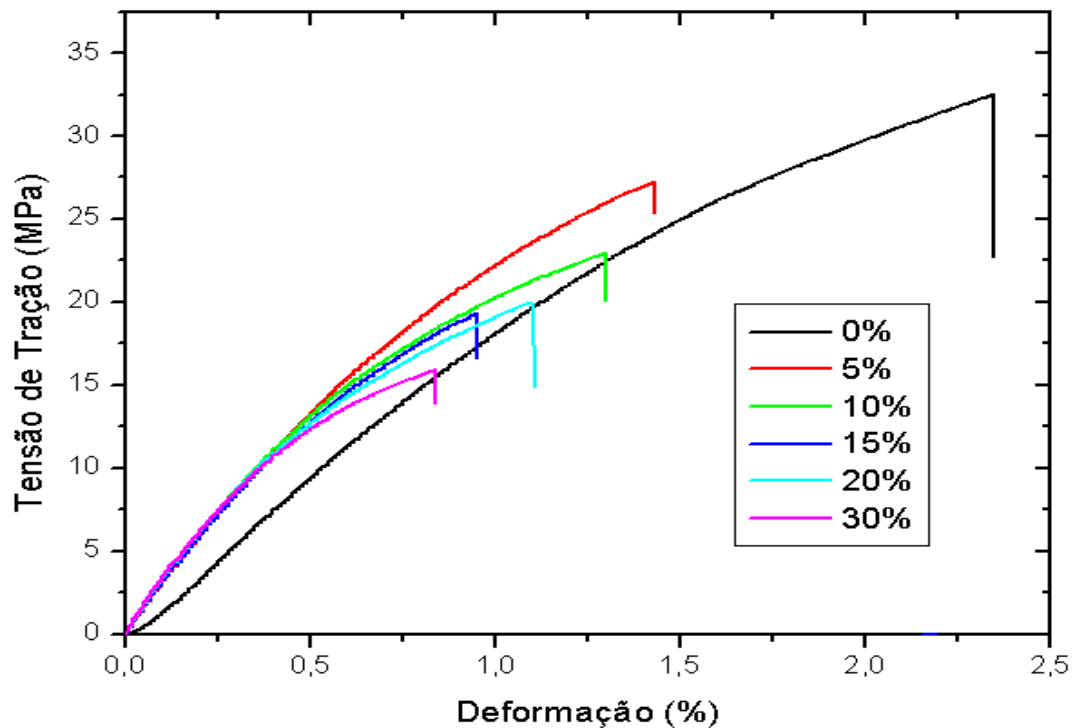


Figura16: Médias das concentrações 0, 5, 10, 15, 20 e 30% para o pó xadrez da cor azul.

Tabela 6: Valores da tensão de ruptura das concentrações 0, 5, 10, 15, 20 e 30% do pó xadrez azul.

	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5	Média (MPa)	Desvio Padrão
0%	29,99	32,98	36,49	21,48	30,02	30,02	3,63
5%	27,84	28,96	29,27	30,33	29,47	29,27	0,61
10%	23,49	24,66	25,88	23,62	23,29	23,62	0,87
15%	21,08	20,07	19,71	21,49	20,82	20,82	0,60
20%	20,82	19,9	20,73	20,59	22,46	20,73	0,62
30%	15,88	16,19	15,73	15,87	17,4	15,88	0,47

Abaixo estão as tabela 7 e a figura 17 comparativos entre o pó xadrez azul e vermelho, demonstrando que para o ensaio de tração o corpo de prova da cor vermelha apresentou uma maior tensão de tração quando comparado com o corpo de prova da cor azul.

Tabela7: Comparação entre o pigmento vermelho e azul, para o ensaio de flexão.

	Tensão de flexão (Mpa)Vermelho	Tensão de flexão (Mpa)Azul
0%	30,02 ± 3,63	30,02 ± 3,63

5%	$27,42 \pm 0,43$	$29,27 \pm 0,62$
10%	$25,38 \pm 0,52$	$23,62 \pm 0,87$
15%	$26,47 \pm 0,84$	$20,82 \pm 0,60$
20%	$23,3 \pm 1,2$	$20,73 \pm 0,62$
30%	$24,53 \pm 1,23$	$15,88 \pm 0,47$

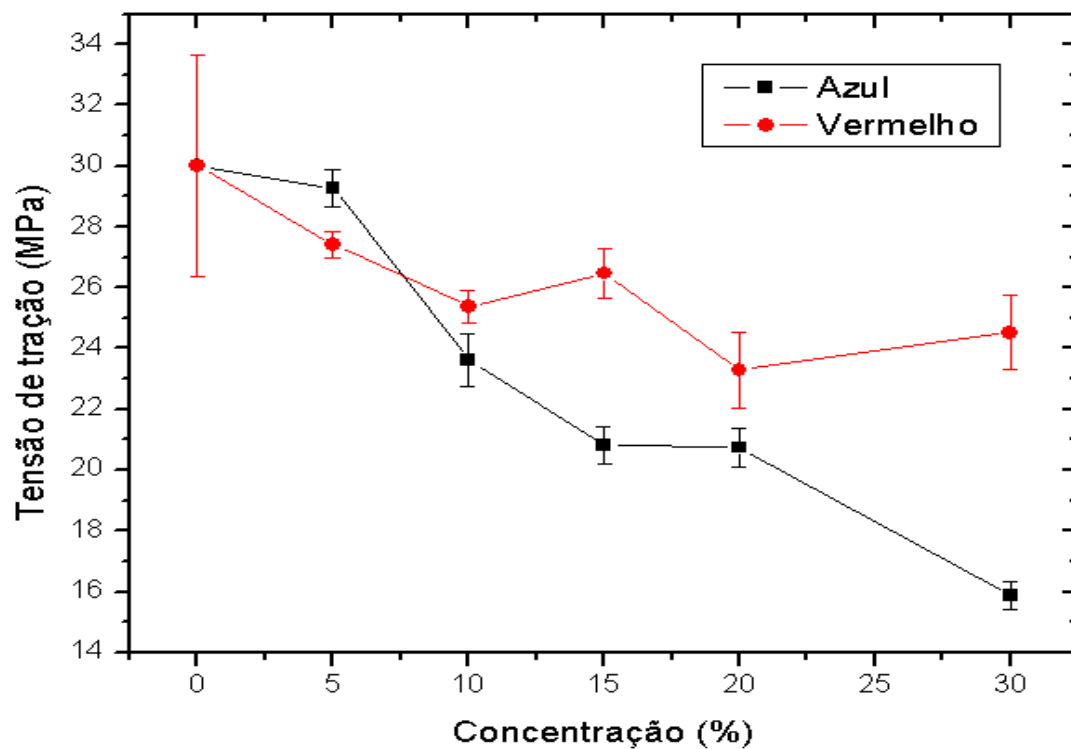


Figura 17: Comparação entre o pigmento vermelho e azul, para o ensaio de tração.

