

AVALIAÇÃO DO CICLO DE CURA DE SISTEMAS POLIMÉRICOS UTILIZADOS NO ENCAPSULAMENTO DE COMPONENTES DAS ULTRACENTRÍFUGAS

Nádia Sayuri Ogura e Claudia Giovedi
Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo – CTMSP

INTRODUÇÃO

A área nuclear envolve a utilização de diferentes tipos de materiais de alta tecnologia, os quais devido ao grau de exigência em suas condições de uso requerem propriedades especiais e um rígido controle analítico.

Os materiais poliméricos termofixos utilizados no encapsulamento de componentes eletrônicos são obtidos a partir da combinação de diferentes matérias-primas em condições específicas (concentração, temperatura, cargas, aditivos entre outros) [1].

Estas matérias-primas são adquiridas no mercado e processadas em função das necessidades, de modo a obter os produtos finais.

Normalmente, para o encapsulamento de componentes eletrônicos utilizam-se sistemas poliméricos à base de resina epóxi. Para tal, os componentes do sistema são pesados, misturados em proporções adequadas, moldados e submetidos a um tratamento térmico para a cura do material polimérico, etapa esta que geralmente implica em elevados tempo e dispêndio de energia.

A técnica de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) representa uma importante ferramenta no estudo do processo de cura de materiais poliméricos.

OBJETIVOS

Avaliar o ciclo de cura de sistemas poliméricos à base de resina epóxi utilizados no encapsulamento de componentes eletrônicos das ultracentrífugas visando à sua otimização.

METODOLOGIA

O sistema polimérico estudado é composto de uma resina epóxi, um endurecedor à base de anidrido [2, 3], um flexibilizante, um acelerador e uma carga mineral, produtos estes adquiridos no mercado.

Curvas termogravimétricas e de infravermelho por transformada de Fourier foram obtidas para cada um dos componentes da mistura.

As curvas DSC foram obtidas utilizando um calorímetro de varredura diferencial da marca Mettler-Toledo, modelo DSC823^e.

Os ensaios foram realizados em panela de alumínio de 40 μ L. Os demais parâmetros experimentais foram variados de modo a definir as condições ideais de trabalho.

Os parâmetros cinéticos foram obtidos utilizando o programa *Model Free Kinetics* a partir de curvas DSC.

RESULTADOS

O comportamento apresentado por cada um dos componentes da mistura nos ensaios termogravimétricos e de infravermelho foi característico das substâncias analisadas.

A Tabela 1 apresenta uma síntese dos dados obtidos nos ensaios de DSC variando-se alguns parâmetros experimentais em relação ao experimento 1 (panela com tampa perfurada, atmosfera de ar sintético com vazão de 50 mL min^{-1} e razão de aquecimento de 10 $^{\circ}\text{C min}^{-1}$).

TABELA 1 - Resultados obtidos a partir de ensaios de DSC em diferentes condições.

Exp.	Massa (mg)	Modificações	T _{pico} (°C)	ΔH (J g ⁻¹)
1	14,43	Ar sintético 50 mL min ⁻¹	154	162
2	14,64	Ar sintético 100 mL min ⁻¹	153	161
3	14,90	N ₂ 50 mL min ⁻¹	153	145
4	10,37	Massa Reduzida	151	156
5	15,08	Ar sintético 50 mL min ⁻¹	149	158

Com base nos resultados obtidos listados na Tabela 1, foram fixadas as condições de realização dos novos experimentos. São elas: panela fechada com tampa perfurada, massa de amostra de cerca de 20 mg e atmosfera de ar sintético com vazão de 50 mL min⁻¹.

Para a realização do estudo cinético foram obtidas curvas DSC em diferentes razões de aquecimento: 2,5; 5,0; 10; 15 e 20°C min⁻¹. Observou-se que para as curvas obtidas a 2,5; 5,0 e 10 °C min⁻¹ a variação de entalpia era inferior a 10%, sendo assim, estas razões de aquecimento foram utilizadas para a obtenção dos parâmetros cinéticos. A partir do programa *Model Free Kinetics*, obteve-se as curvas de energia de ativação em função do grau de conversão do sistema e as curvas e tabelas de conversão e iso-conversão. Os valores obtidos na tabela de conversão indicaram que, por exemplo, a uma temperatura de 110 °C seria necessário cerca de 90 minutos para atingir 90% de grau de conversão.

Visando à avaliação dos dados obtidos no estudo cinético, foram realizados experimentos isotérmicos, simulando as condições previstas pelo programa. Os ensaios isotérmicos foram realizados nas temperaturas de 85,7°C e 100°C, pelo tempo necessário para atingir um grau de conversão de 50%. Os resultados obtidos apresentaram variação em torno de 4% para a temperatura de 85,7°C e 6% para 100°C em relação aos valores previstos pelo programa,

comprovando assim a validade do método neste tipo de estudo.

Em seguida, foi realizado experimento simulando a condição de cura utilizada atualmente, o que compreende 24h de cura a 105°C. Ao analisar a curva obtida em função do tempo, é possível observar que a partir de 120 minutos não há mais variação de energia associado à reação, indicando assim a cura completa do material, com temperatura de transição vítrea (T_g) de 91°C. Com base no resultado deste experimento, realizou-se um novo experimento com o ciclo de cura de 140 minutos a 105°C, a T_g obtida neste experimento foi de 90°C, ratificando assim os dados obtidos no estudo cinético.

CONCLUSÃO

Os resultados experimentais obtidos indicaram que o ciclo de cura atualmente em uso poderá ser reavaliado buscando-se a redução do tempo empregado no processamento do material, de modo a garantir economia de tempo e energia.

Os dados obtidos no presente trabalho serão utilizados na realização de testes da produção industrial e, concomitantemente, serão avaliadas as propriedades do material produzido.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Turi, E.A. Thermal Characterization of Polymeric Materials, p. 776-779, 1981.
- [2] Fava, R. A. Polymer, 9, 137-151, 1968.
- [3] Dispenza, C. et al., Polymer International, 48, p. 1229-1236, 1999.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq