



DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS, REOLÓGICAS E TÉRMICAS DE COMPÓSITOS DE POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE REFORÇADOS COM CAULIM (PEAD/CAULIM)

MÁRCIO ALVES DE LIMA

Orientador: Sérgio Roberto Montoro

05 DE MAIO DE 2017



SUMÁRIO

- INTRODUÇÃO _ SLIDES 3 A 5
- OBJETIVO GERAL _ SLIDE 6
- MATRIZ POLIMÉRICA _ SLIDES 7 A 9
- CARGAS MINERAIS COMO REFORÇO _ SLIDES 10 A 12
- CONSIDERAÇÕES SOBRE COMPÓSITOS _ SLIDES 13 A 15
- PROPRIEDADES MECÂNICAS _ SLIDES 16 A 19
- PROPRIEDADES REOLÓGICAS _ SLIDES 20 E 21
- PROPRIEDADES TÉRMICAS _ SLIDES 22 E 23
- METODOLOGIA DE TAGUCHI _ SLIDE 24
- MATERIAIS E MÉTODOS _ SLIDES 25 A 41
- RESULTADOS E DISCUSSÕES _ SLIDES 42 A 63
- CONCLUSÃO _ SLIDES 64 E 65
- ARTIGO, CONGRESSO E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS _ SLIDE 66
- CO-AUTORIA EM ARTIGO _ SLIDE 67



INTRODUÇÃO

- Polímeros são materiais extremamente versáteis, possuindo uma enorme gama de aplicações;
- Nos últimos 30 anos, o mundo verificou crescimento da produção de materiais plásticos de 45 para mais de 250 milhões de toneladas, prevendo que em 2018 atinja mais de 300 milhões;
- O polietileno é um dos polímeros de maior importância na indústria atualmente, devido seu baixo custo e ser facilmente processável;
- Fatores como o progresso tecnológico, questões ambientais e a importância da segurança no trabalho, têm exigido melhorias em materiais.



INTRODUÇÃO

- Vislumbra-se um aumento médio anual de aproximadamente 5% na utilização de materiais compósitos;
- Produção de compósitos visam melhorar propriedades mecânicas, físicas e químicas ou mantê-las próximas ao material puro, reduzindo custos, devido adição de um outro material muitas vezes de um custo menor.
- As cargas minerais atualmente ocupam posição de destaque na formulação de compósitos termoplásticos;
- A incorporação de cargas em polímeros evoluiu da simples substituição econômica para aprimoramento de propriedades do compósito final.



INTRODUÇÃO

- Redução de custo, melhorar o processamento, efeitos ópticos, controle da expansão térmica, retardamento de chama, propriedades mecânicas, entre outras.
- Os prejuízos com materiais não se limitam em refugos de produção ou desperdícios diversos ao longo de um processo. Eles podem sim estar enraizados ao início do desenvolvimento do produto e ampliarem-se por retrabalhos e revisões de projeto ao longo de outras etapas.
- Aplicação de Taguchi visa a criação de um produto uniforme e dentro das características requeridas para uma determinada aplicação, além de proporcionar a melhor escolha no aspecto de custo e benefício.



OBJETIVO GERAL

Desenvolver e caracterizar compósitos de polietileno de alta densidade (PEAD) reforçados com caulim, avaliar as propriedades mecânicas, morfológicas, reológicas e térmicas aplicando as metodologias de Taguchi, com o auxílio do *software* estatístico *Minitab*[®]17, para uma possível aplicação na indústria automotiva.



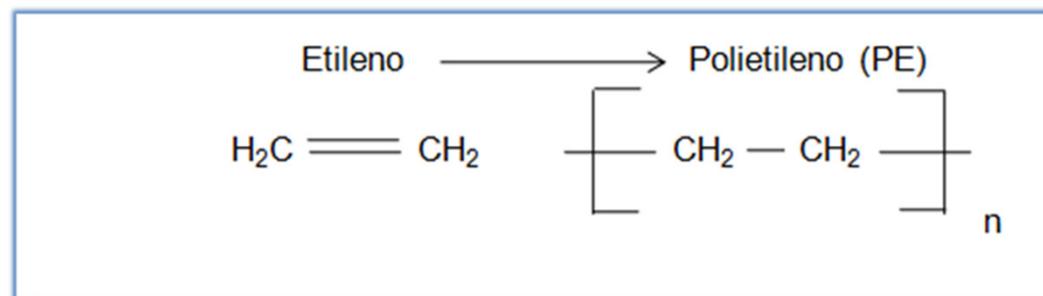
MATRIZ POLIMÉRICA

- ⇒ Polímero vem do grego poli (muitos) + meros (iguais).
- ⇒ São grandes moléculas formadas pela repetição de muitas unidades químicas iguais;
- ⇒ Por exemplo, no caso do poli (etileno), o etileno ($\text{H}_2\text{C}=\text{CH}_2$) é o monômero usado na síntese, mas a unidade repetitiva da cadeia polimérica é $[\text{CH}_2-\text{CH}_2]_n$, sem ligações duplas.



MATRIZ POLIMÉRICA

- ➔ Polímeros puros em muitos casos não apresentam as propriedades para atendimento das especificações;
- ➔ Exemplo: Resistência a tração, resistências químicas a ataques ácidos e básicos, resistência ao calor, entre outras;
- ➔ Polimerização do etileno.





MATRIZ POLIMÉRICA

⇒ Existem basicamente 2 tipos de polietilenos utilizados como matriz ;

Comparação entre polietileno de alta e baixa densidade		
Item de comparação	Polietileno de baixa densidade PEBD	Polietileno de alta densidade PEAD
Preparação	<ul style="list-style-type: none"> • Poliadição em massa. Monômero, oxigênio, peróxido, 200°C, 30.000-50.000 psi (200-350 MPa). 	<ul style="list-style-type: none"> • Poliadição em lama. Monômetro, catalisador de Ziegler-Natta, heptano, 70°C, 300 psi (2 MPa). • Poliadição em lama. Monômetro, óxidos metálicos (cromo, molibdênio), heptano, 100°C, 550 psi (4 MPa). • Poliadição em fase gasosa. Monômetro, catalisador de Ziegler-Natta, 70-105°C, 290 psi (2 MPa).
Propriedades	<ul style="list-style-type: none"> • Peso molecular: 5×10^4; d: 0,92-0,94; ramificado. • Cristalinidade: até 60%; T_g: -20°C; T_m: 120°C. • Material termoplástico. Boas propriedades mecânicas. Resistência química excelente. 	<ul style="list-style-type: none"> • Peso molecular: 10^5; d: 0,94-0,97; linear. • Cristalinidade: até 95%; T_g: -120°C; T_m: 135°C. • Material termoplástico. Propriedades mecânicas moderadas. Resistência química excelente.
Aplicações comuns	<ul style="list-style-type: none"> • Filmes e frascos para embalagens de produtos alimentícios, farmacêuticos e químicos. • Utensílios domésticos. • Brinquedos. 	<ul style="list-style-type: none"> • Contentores. • Bombonas. • Fita-lacre de embalagens. • Material hospitalar.
Observações	<ul style="list-style-type: none"> • LDPE é obtido por mecanismo via radical livre; é ramificado e com baixa cristalinidade. • A versatilidade de emprego do LDPE em filmes e sacos plásticos para embalagem e transporte dos mais diversos materiais traz como consequência o problema da poluição ambiental. • Polímeros relacionados ao LDPE: copolímero de etileno e acetato de vinila (EVA), empregado como artefatos espumados e também como adesivo do tipo adesivo fundido ("hot melt"). 	<ul style="list-style-type: none"> • HDPE é obtido por mecanismo de coordenação aniônica; é linear e com alta cristalinidade. • Polímeros relacionados ao HDPE: Polietileno linear de baixa densidade (LLDPE); é um copolímero contendo propeno, buteno ou octeno; polietileno linear de altíssimo peso molecular (até 5×10^6) (UHMWPE).



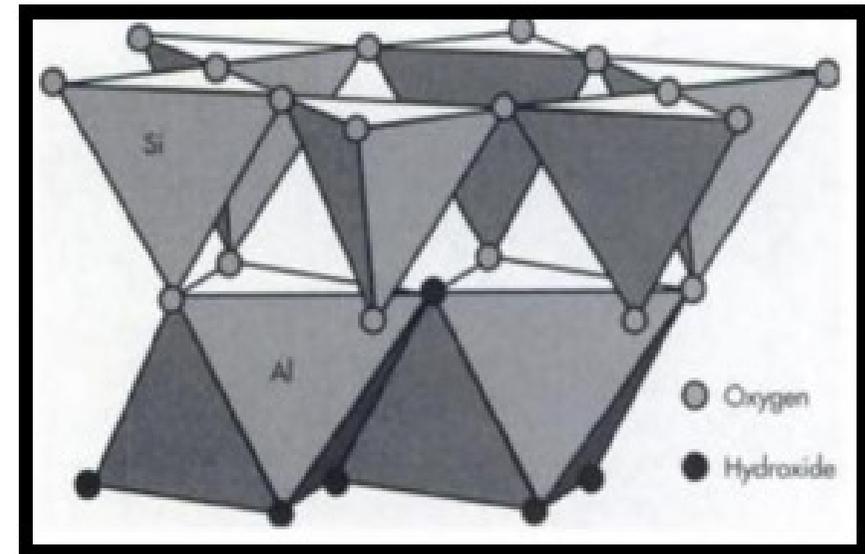
CARGAS MINERAIS COMO REFORÇO

- ➔ Cargas minerais são substâncias inorgânicas, não solúveis que são aplicadas aos polímeros em quantidades suficientes para diminuir os custos (INERTE OU DE ENCHIMENTO) e/ou alterar suas propriedades físicas (ATIVAS OU REFORÇANTES);
- ➔ O Caulim é um mineral usado como pigmento para melhoria da aparência e funcionalidade do papel e tintas, como material de reforço para plásticos, como matéria-prima de cerâmica, entre outras aplicações.



CARGAS MINERAIS COMO REFORÇO

➔ A caulinita é basicamente formada por um plano de átomos de silício com coordenação tetraédrica, com quatro átomos de oxigénio e um plano de alumínio com coordenação octaédrica, com os dois átomos de oxigénio e quatro moléculas de hidróxido,





CARGAS MINERAIS COMO REFORÇO

➔ Basicamente Caulim contém apenas alumina, sílica e hidróxidos estruturalmente ligados. No entanto, durante o processo de formação do caulim, pode haver substituição de ferro por alumínio;

Elementos	Teórico	Brasil (Copim)	Geórgia (Middle)	Reino unido (Cornwall)
% em peso				
SiO ₂	46.54	44.80	45.70	46.20
Al ₂ O ₃	39.50	38.30	37.60	39.00
Fe ₂ O ₃	0.0	0.51	0.46	0.38
TiO ₂	0.0	0.55	1.41	0.01
MgO	0.0	<0.05	0.03	0.16
CaO	0.0	<0.02	0.08	0.05
Na ₂ O	0.0	0.13	0.26	0.03
K ₂ O	0.0	<0.02	0.05	0.55
tOI 1,050°C	13.96	14.40	14.00	13.80



CONSIDERAÇÕES SOBRE COMPÓSITOS

⇒ Compósito (provém de composto) = materiais formados por mais de um constituinte;

⇒ Os compósitos estruturalmente resumem-se uma fase descontínua (reforços) e uma fase contínua (matriz);

⇒ Quando combinados dois materiais diferentes pode-se obter propriedades superiores, em muitos aspectos, em relação a cada componente individual.

Desta maneira, podemos entender a importância dos materiais compósitos na engenharia.



CONSIDERAÇÕES SOBRE COMPÓSITOS

- ➔ Geometria e orientação do material de reforço, influenciam significativamente a resistência.
- ➔ Compósitos (de elementos particulados) têm suas propriedades influenciadas pela distribuição, tamanho de partículas e fração em volume.
- ➔ A mistura de elementos para geração do material final ocorre simultaneamente a moldagem.



CONSIDERAÇÕES SOBRE COMPÓSITOS

- ➔ A interface entre duas fases é afetada por propriedades de superfície: Composição química, estrutura cristalina ou molecular, ligações química e tensão de superfície de cada uma das fases.
- ➔ Devido fatores como a força de adesão entre partículas minerais e tensão interfacial entre o polímero e a partícula, pode ocorrer aglomerados de cargas minerais.



