

## **DESENVOLVIMENTO DE SISTEMAS EPOXÍDICOS HÍBRIDOS AUTO-CICATRIZANTES**

Ângela Graziela Lechinski da Luz de Andrade<sup>1</sup>, Sara Ferreira da Costa<sup>2</sup>, Sérgio Henrique Pezzin<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Acadêmico(a) do Curso de Licenciatura em Química CCT - bolsista PIBIC/CNPq

<sup>2</sup> Doutoranda em Engenharia de Materiais – CCT

<sup>3</sup> Orientador, Departamento de Química CCT – [sergio.pezzin@udesc.br](mailto:sergio.pezzin@udesc.br)

Palavras-chave: Microcápsulas, poli(ureia-formaldeído), autorregeneração.

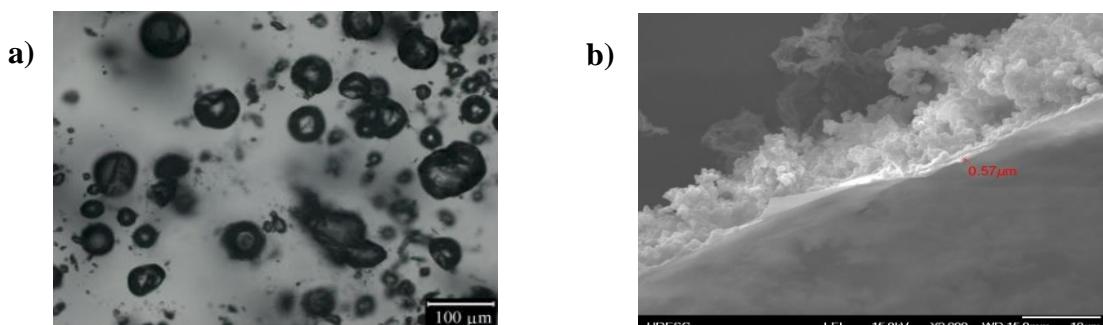
Compósitos estruturais podem apresentar degradação ou danos em sua estrutura ao longo do tempo devido à intempéries, impacto, carga ou fadiga, que podem resultar no aparecimento de microtrincas<sup>1</sup>. O espaço criado por uma trinca pode ser fechado autonomicamente, empregando-se um método simples, que utiliza microcápsulas de poli(ureia-formaldeído) (PUF) preenchidas com um agente cicatrizante<sup>2</sup>. Quando ocorre uma falha no material, a trinca ocasiona o rompimento da microcápsula, liberando o agente cicatrizante que inicia um processo de reticulação com a resina, restaurando as propriedades do material<sup>3,5</sup>.

Este trabalho tem como objetivos sintetizar microcápsulas de PUF e encapsular um novo agente auto-cicatrizante polidimetilsiloxano-aminado. As microcápsulas foram preparadas por polimerização em emulsão de ureia e formaldeído seguindo os procedimentos descritos por Blaiszik. et al. (2008) e Brown et al. (2002).

O valor final do pH, de acordo com Miguel et al. (2016), pode afetar substancialmente a morfologia da superfície da microcápsula. Um valor de pH final elevado (acima de 3,0) evita a deposição de nano cápsulas de ureia-formaldeído na superfície da microcápsula. Por outro lado, um pH baixo aumenta a deposição de nano cápsulas de ureia-formaldeído na superfície das microcápsulas, aumentando assim a espessura e resistência do material<sup>7</sup>. Nas sínteses realizadas buscou-se chegar num pH final ~1,6, com o objetivo de obter microcápsulas com paredes mais resistentes.

A infiltração das microcápsulas ocas foram baseadas no procedimento de Jin et al. (2012), utilizando uma resina epoxídica (Araldite LY-1316) e um polidimetilsiloxano aminado<sup>4</sup>. As microcápsulas ocas e infiltradas foram caracterizadas por microscopia ótica em um Olympus modelo CX31, com o objetivo de avaliar sua morfologia e estabilidade. Através do software Analysis realizou-se várias medidas do diâmetro das amostras, chegando a um valor médio de  $168 \pm 17 \mu\text{m}$ , concordando com outros trabalhos relatados na literatura<sup>6</sup>.

Na Fig. 1 (a) observa-se que, as microcápsulas apresentam-se bem preenchidas e dispersas, após infiltradas com o agente cicatrizante permanecendo assim por algumas semanas. Na Fig. 1 (b) a imagem de FEGSEM de uma microcápsula mostra que a espessura média da parede das cápsulas é  $\sim 0,57 \mu\text{m}$  com um aspecto bem rugoso e com deposição de nano cápsulas em sua parede, atribuindo uma boa resistência às microcápsulas a presença de nano cápsulas em sua parede.



**Fig. 1** Micrografias das microcápsulas (a) preenchidas com o agente cicatrizante e (b) imagens de FEGSEM de uma microcápsula da imagem

Testes preliminares utilizando os solventes, clorofórmio e acetona foram realizados para determinação do melhor meio de dispersão, sem comprometer o material da cápsula. Algumas análises preliminares evidenciam a afinidade do agente cicatrizante com clorofórmio, no entanto, observou-se que o agente encapsulado pode também ser retirado de dentro da cápsula quando lavado e filtrado com clorofórmio em excesso. Evitando retirar totalmente o agente de dentro da cápsula, foi utilizada uma pequena quantidade de clorofórmio durante o processo de filtração e lavagem. Ao final, a amostra ficou como um pó solto e com coloração rósea.

Em geral, nas sínteses das microcápsulas de PUF, o pH é ajustado para 3,5 e conforme ocorrem as reações durante a síntese o pH cai para ~1,6, formando nano cápsulas que se aglomeram na superfície da parede da cápsula, deixando-a mais rugosa e aumentando sua espessura. Essas nano cápsulas aumentam a espessura da parede, aumentando a força e durabilidade da cápsula, no entanto, também podem dificultar o processo de infiltração das microcápsulas. Desta forma, determinar o pH adequado para o final da síntese poderá eventualmente colaborar com o processo posterior de infiltração, tornando mais eficiente a sua produção.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- <sup>1</sup> BLAISZIK, B.J., SOTTOS, N.R. e WHITE, S.R. Nanocapsules for self-healing materials. *Composites Science and Technology*. V.68, p. 978–986, 2008.
- <sup>2</sup> MICHAEL, Ph., DÖHLER, D., BINDER, W.H. Improving autonomous self healing via combined chemical/physical principles. *Polymer*. V. 69, p. 216-227, 2015.
- <sup>3</sup> BROWN, E. N.; WHITE, S. R.; SOTTOS, N. R. Fracture testing of a self-healing polymer composite. *Experimental Mechanics*. V. 42, p. 372-379, 2002.
- <sup>4</sup> JIN, Henghua et al. Self-healing thermoset using encapsulated epoxy-amine healing chemistry. *Polymer*. V. 53, p. 581-587, 2012.
- <sup>5</sup> YUAN, Li et al. Preparation and characterization of poly(ureaformaldehyde) microcapsules filled with epoxy resins. *Polymer*. V. 47, p. 5338–5349, 2006.
- <sup>6</sup> LIAO, Le-ping et al. Preparation and Characterization of Microcapsules for Self-healing Materials. *Advanced Materials Research*. V. 26, p. 496-500, 2010.
- <sup>7</sup> MIGUEL, Maria de La Paz et al. Effect of the preparation method on the structure of linseed oil-filled poly(urea-formaldehyde) microcapsules. *Progress In Organic Coatings*. V. 97, p.194-202, 2016.