

**unesp**  **UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**  
**“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”**  
**CAMPUS DE GUARATINGUETÁ**

**WILLIAM SILVA AMORIM**

**ESTUDO DAS CARACTERÍSTICAS TÉRMICAS E MECÂNICAS DE  
FORMULAÇÕES DE ADESIVOS PSA HOT MELT CONTENDO VARIAÇÕES DE  
BORRACHAS SBC E RESINAS TAQUIFICANTES**

**Guaratinguetá**  
**2013**

WILLIAM SILVA AMORIM

ESTUDO DAS CARACTERÍSTICAS TÉRMICAS E MECÂNICAS DE  
FORMULAÇÕES DE ADESIVOS PSA HOT MELT CONTENDO VARIAÇÕES DE  
BORRACHAS SBC E RESINAS TAQUIFICANTES

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Ronaldo Spezia Nunes

Guaratinguetá  
2013

A524e Amorim, William Silva  
Estudo das características térmicas e mecânicas de formulações de adesivos PSA HOT MELT contendo variações de borrachas SBC e resinas taquificantes / William Silva Amorim – Guaratinguetá : [s.n], 2013.  
65 f. : il.  
Bibliografia: f. 61-65

Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2013.  
Orientador: Prof. Dr. Ronaldo Spezia Nunes

1. Adesivos 2. Borracha 3. Análise térmica I. Título

CDU 665.93

**ESTUDO DAS CARACTERÍSTICAS TÉRMICAS E MECÂNICAS DE  
FORMULAÇÕES DE ADESIVOS PSA HOT MELT CONTENDO VARIAÇÕES DE  
BORRACHAS SBC E RESINAS TAQUIFICANTES**

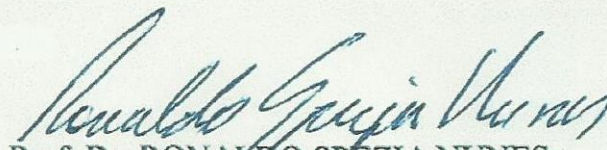
**WILLIAM SILVA AMORIM**

ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO PARTE  
DO REQUISITO PARA A OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE  
"GRADUADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS"

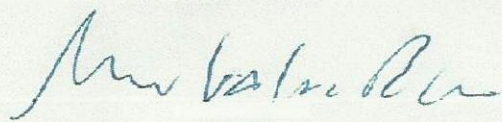
APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE  
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

Prof. Dr. MARCOS VALÉRIO RIBEIRO  
Coordenador

**BANCA EXAMINADORA:**

  
Prof. Dr. RONALDO SPÉZIA NUNES  
Orientador/UNESP-FEG

  
Prof. Dr. JOSÉ MARQUES LUIZ  
UNESP-FEG

  
Prof. Dr. MARCOS VALÉRIO RIBEIRO  
UNESP-FEG

Dezembro de 2013

## **DADOS CURRICULARES**

### **WILLIAM SILVA AMORIM**

NASCIMENTO	01.08.1985 – CACHOEIRA PAULISTA / SP
FILIAÇÃO	Marco Antônio Amorim Marli Rodrigues da Silva Amorim
2008/2013	Curso de Graduação em Engenharia de Materiais, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista

Dedico este trabalho à minha família; de modo especial à minha irmã Aline, à minha mãe Marli e ao meu pai Marco Antônio, que são a base e a razão do meu viver e que sempre estiveram presente em todos os momentos da minha vida.

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, fonte da vida e da graça. Agradeço pela minha vida, minha inteligência, minha família e meus amigos;

ao meu orientador *Prof. Dr. Ronaldo Spezia Nunes*, o qual sempre se mostrou prestativo em me auxiliar durante o desenvolvimento deste trabalho, através de suas valiosas orientações;

ao meu tutor *Sérgio Mattos*, por sempre me desafiar na execução deste trabalho, questionando de maneira construtiva as minhas ações; e por todos os conselhos profissionais e pessoais que moldaram minha formação;

aos meus amigos de empresa *Douglas de Oliveira, Aline Pereira, Fernanda Zagato e Tauane Gobbo*, que foram peças fundamentais nos questionamentos e dúvidas das mais diversas ordens;

a todos os meus irmãos da *República Apocalipse*, que me acolheram durante cinco anos, aos quais agradeço por toda aprendizagem que cada um proporcionou a sua maneira;

a empresa HENKEL LTDA. e a todos os seus colaboradores, essenciais na elaboração deste trabalho;

e a todos aqueles que não foram mencionados neste texto, mas que com certeza têm sua parcela de colaboração neste trabalho e na minha vida.

“O êxito é fácil de obter. O difícil é merecê-lo”.

Albert Camus



AMORIM, W. S. **Estudo Das Características Térmicas e Mecânicas de Formulações de Adesivos PSA Hot Melt Contendo Variações De Borrachas SBC E Resinas Taquificantes 2012**. 65 f. Trabalho de Graduação (Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2012.

## RESUMO

As propriedades dos adesivos *hot melt* sensíveis a pressão (HMPSA), utilizando como polímero base um elastômero de um copolímero de estireno e butadieno (SBS) e variação de resinas taquificantes, tais como resinas hidrocarbônicas e hidrocarbônicas hidrogenadas, foram investigadas. As formulações foram preparadas pelo processo de mistura por cisalhamento e foram avaliadas utilizando-se o ensaio de viscosidade Brookfield e ponto de amolecimento “*Ring and Ball*” com o objetivo de se comparar as formulações e a influência das variações das matérias-primas. Foram feitas análises de infravermelho para detectar as reações entre os insumos e investigar as interações das mesmas nas propriedades do adesivo. Na análise térmica, foram realizadas os ensaio de termogravimetria (TG) e calorimetria exploratória diferencial (DSC). Foram investigados os parâmetros do ensaio de tração em cada uma das formulações. Por fim, foram analisadas de forma comparativa as formulações básicas de adesivos com as suas respectivas matérias-primas.

**PALAVRAS-CHAVE:** Adesivos PSA, *hot melt*, borrachas; resinas taquificantes; análises térmicas; ensaio de tração.

**AMORIM, W. S. Study Of Thermal And Mechanical Characteristics Of Formulations Containing Adhesives PSA Hot Melt Within Variations Of The Rubbers SBC And Resins Tackifiers.** 2012. 65f. Trabalho de Graduação (Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2012.

### **ABSTRACT**

The properties of the hot melt adhesive pressure sensitive (HMPSA) using an elastomer as a base polymer a copolymer of styrene and butadiene (SBS) and variation of tackifiers resins such as hydrocarbon resins and hydrogenated hydrocarbon were investigated. The formulations were prepared by mixing process within shear. The adhesives prepared were evaluated in test Brookfield viscosity and softening point "Ring and Ball" to compare the formulations and the influence of variations in raw materials. Infrared analyzes were performed to detect the reactions between the inputs and investigate the chemical interactions of the same properties of the adhesive. In thermal analysis, the assay was performed thermogravimetry (TG) and diferencial exploratory calorimetry (DSC). Were investigated the parameters of the tensile test on each of the formulations. Finally, were analysed comparatively the basic formulations of adhesives with their respective raw materials.

**KEYWORDS:** Adhesives PSA, hot melt, rubbers, tackifiers resins, thermal analysis, tensile test.

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 – Resinas Hidrocarbônicas.....	21
FIGURA 2 – Representação da molécula de borracha termoplástica em bloco.....	23
FIGURA 3 – Estrutura química dos monômeros SIS e SBS e suas unidades repetitivas.....	23
FIGURA 4 – Parâmetros de solubilidade de Hildebrand.....	25
FIGURA 5 – Efeito das diferentes resinas em borrachas termoplásticas.....	26
FIGURA 6 – Estruturas de termoplástico amorfos e semi-termoplásticas.....	27
FIGURA 7 – Desenho esquemático das micro-fase separadas dos blocos de copolímeros de adesivos PSA.....	27
FIGURA 8 – Fenômenos de adesão e coesão em processo de colagem.....	29
FIGURA 9 – Representação da ancoragem mecânica.....	30
FIGURA 10 – Representação ancoragem química.....	30
FIGURA 11 – Representação esquemática da adesão elétrica.....	31
FIGURA 12 - Representação esquemática da adesão por absorção.....	31
FIGURA 13 – Equipamento para obtenção das formulações PSA “hot melt”.....	35
FIGURA 14 – Princípio de operação do viscosímetro.....	36
FIGURA 15 – Equipamento para análise de viscosidade.....	37
FIGURA 16 – Esquema do ensaio de ponto de amolecimento “Ring and Ball”.....	38
FIGURA 17 – Diagrama de blocos mostrando os principais componentes de um espectrômetro FTIR.....	39
FIGURA 18 – Equipamento de Infravermelho.....	40
FIGURA 19 – Máquina Universal de Ensaio (EMIC DL 500).....	41
FIGURA 20 – Esquema representativo do corpo de prova.....	41
FIGURA 21 – Classificação de tipos de balanças (a) Suspensa; (b) Balança do topo;(c) horizontal.....	42
FIGURA 22 – Demonstração das curvas de TG e DTG.....	43
FIGURA 23 – Equipamento de Termogravimetria.....	44
FIGURA 24 – Calorímetro Exploratório Diferencial.....	45
FIGURA 25 – Espectros: (a) Formulação 1, (b) Resina hidrocarbônica e (c) Borracha SIS...48	
FIGURA 26 - Espectros: (a) Formulação 2, e (c) Borracha SBS e (c) Resina hidrocarbônica48	
FIGURA 27 - Espectros: (a) Formulação 3, (b) Resina hidrocarbônica hidrogenada e (c) Borracha SIS.....	49

FIGURA 28 - Espectros: (a) Formulação 4, (b) Resina hidrocarbônica hidrogenada e (c) Borracha SBS.....	49
FIGURA 29 - Espectros (a) Antioxidante e (b) Óleo plastificante.....	49
FIGURA 30 - Curva de tração das formulações de adesivos PSA “ <i>hot melt</i> ”.....	50
FIGURA 31 - Módulo de Young.....	52
FIGURA 32 – Tensão Máxima de Escoamento.....	52
FIGURA 33 – Tensão Máxima.....	52
FIGURA 34 – Tensão de Ruptura.....	52
FIGURA 35 – Deformação de Ruptura.....	52
FIGURA 36 – Tenacidade.....	52
FIGURA 37 – TG e DTG – Formulação 1.....	53
FIGURA 38 – TG e DTG – Formulação 2.....	53
FIGURA 39 – TG e DTG – Formulação 3.....	54
FIGURA 40 – TG e DTG – Formulação 4.....	54
FIGURA 41 – Comparativo das curvas de calorimetria das formulações.....	56

## LISTA DE QUADROS

QUADRO 1 – Valores dos Pesos Moleculares.....	22
QUADRO 2 – Propriedades das Borrachas SIS e SBS.....	24
QUADRO 3 – Porcentagem de Matérias-Primas utilizadas na Formulação Básica para Adesivos PSA “ <i>Hot melt</i> ”.....	28
QUADRO 4 – Porcentagem de insumos utilizadas no processo de obtenção do adesivo.....	35
QUADRO 5 – Identificação das formulações.....	46

## LISTA DE TABELAS

TABELA 1 – Dimensões do corpo de prova.....	42
TABELA 2 – Valores da Viscosidade Brookfield.....	46
TABELA 3 – Valores do Ponto de Amolecimento “ <i>Ring and Ball</i> ”.....	47
TABELA 4 – Valores das Propriedades obtidas através da Curva de Tração.....	51
TABELA 5 – Dados obtidos através das Curvas Termogravimétricas.....	55

## LISTA DE EQUAÇÕES

EQUAÇÃO 1 – Parâmetro de Solubilidade de Hildebrand.....	36
EQUAÇÃO 2 – Relação com a Viscosidade Newtoniana.....	36
EQUAÇÃO 3 – Valor da Viscosidade Brookfield.....	37

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

PSA	-	Pressure Sensitive Adhesive (Adesivo Sensível à Pressão)
HMPSA	-	Adesivo Hot Melt Sensível à Pressão
ASTM	-	American Society for Testing and Materials
SBS	-	Styrene-Butadiene-Styrene (Estireno-Butadieno-Estireno)
SIS	-	Styrene-Isoprene-Styrene (Estireno-Isopreno-Estireno)
RH	-	Resina Hidrocarbônica
RHH	-	Resina Hidrocarbônica Hidrogenada
SBR	-	Borracha à Base de Estireno
MPa	-	Mega Pascal
$\Delta t$	-	Parâmetro de solubilidade de Hildebrand
$\Delta d$	-	Coefficiente de dispersão
$\Delta p$	-	Polaridade
$\delta h$	-	Ligações de Pontes de Hidrogênio
EVA	-	Acetato de Etileno Vinila
SEBS	-	Styrene-Ethylene-Butadiene-Styrene (Estireno-Etileno-Butadieno-Estireno)
UV	-	Ultra-Violeta
Mz	-	Massa Molar Média
Mw	-	Massa Molar Média Ponderal
Mn	-	Massa Molar Numérica
Mw/Mn	-	Coefficiente de Polidispersividade
Å	-	Angstrom
$t$	-	Tensão
$\mu$	-	Viscosidade Newtoniana
Tg	-	Temperatura de Transição Vítrea
$\Delta T$	-	Varição de Temperatura
$\Delta m$	-	Varição de Massa



## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>17</b>
1.1 Objetivos.....	18
1.2 Justificativa.....	18
1.3 Estrutura do Trabalho.....	19
<b>2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....</b>	<b>20</b>
2.1 Adesivos PSA “ <i>Hot melt</i> ”.....	20
2.2 Composição do Adesivo PSA “ <i>Hot melt</i> ”.....	20
2.2.1 Resina Taquificante.....	20
2.2.2 Elastômero.....	22
2.2.3 Plastificante.....	24
2.2.4 Aditivos.....	25
2.3 Compatibilidade entre as Matérias-Primas do Adesivo PSA “ <i>Hot melt</i> ”.....	25
2.4 Morfologia do Adesivos PSA “ <i>Hot melt</i> ”.....	28
2.5 Processamento e Formulações Básicas de Adesivo PSA “ <i>Hot melt</i> ”.....	28
2.6 Propriedades dos Adesivos PSA “ <i>Hot Melt</i> ”.....	28
2.6.1 “Tack”.....	28
2.6.2 Adesão e Coesão.....	29
2.6.3 Estado Físico do Adesivo.....	31
2.6.4 Estrutura Química do Adesivo.....	32
2.7 Características Térmicas do Adesivo PSA “ <i>Hot melt</i> ”.....	32
2.8 Características Mecânicas do Adesivo PSA “ <i>Hot melt</i> ”.....	33
<b>3 PARTE EXPERIMENTAL.....</b>	<b>34</b>
3.1 Planejamento de Experimentos.....	34
3.2 Preparação dos Adesivos.....	34
3.3 Ensaio de Caracterização.....	35
3.3.1 Viscosidade Brookfield.....	35
3.3.2 Ponto de Amolecimento “ <i>Ring and Ball</i> ”.....	37
3.3.3 Infravermelho.....	38
3.3.4 Ensaio de Tração.....	40

3.3.5 Termogravimetria e Termogravimetria Derivada (TG/DTG).....	42
3.3.6 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).....	44
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>46</b>
4.1 Avaliação da Viscosidade Brookfield e Ponto de Amolecimento “ <i>Ring and Ball</i> ”.....	46
4.2 Avaliação dos Espectros obtidos por Infravermelho.....	48
4.3 Avaliação da Resistência Mecânica do Adesivo.....	50
4.4 Avaliação das Análises Térmicas.....	53
<b>5 CONCLUSÕES.....</b>	<b>57</b>
<b>6 SUGESTÕES.....</b>	<b>58</b>
<b>7 REFERÊNCIAS.....</b>	<b>59</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Segundo Bhide e Zuralle (1999), os adesivos são substâncias capazes de manter dois materiais unidos pela junção de suas superfícies, atribuindo funcionalidade ao conjunto final.