PROPRIEDADES MECÂNICAS

⇒ A verificação das propriedades mecânicas são importantes para determinar a aplicação de qualquer material sólido. Ensaios realizados:

- Tração
- Flexão
- impacto



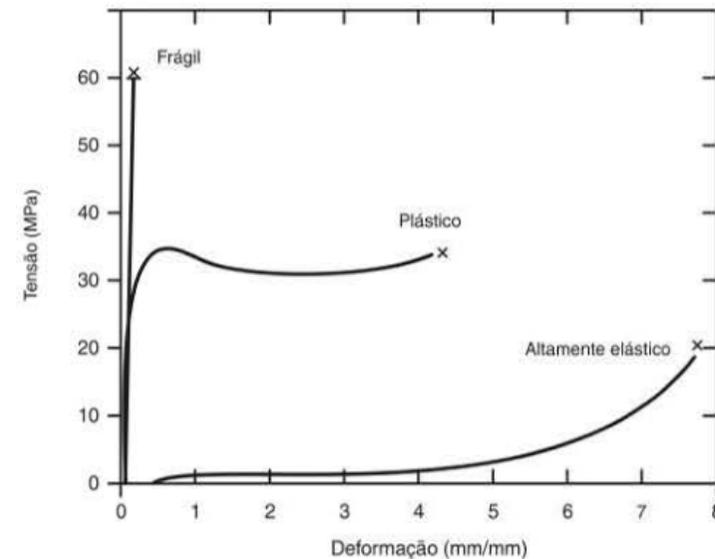
PROPRIEDADES MECÂNICAS

⇒ Ensaio de tração consiste na aplicação de carga de tração uniaxial crescente em um corpo de prova específico até a ruptura;

⇒ Com objetivo de diminuir diferenças nos resultados de tração, fatores são normalizados levando em conta tensão e deformação de engenharia;

$$\sigma = F / A_o \quad (1)$$

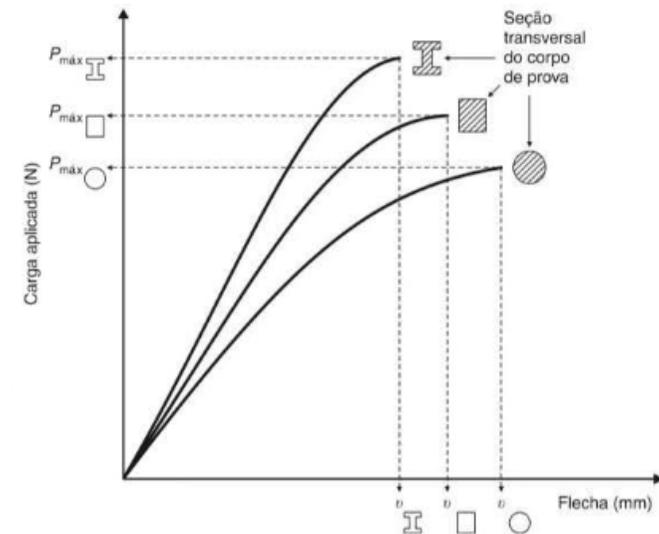
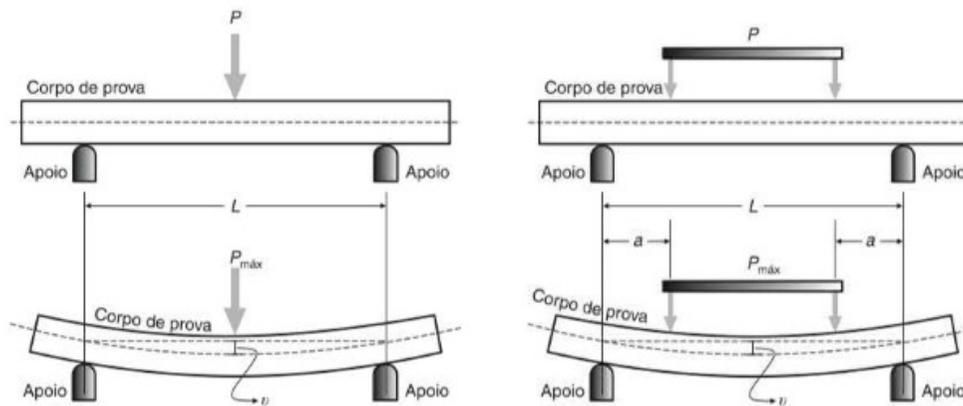
$$\epsilon = [(l_i - l_o) / l_o] = \Delta l / l_o \quad (2)$$





PROPRIEDADES MECÂNICAS

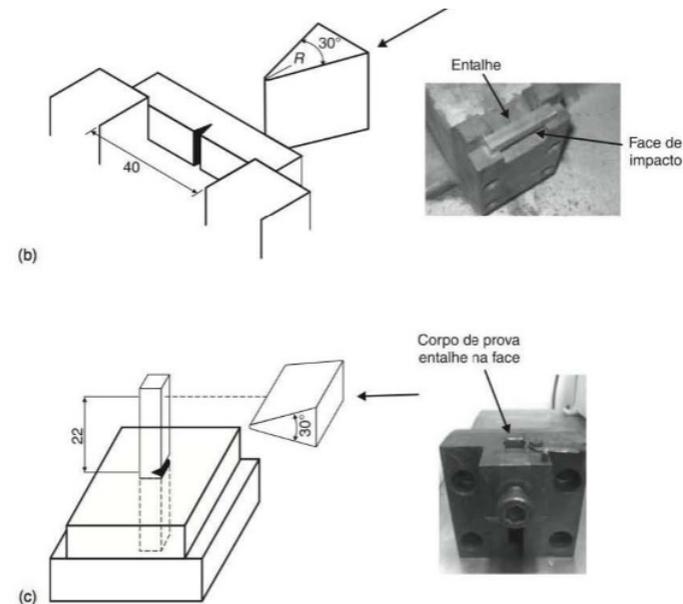
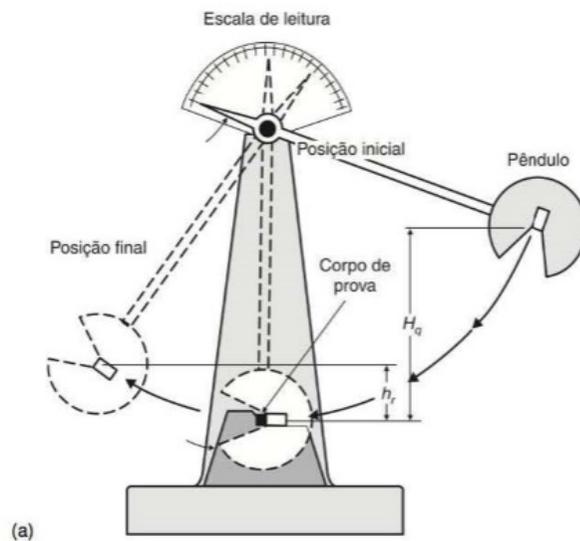
➔ Ensaio de flexão consiste na aplicação de uma carga no centro de um corpo de prova específico, apoiado em dois pontos. A carga aplicada aumenta lentamente até a ruptura do corpo de prova;





PROPRIEDADES MECÂNICAS

➔ O ensaio de impacto é um ensaio dinâmico empregado para a análise da fratura frágil de materiais. O resultado é simplesmente representado por uma medida de energia absorvida pelo corpo de prova;





PROPRIEDADES REOLÓGICAS

➔ Como maioria das peças plásticas usadas em automóveis são processadas pelo processo de injeção é extremamente importante o conhecimento do índice de fluidez do termoplástico que será usado. Ainda assim, verificar o comportamento deste índice a partir da adição de caulim.

➔ O índice de fluidez é definido como a massa (MFI) ou o volume (MVR) de material que flui de um cilindro através de uma fieira em 10 minutos sob ação de um peso;



PROPRIEDADES REOLÓGICAS

- ➔ Define-se reologia como o estudo das propriedades de deformação e escoamento dos materiais;
- ➔ Permite caracterizar os polímeros sob condições reais de processamento, consequentemente melhorar a processabilidade dos materiais.
- ➔ Compósitos poliméricos possuem viscosidade tanto maior quanto maior for o teor em aditivos. Este aumento é mais acentuado quanto maior área específica (maior interação com o polímero).



PROPRIEDADES TÉRMICAS

⇒ Transições térmicas = temperaturas onde ocorrem transições termodinâmicas.

⇒ T_g = temperatura de transição vítrea

PROCESSAMENTO E USO:

muco **Temperatura de deflexão ao calor, temperatura de amolecimento, temperatura de não fluxo, temperatura de fragilização e temperatura de processamento recomendada**

⇒ T_g = temperatura de transição vítrea

ordem = não ocorre mudança de fase, somente muda o grau da mobilidade molecular.



PROPRIEDADES TÉRMICAS

➔ Como o compósito gerado tem como objetivo aplicação na industrial de automóveis, faz-se necessário verificar o comportamento do material quando submetido a temperatura.

Análises:

- Termogravimétrica (TGA ou TG);
- Calorimetria diferencial de varredura (DSC);



METODOLOGIA DE TAGUCHI

⇒ Planejamento de experimentos

- ☒ Necessidade da otimização de produtos e processos;
- ☒ DOE (*Design of Experiments*);
- ☒ Taguchi (arranjo ortogonal, ANOVA, MSR)

⇒ Vantagens:

- ☒ Redução do número de experiências ou repetições;
- ☒ Os fatores podem ser analisados simultaneamente;
- ☒ É possível otimizar mais de uma resposta ao mesmo tempo;
- ☒ Cálculo e avaliação do erro experimental (confiança estatística).



MATERIAIS E MÉTODOS

Descrição: O HC7260LS-L é um PEAD, desenvolvido para a moldagem por injeção que apresenta alta dureza e rigidez, além de baixa tendência a empenamento. Esta resina tem aditivos contra a ação da radiação ultravioleta.

Aplicação: Recipientes industriais, capacetes, assentos sanitários, utilidades domésticas, brinquedos, tampas, paletes, caixas para garrafas de bebidas.

Processo: Moldagem por injeção.



MATERIAIS E MÉTODOS

	Métodos ASTM	Unid.	Valor
Tensão de Escoamento	D 638	Mpa	30
Tensão de Escoamento ao Alongamento	D 638	%	7.5
Módulo de Flexão - 1% Secante	D 790	Mpa	1350
Dureza Shore D	D 2240	-	64
Resistência ao Impacto Entalhado Izod	D 256	J/m	35
Resistência à Quebra sob Tensão Ambiental (b)	D 1693	h/F50	< 4
Temperatura de Amolecimento Vicat a 10 N	D 1525	°C	126
Temperatura de deflexão sob carga a 0,455 Mpa	D 648	°C	76



MATERIAIS E MÉTODOS

Composição	SiO₂ (67,5%), Al₂O₃ (24,1%), K (5,38%), TiO₂ (0,89%), MgO (0,43%), Na (0,38%), FeO (0,28%).
Tamanho de partícula	99% passante em 45µm e 50% passante 9µm.
Absorção de óleo	28% (Linseed Oil)
Dureza	2-3 (Mohs)
Cor	Quase branco
Reflexão	79-83 (Reflectômetro de Opacidade)
Ponte de fusão	>1000°C
Validade	Indefinida
Densidade	620-660g/l
Umidade livre	<5%



MATERIAIS E MÉTODOS

Descrição: Epolene C-16 é um PEBD modificado com ramificada anidrido maleico. É útil como um polímero de base para os adesivos e revestimentos, dispersões de concentrado de cor, e as aplicações que requerem compatibilidade com poliamida.

Principais Atributos: Melhora a cera de parafina nas propriedades de revestimento, como brilho e resistência graxa e excelente estabilidade térmica o anidrido maleico enxertado PE fornece funcionalidade com médio peso molecular.

Aplicações / Usos: Automotiva, construção, embalagens e etc..



MATERIAIS E MÉTODOS

Propriedades	Métodos ASTM	Unid.	Valor
Tipo de Polímero		Ma-PE	
Número de ácido (mg de KOH / g)		2	
Ponto de amolecimento Mettler	ASTM D 6090	° C	104
Penetração Dureza (a)	ASTM D 5	dmm	3
Viscosidade, Brookfield			
125 °C (257 ° F)			16,650 cP
190 °C (374 ° F)			2.850 cP
Peso molecular (b)			26.000



MATERIAIS E MÉTODOS

PLANEJAMENTO DO EXPERIMENTO

Definição dos Parâmetros

- % em massa de Caulim.
- % em massa de Compatibilizante.