4.2.2 – Flexão

A figura 18 e a tabela 8 mostram os valores obtidos no ensaio de flexão para as cores azul e vermelho do pó xadrez nas concentrações de 0, 5, 10, 15 e 20%.

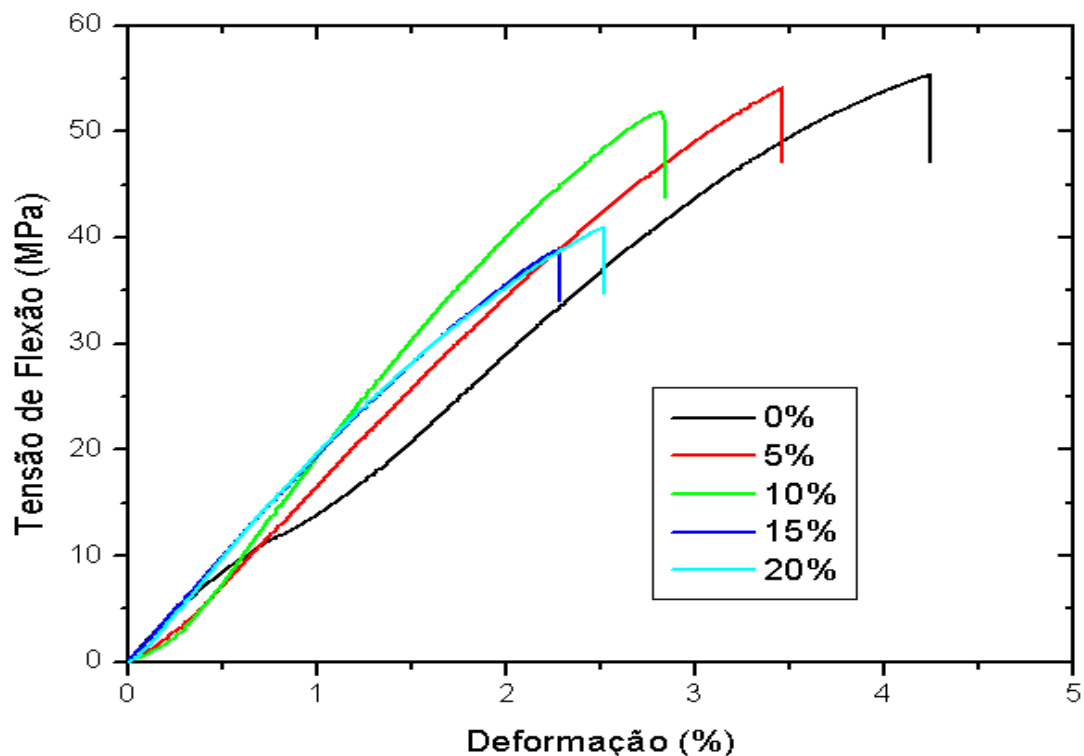


Figura 18: Médias das concentrações 0, 5, 10, 15, 20 % para o pó xadrez da cor azul.

Tabela 8: Valores da tensão de flexão das concentrações 0, 5, 10, 15, 20% do pó xadrez azul

	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5	Média (MPa)	Desvio Padrão
0%	53,09	59,3	54,4	58,21	59,73	58,21	2,56
5%	47,52	67,9	57,15	56,48	58,42	57,15	4,53
10%	48,67	68,44	43,05	49,37	52,32	49,37	6,43
15%	32,65	36,74	41,83	57,36	52,59	41,83	8,59
20%	42,13	42,92	44,34	39,95	37,05	42,13	2,22

Nota - se que os valores de tensão para as concentrações de 0% e 5% praticamente permanece constante, podendo contar com o desvio padrão. Já notando pela figura 18 a deformação da concentração de 0% é maior, suportando uma deflexão superior aos outros corpos de prova. Na literatura já é encontrado esses valores abaixo da concentração de 0% [20]

A figura 19 e a tabela 9 demonstram os valores obtidos pelo ensaio de flexão para a cor vermelha do pó xadrez nas concentrações de 0, 5, 10, 15 e 20%.

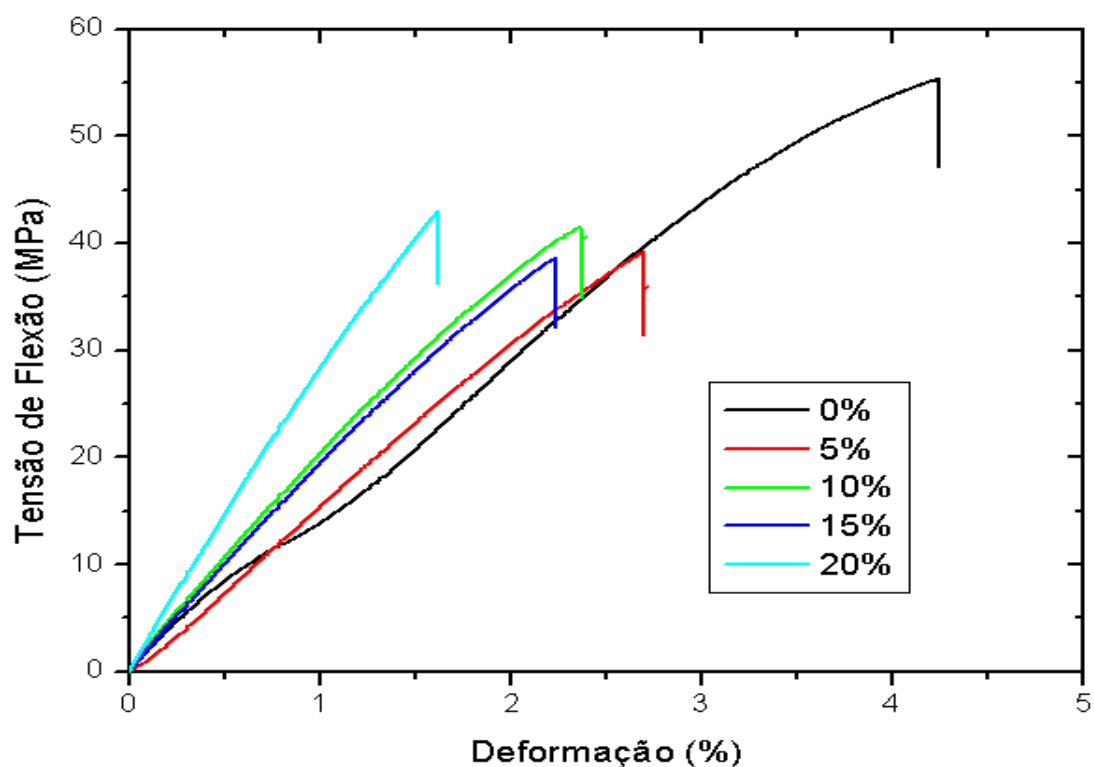


Figura 19: Médias das concentrações 0, 5, 10, 15, 20 e 30% para o pó xadrez da cor vermelho.