Os adesivos vêm se tornando importantes, especialmente nas últimas décadas, devido à grande disponibilidade e crescente variedade de materiais, exigindo grande confiabilidade de colagem. O que pode ser exemplificado com as peças automotivas, a sustentação de pontes e viadutos e até mesmo na união de veias e artérias em cirurgias vasculares (BHIDE; ZURALLE, 1999; PRIDE, 2000)

Na produção de adesivos industriais existem três principais tipos:

- solvente, que são polímeros dissolvidos em hexano, tolueno, entre outros;
- aquoso, que são polímero que são dispersos em água;
- “*hot melt*” trata-se de uma tecnologia em expansão, pois, são isentos de solventes orgânicos e permite secagem rápida dos materiais colados. Apresenta tempo de vida útil longo, quando comparado com as demais tecnologias. Requer um equipamento para sua aplicação, pois, a mesma é feita com o adesivo na forma fundida (PIZZI; MITTAL, 2003).

Adesivos do tipo Pressure Sensitive Adhesive (PSA), também denominados de “*tack*” permanente ou adesivos sensíveis a pressão, são adesivos que apresentam pegajosidade à temperatura ambiente (SILVA, 2008). Este tipo de adesivo consiste em quatro matérias-primas básicas: as resinas taquificantes, as borrachas, o óleo plastificante e o aditivo, mais comumente utilizados os antioxidantes. De acordo com Bockorny (2011), a mistura destes insumos resulta em um produto com características coesivas, pegajosidade, resistência à alta temperatura e necessita de um estudo sobre as resinas taquificantes e suas compatibilidades químicas com o copolímero em bloco de SBR (do inglês: Styrene Based Rubber).

Adesivos do tipo Pressure Sensitive Adhesive (PSA), também denominados de “*tack*” permanente ou adesivos sensíveis a pressão, são adesivos que apresentam pegajosidade à temperatura ambiente (SILVA, 2008). Este tipo de adesivo consiste em quatro matérias-primas básicas: as resinas taquificantes, as borrachas, o óleo plastificante e o aditivo, mais comumente utilizados os antioxidantes. De acordo com Bockorny (2011), a mistura destes insumos resulta em um produto com características coesivas, pegajosidade, resistência à alta temperatura e necessita de um estudo sobre as resinas taquificantes e suas compatibilidades químicas com o copolímero em bloco de SBR (do inglês: Styrene Based Rubber).

Segundo Bockorny (2011), o adesivo “*hot melt*” pode ser dividido em duas classes, de acordo com suas características: o adesivo de contato e o PSA, esse sendo o material a ser investigado no trabalho.

De acordo com PTSC (Pressure Sensitive Tape Council), um adesivo de “*tack*” permanente consiste em uma forma seca, sem solvente ou água, promove forte coesão e permanentemente pegajoso a temperatura ambiente e, que adere firmemente a diferentes superfícies após um breve contato, sem a necessidade de uma pressão superior a pressão manual. Por possuírem baixos níveis tóxicos, estes produtos podem ser manuseados e serem removidos de superfícies lisas sem deixar resíduos (PSTC; 2007).

## 1.1 Objetivos

O presente trabalho visa comparar as diferentes formulações de adesivos PSA “*hot melt*” utilizando as testes de viscosidade Brookfield, ponto de amolecimento “*Ring and Ball*”, infravermelho, análise de resistência mecânica, Termogravimetria (TG) e Termogravimetria derivada (DTG) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) das formulações contendo variações do polímero base e da resina taquificantes.

Este objetivo principal desdobra-se nos seguintes objetivos específicos:

- Avaliar as formulações base de adesivo PSA “*hot melt*”;
- Avaliar a compatibilidade dos insumos nas formulações;
- Caracterizar os adesivos através de ensaios mecânicos e térmicos;
- Fazer análise comparativa das formulações;

## 1.2 Justificativa

Utilizar soluções adesivas para unir substratos é uma técnica bastante evoluída na natureza, na qual os animais produzem fluídos e mucos capazes de auxiliar na construção de ninhos. Pelo homem, a utilização dessa técnica pode ser relacionada à história da humanidade, pois os egípcios utilizavam grudes animal e caseína para fazer a união de lâminas de madeiras em móveis que resistiam à ação do tempo (PIZZI, MITTAL; 2003).

A borracha termoplástica possibilita alta tecnologia com um vasto campo de aplicação. Trata-se da união de vantagens da borracha natural e do plástico, e justamente pelas inúmeras vantagens que ela apresenta, sua atuação no mercado tem se tornado crescente, justificando grandes investimentos realizados para desenvolvimento do mercado (CAMPOS; QUAIATTI, 2006).

Com muito sucesso, tem-se utilizado a borracha termoplástica no segmento de adesivos, englobando inúmeras aplicações de mercado, como por exemplo, fitas adesivas para diversas finalidades, adesivos para indústrias de móveis, adesivos para fraldas descartáveis e higiênicos, entre outros (CAMPOS; QUAIATTI, 2006).

Justamente em função do crescimento neste segmento e pela busca constante de produtos de melhor desempenho, o presente estudo apresenta uma pesquisa comparativa entre as matérias-primas dos adesivos PSA “*hot melt*”.

### 1.3 Estrutura do Trabalho

No Capítulo 2 serão abordados os referenciais teóricos fundamentais ao entendimento deste trabalho, apresentando conceitos sobre adesivos PSA “*hot melt*”, suas matérias-primas e as análises feitas para o presente estudo. Nos Capítulos seguintes disserta-se sobre as considerações iniciais relevantes a este trabalho; aborda-se de forma detalhada as considerações adotadas e descreve-se o procedimento utilizado, mostrando como foi realizado o trabalho.

Apresenta-se no Capítulo 4, os Resultados e Discussão e, no capítulo seguinte as Conclusões, finalizando, seguem as Referências.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

A fundamentação teórica está dividida de maneira a compreender os conceitos pertinentes a este trabalho, abordando os seguintes assuntos: Adesivos PSA “*hot melt*”, sua composição, morfologia, processamento e formulações básicas, características térmicas e mecânicas.

### 2.1 Adesivos PSA “*Hot Melt*”

Segundo Arteccla (2009), a tecnologia de adesivos “*hot melt*” possui variadas bases poliméricas, tais como: cianocrilatos, poliuretanos reativos, poli(etileno co-acetato de vinila – EVA), poliolefinas, poliamida, copolímero em bloco de poliestireno butadieno (SBS) e copolímero em bloco de poliestireno isopreno (SIS).

Os primeiros adesivos PSA foram feitos com mistura de borrachas natural, resinas taquificantes e solventes. A borracha natural ainda é utilizada em algumas formulações de PSA devido principalmente ao seu baixo custo e alta força adesiva. Entretanto, seu uso na indústria minimizou devido a sua forte tendência de aumento de massa molar com o passar do tempo, ocasionando o amarelamento do produto (WILLIAMS; 2000).

Atualmente, a principal aplicação para adesivos PSA é na fabricação de tapes (fitas adesivas para uso farmacêutico, como esparadrapo), fitas e etiquetas autoadesivas para o uso em aplicações eletrônicas, domésticas, industriais e médicas. Também está sendo amplamente utilizados na indústria de produtos higiênicos descartáveis, como fraldas e absorventes (SILVA; 2008).

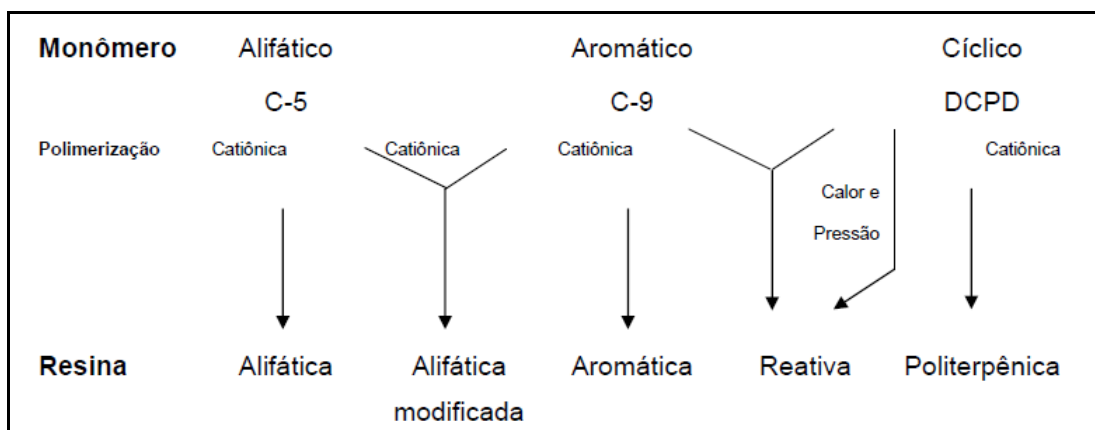
### 2.2 Composição do Adesivo PSA “*Hot Melt*”

#### 2.2.1 Resina Taquificante

As resinas taquificantes são adicionadas no processo de produção de adesivos “*hot melt*” PSA principalmente para conferir a adesão e o “*tack*”. A seleção das resinas é o mais aspecto importante no desenvolvimento das formulações de PSA “*hot melt*” baseado no SBR (SILVA; 2008).

Resinas de natureza aromática, em geral, com parâmetros de solubilidade mais elevados, tendem a associar mais intimamente com os domínios de poliestireno, enquanto que as resinas de natureza alifática, terpênicas, derivadas de breu e hidrogenadas (em geral com baixos valores de parâmetros de solubilidade) tendem a associar mais intimamente com a fase elastomérica, uma vez que possuem geralmente massas moleculares e pontos de amolecimento relativamente baixos (SATAS; 1989).

Uma das resinas utilizadas nas formulações do presente estudo é a resina hidrocarbônica (RH) que obtida através da polimerização de frações leves de petróleo. Para esta resina existem algumas variações que contêm monômeros aromáticos (estireno e indeno), alifáticos (metil buteno, pentadieno, entre outros) e cíclicos (diciclopentadieno), também denominados C9, C5 e DCPD, respectivamente, mostrado na Figura 1.



**Figura 1:** Resinas Hidrocarbônicas

De acordo com Robe (2011), a RH utilizada no presente estudo tem as seguintes características:

- Nível médio de aromaticidade (considerando as outras resinas hidrocarbônicas);
- Possui uma Tg de 42°C o que é ideal para borrachas SBRs;
- Baixa distribuição de peso molecular melhorando a compatibilidade e desempenho do adesivo;

O nível de aromaticidade influencia nas propriedades do adesivo, pois, alterando-o afetará na polaridade que envolve as matérias-primas influenciando nas ligações químicas que ocorrem na estrutura do adesivo.

A resina hidrocarbônica hidrogenada (RHH) utilizada neste estudo foi previamente refinada para eliminar vestígios de enxofre e nitrogênio e, para obter maior concentração de H<sub>2</sub> na estrutura molecular da resina. O nível de hidrogenização determina o grau de clareza e estabilidade térmica do adesivo.

Esta resina é caracterizada pela cor mais clara quando comparada com as resinas hidrocarbônicas e, é utilizada na indústria de adesivos que são aplicados em fraldas, absorventes e outros produtos higiênicos (ROBE, 2011).

As RHHs possuem estrutura alifática, boa compatibilidade de EVA, SIS, SEBS e poliestireno. A resina utilizada no presente estudo tem um ponto de amolecimento entre 100 – 142 °C e apresenta uma coloração levemente amarelada (ROBE, 2011). Como o processo de hidrogenação é uma etapa adicional no processo produtivo, estes produtos têm um custo mais elevado do que os respectivos materiais insaturados (SILVA, 2008).

Os pesos moleculares das resinas taquificantes influenciam no ponto de amolecimento, temperatura de transição vítrea (T<sub>g</sub>) e na compatibilidade entre os insumos (ROBE, 2011). No Quadro 1, apresenta os valores dos pesos moleculares das resinas utilizadas:

**Quadro 1:** Valores dos Pesos Moleculares (Eastman Chemical Company, 2012)

<b>Peso Molecular</b>	<b>Mz</b>	<b>Mw</b>	<b>Mn</b>	<b>Mw/Mn</b>
<b>Resina Hidrocarbônica</b>	3200	1700	900	1,9
<b>Resina Hidrocarbônica Hidrogenada</b>	2300	1000	450	2,2

*Mz = Massa Molar Média; Mw = Massa Molar Média Ponderal; Mn = Massa Molar Numérica; Mw/Mn = coeficiente de polidispersividade.*

O coeficiente de polidispersividade (Mw/Mn) é parâmetro muito importante, pois este define a grau de ligações cruzadas existentes na estrutura molecular da resina influenciando diretamente nas propriedades do adesivo.

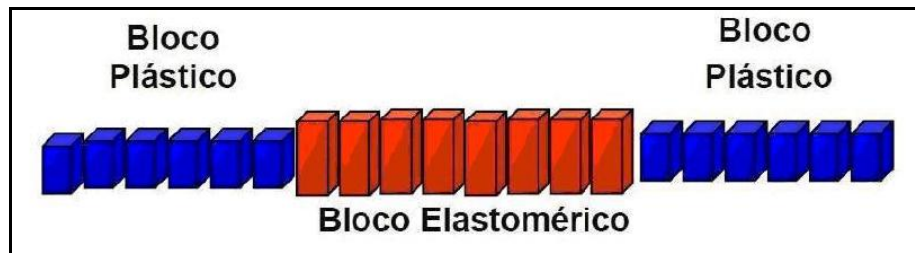
### 2.2.2 Elastômero

O polímero base é o responsável pelas propriedades mecânicas dos adesivos, geralmente utiliza-se SBC, porém podem ser usados EVA, poliisobutadieno, acrílicos de cura UV e poli-alfa olefina amorfa. No caso dos SBCs, devido à morfologia de duas fases, com blocos terminais de poliestireno e bloco central elastomérico, à temperatura ambiente, o primeiro



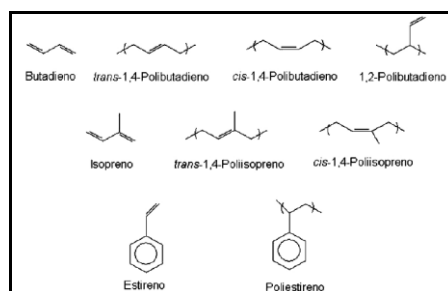
atua como uma espécie de reticulador físico, mantendo o elastômero em uma rede tridimensional, conferindo a alta força coesiva e elasticidade (GALAN, 1996).