Definição dos níveis por parâmetro

- Caulim (10%, 20% e 30% em massa, -, 0 e + respectivamente).
- Compatibilizante (0%, 5% e 10% em massa, -, 0 e + respectivamente).

Definição do arranjo ortogonal

- Temos 2 fatores e 3 níveis
- De acordo com a tabela de arranjos ortogonais temos um arranjo L4 (4 experimentos)

Definição da matriz de experimentos

- A matriz de experimentos foi estabelecida com 4 proporções diferentes entre os agentes e acrescida da réplica do nível médio, ou seja, total de 7 experimentos.



MATERIAIS E MÉTODOS

PLANEJAMENTO DO EXPERIMENTO

Fatores	Nível Baixo (-)	Nível Médio (0)	Nível Alto (+)
A: Teor de Caulim (%)	10	20	30
B: Teor de Compatibilizante (%)	0	5	10

EXPERIMENTOS	A	B
1	-	-
2	-	+
3	+	-
4	+	+
5	0	0
6	0	0
7	0	0

Arranjo Ortogonal	Números de Experimentos	Números de Fatores	Número máximo de colunas na matriz			
			2 níveis	3 níveis	4 níveis	5 níveis
L4	4	3	3	-	-	-
L8	8	7	7	-	-	-
L9	9	4	-	4	-	-
L12	12	11	11	-	-	-
L16	16	15	15	-	-	-
L'16	16	5	-	-	5	-
L18	18	8	1	7	-	-
L25	25	6	-	-	-	6
L27	27	13	-	13	-	-
L32	32	31	31	-	-	-
L'32	32	10	1	-	9	-
L36	36	23	11	12	-	-
L'36	36	16	3	13	-	-
L50	50	12	1	-	-	11
L54	54	26	1	25	-	-
L64	64	63	63	-	-	-
L'64	64	21	-	-	21	-
L81	81	40	-	40	-	-

EXPERIMENTOS	CAULIM (%)	COMPATIBILIZANTE (%)	PEAD (%)
1	10	0	90
2	10	10	80
3	30	0	70
4	30	10	60
5	20	5	75
6	20	5	75
7	20	5	75



MATERIAIS E MÉTODOS

PREPARO DAS AMOSTRAS

Experimentos	Unidade	Caulim	Compatibilizante	PEAD
1	%	10	0	90
	Gramas	9	0	81
2	%	10	10	80
	Gramas	9	9	72
3	%	30	0	70
	Gramas	27	0	63
4	%	30	10	60
	Gramas	27	9	54
5	%	20	5	75
	Gramas	18	4,5	67,5
6	%	20	5	75
	Gramas	18	4,5	67,5
7	%	20	5	75
	Gramas	18	4,5	67,5



MATERIAIS E MÉTODOS

PREPARO DAS AMOSTRAS



Pesagem na balança

- Pesagem na balança de precisão Marte (Modelo AY220)
- Proporções de acordo com a matriz experimental



Mistura no homogeneizador

- Cada batelada de 90 g do respectivo experimento no homogeneizador Dryser.
- Mistura em aproximadamente 1 min na velocidade 1 em seguida velocidade 2 para fusão completa.



Moagem no moinho granulador

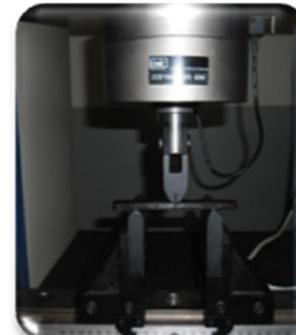
- Total moagem no moinho da marca Plastimax.
- Separação cuidadosa do moído cada experimento.





MATERIAIS E MÉTODOS

PREPARO DAS AMOSTRAS



Injeção dos corpos de prova

- Utilização de uma injetora RAY RAM - modelo TSMP
- Utilizando moldes de acordo com as dimensões padrão para ensaios posteriores de impacto, tração e flexão
- Parte não foi injetada para realização de outros ensaios.

Realização dos ensaios

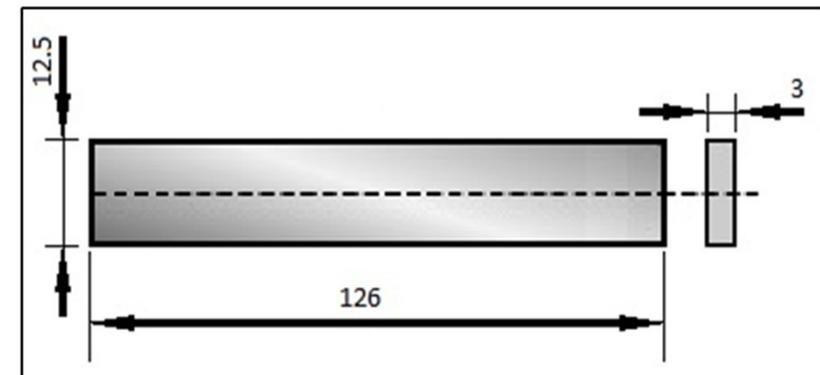
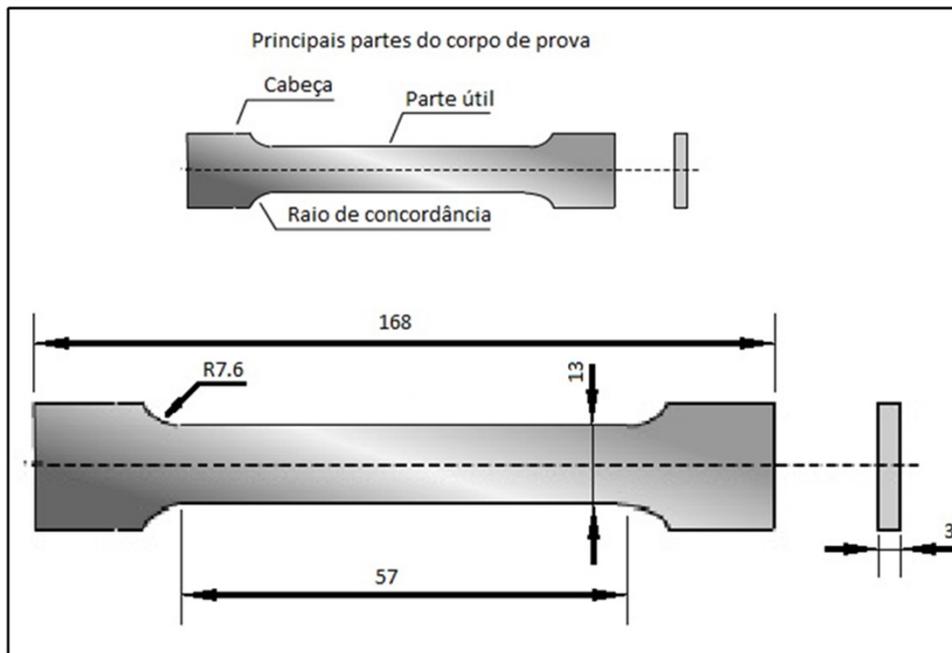
- Realização de ensaios mecânicos (tração, flexão e impacto)
- Realização de outros ensaios (Índice de fluidez, , TGA e DSC)



MATERIAIS E MÉTODOS

ENSAIOS MECÂNICOS – TRAÇÃO E FLEXÃO

- Total de oito baterias de experimentos, foram analisados cinco corpos de prova de tração e cinco de flexão. Os CDP's de tração foram preparados de acordo com a ASTM D 638 – 03 e os de flexão ASTM D 790 – 03.





MATERIAIS E MÉTODOS

ENSAIOS MECÂNICOS – TRAÇÃO E FLEXÃO

- Na tração foi utilizada carga de 50 kN. No ensaio de flexão foi utilizada a razão L/d (onde L = distância entre apoios) de 16, velocidade de 1,4mm/min, com célula de carga de 5 kN.

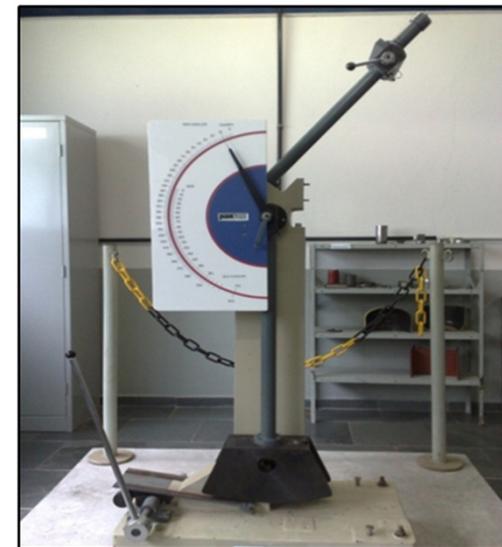
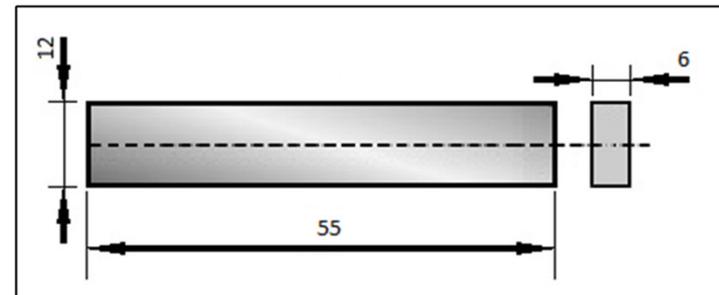




MATERIAIS E MÉTODOS

ENSAIOS MECÂNICOS – IMPACTO (PRELIMINAR)

- As dimensões dos corpos de prova analisados estiveram de acordo com a norma ASTM D 6110 – 06.
- A máquina de impacto foi uma PANTEC de capacidade de 300 J e um pêndulo com massa de 20 kg





MATERIAIS E MÉTODOS

ENSAIOS MECÂNICOS – IMPACTO (DEFINITIVO)

- E no laboratório de ensaios mecânicos da UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE – UFF, campus VILA, Volta Redonda, utilizando a máquina de ensaios de impacto, da marca Wolfgang OhstRathenow. O ensaio realizado foi do tipo Charpy utilizando um pêndulo de 4 J.





MATERIAIS E MÉTODOS

ÍNDICE DE FLUIDEZ

- **Aparelho para ensaios de índice de fluidez marca DSM, modelo MI-3;**
- **O ensaio de índice de fluidez foi realizado conforme diretrizes gerais da Norma ASTM D 1238:2013;**
- **Foi utilizada a temperatura de 190°C e peso de 2,160 kg, com tempo de corte de 30 s.**



MATERIAIS E MÉTODOS

ANÁLISES TERMOGRAVIMÉTRICAS (TGA)

- Equipamento da marca SII NanoTechnology, série 6000, modelo TG/DTA 6200, localizado no Laboratório de Análises Térmicas da UNESP em Guaratinguetá/SP.

As condições de análise:

- * Faixa de aquecimento: 30 a 600 °C;
- * Taxa de aquecimento: 10 °C/min;
- * Massa de amostra: 15 mg;
- * Recipiente para amostra: Platina;
- * Atmosfera: Nitrogênio;
- * Fluxo gasoso: 100 mL/min



MATERIAIS E MÉTODOS

ANÁLISES DE CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)

- Equipamento PerkinElmer Ltda. Modelo DSC 8000 com software Pyres v. 11.10492, disponível no laboratório de Análises Térmicas da UNESP de Guaratinguetá.