Tabela 9: Valores da tensão de flexão das concentrações 0, 5, 10, 15, 20% do pó xadrez Vermelho.

	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5	Média (MPa)	Desvio Padrão
0%	53,09	59,3	54,4	58,21	59,73	58,21	2,56
5%	52,75	54,73	41,78	35,52	42,21	42,21	6,67
10%	46,11	44,26	46,47	44,76	40,05	44,76	1,74
15%	45,38	33,3	41,49	43,96	45,78	43,96	3,67
20%	45,52	41,47	43,4	45,96	46,29	45,52	1,67

Nota-se que à medida que a concentração do pó aumenta a tensão de flexão aumenta isso se deve ao fato de que o pó xadrez possuir poucos agentes de carga, o que pode favorecer o acréscimo do pigmento.

A tabela 10 e a figura 20 demonstram um comparativo entre o pigmento azul e vermelho, quanto a tensão de flexão e as concentrações. Demonstrando que para os ensaios de flexão o pigmento da cor azul demonstra melhor comportamento.

Tabela 10: Comparação entre o pigmento vermelho e azul, para o ensaio de flexão

	tensão de flexão (Mpa)Vermelho	tensão de flexão (Mpa)Azul
--	--------------------------------	----------------------------

0%	58,21 ± 2,56	58,21 ± 2,56
5%	42,21 ± 6,67	57,15 ± 4,53
10%	44,76 ± 1,74	49,37 ± 6,43
15%	43,96 ± 3,67	41,83 ± 8,60
20%	45,52 ± 1,67	42,13 ± 2,22

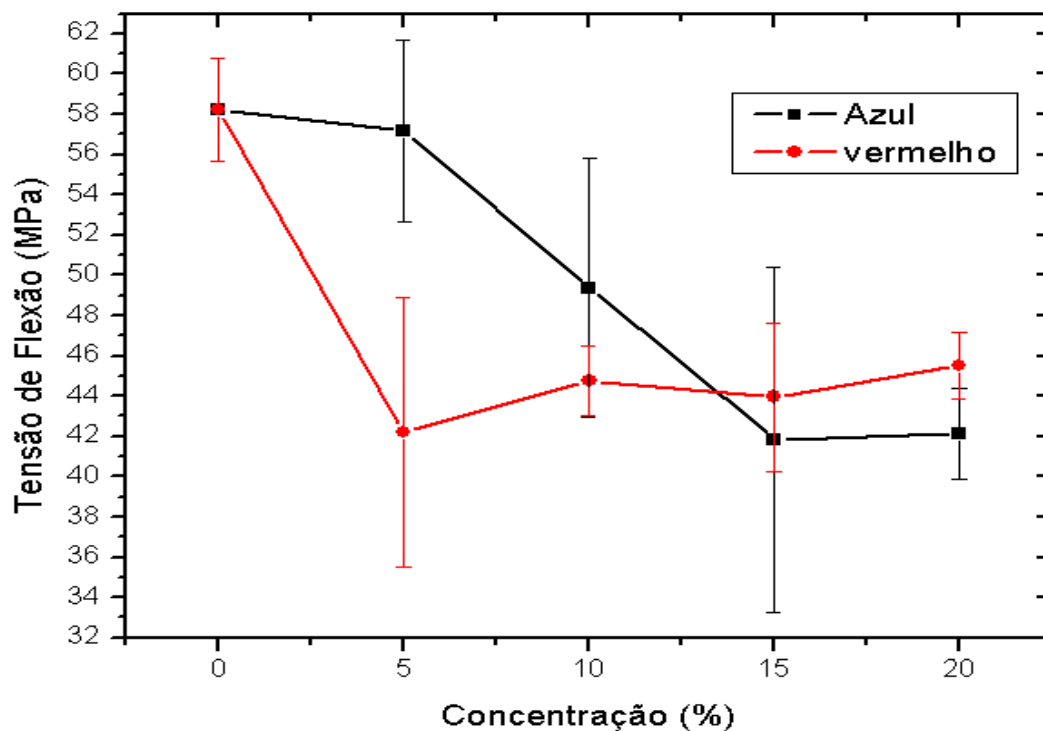


Figura 20: Comparação entre o pigmento vermelho e azul, para o ensaio de flexão.

4.2.3 - Módulo de Young para o ensaio de tração

Nas tabelas 11 e 12 segue os valores do módulo de Young para as cores do pó xadrez vermelho e azul respectivamente e para as concentrações de 0 a 30%.

Tabela 11: Dados do módulo de Young para o ensaio de tração do pó xadrez vermelho.

	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5	Média (GPa)	Desvio Padrão
0%	1,485	1,403	1,192	1,018	1,059	1,2	0,2
5%	1,177	1,128	1,137	1,093	1,058	1,13	0,03
10%	1,26	1,223	1,245	1,227	1,072	1,23	0,05
15%	1,407	1,185	1,028	1,05	0,959	1,1	0,1
20%	1,436	1,179	1,092	1,043	0,936	1,1	0,1

30%	2,002	1,804	1,638	1,552	1,519	1,64	0,2
-----	-------	-------	-------	-------	-------	------	-----

Tabela 12:Dados do módulo de Young para o ensaio de tração do pó xadrez azul.

	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5	Média (GPa)	Desvio Padrão
0%	1,48	1,4	1,192	1,018	1,059	1,2	0,2
5%	0,98	0,83	0,825	0,807	0,765	0,83	0,06
10%	0,91	0,89	0,9	0,714	0,656	0,9	0,1
15%	1,12	0,96	0,934	0,986	0,813	0,96	0,07
20%	0,95	0,9	0,875	0,768	0,823	0,88	0,05
30%	0,95	0,92	0,879	0,835	0,892	0,89	0,03

Pode-se observar que o módulo de Young para a cor vermelha a concentração de 30% o módulo de Young aumenta em comparação com a concentração de 0% e em relação às outras concentrações que praticamente não se alteraram.

Na coloração azul, os valores do módulo de Young baixaram consideravelmente em relação à concentração de 0%. O módulo de Young está relacionado ao tamanho das cadeias poliméricas e as ligações cruzadas, o que pode explicar o decréscimo da coloração azul, o pigmento está interferindo nas ligações cruzadas do polímero, já o pigmento azul na concentração de 30% o pigmento começa a interferir, mas de modo a melhorar a ligação nas cadeias poliméricas.