Estes materiais apresentam na cadeia molecular, uma fase contínua de borracha (butadieno, isopreno ou etileno), que fornece características mecânicas e a fase descontínua plástica (estireno), que facilita a obtenção de propriedades termoplásticas (PIZZI; MITTAL, 2003), conforme apresentado na Figura 2.



**Figura 2:** Representação da molécula de borracha termoplástica em bloco (SILVA, 2008).

As borrachas termoplásticas utilizadas consistem em elastômeros termoplásticos de SBS e SIS. O copolímero SIS possui melhores características taquificantes em relação SBS devido à natureza química do isopreno. Este tem uma estrutura linear com um carbono a mais na unidade monomérica, conforme mostrado na Figura 3. A estrutura linear proporciona melhor conformação e molhabilidade ao ser processada com resinas taquificantes apropriadas. O grupo radical metila, presente nas posições regulares, proporciona acentuado efeito do travamento mecânico, auxiliando nas propriedades adesivas. Portanto, adesivos formulados com SIS apresentam propriedades elevadas de tack e adesão e, adesivos com SBS melhores propriedades mecânicas a elevadas temperaturas, incrementadas pelo mais elevado teor de estireno presente, sendo assim, comumente indicados para adesivos de contato (QUAIATTI, 2005; KRATON, 2004).



**Figura 3:** Estrutura química dos monômeros SIS e SBS e suas unidades repetitivas (BOCKORNY, 2008)

No Quadro 2, são mostradas as propriedades das borrachas utilizadas nas formulações para este presente estudo:

**Quadro 2:** Propriedades da Borrachas SIS e SBS (Kraton, 2006).

Propriedade	SIS	SBS
Tensão Máxima (psi)	4600	4000
Módulo 100% (psi)	275	420
Elongação (%)	1300	800
Ponto de Quebra (%)	-	-
Dureza Shore A (10s)	42	87
Peso Específico	0,92	0,96
Viscosidade Brookfield (25 °C em mPa.s)	900	600
Índice de Fluidiez (g/10min, 200 °C/ 5kg)	9	14
Teor de Oléo (%m)	0	0
Razão Estireno/Borracha	19/81	40/60
Forma Física	Pellet Denso	Pellet Poroso
Dibloco (%)	<1	<1

### 2.2.3 Plastificante

Os plastificantes são opcionais para soluções com borracha, porém possui um alto grau de importância para formulações de adesivos PSA “*hot melt*” quando utilizado, pois, proporciona ajustes da viscosidade, Tg e temperatura de degradação do adesivo PSA. Os óleos plastificantes são produzidos a base de petróleo e óleos naturais (HU; PAUL, 2008).

Os óleos plastificantes usados em PSA “*hot melt*” são misturas de oligômeros, ou seja, possuem poucas unidades de monômeros na sua cadeia polimérica, são derivados do petróleo e classificados em aromáticos, parafínicos e naftênicos. Os óleos aromáticos contêm anéis aromáticos em sua estrutura e são compatíveis com os blocos de estireno que atuam como amaciantes aos domínios rígidos, diminuindo, dessa forma, a coesão e resistência térmica.

Óleos parafínicos são oligômeros saturados da cadeia linear e são menos compatíveis com os blocos estirênicos e butadiênicos. Formam misturas instáveis com SBS, mas são usados em produtos higiênicos e farmacêuticos, pois não apresentam irritabilidade na pele.

Óleos naftênicos são hidrocarbonetos cíclicos e saturados apresentam boa compatibilidade com borrachas SIS e SBS, sendo mais indicados para adesivos PSA “*hot melt*” (SILVA, 2008).

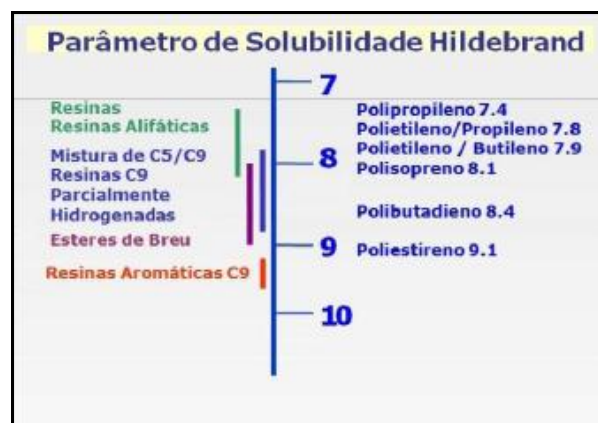
As principais características solicitadas em um plastificante são: baixa volatilidade, baixa viscosidade, baixa densidade e baixa oxidação, requisitos que não estão presentes em um óleo aromático (SATAS, 1989)

#### 2.2.4 Aditivos

Aditivos são utilizados para assegurar as características do produto final, uma vez que adesivos PSA “*hot melt*” sofrem ação do calor e cisalhamento durante o processo de fabricação e aplicação (SATAS, 1989). Borrachas termoplásticas e resinas hidrocarbônicas insaturadas são suscetíveis ao ataque de oxigênio, ozônio e radiação UV (SILVA, 2008). A degradação de polímero do tipo SBS pode acontecer por reticulação do bloco central, levando a redução do “*tack*”, perda de adesão e coesão, diferença de viscosidade e coloração, havendo necessidade de utilizar um aditivo do tipo antioxidante para adiar este processo (BENEDEK; FEDELSTEIN, 2009).

### 2.3 Compatibilidade entre as Matérias-Primas do Adesivo PSA “*Hot Melt*”

Segundo Robe, a compatibilidade entre a resina taquificante e o polímero base é influenciado pela polaridade e as ligações químicas entre os compostos. Outro modo de verificar a compatibilidade das matérias-primas é utilizando como critério os parâmetros de solubilidade de Hildebrand, como demonstrado na Figura 4.



**Figura 4:** Parâmetros de solubilidade de Hildebrand (KRATON, 2006).

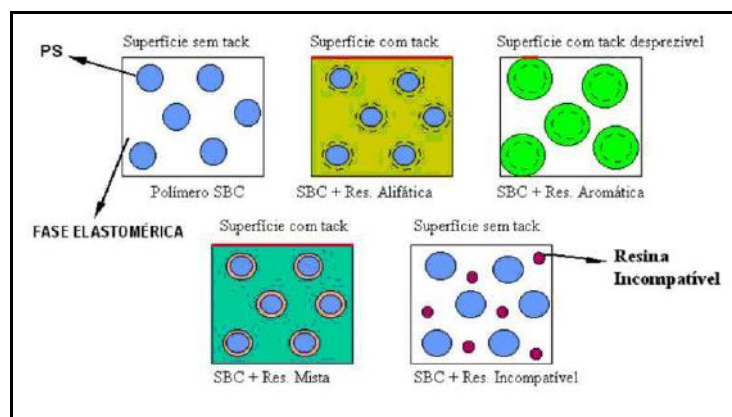
A teoria de solvência de Hildebrand tem como premissa que a raiz quadrada da densidade de coesão entre as moléculas expressa um valor numérico que indica a capacidade de solvência para um solvente específico (VILLA; OLIVEIRA; NOGUEIRA, 2012). Segundo Villa, Oliveira e Nogueira (2012), este valor foi denominado parâmetro de solubilidade de Hildebrand ( $\delta t$ ), sendo que, solventes que apresentam  $\delta t$  próximo ao  $\delta t$  de um analito teoricamente apresentam um  $\delta t$  próximo do mistura. Por volta de 1966, Charles M. Hansen dividiu o  $\delta t$  em três componentes: coeficiente de dispersão ( $\delta d$ ), polaridade ( $\delta p$ ) e pontes de hidrogênio ( $\delta h$ ) que estão relacionados de acordo com a Equação 1.

$$(\delta t)^2 = (\delta d)^2 + (\delta p)^2 + (\delta h)^2 \quad (1)$$

Como os adesivos baseados em SBC são sistemas bifásicos, as resinas utilizadas devem ser compatíveis com apenas uma das fases. Resinas compatíveis com ambas as fases podem atuar como agente compatibilizante e provocar uma solubilização dos domínios estirênicos na matriz elastomérica, prejudicando as propriedades mecânicas do adesivo (SILVA, 2008).

A borracha termoplástica é compatível com diversos tipos de resinas. Resinas de natureza aromática (em geral com parâmetros de solubilidade mais elevados) tendem a associar mais intimamente com os domínios de poliestireno, enquanto que resinas de natureza alifática, terpênicas, derivadas de breu e hidrogenadas (em geral com baixos valores de parâmetros de solubilidade) tendem a associar mais intimamente com as fases elastoméricas, uma vez que possuem geralmente massas moleculares e ponto de amolecimento relativamente baixo (SATAS, 1989).

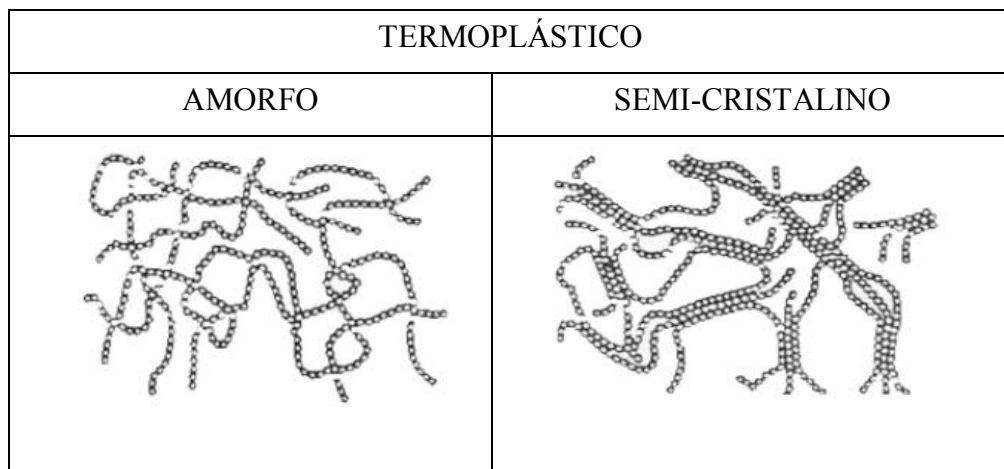
Todas as características de compatibilidade e incompatibilidade das resinas com os domínios dos copolímeros em bloco de estireno podem ser visualizadas na Figura 5:



**Figura 5:** Efeito das diferentes resinas em borrachas termoplásticas (QUAIATTI: 2005).

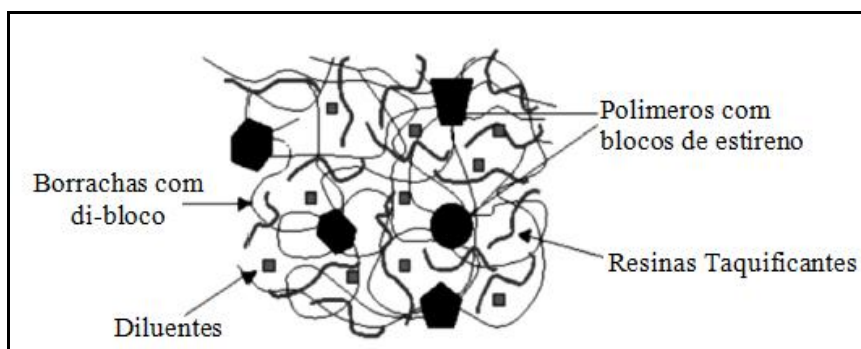
## 2.4 Morfologia dos Adesivos PSA “Hot Melt”

Polímeros podem estar no estado cristalino e no estado amorfo. Estado cristalino é aquele no qual a maioria das cadeias poliméricas está distribuída na forma ordenada. Já no estado amorfo, há uma desordem entre as cadeias poliméricas, ou seja, as mesmas apresentam-se como um conglomerado de cadeias entrelaçadas e mal empacotadas (MÜNCHEN, 1992). Exemplos de cada tipo de estrutura podem ser observados na Figura 6.



**Figura 6:** Estruturas de Termoplásticos Amorfos e Semi-cristalinos (MÜNCHEN, 1992).

Os adesivos do tipo PSA apresentam-se sob forma amorfa, ou seja, não possuem arranjo estrutural definido na temperatura ambiente. Este arranjo depende dos componentes que formam a mistura do adesivo. No estado líquido se apresentam de forma ordenada e durante o processo de solidificação do material apresentam a forma desordenada (CALLISTER JUNIOR, 2008; ZANIN, 2006). Na Figura 7, apresenta um esquema de como as matérias-primas se comportam quando misturados.



**Figura 7:** Desenho esquemático das micro-fases separadas dos blocos de copolímeros de adesivos PSA (HU; PAUL, 2008).

## 2.5 Processamento e Formulações Básicas de Adesivo PSA “Hot Melt”

Uma propriedade de adesivo termoplástico que é muito significativa para a indústria de adesivos é a sua termoplasticidade. Isto resulta das atrações físicas, do tipo “Van der Waals”, nos domínios que, quando esquecidos a temperaturas acima de 100°C (temperatura de transição vítrea de um poliestireno), perdem sua força e a borracha termoplástica começa a fluir por cisalhamento (CAMPOS; QUAIATTI, 2006). Quando resfriada, a estrutura recupera suas propriedades de adesão (QUAIATTI, 2005).

Um adesivo PSA “hot melt” é constituído de mistura de borracha, resina taquificante, plastificante e aditivos, onde no presente estudo foi feito nas seguintes proporções conforme o Quadro 3:

**Quadro 3:** Porcentagem de matérias-primas utilizadas na produção da Formulação Básica do Adesivo PSA “Hot Melt”.

<b>Matérias Primas</b>	<b>%</b>
Resina taquificantes	59
Borrachas	20
Plastificante	20
Aditivos	1

O estabelecimento de formulação “hot melt” PSA é um processo essencialmente empírico, pois é difícil estabelecer relações quantitativas que levem em conta suas propriedades superficiais e reológicas (DERAIL; MARIN, 2006).

## 2.6 Propriedades dos Adesivos PSA “Hot Melt”

### 2.6.1 “Tack”

“Tack” é umas das propriedades mais importantes de adesivos sensíveis a pressão e, é definido como a habilidade de um adesivo de formar uma ligação de força mensurável com outro material sob condições de leve pressão e curto tempo de contato. Em termos quantitativos, o “tack” é definido pela ASTM como a força requerida para separar um aderente e um adesivo em uma interface imediatamente após eles terem sido unidos por uma leve pressão. Entretanto, como o tack deve ser uma adesão imediata e reversível, esta

propriedade não deve ser superior à coesão do adesivo, devendo deixar a superfície sem resíduos após sua remoção (SILVA, 2008).