As condições de análise:

- * Faixa de aquecimento: -60 à 300°C;
- * Taxa de aquecimento: 20 °C/min;
- * Taxa de resfriamento: 50°C/min
- * Atmosfera: Nitrogênio
- * Fluxo gasoso: 20 ml/min
- * Massa da amostra: 10mg
- * Recipiente de amostra: alumínio



RESULTADOS E DISCUSSÃO

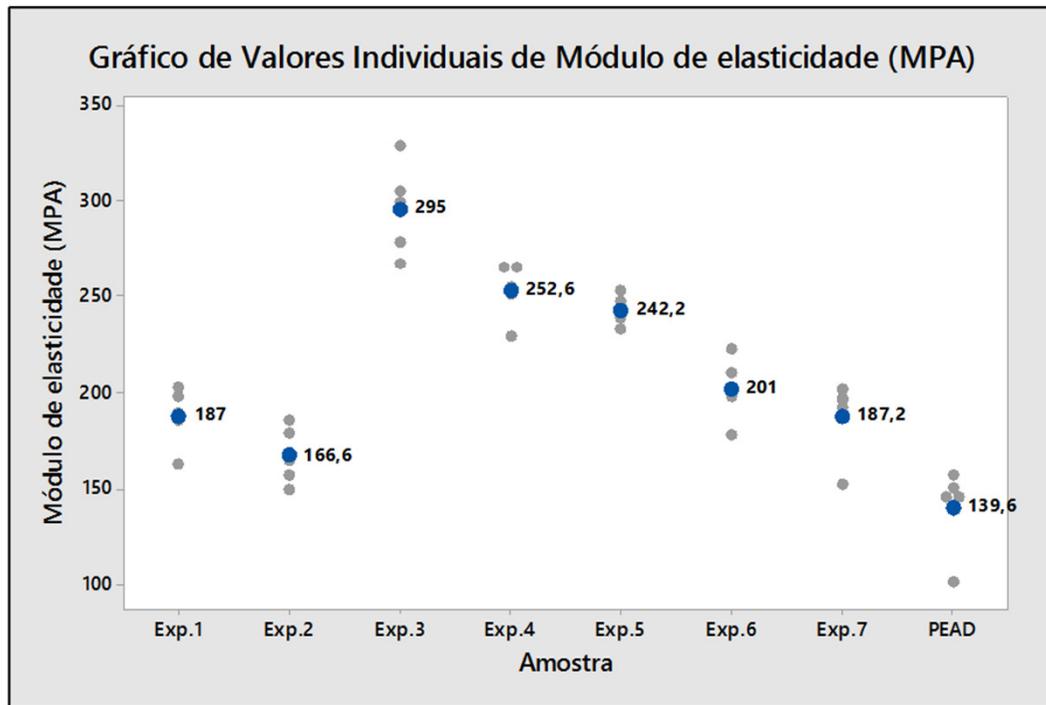
ENSAIO DE TRAÇÃO

Amostra	% Caulim	% Compat.	Tensão de escoamento		Limite de resistência a tração		Módulo de elasticidade	
			(MPa)	Desvio Padrão	(MPa)	Desvio Padrão	(MPa)	Desvio Padrão
Exp.1	10	0	11,60	0,55	19,60	0,55	187,00	15,48
Exp.2	10	10	11,00	1,00	19,40	0,55	166,60	14,81
Exp.3	30	0	16,60	1,14	24,00	1,22	295,00	24,06
Exp.4	30	10	13,40	1,34	21,40	2,51	252,60	14,77
Exp.5	20	5	13,20	0,45	22,20	0,45	242,20	7,76
Exp.6	20	5	12,20	0,45	20,80	0,45	201,00	16,72
Exp.7	20	5	12,00	0,71	20,40	0,55	187,20	19,94
PEAD	0	0	10,40	1,95	18,20	1,79	139,60	22,13

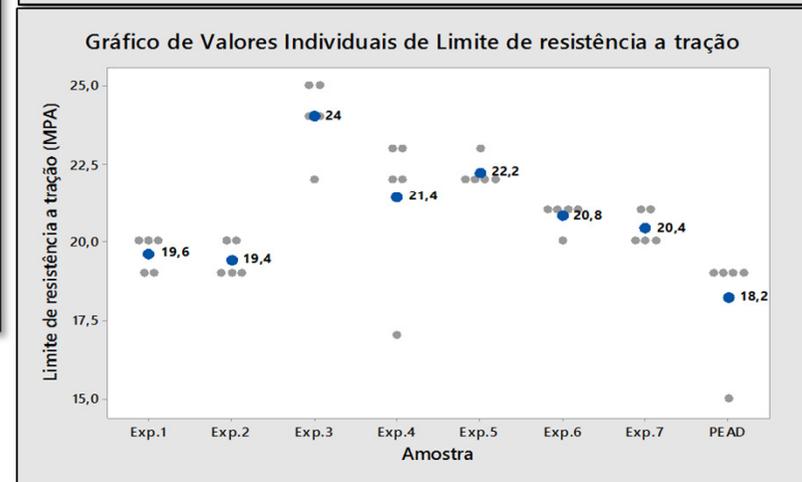
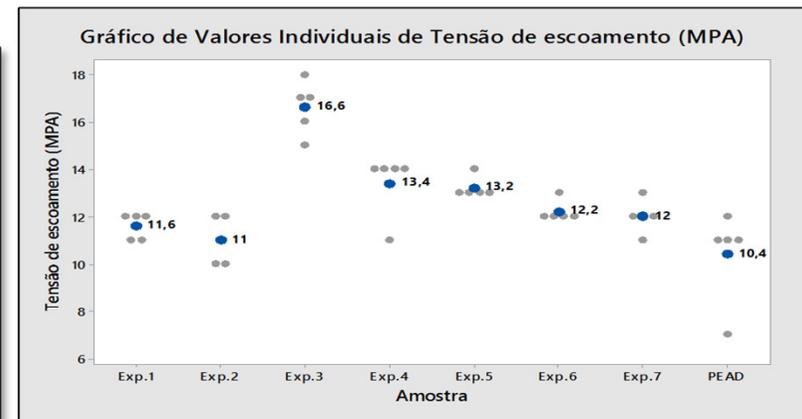


RESULTADOS E DISCUSSÃO

ENSAIO DE TRAÇÃO



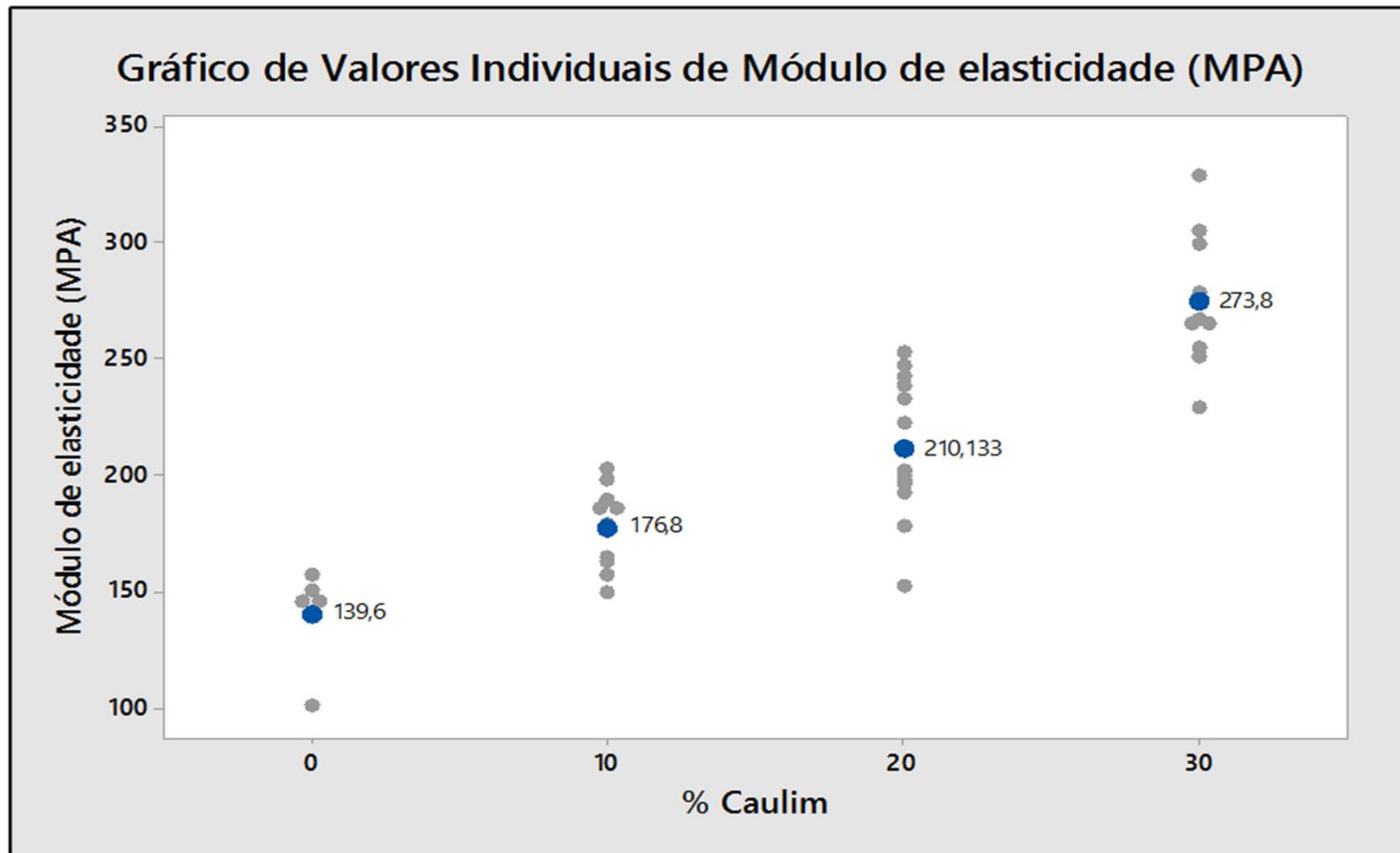
PEAD vs experimento 3 (30% em caulim e sem compatibilizante), aumento módulo de elasticidade ~100% = aumento da ductilidade.





RESULTADOS E DISCUSSÃO

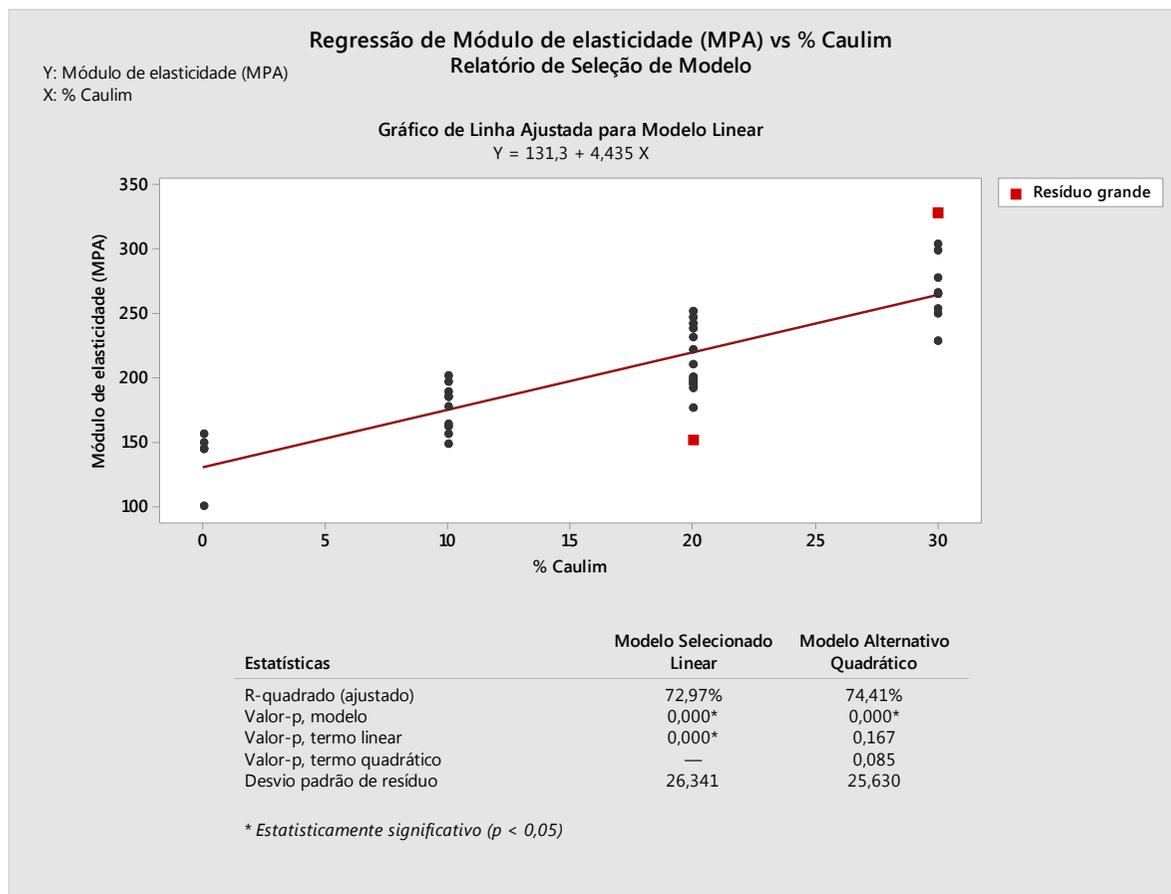
ENSAIO DE TRAÇÃO





RESULTADOS E DISCUSSÃO

ENSAIO DE TRAÇÃO



- Os resultados sugerem interação positiva entre o caulim e o PEAD.
- A melhora nas propriedades de tração foi verificada também por SILVA (2013). Na ocasião as propriedades mecânicas de compósitos constituídos também por PEAD, mas adicionado CaCO_3 .