Abaixo segue a figura 21, que mostra um comparativo das médias entre o pigmento azul e vermelho.

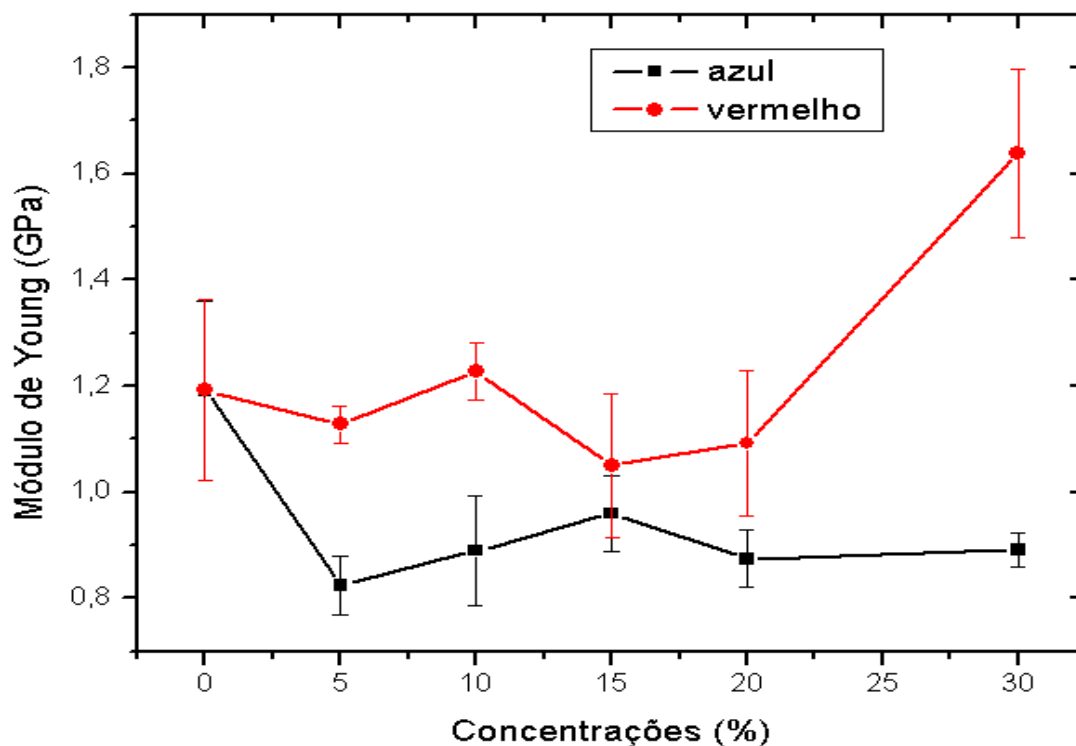


Figura 21: Médias do pó xadrez vermelho e azul, módulo de Young versus concentração para o ensaio de tração

4.2.4 - Módulo de Young para o ensaio de flexão

Logo abaixo, segue as tabelas 13 e 14 com os valores e médias para o módulo de Young no ensaio de flexão.

Tabela 13: Dados do módulo de Young para o ensaio de flexão do pó xadrez azul.

	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5	Média (GPa)	Desvio Padrão
0%	1,252	1,238	1,075	1,141	1,053	1,14	0,07
5%	1,373	1,918	1,422	1,335	1,375	1,4	0,2
10%	0,838	1,475	1,193	1,577	1,849	1,5	0,3
15%	1,426	1,537	1,609	1,639	1,421	1,54	0,08
20%	1,672	1,657	1,648	1,485	1,269	1,6	0,1

Tabela 14: Dados do módulo de Young para o ensaio de flexão do pó xadrez vermelho.

	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5	Média (Gpa)	Desvio Padrão
0%	1,252	1,238	1,075	1,141	1,053	1,14	0,07

5%	1,525	1,348	0,923	0,767	0,904	0,9	0,3
10%	1,954	1,821	1,721	1,463	1,161	1,7	0,2
15%	2,026	1,454	1,64	1,526	1,501	1,5	0,2
20%	2,81	2,544	2,663	2,688	2,462	2,7	0,1

Para os ensaios de flexão podemos notar que o módulo de Young aumenta gradativamente ao modo que aumentamos as concentrações, tanto para o pigmento da cor azul ou da cor vermelha. Sendo que a coloração vermelha na concentração de 20% apresenta um módulo de Young duas vezes maior do que a amostra sem pigmento.

Abaixo segue a figura 22 mostrando o comparativo entre as médias do módulo de Young de amostras com adição do pigmento da cor azul e vermelho.

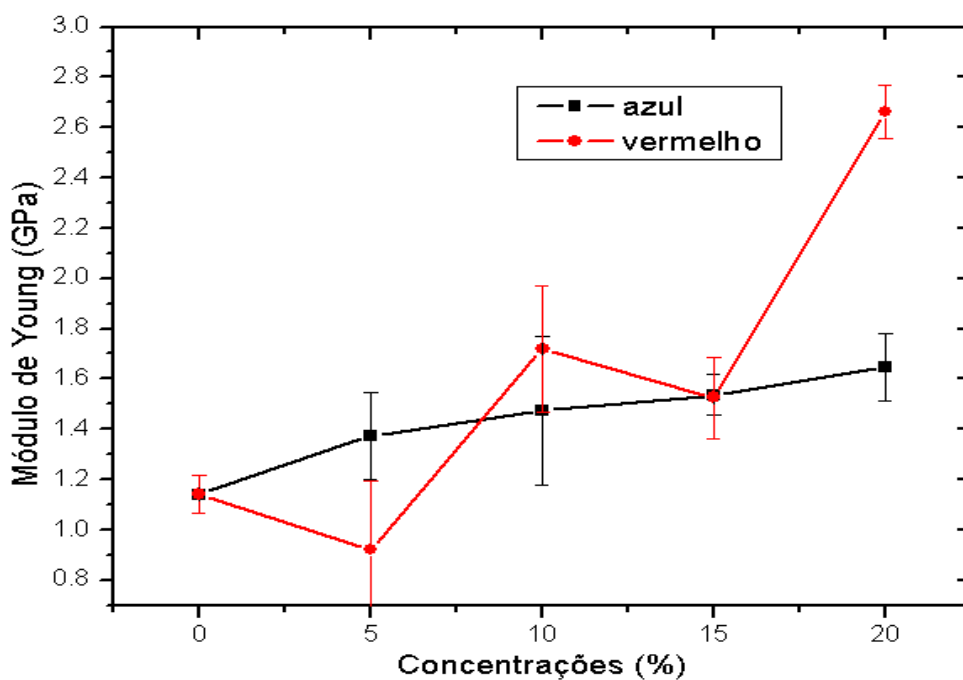


Figura 22: Médias do pó xadrez vermelho e azul, módulo de Young *versus* concentração para o ensaio de flexão.