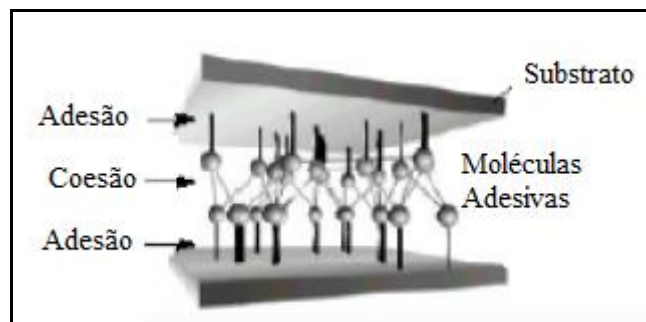
Fatores que influenciam sua atração são: o tempo de contato, a pressão exercida sobre o substrato com o filme adesivo e a temperatura de aplicação. Outro fator de grande relevância para esta propriedade está relacionado as características viscoelásticas do adesivo (RYU; KIM, 1999).

### 2.6.2 Adesão e Coesão

O fenômeno de adesão entre dois corpos (ou substratos) requer conhecimentos sobre a natureza química de seus constituintes, a reologia do meio, a geometria de contato e as propriedades físico-químicas das superfícies. Trata-se de um tópico bastante complexo e frequentemente causa interpretações deste mesmo fenômeno por autores de diversas áreas e o próprio termo adesão pode assumir significados distintos (GALEMBECK; GANDUR, 2001).

De acordo com Campos e Quaiatti (2006), os materiais denominados adesivos são aqueles que promovem a adesão entre dois substratos, e pela ação de forças intermoleculares, ou seja, os adesivos funcionam como um elo que se encaixam em cada um dos substratos.

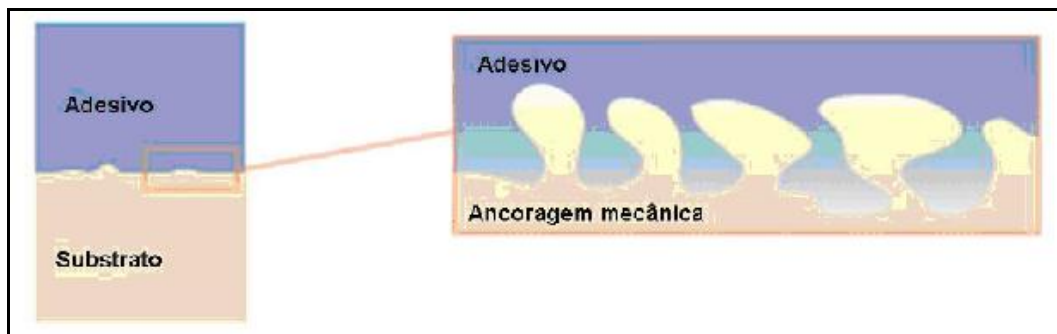
A adesão é a resistência mecânica da interface entre o adesivo e o substrato, enquanto que a coesão é a resistência interna do filme adesivo (SILVA, 2008). A Figura 8 apresenta uma representação deste fenômeno.



**Figura 8:** Fenômenos de Adesão e Coesão em Processo de Colagem (SILVA, 2008).

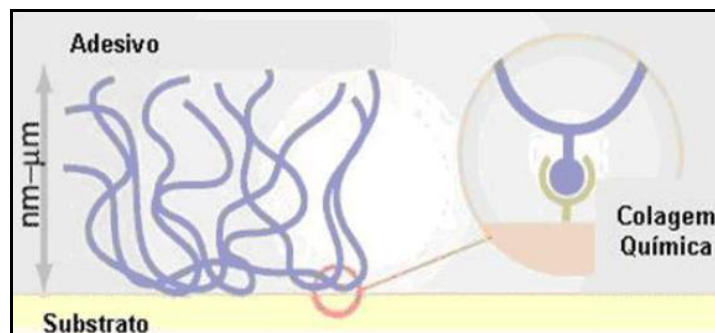
De acordo com Bockorny, não é possível explicar este mecanismo separadamente, pois é a junção de várias forças que se sobrepõem e se influenciam mutuamente. Estas podem ser forças mecânica e química, e a última abrange forças elétricas e de absorção.

Pela teoria da adesão mecânica, um adesivo terá boa adesão ao substrato quando penetrar nos poros, buracos, fendas e irregularidade dos mesmo (SILVA, 2008), conforme a Figura 9. Em substratos nos quais não há ancoragem, é possível fazer um tratamento na superfície do substrato, aumentando a microrrugosidade do mesmo, proporcionando um aumento da resistência e a durabilidade da junta adesiva através do intravamento mecânico (PIZZI; MITTAL, 2003).



**Figura 9:** Representação da ancoragem mecânica (SILVA, 2008).

No mecanismo de adesão química (Figura 10), há a concepção de que as ligações químicas covalentes podem ser formadas pelo adesivo e o substrato, gerando com isso uma força de ligação em torno de 600 KJ/mol, consideravelmente elevadas (SILVA, 2008).

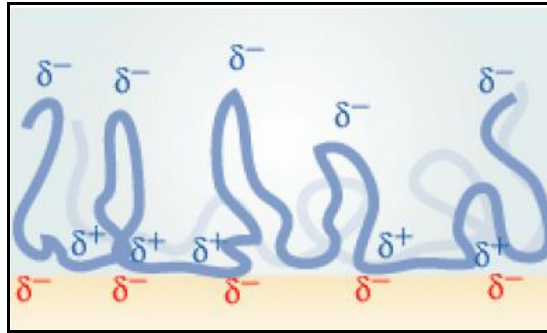


**Figura 10:** Representação da ancoragem química (SILVA, 2008).

O mecanismo elétrico de adesão é um tipo de adesão química que ocorre principalmente na colagem de metais. Baseia-se na diferença de eletronegatividade entre adesivo e substrato e a força de adesão é atribuída à transferência de elétrons ao longo da interface criando cargas positivas e negativas, conforme a representação na Figura 11. (SILVA, 2008).

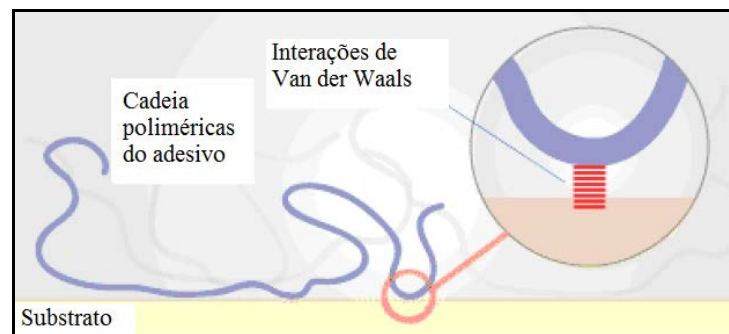
Segundo Silva (2008), depois das ligações covalentes, a força de ligação entre as cargas é o tipo mais intenso de interação molecular, com energia de ruptura na ordem de 200 kJ/mol.





**Figura 11:** Representação esquemática da adesão elétrica (SILVA, 2008).

Outro mecanismo químico de adesão é o de absorção, em que a adesão ocorre pelas interações de Van der Waals, ligações de hidrogênio e interações ácido-base entre o substrato e o adesivo. Para que ocorra uma boa absorção, é necessário que o adesivo, considerado a fase líquida, molhe o substrato, ou seja, é preciso que ambos estejam muito próximos (ver Figura 12), de forma que as macromoléculas do adesivo migrem para o substrato, ou que a proximidade de ambos seja inferior a  $5\text{Å}$  (BOCKORNY, 2011).



**Figura 12:** Representação esquemática da adesão por absorção (SILVA, 2008).

### 2.6.3 Estado Físico do Adesivo

Filmes adesivos no estado sólido apresentam maior coesão no seu estado líquido, isto porque os sólidos apresentam menos movimentos moleculares e maior aproximação de moléculas, levando as forças intermoleculares mais fortes. Quando se aplica um adesivo em seu estado líquido, é necessário aguardar a evaporação do solvente para efetuar a colagem ou, no caso de adesivos sólidos a quente, o resfriamento dos mesmos (BOCKORNY, 2011).

#### 2.6.4 Estado Químico do Adesivo

Um adesivo pode conter em sua formulação polímeros de cadeia linear, ramificada e reticulada. Os polímeros lineares são mais indicados para fabricação de peças, devido a sua conformação com elevado deslizamento entre as cadeias. Os polímeros de cadeia ramificada são adequados para fabricação de adesivos, pois a estrutura ramificada facilita a incorporação das demais matérias primas, como as resinas taquificantes. Apresenta maior resistência ao deslizamento e conseqüentemente, coesão mais elevada (BOCKORNY, 2011).

Segundo Silva (2008), materiais de baixa massa molar tendem a ter uma menor resistência das ligações entre as moléculas, contudo, apresentam boa capacidade de difusão sobre o substrato. À medida que a massa molar aumenta, o material começa obter melhores propriedades mecânicas e conseqüentemente maiores resistência de ruptura de ligações químicas no adesivo. Por outro lado, com uma cadeia mais longa e os movimentos restritos, o polímero apresenta menor difusividade. Devido a isso, a massa molar deve ser tal que confira boas propriedades mecânicas ao adesivo e garante uma boa capacidade de penetração. (SILVA, 2008).

#### 2.7 Características Térmicas do Adesivo PSA “Hot Melt”

Os adesivos termofundíveis são polímeros sólidos constituídos de vários outros componentes para complementar e promover a fusibilidade. Eles são formulados com polímeros de alta massa molecular e resinas de baixa massa molecular, para a obtenção das propriedades desejadas (PETRIE, 2006).

As estruturas moleculares das matérias-primas utilizadas em um adesivo PSA “*hot melt*” possuem diferentes teores de aromaticidade e cadeias alifáticas. Sendo que, de acordo com Klein (2009), as propriedades térmicas de polímeros com diferentes tamanhos de cadeia, tanto cadeias aromáticas como em cadeias alifáticas é um parâmetro essencial para obtenção das propriedades térmicas do polímero.

Como exemplo pode-se citar uma série de poliésteres alifáticos que apresentam uma cadeia de 8, 10 e 12 grupos (CH<sub>2</sub>) apresentam um incremento na temperatura de fusão de 61 °C, 63 °C e 71 °C, respectivamente. Já com os poliésteres aromáticos ocorre uma diminuição considerável dos valores de ponto de fusão de 276 °C, 234 °C e 156 °C para os polímeros

polietileno tereftalato, politetrametileno tereftalato e politereftalato de hexametileno, respectivamente (CELLI, 2007).

De acordo com Berti (2007), a taxa de cristalização é fortemente influenciada pelo o número de monômeros presente na cadeia polimérica e os valores da Tg também são afetados com o comprimento da cadeia alifática. É verificado que a transição vítrea normalmente diminui à medida que é aumentado o número de grupos de monômeros.

## **2.8 Características Mecânicas do Adesivo PSA “*Hot Melt*”**

Segundo Benedek e Feldstein (2009), para utilizar um adesivo PSA “*hot melt*” em um processo de colagem é preciso avaliar as características mecânicas da junta adesiva, quanto à resistência, alongamento e encolhimento, pois serão vários esforços ao quais os adesivos serão submetidos. Desde o processo de fabricação até o processo de colagem são muitas as solicitações de temperatura e cisalhamento que um adesivo PSA é submetido.

### 3 PARTE EXPERIMENTAL

#### 3.1 Planejamento de Experimentos

Os parâmetros para preparação das formulações que foram levados em consideração quanto ao tipo de elastômero e os tipos de resinas taquificantes, fazendo as formulações básicas em triplicatas. Em seguida, desenvolveu-se uma análise comparativa e relacionando-as com os dados obtidos nos ensaios de viscosidade Brookfield, ponto de amolecimento “*Ring and Ball*”, ensaio de tração, análises de TG/DTG e DSC, com as propriedades das matérias-primas. O infravermelho foi realizado com o objetivo de realizar uma relação entre as bandas de absorção das matérias-primas em relação ao produto final.

#### 3.2 Preparação dos Adesivos

Os adesivos foram preparados da seguinte forma:

- Primeiramente, com um balança de precisão, pesou-se as matérias-primas de acordo com as porcentagem mencionadas no Quadro 4, considerando que cada formulação teve um massa total de 300g;
- A ordem de adição dos compostos no copo metálico foi: aditivos (anti-oxidante), resina taquificante e plastificante;
- Estes foram expostos a uma temperatura constante de 200°C para que houvesse a fusão dos insumos até o término da adição do elastômero;
- O elastômero foi colocado gradativamente, para que não ocorressem aglomerados do mesmo na formulação;
- Para que haja a dissolução da borracha na solução termoplástica, o mesmo foi submetido ao processo de cisalhamento, que consiste numa rotação de pás dentro da solução, pois com a rotação dos mesmos a borracha solubilizará na formulação a ser preparada. A Figura 13 apresenta a foto do equipamento utilizado para a obtenção das formulações.



**Figura 13:** Equipamento para obtenção das formulações de adesivos PSA “Hot melt”.

- Obteve-se 4 formulações para o presente estudo, sendo que todas foram feitas em triplicata:

**Quadro 4:** Porcentagem de insumos utilizada no processo de obtenção do adesivo.

<b>Matérias-Primas</b>	<b>F1</b>	<b>F2</b>	<b>F3</b>	<b>F4</b>
Resina Hidrocarbônica	59%	59%	-	-
Resina Hidrocarbônica Hidrogenada	-	-	59%	59%
Borracha SIS	20%	-	20%	-
Borracha SBS	-	20%	-	20%
Plastificante	20%	20%	20%	20%
Aditivos	1%	1%	1%	1%

### 3.3 Ensaios de Caracterização

#### 3.3.1 Viscosidade Brookfield

Quando submetidos a uma tensão, líquidos ideais deformam irreversivelmente enquanto que sólidos ideais se deforma elasticamente. A taxa de viscosidade newtoniana representa a resistência do fluido ao escoamento (BIRD; ARMSTRONG; HASSANGER, 1989). A relação

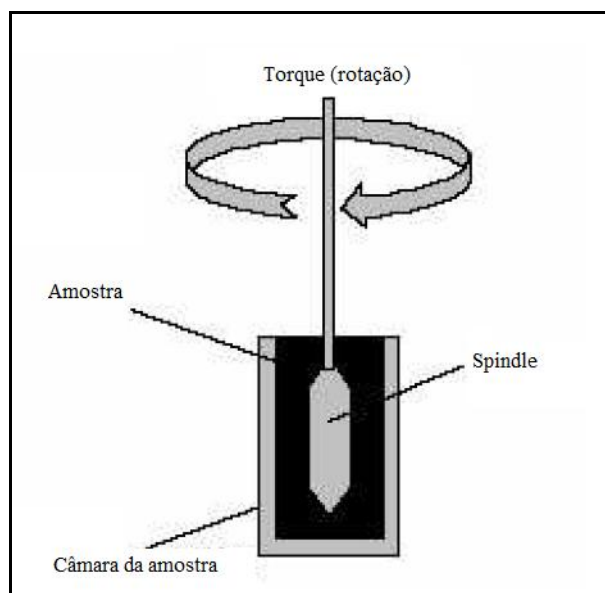
entre tensão e taxa de deformação de líquidos de comportamento ideal foi proposta por Newton em 1687 e é dada pela Equação 2 (SILVA, 2008).

$$\tau = - \mu \gamma \quad (2)$$

A viscosidade é um parâmetro de suma importância e seu controle é fundamental para que se obtenha adequada resistência a junta adesiva. Isto porque se o adesivo possuir viscosidade muito baixa, ele escoará demasiadamente para os substratos, especialmente se os mesmos possuírem porosidade, resultando em uma película de filme adesivo de espessura insuficiente para que haja uma boa aderência entre os materiais a serem unidos (ARTECOLA, 2009).