RESULTADOS E DISCUSSÃO

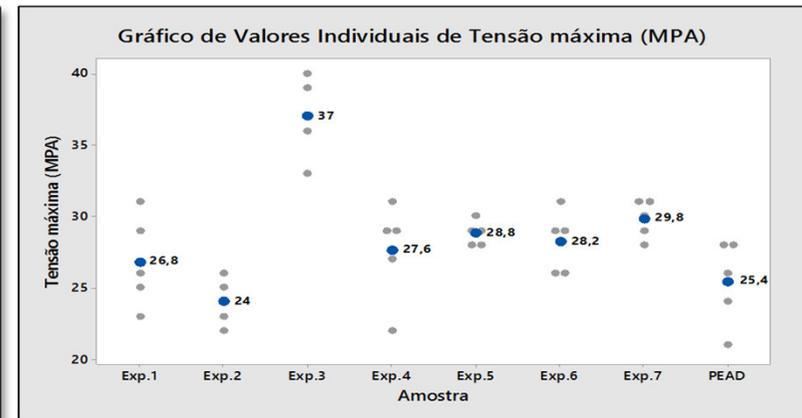
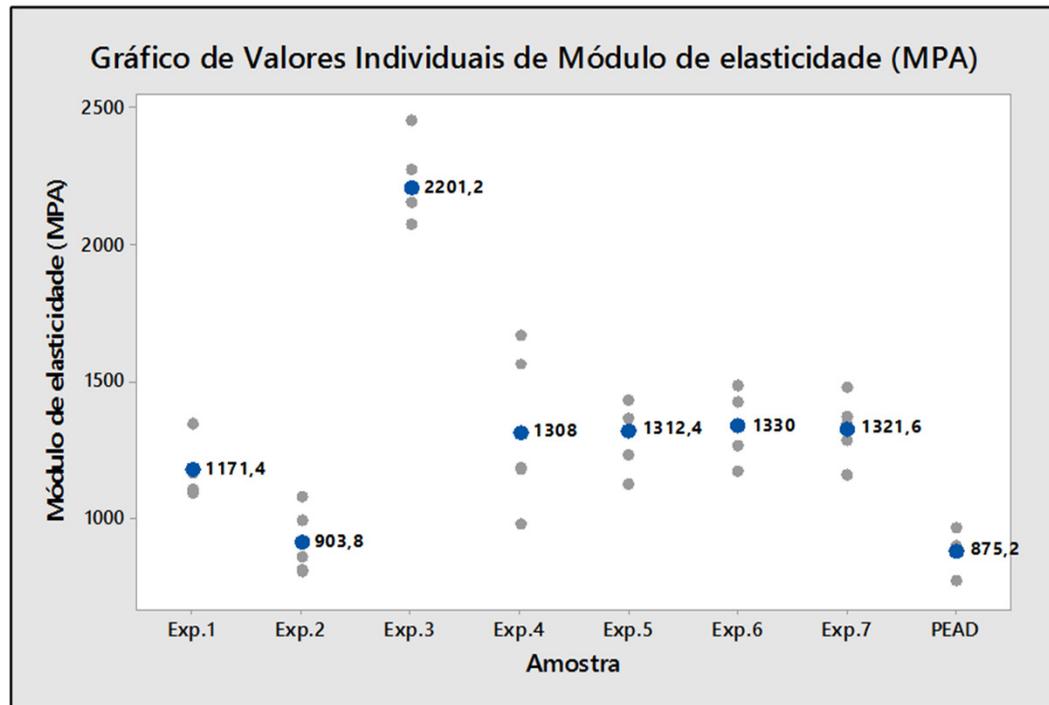
ENSAIO DE FLEXÃO

Amostra	% Caulim	% Compat.	Tensão máxima (MPa)		Módulo de elasticidade (MPa)	
			(MPa)	Desvio Padrão	(MPa)	Desvio Padrão
Exp.1	10	0	26,80	3,19	1171,40	101,42
Exp.2	10	10	24,00	1,58	903,80	123,16
Exp.3	30	0	37,00	2,74	2201,20	160,58
Exp.4	30	10	27,60	3,44	1308,00	291,30
Exp.5	20	5	28,80	0,84	1312,40	134,30
Exp.6	20	5	28,20	2,17	1330,00	125,89
Exp.7	20	5	29,80	1,30	1321,60	118,05
PEAD	0	0	25,40	1,97	875,20	68,20



RESULTADOS E DISCUSSÃO

ENSAIO DE FLEXÃO

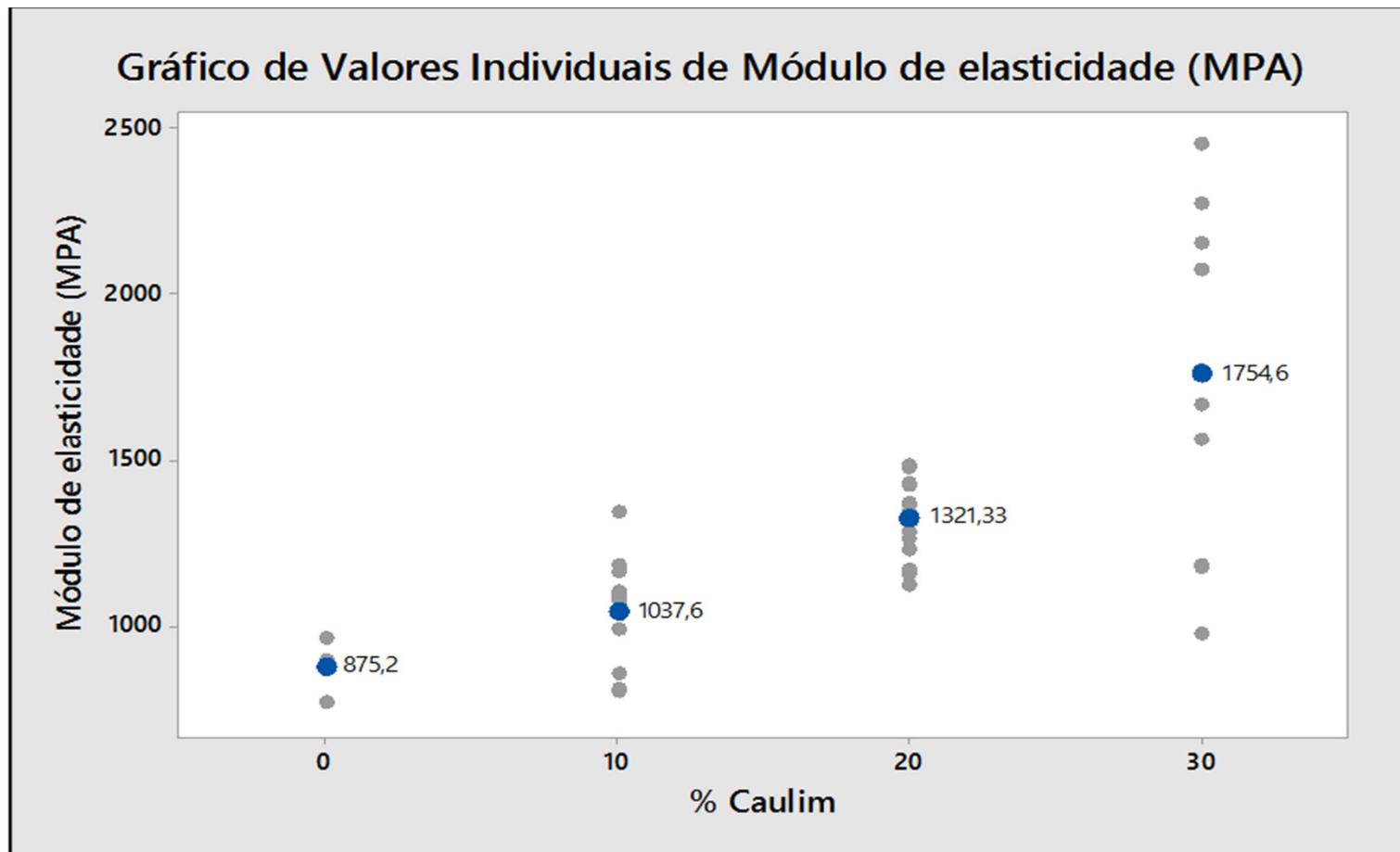


PEAD vs experimento 3 (30% em caulim e sem compatibilizante), aumento módulo de elasticidade ~150%.