4.3 – Microscopia Eletrônica de Varredura - (MEV)

As micrografias obtidas pelas figuras 22, 23, 24, 25 e 26 foram feitas para averiguar a morfologia do pó xadrez das cores azul e vermelho e a sua interação com a

resina epóxi –M, para saber se o pigmento se encontra totalmente dispersa na resina e para averiguar se os tipos de fratura ocorridos nos ensaios mecânico.

As figuras 22 e 23 mostram a morfologia do pó xadrez azul e vermelho, respectivamente.

A figura 22 mostra resultado de MEV do pigmento azul, indicando que os grãos não apresentam uniformidade em tamanho e em formato. Os grãos ao se apresentam de forma compacta, ficando aglomerado em um único ponto.

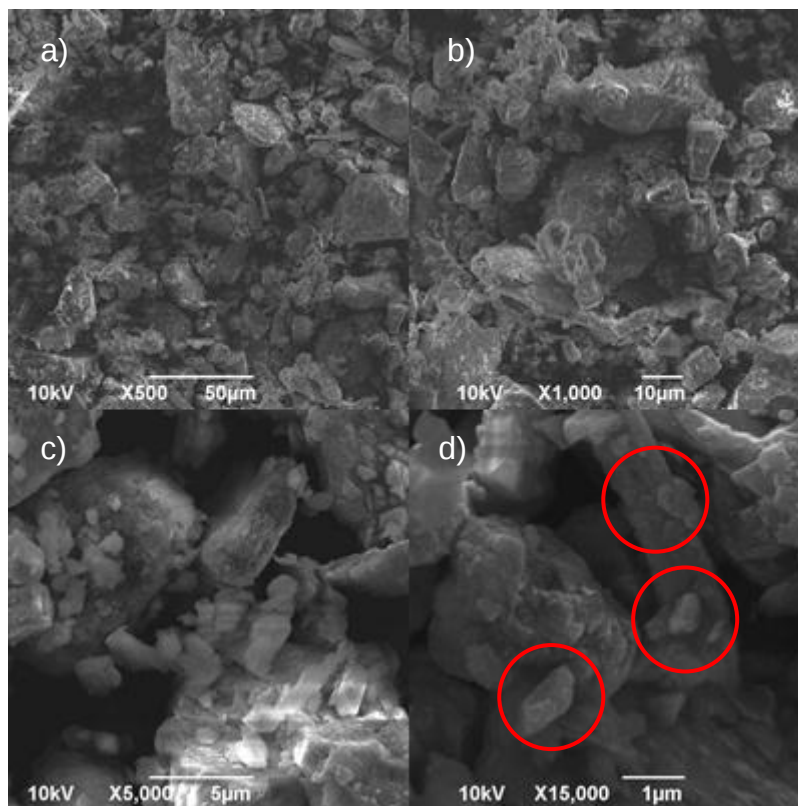


Figura22: As micrografias do pó xadrez azul, para 4 ampliações. a) X500, b) X1000, c) X5000 e d) X15000 mostram grãos com formatos variados.

O MEV do pigmento vermelho mostra o pó e os grãos do pó mostram certa uniformidade em tamanho e formato. Os grãos do pó azul não apresentam aglomerados enquanto que o pigmento vermelho apresenta aglomerações em certas regiões (figura 22).

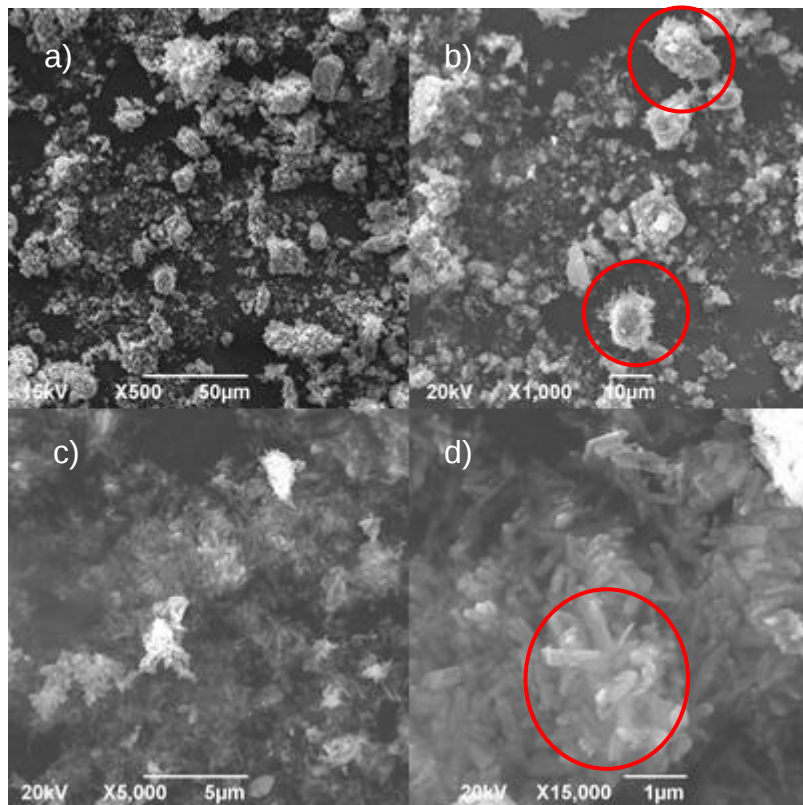


Figura 23: Micrografias do pó xadrez vermelho. Para 4 ampliações: a) X500, b) X1000, c) X5000 e d) X15000, os círculos mostram regiões de aglomerados.

Na figura 24 temos a região interna onde ocorreu o rompimento do corpo de prova com 0% de pigmento, é notório a presença de micro bolhas em toda sua extensão da fratura, fissuras de forma retilínea indicam rompimento de forma frágil, o que é típico de um material termorrígido, como apresentado na literatura [14].