O equipamento utilizado para a determinação da viscosidade é um viscosímetro rotacional de cilindros coaxiais, que mede a viscosidade através do torque necessário para rotacionar o “*spindle*” (ponta de prova) imerso na amostra fundida, podendo ter variações na velocidade da rotação, em RPM, de acordo com a viscosidade do produto analisado (UFSC, 2012).

O princípio de operação é medir através de uma mola calibrada o torque provocado pelo movimento rotacional de um spindle submerso no fluido para teste. Mede-se a viscosidade, em centi-Poises, e a taxa de cisalhamento em  $s^{-1}$  (UFSC, 2012).



**Figura 14:** Princípio de Operação do Viscosímetro (UFSC, 2012).

Todas as análises foram feitas à uma temperatura de 150 °C, o “*spindle*” foi colocado dentro da amostra durante 10 minutos, para que temperatura do mesmo ficasse em equilíbrio

com a amostra. Depois desse período, iniciou a rotação do “*spindle*” durante 15 minutos e em seguida, fez-se a leitura do viscosímetro. A Figura 15 apresenta o equipamento utilizado na análise de viscosidade Brookfield.

O método de ensaio é descrito pela norma ASTM D 2196 e a viscosidade foi avaliada em um viscosímetro modelo RVT, obtendo os valores obedecendo a Equação 3:

$$\text{Viscosidade Brookfield (cP)} = A \cdot F \quad (3)$$

Onde:

- A = leitura do viscosímetro;
- F = fator de conversão utilizado.

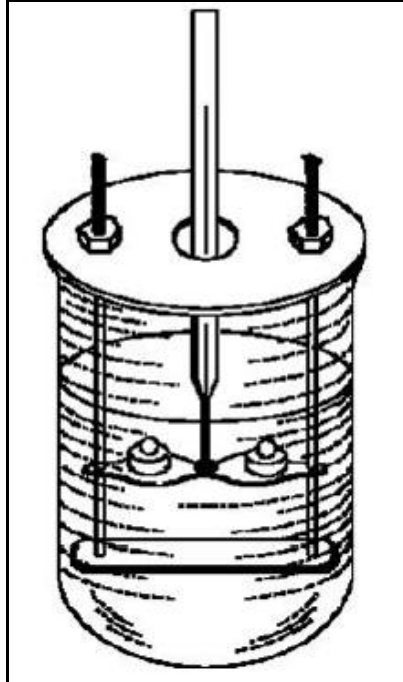


**Figura 15:** Equipamento para análise de viscosidade.

### 3.3.2 Ponto de Amolecimento “*Ring and Ball*”

Também denominado de bola e anel (B&A), consiste na fusão do adesivo em avaliação e conformação em dois anéis metálicos de circunferência padrão, nos quais se centralizam duas esferas de tamanhos e massas controladas. Este conjunto é colocado em um banho de glicerina com um disco de amostra, mantido na posição horizontal de um anel, é forçado para baixo numa altura de 2,54 mm (1 polegada), sob o peso de uma esfera de aço (3,45 a 3,55 gramas), com uma razão de aquecimento  $5\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ .

O ponto de amolecimento é a temperatura acusada no termômetro, quando a esfera tocar no fundo da plataforma do suporte (ver Figura 16). O método utilizado para este análise foi de acordo com a norma ASTM E 28 (1992).



**Figura 16:** Esquema do ensaio de ponto de amolecimento “*Ring and Ball*” (SILVA, 2008).

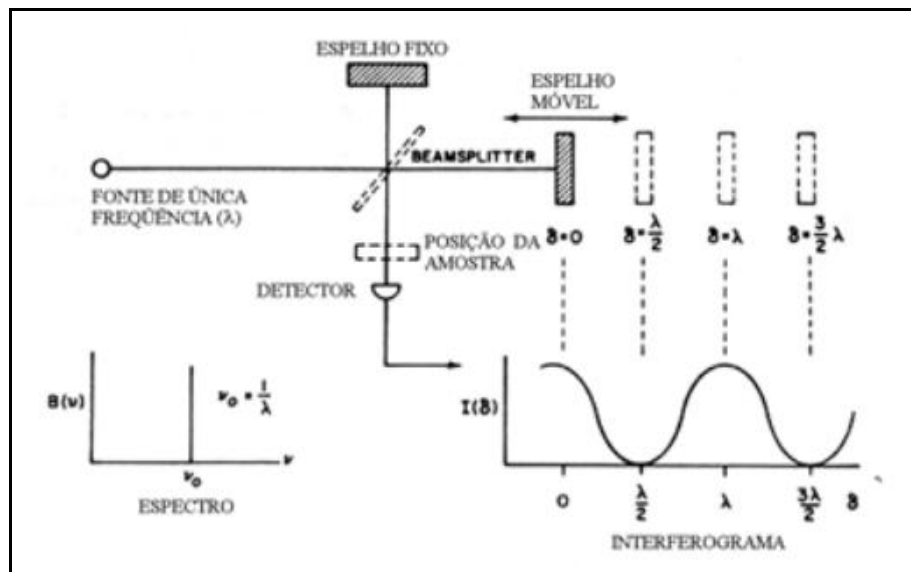
Segundo Campos e Quaiatti (2006), a resistência à temperatura de um adesivo pode ser ajustada modificando a temperatura de transição vítrea da fase do poliestireno, mediante a adição de resinas aromáticas, com pontos de amolecimento maiores ou menores que a do poliestireno, ou pela adição de plastificante de caráter aromático.

### 3.3.3 Infravermelho

A espectroscopia de absorção na região do infravermelho com transformada de Fourier (IV) é uma técnica de inestimável importância na análise orgânica qualitativa, sendo amplamente utilizadas nas áreas de química de produtos naturais, síntese e transformações orgânicas. O infravermelho e demais métodos espectroscópicos modernos são os principais recursos para a identificação e elucidação estrutural de substâncias orgânicas. São, também, de alta relevância na determinação de pureza e quantificação de substâncias orgânicas, bem como acompanhamento de reações e processos de separação (SILVERSTEIN; WEBSTER; KIEMLE, 2007).



A espectroscopia de infravermelho é uma técnica de análise para coletar o espectro do infravermelho mais rapidamente. Em vez de coletar os dados variando a frequência de luz infravermelha monocromática, a luz IV (com todos os comprimentos de onda da faixa utilizada) é guiada através do interferômetro (vide Figura 17). Depois de passar pela amostra o sinal medido é o interferograma. Realizando-se uma transformada de Fourier no sinal resulta-se em um espectro idêntico ao da espectroscopia convencional (dispersiva).



**Figura 17:** Diagrama de blocos mostrando os principais componentes de um espectrômetro FTIR (PUC-RIO, 2012).

Foi utilizado o espectrômetro IV da Perkin Elmer, modelo Spectrum One e o tipo de análise utilizada foi com o “Universal ATR Sampling Accessory” que realiza análise de forma pontual. Os parâmetros utilizados para análise técnica de reflectância total atenuada, diretamente sobre as amostras, observando a região de  $4000$  a  $650 \text{ cm}^{-1}$ .



**Figura 18:** Equipamento de Infravermelho.

Este ensaio foi feito com o objetivo de analisar as possíveis reações químicas que ocorrem entre os insumos. Para isso, obtiveram-se espectros dos insumos utilizados e depois foi realizada a comparação das bandas de absorção entre os mesmos e o produto final.

### **3.3.4 Ensaio de Tração**

O ensaio realizado para avaliar as propriedades mecânicas das formulações do presente estudo foi o teste de tração. Com esse tipo de ensaio é possível determinar parâmetros para realização de projetos de engenharia, como tensão máxima de ruptura e módulo de elasticidade (CANEVAROLO, 2004; LEVY, PARDINI, 2006).

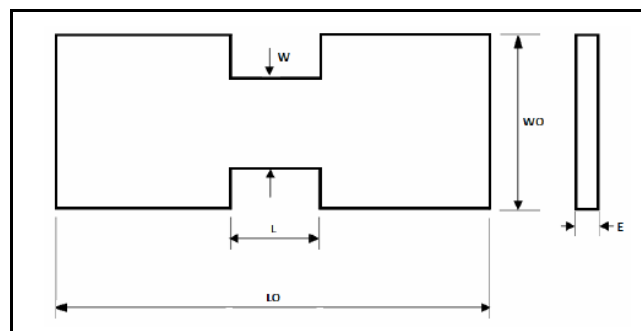
A tensão de ruptura corresponde ao carregamento ao qual o material suporta até o rompimento, já a deformação elástica de um material corresponde à deformação reversível quando aplicado uma carga, ou seja, o material se deforma na aplicação da carga, retornando-a ao seu estado inicial na retirada da carga, obedecendo a Lei de Hooke (CANEVAROLO, 2004; LEVY, PARDINI, 2006).



**Figura 19:** Máquina Universal de Ensaios (EMIC DL 500).

Os ensaios foram realizados na máquina universal de ensaios EMIC DL 2000 e sendo utilizado o software TESC, fornecido pela mesma empresa fabricante da máquina, como pode ser vista na Figura 19. Para realização do ensaio, utilizou como referência a norma ASTM D 638 (2010) onde a mesma sugere que a velocidade de tracionamento para tal material seja em torno de  $300 \text{ mm min}^{-1}$ , com uma célula de carga de  $50\text{kN}$ . As especificações do corpo de prova seguem de acordo com a Figura 20 e a Quadro 5, sendo que teve-se o cuidado de não utilizar amostras com concentradores de tensões.

Foram realizados 10 ensaios para cada amostra com a finalidade de obter reprodutibilidade nos resultados e as amostras foram condicionadas a uma mesma temperatura e umidade para que este não alterasse as propriedades do material a serem ensaiados.



**Figura 20:** Esquema representativo do Corpo de Prova.

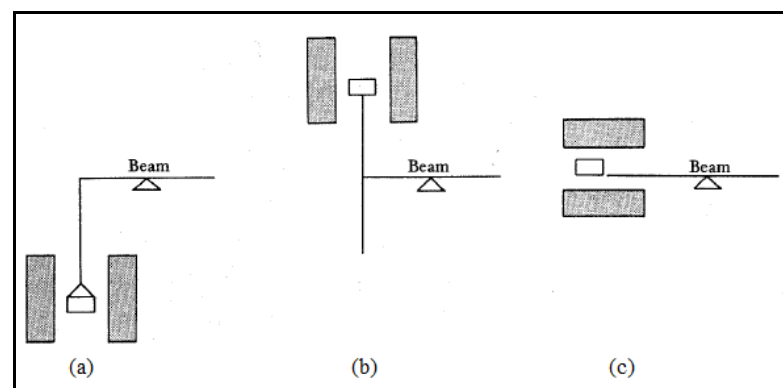
**Tabela 1:** Dimensões do Corpo de Prova.

Dimensões	Medida (mm)	Tolerância (mm)
WO (Largura dos extremos)	25,4	± 0,5
LO (Comprimento total)	63,5	± 0,5
W (Largura da seção estreita)	12,7	± 0,5
L (Comprimento da seção estreita)	12,7	± 0,5
E - Espessura	3,0	± 0,5

### 3.3.5 Termogravimetria e Termogravimetria Derivada (TG/DTG)

A termogravimetria (TG) é a análise térmica que se determina o ganho ou perda de massa causada pela oxidação ou pela degradação, em função da razão de aquecimento ou a permanência em temperaturas controladas em uma amostra, com a possibilidade de se controlar a atmosfera, selecionando gases inertes como, por exemplo, o nitrogênio. A TG também avalia na amostra: seu teor de umidade, estabilidade térmica, composição de blendas poliméricas e copolímeros, e decomposição térmica (CANEVAROLO, 2004) e as abreviaturas são aceitas pela IUPAC (UFSC, 2012).

A medida é realizada por uma termobalança, normalmente estas balanças são classificadas em três categorias segundo a forma de condicionamento da amostra, conforme a Figura 21 (CAPONERO; TENÓRIO, 2012).

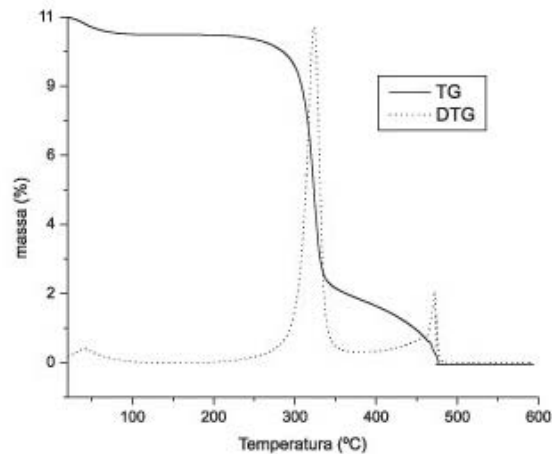


**Figura 21:** Classificação de tipos de balanças. (a) Suspensa; (b) Balança do topo; (c) Horizontal.

Na termogravimetria derivada (DTG), a derivada da variação da massa em relação ao tempo ( $dm/dt$ ) é registrada em função da temperatura ou tempo. Portanto, neste são obtidas a

derivada primeira da curva TG e nos quais os degraus são substituídos por picos que delimitam áreas proporcionais às alterações de massas sofridas pela amostra (IONASHIRO, 2004).

As curvas obtidas pela TG permitem a obtenção de curvas térmicas diferenciais que possibilita a obtenção de informações adicionais.



**Figura 22:** Demonstração das curvas de TG e DTG (SANTOS; LIMA; NASSAR; CUIFFI; CALEFI, 2012).

As curvas de DTG possuem vantagens, como: indicação com exatidão, as temperaturas correspondentes ao início e ao instante em que a velocidade de reação é máxima, os picos agudos permitem distinguir claramente uma sucessão de reações que muitas vezes não podem ser claramente distinguidas nas curvas TG e as áreas dos picos correspondem exatamente à perda ou ganho de massa e podem ser utilizadas em determinações quantitativas (IONASHIRO, 2004).

De acordo com Ionashiro (2004), os fatores que podem influenciar o aspecto das curvas da TG, pertencem a dois grupos: fatores instrumentais e fatores ligados às características das amostras.