RESULTADOS E DISCUSSÃO

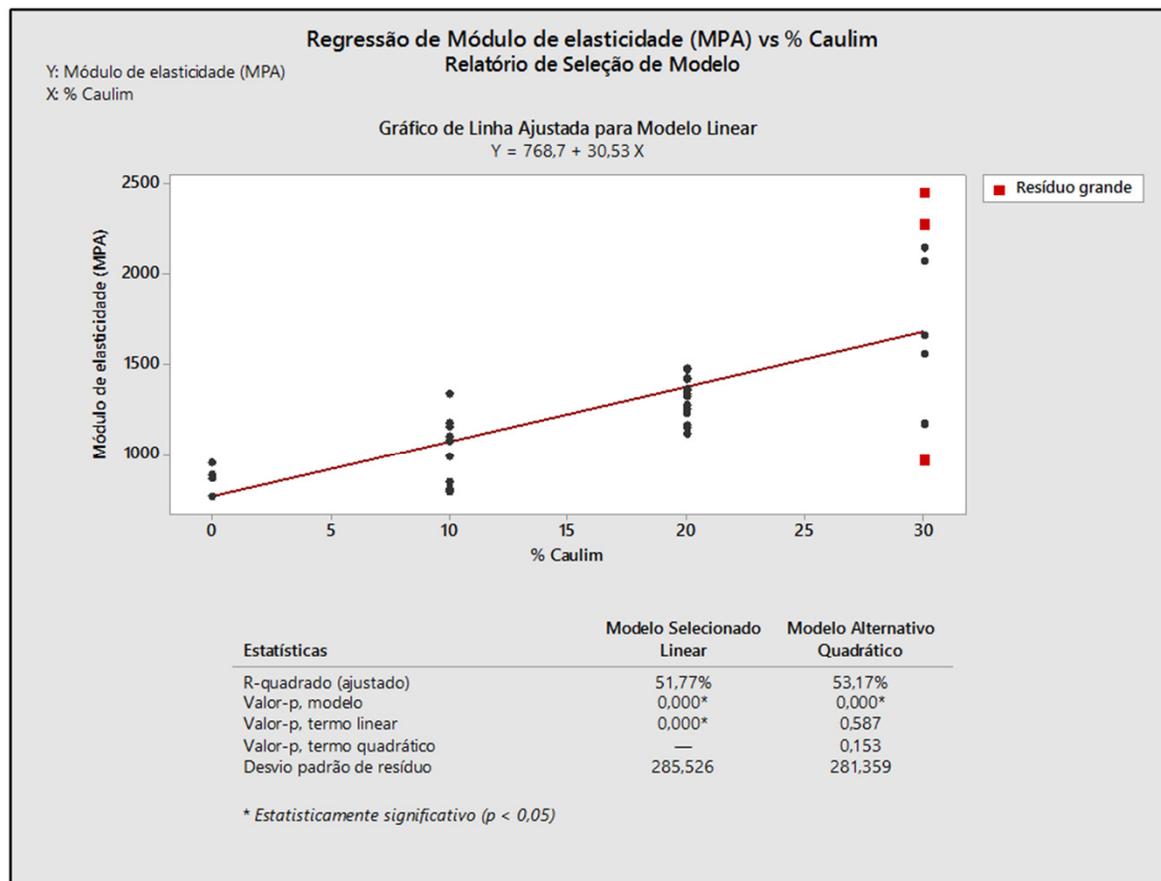
ENSAIO DE FLEXÃO





RESULTADOS E DISCUSSÃO

ENSAIO DE FLEXÃO

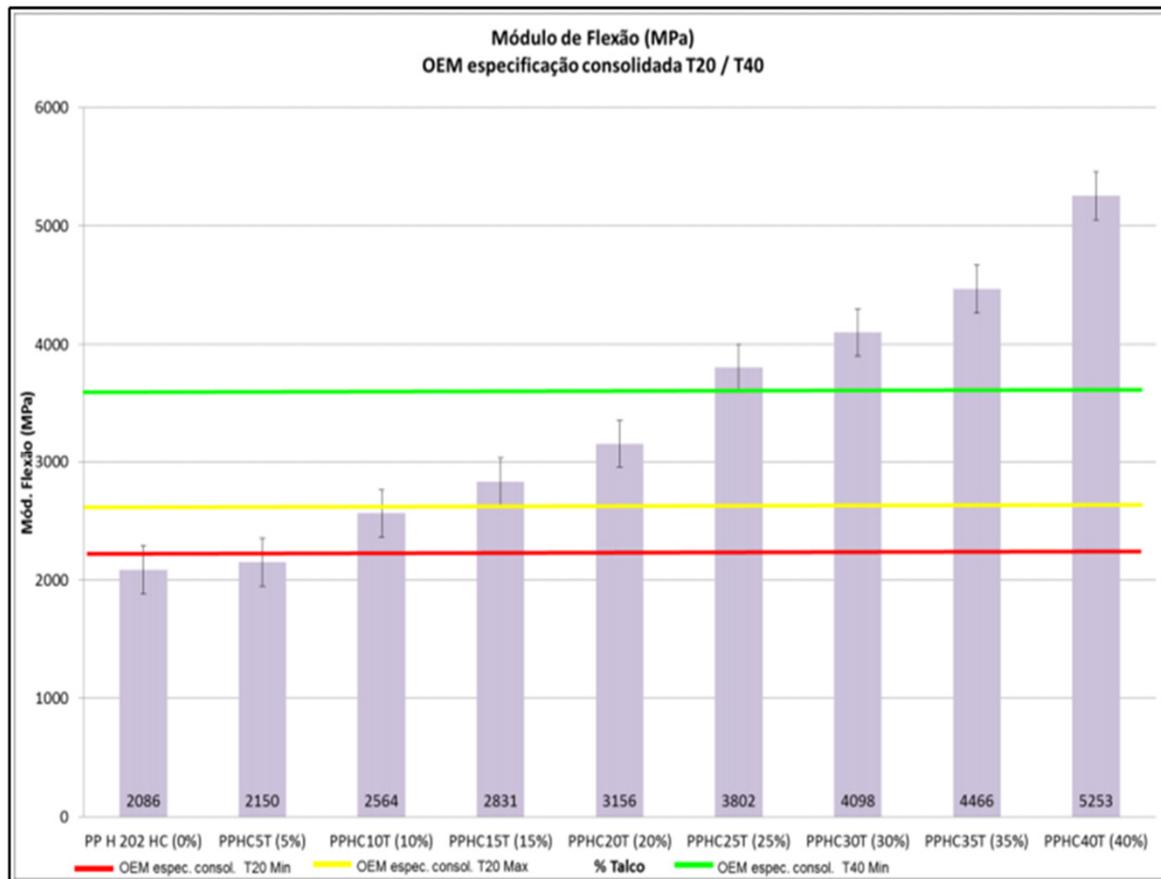


- Podemos verificar que realmente existe correlação entre o % de caulim e o módulo;
- Quanto maior o percentual de caulim, maior tende ser o resultado de módulo de elasticidade.



RESULTADOS E DISCUSSÃO

ENSAIO DE FLEXÃO

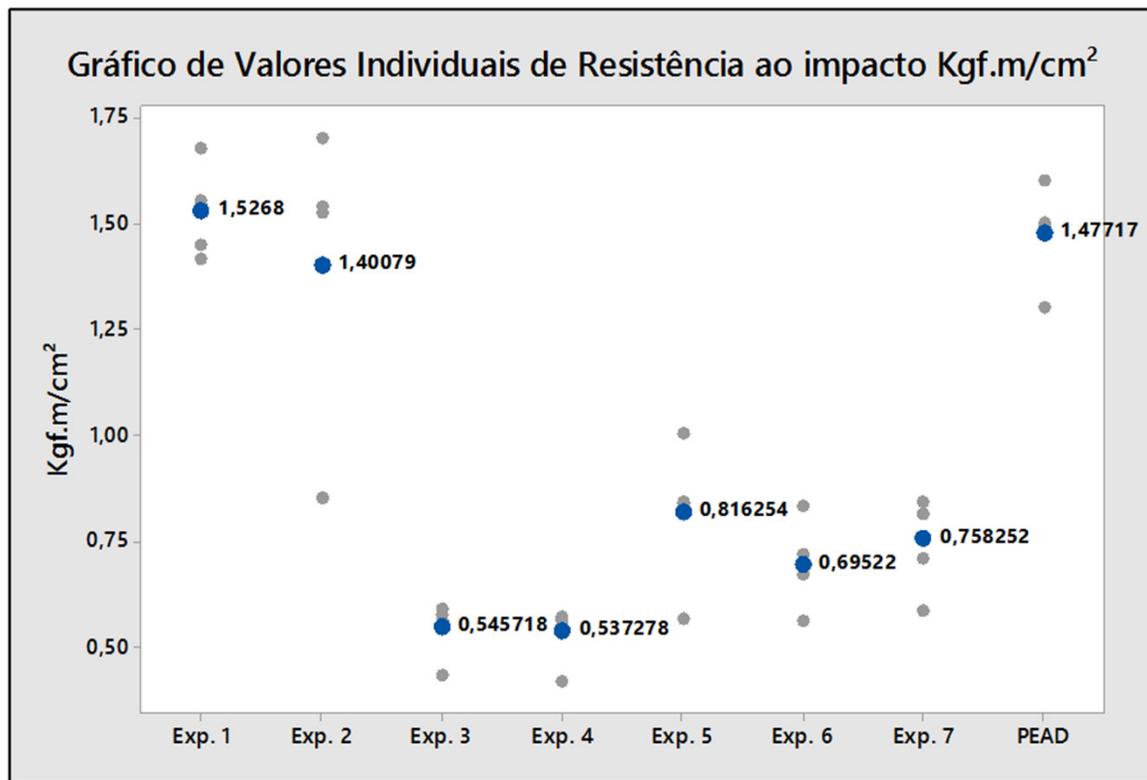


- Henriques (2015), observou comportamento semelhante em compósito de polipropileno com talco.
- O módulo de flexão aumentou à medida que ele aumentou o % de talco no compósito.



RESULTADOS E DISCUSSÃO

ENSAIO DE IMPACTO (PRELIMINAR)

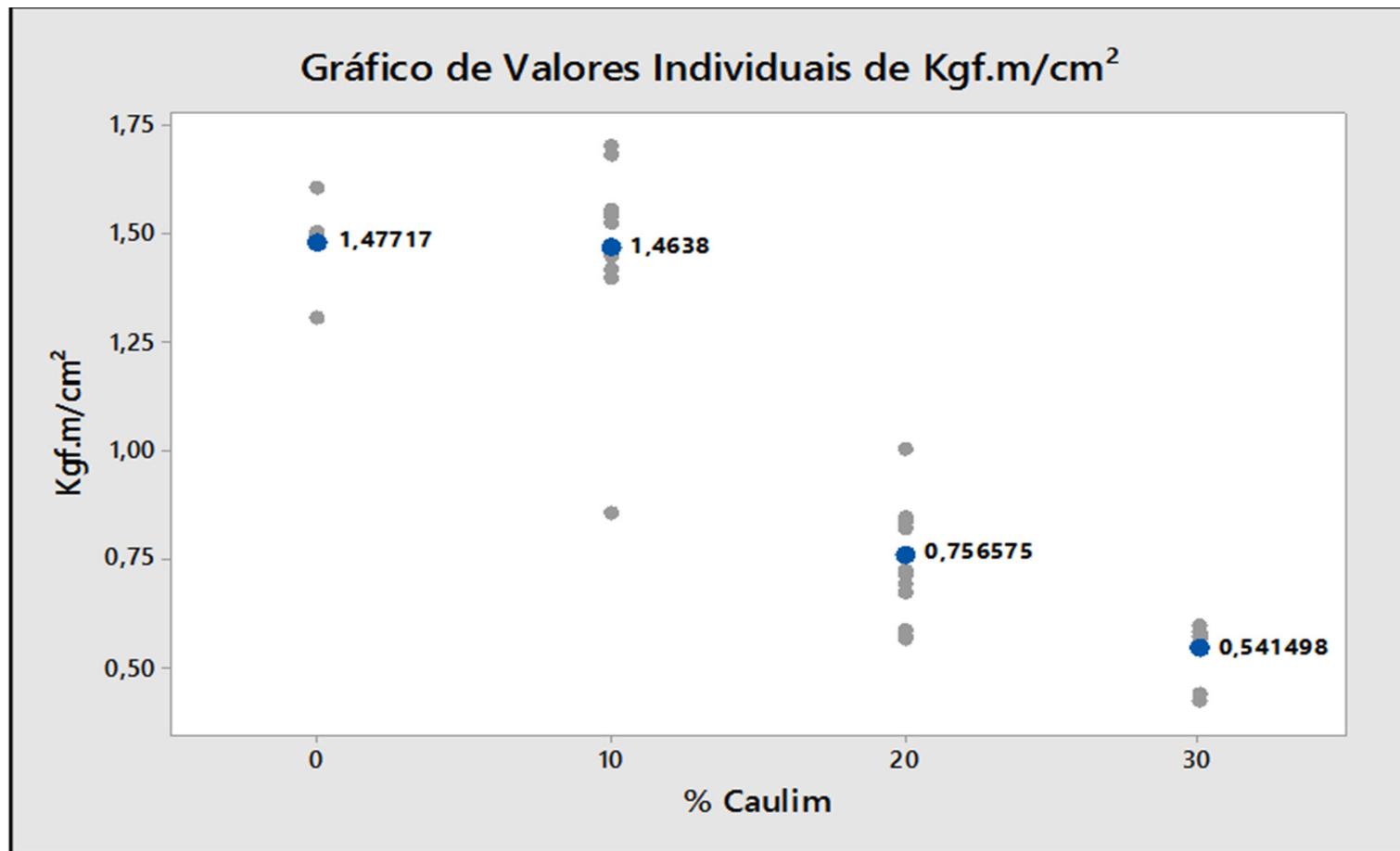


- houve queda substancial na resistência ao impacto, quando o compósito atingiu um patamar de 20% de Caulim.
- Até o percentual de 10% em carga, não houve alteração significativa na resistência ao impacto.



RESULTADOS E DISCUSSÃO

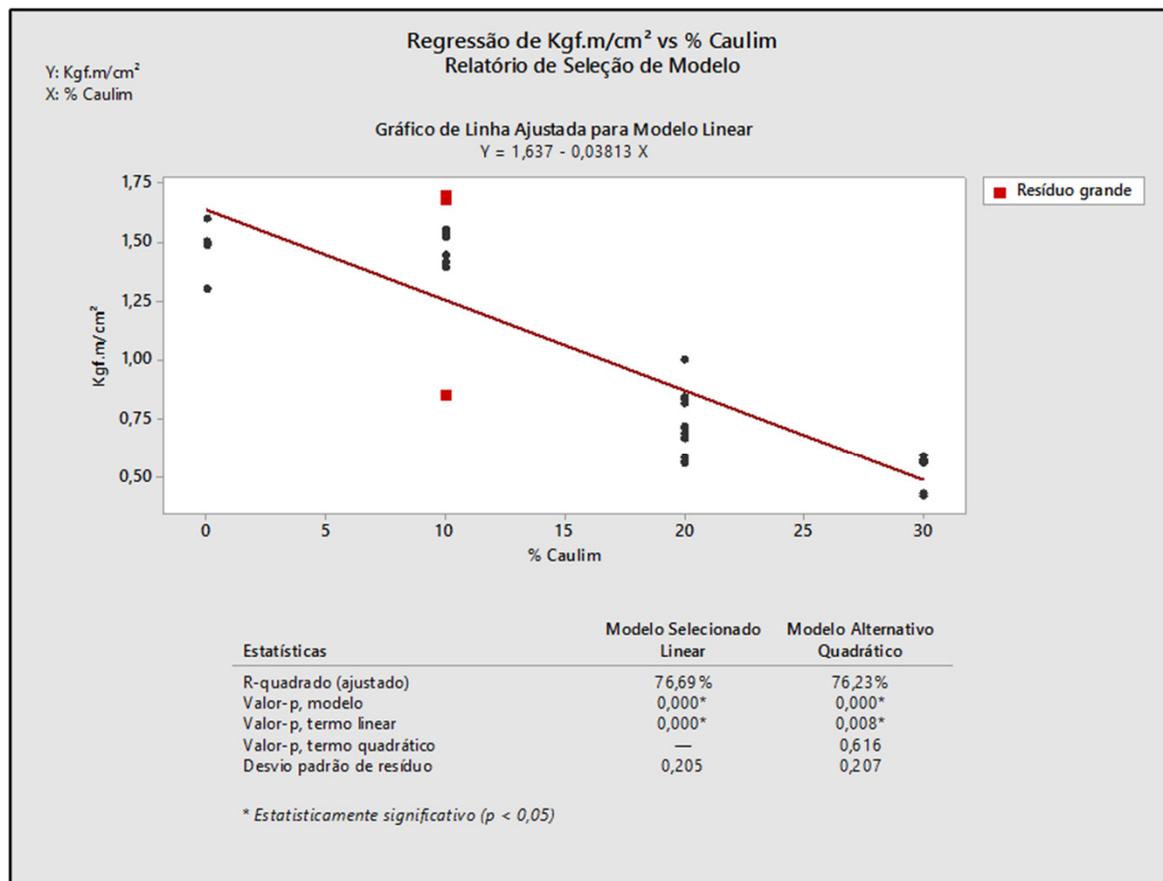
ENSAIO DE IMPACTO (PRELIMINAR)