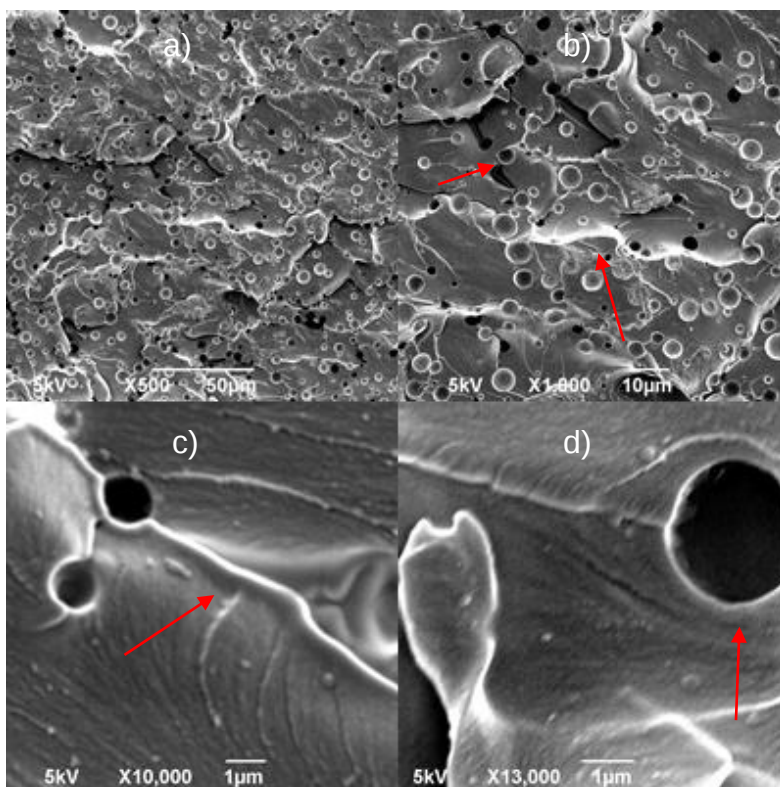


Figura 24: Micrografias da resina epóxi – M, para 4 ampliações a) X500, b) X1000, c) X10000 e d) X13000. As setas indicam as fissuras e microbolhas.

Na figura 25 são mostrados as micrografias para 4 ampliações do compósito do pó xadrez vermelho e podemos notar que as micro bolhas persistem e ficam bem dispersos na matriz polimérica, com os vazios provocados pelas bolhas, o que justifica o baixo valores de tensão de tração e flexão do compósito. O comportamento frágil permanece mesmo com o aumento do pigmento a matriz polimérica, entretanto o material ainda permanece um termorrígido.

Na figura 26 pode-se notar que o pigmento azul não foi incorporado de forma homogênea a matriz polimérica, ficando partes aglomeradas de forma isolada, mas as bolhas praticamente somem com essa coloração. A fratura mesmo trocando de coloração continua uma fratura tipo frágil.

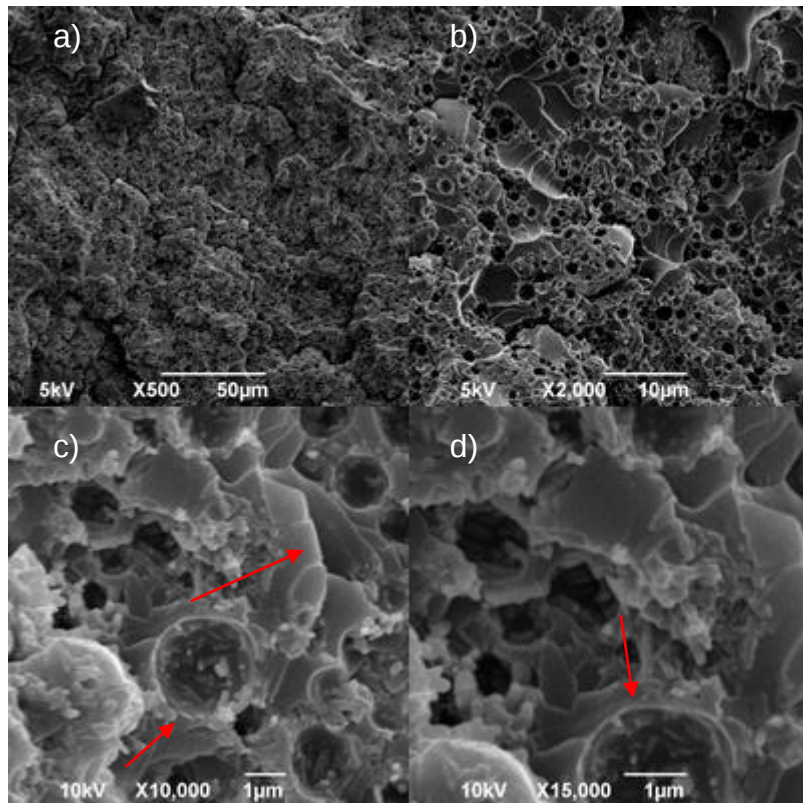


Figura 25: Micrografias do compósito da cor vermelha para 4 ampliações. Na imagem c) fissura em linha reta e pigmento dentro de micro bolha, na imagem d) pigmento dentro de micro bolha, a) região ampliada 500X, mostrando a uniformidade do pó na matriz polimérica b) existência de micro bolhas

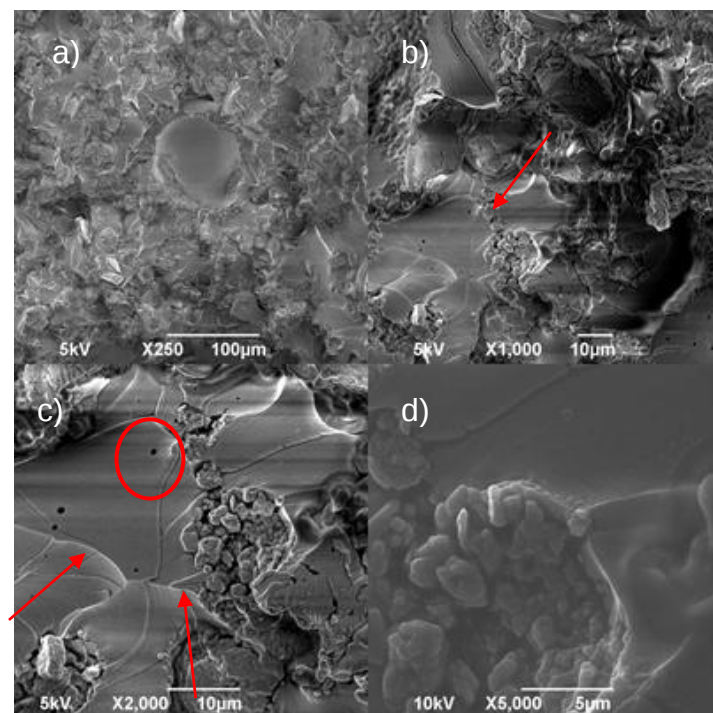


Figura 26: Micrografias do compósito de cor azul para 4 ampliações, a) regiões não homogêneas, imagem b) pontos isolados da resina epóxi – M, c) redução de bolhas e aglomerados do pó xadrez azul, fissuras em linha reta indicando fratura frágil e a imagem d) aglomeração do pó em certas regiões