Os fatores instrumentais são relacionados a razão de aquecimento do forno, atmosfera do forno, geometria do suporte de amostra e do forno. Já, os fatores correspondentes a características da amostra citadas são o tamanho de partícula, solubilidade dos gases liberados, calor de reação, compactação da amostra e condutividade térmica entre outras.

Neste estudo, foi utilizado o analisador termogravimétrico da Perkin Elmer, modelo Pyris Diamond TGA, manteve-se a temperatura de 50 °C, com uma razão de aquecimento de 20 °C min<sup>-1</sup>, na faixa de 50 °C até 700 °C e manteve-se à 700 °C por mais de 1 minuto.

Amostra de 5 mg e com a atmosfera dinâmica inerte com vazão de  $20 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$  de  $\text{N}_2$ , aproximadamente.



**Figura 23:** Equipamento de Termogravimetria.

### 3.3.6 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Calorimetria exploratória diferencial (DSC) é uma técnica na qual mede-se a diferença de energia fornecida à substância e a um material referência, em função da temperatura, enquanto a substância e o material referência são submetidos a uma programação controlada de temperatura. De acordo com o método de medição utilizado, há duas modalidades: calorimetria exploratória diferencial com a compensação de potência e a calorimetria exploratória diferencial com fluxo de calor (IONASHIRO, 2004).

O equipamento utilizado foi o calorímetro exploratório diferencial que usa o fluxo de calor como método de medição.



**Figura 24:** Calorímetro Exploratório Diferencial.

Para realizar a análise, foi utilizado o equipamento da Perkin Elmer, modelo Diamond DSC, a massa da amostra com 5 mg, em média, foi colocada em um suporte de amostra de Alumínio com uma tampa não perfurada e a mesma foi submetida a uma atmosfera inerte com fluxo de Hélio de  $20 \text{ mL min}^{-1}$ .

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Avaliação da Viscosidade Brookfield e Ponto de Amolecimento “*Ring and Ball*”

Primeiramente, obteve-se as formulações contendo as matérias-primas básicas de um adesivo PSA “*hot melt*” submetendo-as a uma temperatura constante de 200°C, utilizando o processo de cisalhamento para que houvesse a dissolução da borracha na solução e as formulações estão apresentadas no Quadro 5.

**Quadro 5:** Identificação das formulações.

<i>Formulação</i>	<i>Resina</i>	<i>Elastômero</i>
F1	Hidrocarbônica	SIS
F2	Hidrocarbônica Hidrogenada	SIS
F3	Hidrocarbônica	SBS
F4	Hidrocarbônica Hidrogenada	SBS

As formulações foram obtidas de acordo com o Quadro 5 e os procedimentos fez-se segundo descrito no item 3.2.

Os valores da viscosidade Brookfield que foram obtidos após a análise são apresentadas na Tabela 2:

**Tabela 2:** Valores da Viscosidade Brookfield.

	Viscosidade (mPa.s)			
	Resina Hidrocarbônica		Resina Hidrocarbônica Hidrogenada	
	SIS	SBS	SIS	SBS
Formulação	F1	F2	F3	F4
	1825	2900	2900	4063

Nota-se que os valores das viscosidades Brookfield das formulações que contem as borrachas SIS apresentaram valores inferiores em relação as formulações compostas por borrachas SBS, quando utilizada a mesma resina. Relacionando esses valores com as propriedades das borrachas (Quadro 2) com a Tabela 3, vê-se uma relação com o teor de estireno/borracha, o que é diretamente ligado ao teor de aromaticidade existente no



elastômero, sendo que, este é um parâmetro que influencia diretamente na viscosidade do adesivo, pois quanto mais anéis aromáticos na estrutura molecular da borracha, maior será a viscosidade.

Comparando as formulações com resinas diferentes e com borrachas semelhantes nota-se que as compostas com RHHs apresentaram resultados superiores em relação as outras formulações. Este comportamento ocorreu devido ao fato das formulações compostas por resinas RHs possuir menor coeficiente de polidispersividade (Quadro 1) pois, este parâmetro que atua diretamente na quantidade de ligações químicas existentes entre as estruturas moléculas dos compostos.

**Tabela 3:** Valores do Ponto de Amolecimento “Ring and Ball”.

Formulação	Ponto de amolecimento (°C)			
	Resina hidrocarbônica		Resina hidrocarbônica hidrogenada	
	SIS	SBS	SIS	SBS
	F1	F2	F3	F4
	84,1	78,4	89,4	89,5

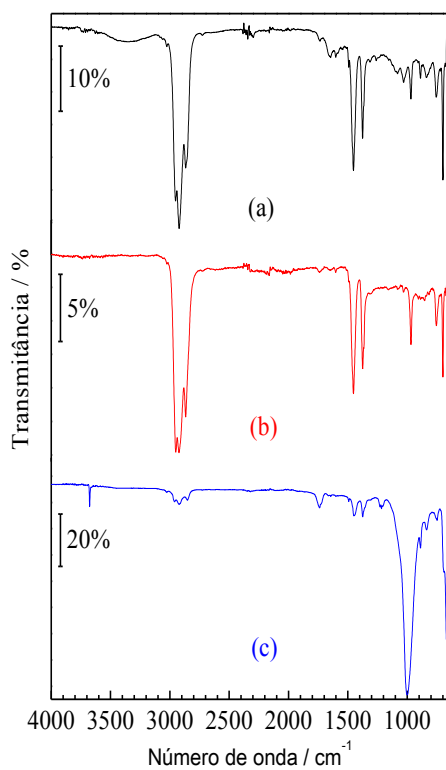
Observando os dados obtidos no ensaio de ponto de amolecimento “*Ring and Ball*”, nota-se que os valores das formulações que contem as borrachas SIS e SBS, F1 e F2, respectivamente, apresentaram valores diferentes entre as mesmas, devido a quantidade de reações químicas que ocorreu durante o processo para obtenção do adesivo e a ausência do processo de hidrogenação na resina hidrocarbônica justificando a menor estabilidade térmica durante o análise. Já as formulação 3 e 4, obtiveram valores parecidos por causa da reação que ocorreu com a eliminação de enxofre e nitrogênio da composição da borracha, aumentando seu ponto de amolecimento em relação as formulações compostas pela resinas hidrocarbônicas.

O ponto de amolecimento é influenciado diretamente pelo coeficiente de polidispersividade que é o parâmetro que está relacionado com a massa molar média ponderal e massa molar numérica, que é um indicativo do peso molecular contido nas resinas. Este parâmetro afeta nos possíveis amaranhamentos (“*cross-linked*”) que as moléculas possam formar entre si, atuando fortemente no ponto de amolecimento do adesivo. O coeficiente de polidispersividade pode ser considerado tanto na análise de viscosidade quanto no ponto de

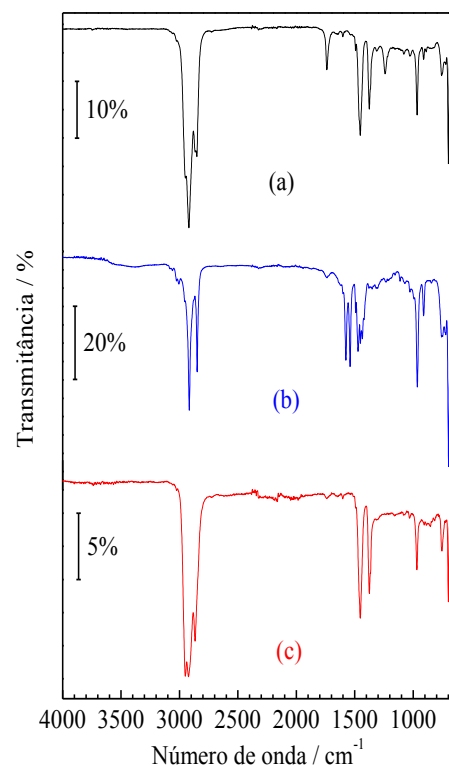
amolecimento, pois quanto maior essa razão, maior a dificuldade de quebra de ligações químicas.

#### 4.2 Avaliação dos Espectros de Absorção na Região do Infravermelho

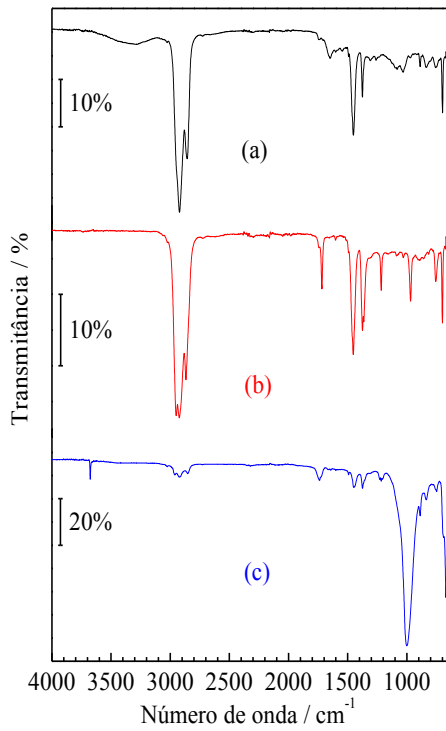
Neste tópico, foram analisadas comparativamente as bandas de energia dos espectros das matérias-primas e das formulações, com intuito de atribuir as prováveis reações químicas que ocorreram durante o processo de obtenção do adesivo.



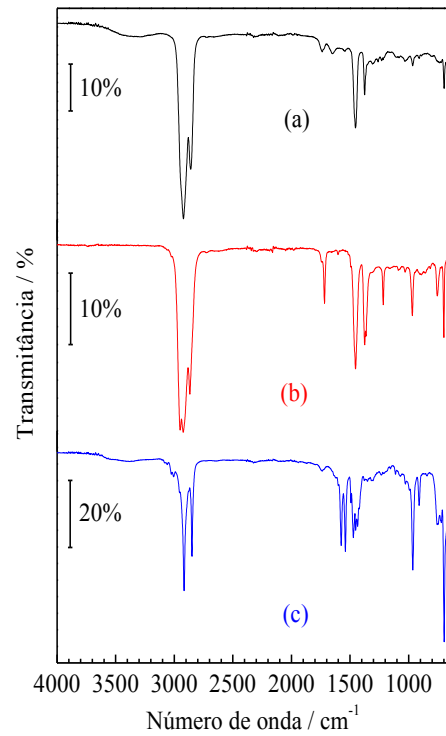
**Figura 25:** Espectros: (a) Formulação 1, (b) Resina hidrocarbônica e (c) Borracha SIS.



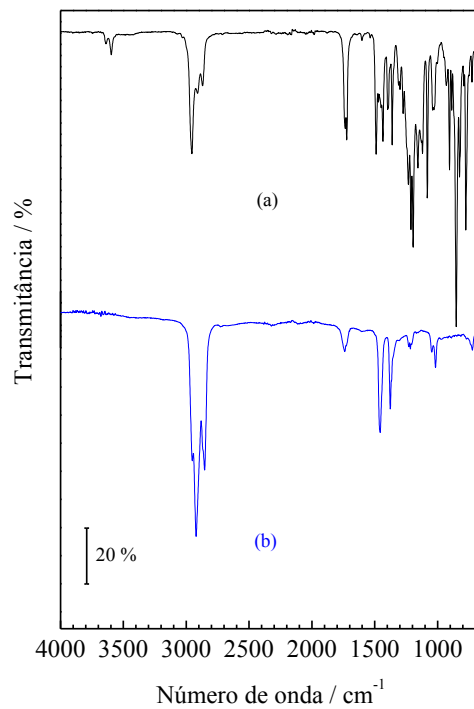
**Figura 26:** Espectros: (a) Formulação 2, (b) Borracha SBS e (c) Resina Hidrocarbônica.



**Figura 27:** Espectros: (a) Formulação 3, (b) Resina hidrocarbônica hidrogenada e (c) Borracha SIS.



**Figura 28:** Espectros: (a) Formulação 4, (b) Resina hidrocarbônica hidrogenada e (c) Borracha SBS.



**Figura 29:** Espectros (a) Anti-oxidante e (b) Óleo Plastificante.

Todas as formulações apresentaram bandas de ligações hidrocarbônicas apresentadas nas regiões compreendidas 2915 entre 2850  $\text{cm}^{-1}$ . Porém, não existem as bandas de absorção das formulações que contem resina hidrocarbônica hidrogenada dentro dessa faixa, atribuindo-se esse efeito devido o teor de hidrogênio que reagiu com outro grupo funcional presente na região 760  $\text{cm}^{-1}$ .

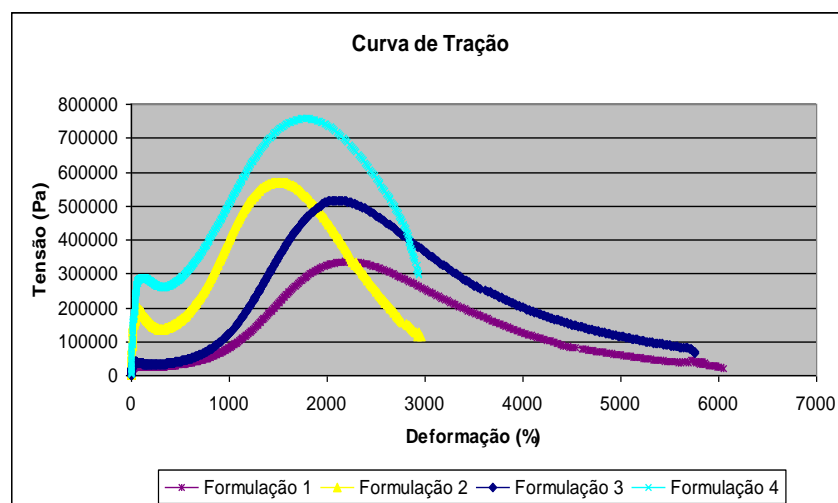
Importante salientar que em todos os espectros das formulações apresentaram bandas de absorção na faixa de 1372  $\text{cm}^{-1}$ , região do espectro que envolve a teor de aromaticidade presente tanto nas borrachas SIS quanto nas borrachas SBS, em que existe pouca variação nas suas respectivas transmitâncias.

Observando as formulações F1 e F3, notou-se que houve presença de uma banda de absorção com o mesmo comprimento de onda, porém com valores de transmitância diferentes, nos casos das bandas de absorção de 697,63  $\text{cm}^{-1}$  com valores de transmitância para formulações 1 de 77% e formulação 2 correspondente a 84%.

Com as formulações 2 e 4 apresentaram espectros similares, ocorrendo pouca variação na transmitância.

### 4.3 Avaliação da Resistência Mecânica do Adesivo

O teste de resistência mecânica foi realizado de acordo com o item 3.3.4 e os resultados obtidos podem ser observados na Figura 31.