RESULTADOS E DISCUSSÃO

ENSAIO DE IMPACTO (PRELIMINAR)



- Podemos constatar também que existe correlação estatística entre % de caulim e a resistência ao impacto



RESULTADOS E DISCUSSÃO

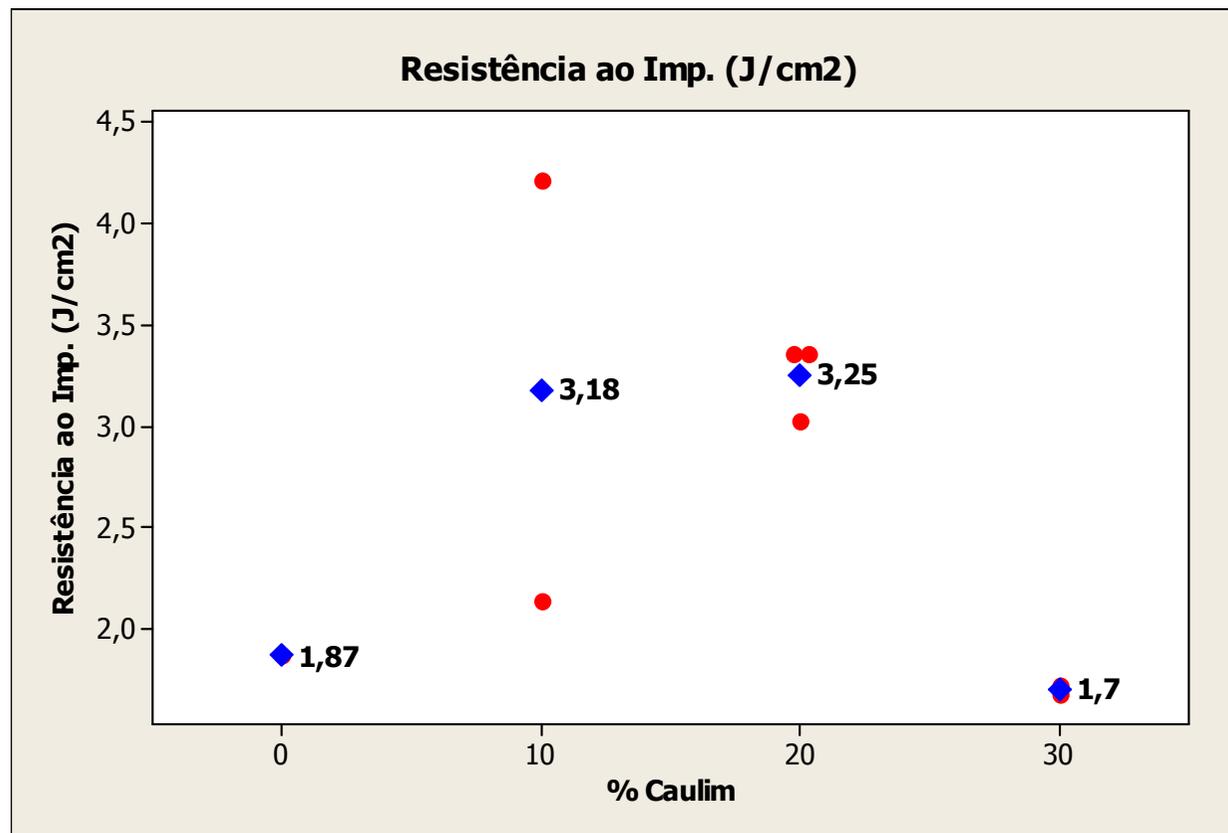
ENSAIO DE IMPACTO

AMOSTRAS	% Caulim	% Compat.	Energia absorvida (J)	Resistência ao Imp. (J/cm ²)	Resistência ao Imp. (Kg.m/cm ²)
PEAD	0	0	1,36 ± 0,05	1,87	0,19
EXPERIMENTO 1	10	0	3,07 ± 0,33	4,22	0,43
EXPERIMENTO 2	10	10	1,56 ± 0,51	2,14	0,22
EXPERIMENTO 3	30	0	1,22 ± 0,33	1,68	0,17
EXPERIMENTO 4	30	10	1,25 ± 0,18	1,72	0,18
EXPERIMENTO 5	20	5	2,45 ± 1,45	3,36	0,34
EXPERIMENTO 6	20	5	2,45 ± 0,91	3,36	0,34
EXPERIMENTO 7	20	5	2,21 ± 0,41	3,03	0,31



RESULTADOS E DISCUSSÃO

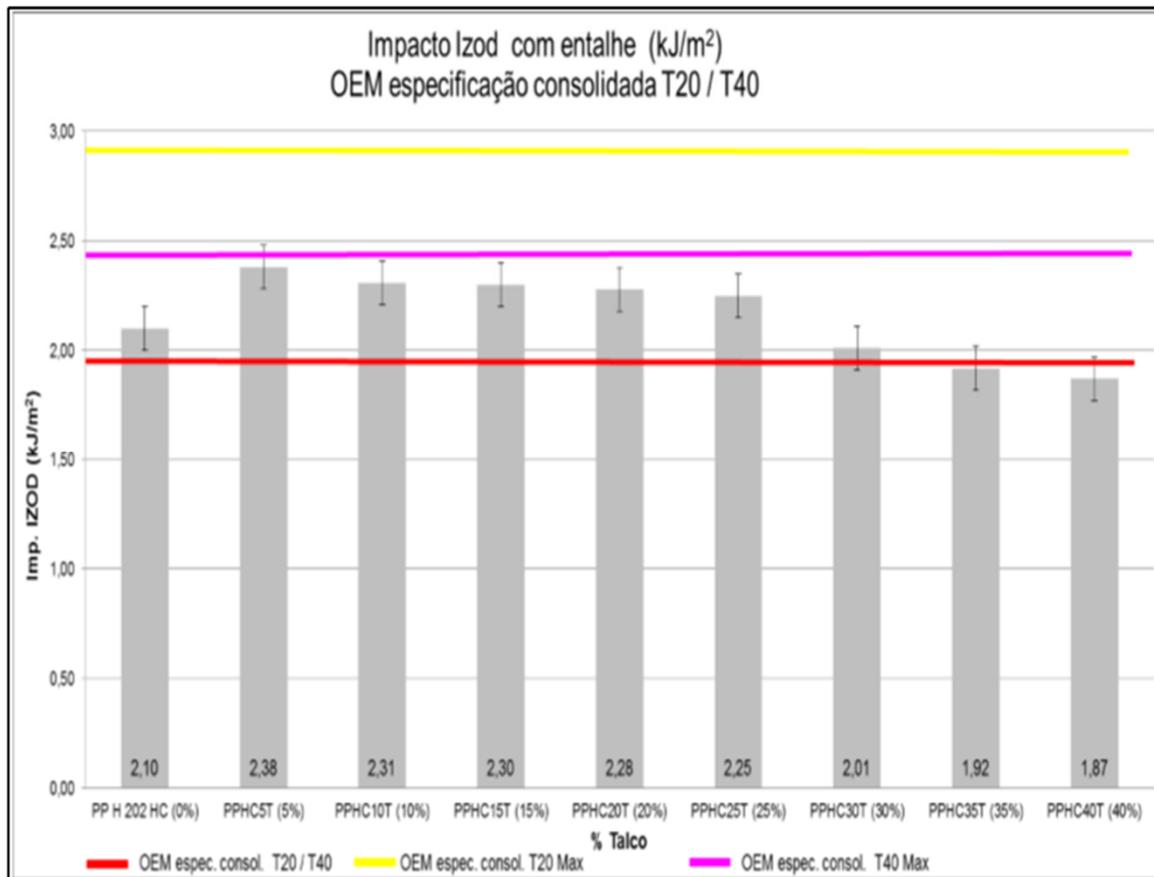
ENSAIO DE IMPACTO





RESULTADOS E DISCUSSÃO

ENSAIO DE IMPACTO



- Henriques (2015), notou que primeiro ocorreu aumento na resistência ao impacto de 0 para 5% de talco 13%.
- A partir daí a resistência ao impacto caiu a medida que o percentual de talco foi aumentando no compósito.



RESULTADOS E DISCUSSÃO

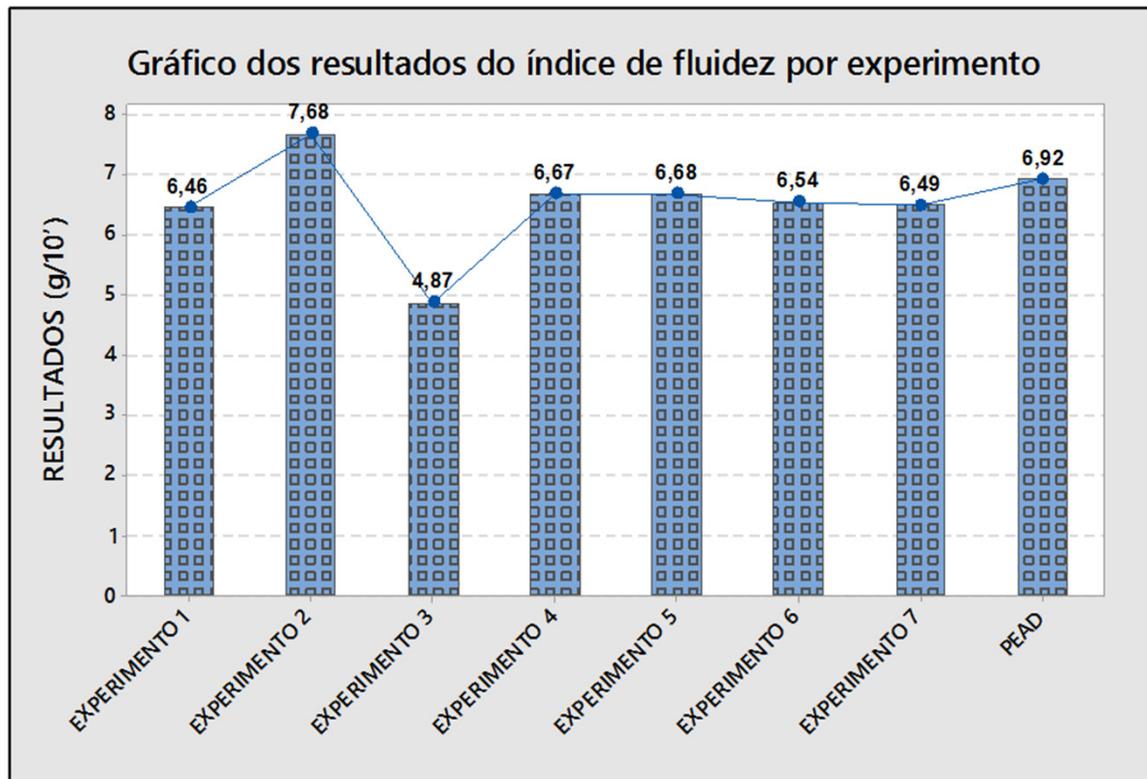
ENSAIO DE INDICE DE FLUIDEZ

AMOSTRAS	% Caulim	% Compat.	RESULTADOS (g/10')
PEAD	0	0	6,92 ± 0,02
EXPERIMENTO 1	10	0	6,46 ± 0,03
EXPERIMENTO 2	10	10	7,68 ± 0,05
EXPERIMENTO 3	30	0	4,87 ± 0,08
EXPERIMENTO 4	30	10	6,67 ± 0,08
EXPERIMENTO 5	20	5	6,68 ± 0,09
EXPERIMENTO 6	20	5	6,54 ± 0,09
EXPERIMENTO 7	20	5	6,49 ± 0,02