4.4 – Espectroscopia Raman

As medidas de espectroscopia Raman foram feitas no intuito de diagnosticar alguma mudança na estrutura química da resina epóxi-M com o acréscimo de carga na matriz polimérica, o espectro do pó xadrez vermelho, que de acordo com o FRX é o óxido de ferro com alguns agentes de carga, está dentro do esperado com a literatura do óxido de ferro [$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$] [21], o acréscimo do pigmento vermelho não alterou o deslocamento dos principais picos da resina epóxi, tais como o pico de 1600 cm^{-1} que está relacionado ao estiramento dos anéis aromáticos $\text{C}=\text{C}$ e o pico em 1250 cm^{-1} que é o do alongamento $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ da resina epóxi, alterando somente a intensidade dos picos, podendo está intensificando o movimento da molécula ou relaxando o movimento.

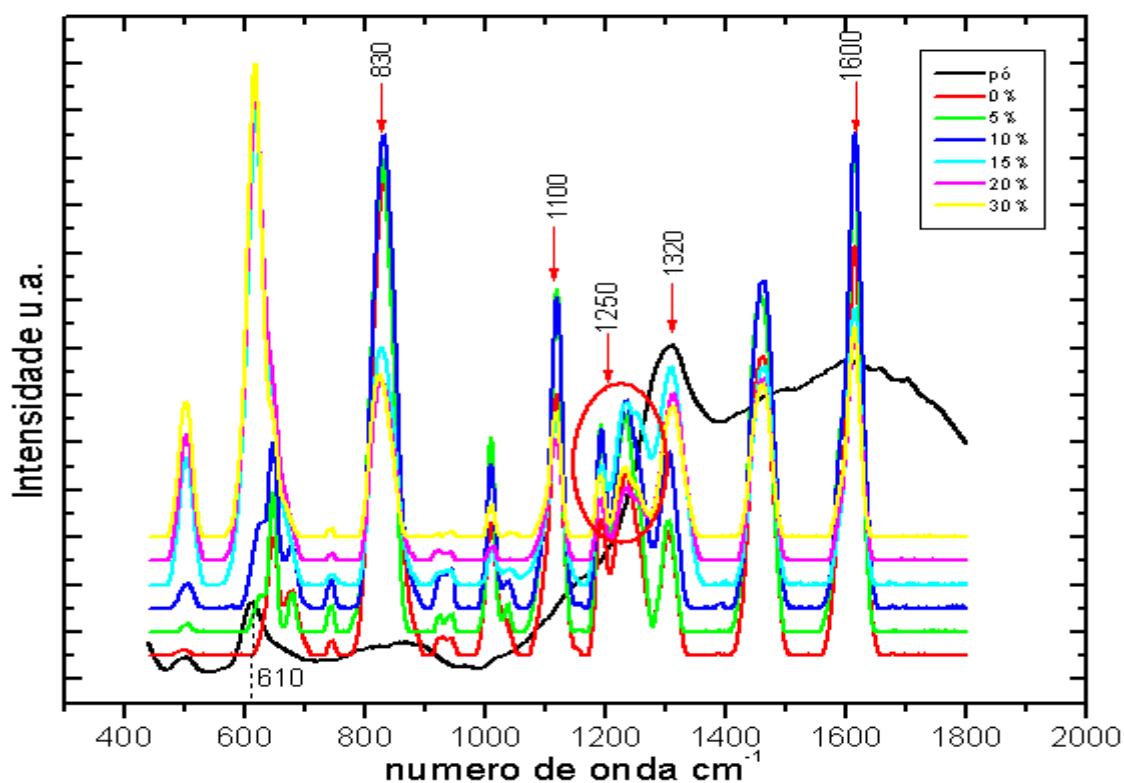


Figura 27:Espectroscopia Raman do pó xadrez vermelho e dos compósitos com as concentrações 0, 5, 10, 15, 20 e 30%.

O padrão não foi possível determinar, pois de acordo com o FRX não teve como determinar ao certo o tipo de substância, sendo uma mistura de vários minerais que dá a tonalidade azul ao pó xadrez. A própria especificação técnica do fabricante não determina o tipo de substância, o que não ocorre com o pó xadrez vermelho que é determinado pelo fabricante LANXESS.[22]

Do mesmo modo do que ocorreu no pó xadrez vermelho o pó xadrez azul não alterou o deslocamento do pico, alterando somente a intensidade, alterando o deslocamento quando varia as vibrações moleculares.

Como em ambos os pós (azul e vermelho) não ocorreu mudança no modo vibracional do anel epóxi, tem-se uma forte indicação que eles atuam simplesmente como cargas coloridas sem uma formação de um composto.

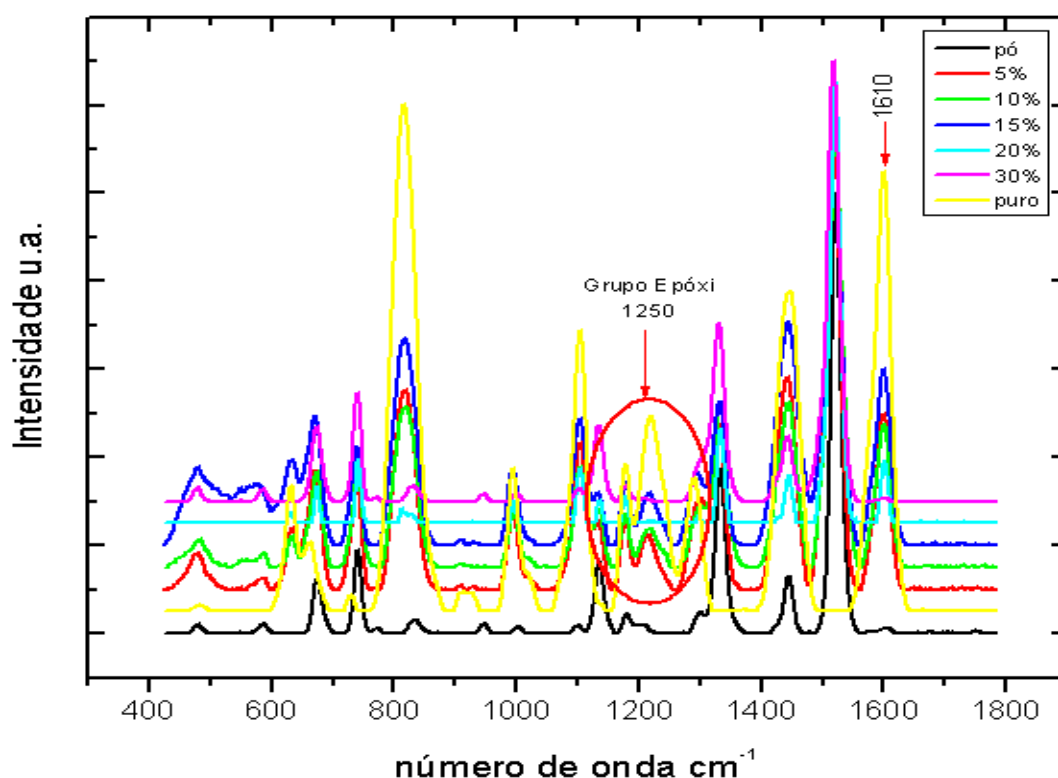


Figura 28: Espectroscopia Raman do pó xadrez azul e dos compósitos com as concentrações 0, 5, 10, 15, 20 e 30%.