**Figura 30:** Curva de tração das formulações de adesivos “hot melt” PSA.

As principais propriedades para adesivos PSA “hot melt” foram extraídas da curva de tração e estão apresentadas na Tabela 3:

**Tabela 4:** Valores das propriedades obtidas através da curva de tração.

Propriedades	Formulação			
	1	2	3	4
<b>MY (kPa)</b>	3,60 ± 0,92	15,41 ± 2,65	3,60 ± 0,92	14,86 ± 2,77
<b>TME (kPa)</b>	36,90 ± 5,03	194,59 ± 26,15	36,98 ± 4,56	288,48 ± 26,23
<b>TM (kPa)</b>	507,72 ± 45,57	573,89 ± 19,96	522,09 ± 27,50	759,85 ± 25,42
<b>TR (kPa)</b>	24,12 ± 6,37	118,18 ± 68,74	78,10 ± 9,12	293,43 ± 94,68
<b>DR (%)</b>	6277,00 ± 10,00	2952,43 ± 504,97	5752,00 ± 13,88	2936,43 ± 127,57
<b>Tem (MPa)</b>	832,42 ± 131,40	932,31 ± 99,43	1370,93 ± 69,66	1541,07 ± 67,17

*MY = Módulo de Young; TME = Tensão Máxima de Escoamento; TM = Tensão Máxima; TR = Tensão Ruptura; DR = Deformação de Ruptura; Ten = Tenacidade*

Realizando uma análise comparativamente, nota-se que os dados referente a resistência mecânica das formulações com borrachas SBS apresentaram valores superiores em relação as formulações com borrachas SIS. Como visto na Figura 30, observou-se que as formulações contendo SIS apresentaram deformação superior em relação às borrachas SBS e esse comportamento foram motivadas pelas propriedades descritas na Tabela 4, que mostra a elongação e razão estireno/borracha das borrachas SIS. Segundo Kraton (2006), a elongação apresenta valores superiores às formulações das borrachas SBS e a segunda propriedade refere-se a menor quantidade de teor de aromaticidade que apresenta menores quantidades de ligações químicas existentes na estrutura molecular das formulações. Para uma melhor avaliação das propriedades obtidas neste ensaio, fizeram-se gráficos para representar os valores de cada propriedade obtidos através das curvas de tração relacionando com cada uma das formulações.

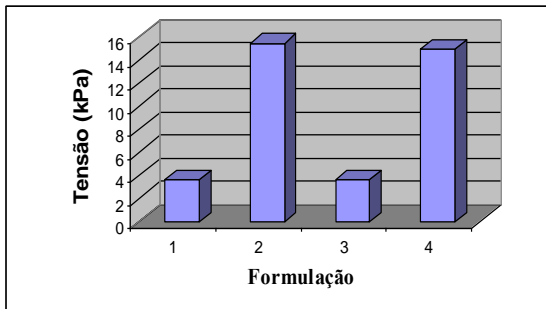


Figura 31: Módulo de Young.

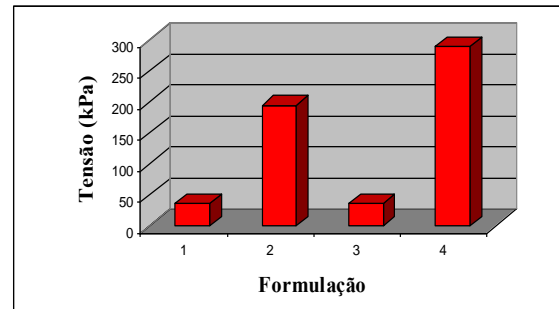


Figura 32: Tensão Máxima de Escoamento.

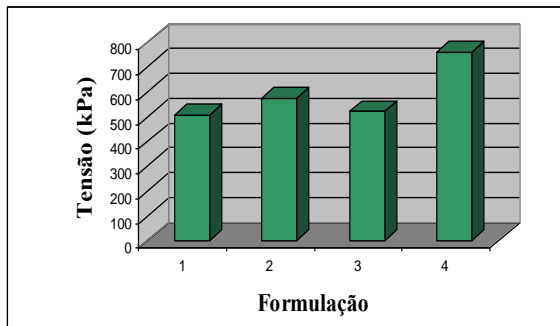


Figura 33: Tensão Máxima.

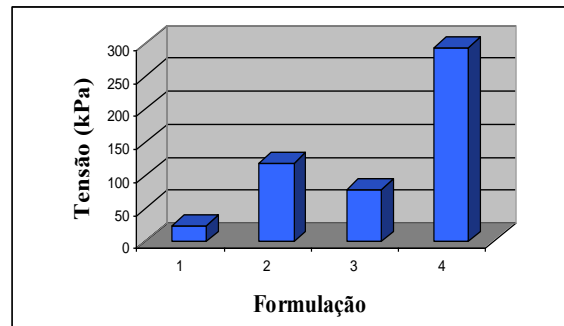


Figura 34: Tensão de Ruptura.

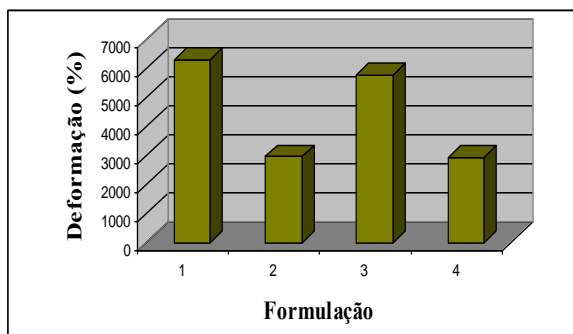


Figura 35: Deformação de Ruptura.

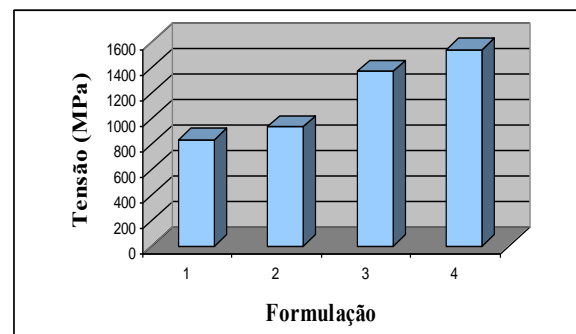
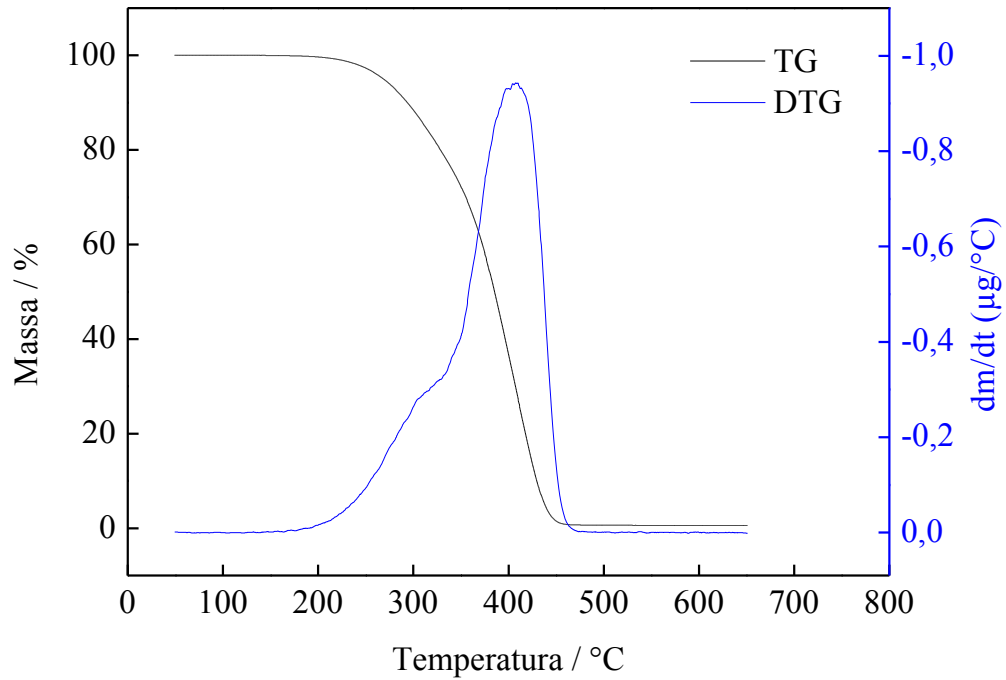


Figura 36: Tenacidade.

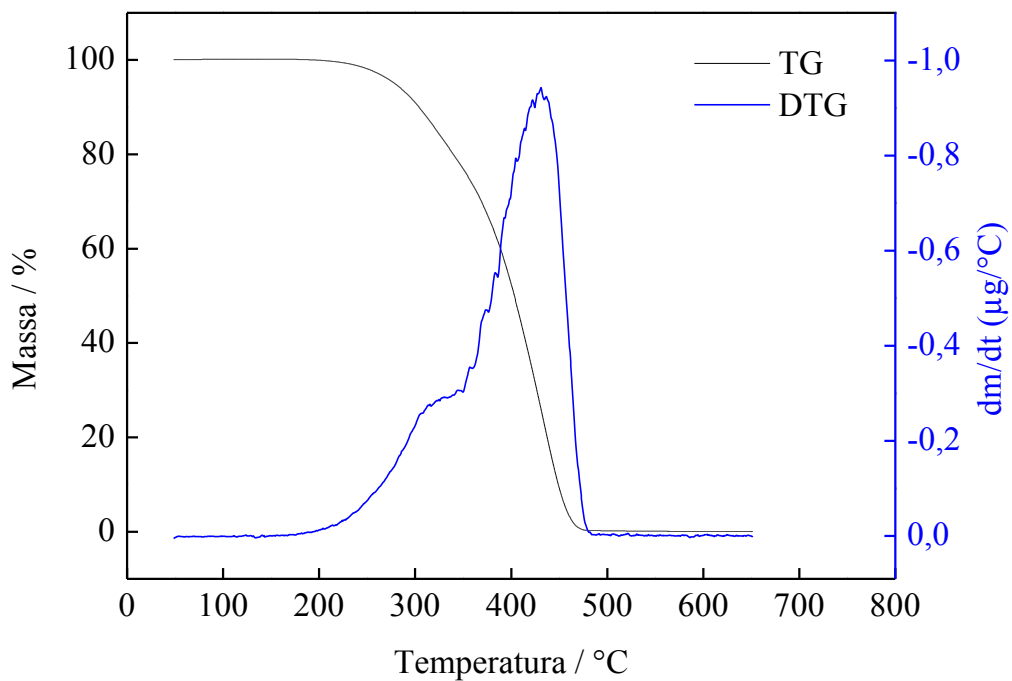
As tensões máximas, tensões máxima de escoamento, tensões de ruptura e tenacidade das formulações com SBS apresentaram valores superiores em comparação às formulações com borrachas SIS, considerando a variação das resinas taquificantes. Esse comportamento ocorreu pelo fato da borracha SBS apresentar propriedades mecânicas superiores as formulações SIS, como a elongação, razão de estireno/borracha, que influencia diretamente nessa propriedade.

#### 4.4 Avaliação das Análises Térmicas

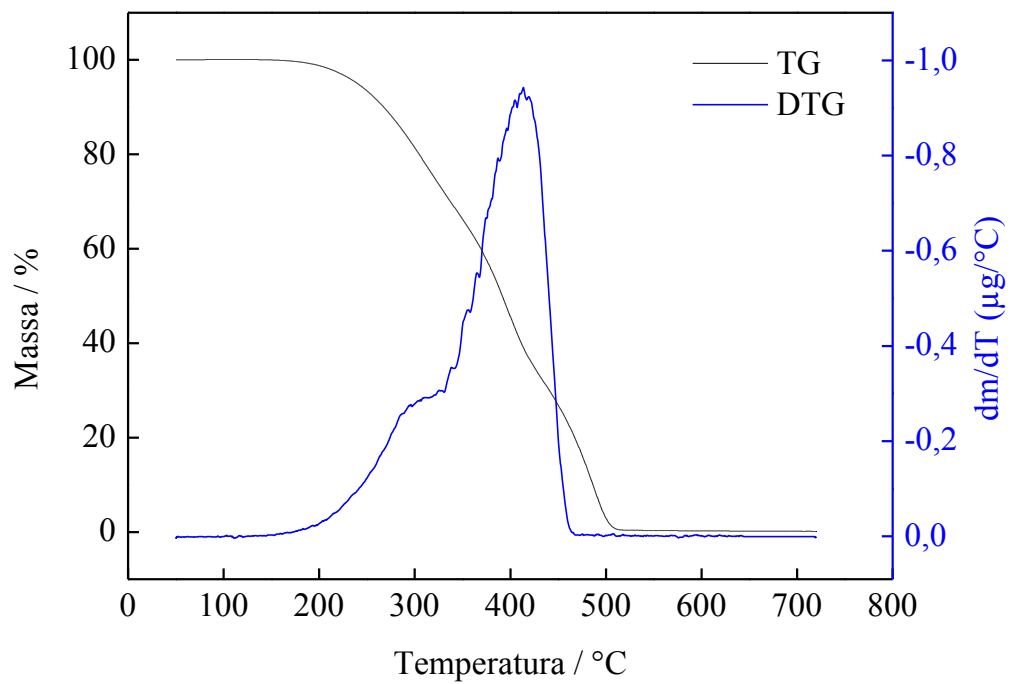
Na análise termogravimétrica, obteve-se as curvas de TG e DTG das formulações investigadas:



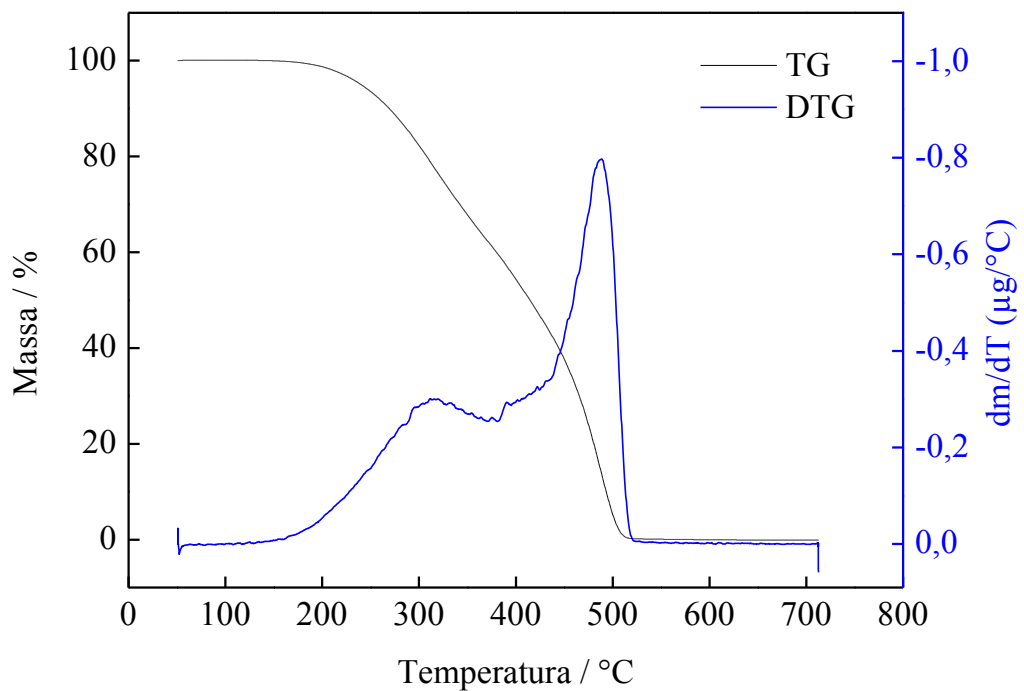
**Figura 37:** TG e DTG – Formulação 1.



**Figura 38:** TG e DTG – Formulação 2



**Figura 39:** TG e DTG – Formulação 3.



**Figura 40:** TG e DTG – Formulação 4.

A partir das curvas TGs, obteve-se os dados referente as perdas de massas e intervalos de temperaturas dos eventos de cada uma das formulações, como podem ser vistos na Tabela 5.



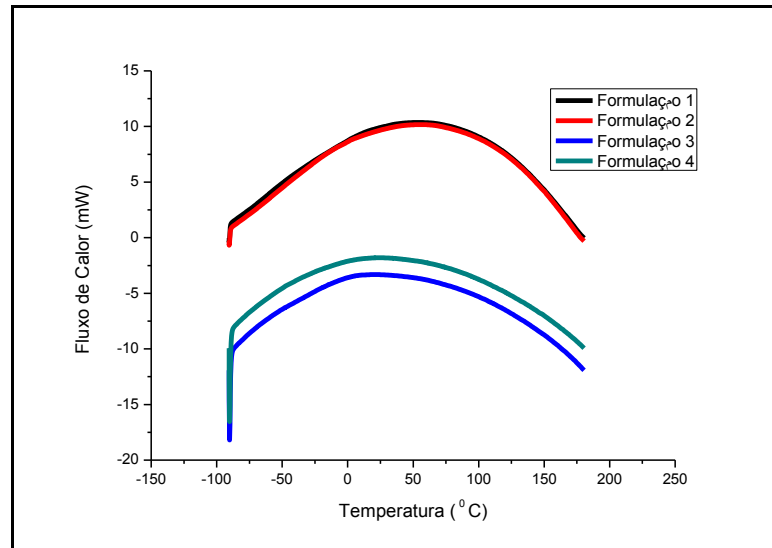
**Tabela 5:** Resultados obtidos através das curvas termogravimétricas.

<b>Eventos</b>	<b>Parâmetros</b>	<b>F1</b>	<b>F2</b>	<b>F3</b>	<b>F4</b>
<b>1</b>	<b><math>\Delta m</math> (%)</b>	20,25	21,79	31,87	37,12
	<b><math>\Delta T</math> (°C)</b>	151,82	179,69	202,82	221,82
<b>2</b>	<b><math>\Delta m</math> (%)</b>	78,97	77,99	36,31	15,61
	<b><math>\Delta T</math> (°C)</b>	142,4	140,53	91,44	54,65
<b>3</b>	<b><math>\Delta m</math> (%)</b>	-	-	31,41	47,08
	<b><math>\Delta T</math> (°C)</b>	-	-	87,39	100,82
<b>Resíduo (%)</b>		0,78	0,22	0,41	0,19

Verifica-se pela análise de TG que somente as formulações contendo resina hidrocarbônica hidrogenada apresentaram o terceiro evento, ou seja, nas curvas da DTG observou-se que a presença de um pico indicando que as formulações que contem esta matéria-prima apresenta melhor estabilidade térmica. Isto pode ser atribuído a reação que ocorre com o teor de hidrogênio presente na matéria-prima.

Em todas as formulações, constaram a ausência de umidade nas formulações e a variação da massa nas formulações F1 e F2 foram semelhantes, apresentando uma pequena diferença na porcentagem de resíduo, provavelmente ocorrido devido a presença da borracha SIS, visto que, o mesmo ocorre com as formulações F3 e F4. Importante salientar a variação de massa mostrada nos resultados da etapa 2 nas formulações F3 e F4 que apresentam 36,31% e 15,61%, respectivamente. Atribuem-se esses valores, as reações que ocorrem com as borrachas SIS e SBS com a resina hidrocarbônica hidrogenada.

Pela análise de calorimetria exploratória diferencial (DSC), foi efetuado o apagamento do histórico térmico para eliminar quaisquer vestígios de análise anteriormente realizados no equipamento, em seguida, realizou o aquecimento com uma “range” de -90°C a 160°C com uma razão de aquecimento de 20°C.min<sup>-1</sup>. A análise DSC efetuada não apresentou nenhum resultado significativo demonstrando que as formulações não apresentaram nenhum evento neste intervalo de temperatura, como pode ser visto na Figura 41.



**Figura 41:** Comparativo das curvas de calorimetria das formulações.

Devido a atmosfera utilizada durante a análise, não foi possível realizar curvas DSC em temperaturas superiores, impossibilitando a observação dos parâmetros característicos desta análise.

## 5 CONCLUSÕES

Dos insumos utilizados no presente estudo apresentaram boa compatibilidade durante sua combinação, não havendo quaisquer tipos de insolubilidade. As matérias-primas utilizadas na preparação das formulações influenciam diretamente nas propriedades térmicas e mecânicas, sendo que os teores de aromaticidade das borrachas utilizadas na composição foi o principal fator para variação de comportamento na composição do adesivo.

Nas análises de viscosidade Brookfield e ponto de amolecimento “*Ring and Ball*”, as formulações demonstraram diferentes comportamentos em função do índice de fluidez e razão estireno/borracha. Verificou-se que a resina hidrocarbônica hidrogenada apresenta melhor estabilidade térmica, obtendo valores de ponto de amolecimento maiores em relação as formulações com resina hidrocarbônica. Estes comportamentos demonstrados nos resultados devem-se principalmente ao fato de que as RHH apresentam teores maiores de hidrogênio na sua estrutura molecular.

Os espectros apresentaram o surgimento de bandas de absorção específicas devido principalmente às interações químicas que ocorreram durante o processo de obtenção do adesivo e a variação de estrutura molecular apresentadas pelas matérias primas.

Os resultados de ensaios mecânicos com formulações com borrachas SIS apresentaram maior deformação de ruptura, devido a menor quantidade de teor aromático na composição da borracha. Ao contrário das borrachas SBS que demonstraram melhor desempenho em todos os outros parâmetros avaliados, atribuindo esse desempenho às propriedades das borrachas, devido à quantidade de ligações químicas presentes nas formulações e ao teor aromático.

As resinas hidrocarbônicas hidrogenadas apresentaram melhor resistência ao calor, ou seja, melhor estabilidade térmica em relação às composições que utilizavam resinas hidrocarbônicas, como já foi constatada no ensaio de ponto de amolecimento. Outro fato deve-se a considerar, refere-se ao processo de hidrogenação feito para obter a resina hidrocarbônica hidrogenada que aumenta a estabilidade do produto. Visto que as formulações com RHH apresentaram três estágios de degradação da massa em função do aumento da temperatura Nesse comportamento entende-se que ocorre devido à presença de ligações moleculares mais fortes, o que aumenta a resistência térmica do produto. Já, nas formulações que envolvem variações de borracha não apresentaram alterações consideráveis.

Com as curvas comparativas de DSC, não houve possibilidade de concluir quaisquer parâmetros, pois o intervalo de temperatura apresentada nas mesmas.

## 6 SUGESTÕES

Para a continuação deste trabalho sugerem-se:

- Análise de DSC em outras atmosferas;
- Análise do tack, com ensaios de Peel 90° e Peel 180°;
- Estudo da influência do adesivo em determinados substratos (Tensão Superficial e Molhabilidade).

## 7 REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 2196–(2010)**: Standard Test Method for Rheological Properties of Non-Newtonian Materials by Rotational (Brookfield type) Viscometer.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 2550-(2007)**: Standard Test Method for Thermal Stability by Thermogravimetry.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 3418-(2008)**: Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 638 – (2010)**: Standard Test Method for Transition Tensile Properties of Plastics.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 7418 – (2007)**: Standard Test Method for Softening Point of Bitumen (Ring and Ball Apparatus).

ARTECOLA INDÚSTRIAS QUÍMICAS. Módulos de Treinamento (manual). Campo Bom, 2009.

BENEDEK, I.; FELDSTEIN; M. M. (Ed.) Handbook of pressure sensitive adhesive and products: Fundamentals of pressure sensitive. Boca Raton: Taylor & Francis Group, 2009.

BERTI, C.; et al. The effect of aliphatic length on thermal properties of poly(alkylene dicarboxylate)s. *e-Polymers*, v. 57, p. 2-18, 2007.

BHIDE, S. J.; ZURALE, M. M. - "Adhesives and their novel applications", Proceedings of the 7<sup>o</sup> International Conference on Adhesion and Adhesives - Adhesion'99, p.165, Cambridge - UK, 1999.

BIRD, R. B.; ARMSTRONG, R. C.; HASSAGER, O. Dynamics of Polymers Liquids. Volume 1: Fluid Mechanics. 2<sup>o</sup> Edição, New York: John Wiley & Sons, 1989.

CALLISTER JUNIOR, W. D. Estrutura dos Polímeros / Características, Aplicações e Processamento de Polímeros. 7. ed. USA: Ltc, 2008. Cap. 4 e 15, p. 355 e 381.

CAMPOS, J. C.; QUAIATTI, M. A. Elastômero Termoplásticos em Formulações Adesivas. Departamento de Tecnologia de Polímeros, Faculdade de Engenharia Química- Universidade Estadual de Campinas. CONAMET/SAM – 2006

CANEVAROLO, Jr.,S.V. Técnicas de Caracterização de Polímeros. 1. ed. São Paulo: Artliber, 2004. 448 p.

CANEVAROLO, Jr.,S.V. Técnicas de Caracterização de Polímeros. São Paulo: Artliber, 2002. 183 p.

CELLI, A.: et al. Thermal properties of poly(alkylene dicarboxylate)s derived from 1,12-dodecanedioic acid and even aliphatic diols. Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics, v. 45, p. 1053 – 1067, 2007.

DERAIL, C., MARIN, G. Rheology and adherence of pressure-sensitive adhesives. The Journal of Adhesion, v. 82, p. 469-485, 2006.

EASTAMAN CHEMICAL COMPANY. Resina Hidrocarbônica. Disponível em: <<http://www.eastman.com/Pages/ProductHome.aspx?product=71069243>>. Acesso em: 16 out. 2012.

EASTMAN CHEMICAL COMPANY (Org.). Product Data Sheet - Eastotac H100L Resin. Disponível em:

<[http://ws.eastman.com/ProductCatalogApps/PageControllers/ProdDatasheet\\_PC.aspx?Product=71000717&CategoryName=Generic](http://ws.eastman.com/ProductCatalogApps/PageControllers/ProdDatasheet_PC.aspx?Product=71000717&CategoryName=Generic)>. Acesso em: 23 out. 2012.

GALAN, C.; SIERRA, C.A.; FATOU, J. M. G.; DELGADO, J.A., A Hot Melt Pressure Sensitive Adhesive Base on Styrene-Butadiene-Styrene Rubber. The effect of Composition on the Properties, Journal of Applied Polymer Science, 1996.

GALEMBECK, F.; GANDUR, M.. Cientistas explicam fenômenos da adesão. Revista Química e Derivados, ed. QD LTDA, edição 393. mai.2001.

HU, Y.; PAUL, C. W.. Technology of Pressure-Sensitive Adhesives and Products. In: HU, Yuhong; PAUL, Charles W.. Technology of Pressure-Sensitive Adhesives and Products. [S.I.]: National Starch And Chemical, 2008. Cap. 3, p. 1-47.

IONASHIRO, M. G.: fundamentos da termogravimetria, análise térmica diferencial, calorimetria exploratória diferencial. Araraquara/SP: Giz Editorial, 2004.

KRATON POLIMEROS LLC. Copolímeros estirênicos em bloco de isopreno butadieno (SIBS) aumentam o desempenho de rótulos PSA. Houston, 2006.

LEVY, F. N., PARDINI, L. C. Compósitos estruturais - Ciência e tecnologia. 1. ed. São Paulo: Edgar Blücher, 2006. 336 p.

MÜNCHEN, W. M. Tecnologia dos Plásticos. São Paulo. Edgard Blücher, 1992.

PETRIE, E. M. Handbook of Adhesives and Sealants. Mc Graw Hill – Second Edition, 2006. 800p.

PIZZI, A.; MITTAL, K.I. (Ed.). Handbook of Adhesive Technology. New York: Library Of Congress Cataloging-in-publication Data, 2003.

PRIDE, E. M.; Handbook of Adhesive and Sealants, cap. 1, McGraw-Hill Companies, Inc., New York, 2000.

PSTC. Adesivos hot melt. Disponível em: <<http://www.pstc.org/tecnical/glossary.php#glossary>>. Acesso em: 16 out. 2012.

PUC-RIO (Org.). Espectroscopia de Infravermelho. Disponível em: <[http://www.maxwell.lambda.ele.puc-rio.br/4432/4432\\_4.PDF](http://www.maxwell.lambda.ele.puc-rio.br/4432/4432_4.PDF)>. Acesso em: 19 nov. 2012.

QUAIATTI, M. A.. Kraton Polymer for Pressure Sensitive and Contact Adhesives. São Paulo: Latincoat, 2006. p.1 – 10.

ROBE, G. Eastman Chemical Company. Hydrocarbon Resin. Bridgewater, New Jersey, Usa, 2011.

RYU, D. Y.; KIM, J. K. The aromatic hydrocarbon resins with various hydrogenation degrees. *Polymers* 41, Pohand, p. 5195-5205. 1999. Disponível em: <[www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com)>. Acesso em: 26 out. 2012.

SATAS, D.. Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology - Second Edition, VRN publishers, 1989.

SILVA, S. A. da. Estudo do Comportamento Reológico dos Adesivos Hot Melt PSA e sua relação com a Composição e as Propriedades Adesivas. 123 f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J.. Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos. Sétima Edição. Rio de Janeiro: LTC, 2007.

THE AMERICAN INSTITUTE OF CONSERVATION (Org.). Solubility Parameters: Theory and Application. Disponível em: <<http://cool.conervation-us.org/coolaic/sg/bpg/annual/v03/bp03-04.html>>. Acesso em: 23 out. 2012.

UFSC (Org.). Análises Térmicas. Disponível em: <<http://www.materiais.ufsc.br/Disciplinas/EMC5733/Apostila.pdf>>. Acesso em: 20 nov. 2012.



Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC)(Org.). Ensaio de Viscosidade - Brookfield. Disponível em: <<http://rodoviasverdes.ufsc.br/files/2010/04/Brookfield.pdf>>. Acesso em: 07 nov. 2012.

WIKIPÉDIA (Org.). Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR). Disponível em: <[http://pt.wikipedia.org/wiki/Espectroscopia\\_de\\_infravermelho](http://pt.wikipedia.org/wiki/Espectroscopia_de_infravermelho)>. Acesso em: 19 nov. 2012.

WILLIAMS, N. L. Elastic Analysis of the loop tack test for pressure sensitive adhesives. Dissertação (Mestrado) - Virginia Polytechnic Institute and State University, Virginia, USA, 2000.