5 – Conclusões

Conclui-se que no ensaio de tração e flexão não encontramos melhorias notáveis ao acréscimo do pó xadrez azul e vermelho sendo que os valores de tensão de tração e flexão permanecem praticamente constantes, que é um resultado significativo, pois os pigmentos acrescentados possuem agente de cargas que diminuiu drasticamente os valores de tensão, que pode estar associado a redução de resina no compósito.

Os valores mais expressivos foram com os módulos de Young para o ensaio de flexão e tração, no caso do compósito vermelho com a concentração de 20% o módulo de Young dobrou em comparação com o compósito com concentração de 0%, o que demonstra que o material ficou menos elástico.

Pelas micrografias obtidas pela de microscopia eletrônica de varredura, foi possível visualizar para o compósito da cor azul, o material não ficou homogêneo, porém houve uma redução acentuada de bolhas quando comparadas com o corpo de prova com 0% de pigmento, o que não ocorreu no compósito de cor vermelho, não houve a redução das bolhas, no entanto o pigmento ficou bem distribuído em toda a extensão do corpo de prova.

A espectroscopia Raman mostrou que o acréscimo do composto particulado, tanto para a cor vermelha ou azul, não alterou a estrutura química da resina epóxi-M, satisfazendo assim o que já foi dito no ensaio de tração e flexão, podemos acrescentar o pigmento sem alterar os ensaios mecânicos ou a estrutura química da matriz polimérica.

6- Referências Bibliográficas

- [1] CANEVAROLO Jr, S. V. *Técnicas de caracterização de polímeros*. São Paulo: Artliber Editora, 2003. 1 ed.
- [2] MACEDO, M.A. ; MANSFIELD A. ; A. MANSFIELD ; VALENÇA S. L. . Processo de fabricação de compósitos antiaderentes à óleos parafínicos e/ou asfaltênicos. 2011 (PI 1101282-0).
- [3] BRYDSON J. A. *Plastics Materials*. 7. Ed. London. BH. 1999.
- [4] LEE, J. K.; PAE K. D. “ Mechanical and thermal properties os a Diglycidil Ether of Bisphenol – A (DGEBA) – 4-4’ – DiaminodiphenylSulfone (DDS) System Cured under Hydrostatic Pressure” *Polymer Journal*, vol. 26, n. 10, pp. 1093 – 1099. 1994.
- [5] CANEVAROLO Jr, S. V. *Ciência dos polímeros*. São Paulo: Artliber Editora, 2002.1 ed.
- [6] ASKELAND, D. R. *Ciência e engenharia dos materiais*. São Paulo: Cengage Learning, 2008. 1 ed.
- [7] VALENÇA, S. L.. *Avaliação da tensão interfacial entre petróleo parafínico e superfícies com resinas epóxi*. Tese de M. Sc.. P2CEM/UFS São Cristóvão, 2010.
- [8] FRIEDRICH, L. A. *Avaliação da tensão interfacial dinâmica em revestimento epóxi do tipo DGEBA modificada com agentes de cura à base de amina*. Tese de M. Sc.. 2007. UFBA.
- [9] GAMMON S. A. “Epoxy Resins” In: *coloring of plastics*. John Wiley & Sons. pp. 113 – 117. 1979.
- [10] FERRANTE, M. *Seleção de materiais*. 2ed. São Carlos: EDUFSCAR, 2002. 286p.
- [11] WETZEL, B.; HAUPERT, F. ZHANG, M. Q. “Epoxy nanocomposites with high mechanical and tribological performance” *Composites Science and Technology*. Vol 63. pp. 2055-2067. 2003.

- [12] Medeiros, V. M. M.. *Utilização da espectroscopia Raman para monitorar a cura de tintas epóxi aplicadas em tanques de armazenamento de petróleo*. Tese de M.Sc.P2CEM/UFS. São Cristóvão, 2010.
- [13] DALPIAZ, G. *Estudo do efeito de cargas minerais em compósitos poliméricos particulados em matriz de polipropileno*. Tese D.Sc. UFRGS. Porto Alegre. 2006.
- [14] CALLISTER Jr, W. D. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. Rio de Janeiro: LTC. 2008. 2ed.
- [15] <http://fap.if.usp.br/~lff/mev.html> último acesso em 05/03/2012
- [16] KAUFMANN E. N. *characterization of materials*. Vol1. U.S. John Wiley & Sons. 2003
- [17] NAGATA, N.; BUENO, M. I. M. S.; ZAMORA, P. G. P. “métodos matemáticos para correção de interferências espectrais e efeitos inter elementos na análise quantitativa por fluorescência de raios-x” *Química Nova*, vol. 24, PP. 531-539, 2001.
- [18] MERAD, L.; COCHEZ, M.; MARGUERON, S.; *et. al.* “In-situ monitoring of the curing of epoxy resins by Raman spectroscopy” *Polymer Testing*, vol. 28, pp. 42-45, 2009.
- [19] Ashby M.; Schercliff, H.; Cebon, D. *Materials engineering, Science, Processing and Design*. 1ed. University of Cambridge.BH.2007.
- [20] RANGEL, S. A. *Nanocompósitos baseados no sistema epóxico DEGBA/DETA modificado com uma resina epóxica de silsesquioxano*. Tese de M. Sc. Unesp. 2006.
- [21] FARIA, L. A. F.; LOPES, F. N.; SOUZA, L. A. C. S.; BRANCO, H. D. O. C. “Análise de pinturas rupestres do abrigo do janelão (Minas Gerais) por microscopia Raman” *Química Nova*, vol 34, n. 8, pp. 1358-1364, 2011.
- [22] <http://www.poxadrez.com.br/pt/produtos/> último acesso em 05/03/2012