RESULTADOS E DISCUSSÃO

ENSAIO DE ÍNDICE DE FLUIDEZ

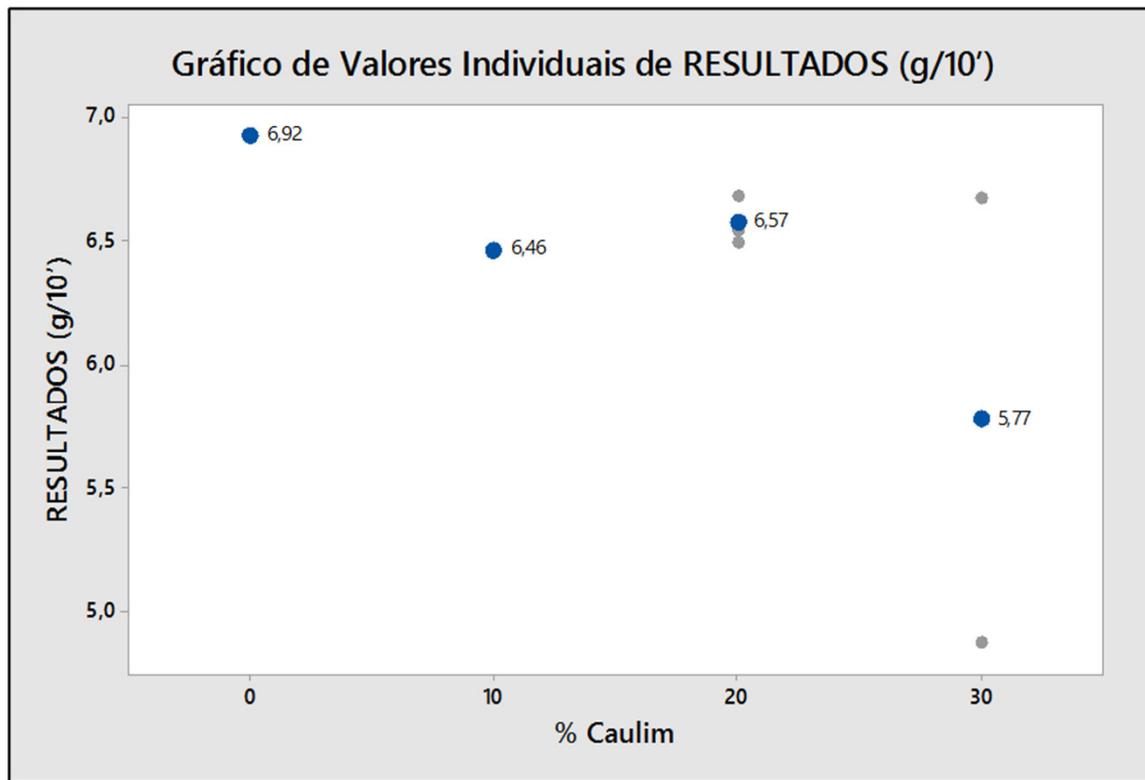


- Na maioria dos experimentos, houve redução no índice de fluidez, quanto maior a quantidade de Caulim. A exceção foi o experimento 2.
- No caso do experimento 3, esta redução foi extremamente significativa.



RESULTADOS E DISCUSSÃO

ENSAIO DE ÍNDICE DE FLUIDEZ

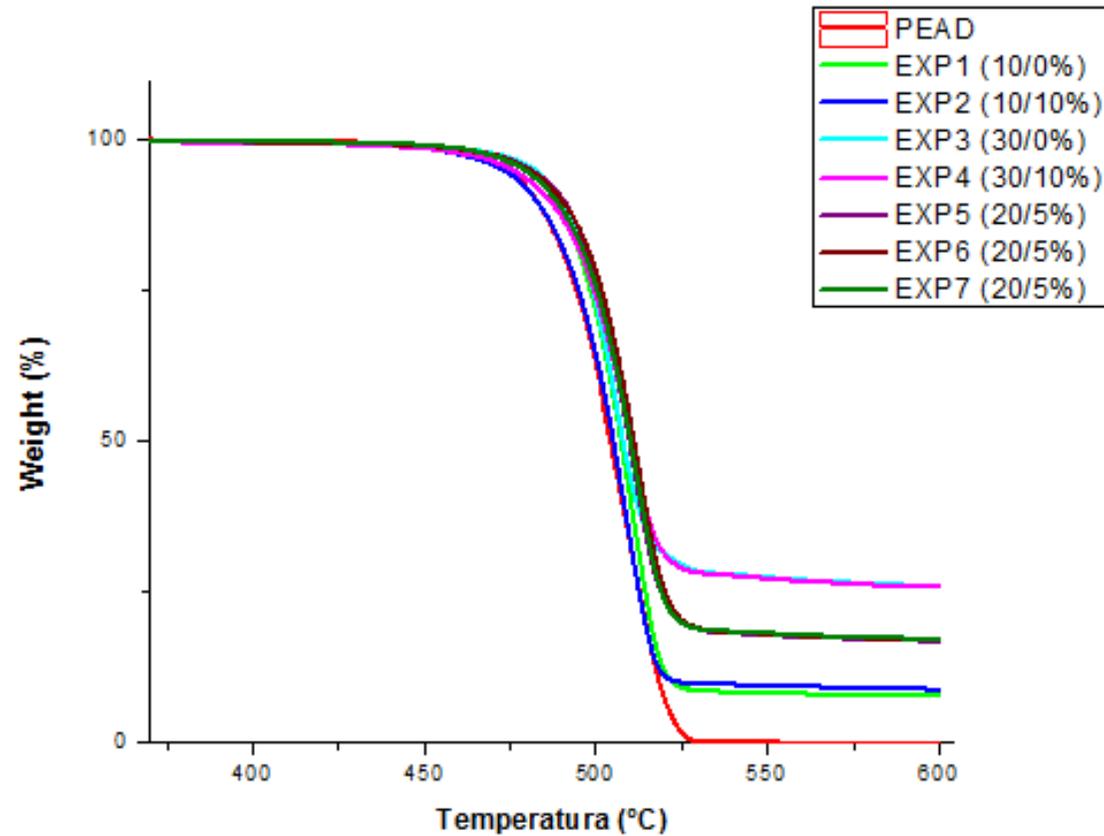


- Os resultados de índice de fluidez em maioria menores, quando incorporado caulim, confirma o mencionado na revisão bibliográfica.
- Houve aumento da viscosidade, conseqüentemente redução do índice de fluidez com a adição de Caulim, na maioria dos compósitos.
- Apesar disso, a redução foi pequena (~6%) considerando quantidades entre 10 e 20% de caulim.



RESULTADOS E DISCUSSÃO

ENSAIO TGA





RESULTADOS E DISCUSSÃO

ENSAIO TGA

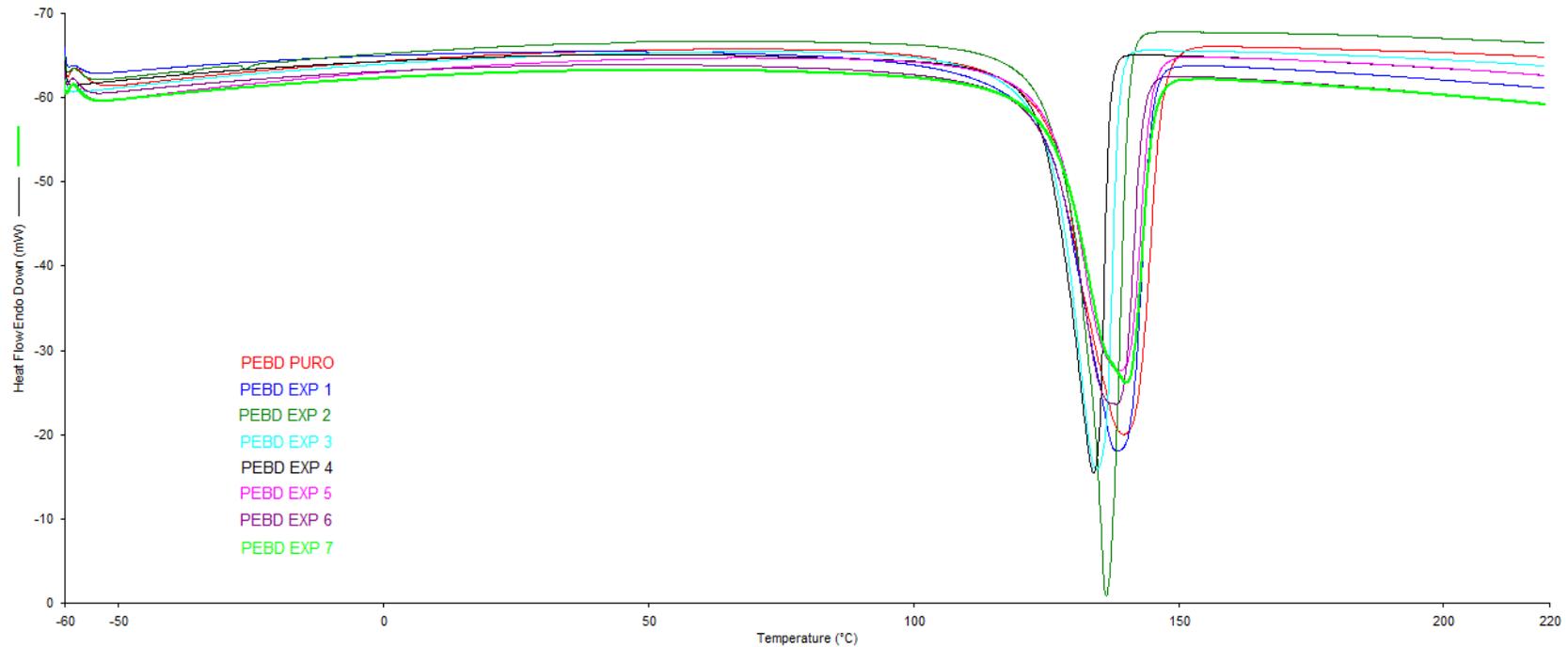
AMOSTRAS	% Caulim	% Comp.	T _i (°C)	T _{onset}	%	(550°C) Resíduo
PEAD	0	0	392,86	470,21	100	0
EXP. 1	10	0	375,21	474,67	92,32	7,97
EXP. 2	10	10	372,70	471,18	91,23	9,15
EXP. 3	30	0	372,67	474,02	74,13	26,75
EXP. 4	30	10	384,53	474,15	74,30	26,60
EXP. 5	20	5	389,21	477,42	83,21	17,39
EXP. 6	20	5	381,25	477,37	83,12	17,51
EXP. 7	20	5	394,59	477,11	82,94	17,65

Com o acréscimo da carga e/ou compatibilizantes houve uma diminuição na temperatura inicial de degradação, sendo que a curva apresentou apenas um degrau de perda de massa, caracterizando que houve boa interação entre o polímero e o compatibilizante.



RESULTADOS E DISCUSSÃO

ENSAIO DSC





RESULTADOS E DISCUSSÃO

ENSAIO DSC

AMOSTRAS	% Caulim	% Comp.	T _{onset}	Pico	T _{endset}	Δ H (J/mol)
PEAD	0	0	125,59	139,66	147,02	210,1064
EXP. 1	10	0	125,08	138,50	145,12	193,1115
EXP. 2	10	10	130,90	136,39	140,63	175,6086
EXP. 3	30	0	125,40	134,57	138,77	151,5077
EXP. 4	30	10	124,83	133,99	137,01	126,5529
EXP. 5	20	5	126,08	138,85	144,89	156,3858
EXP. 6	20	5	125,54	138,26	143,30	157,4228
EXP. 7	20	5	126,08	140,26	145,30	158,3557

observou-se que não houve variação significativa nas temperaturas extrapoladas de início de fusão (T_{onset}) e nem da de T_{endset}. Entretanto, houve uma diminuição na variação de entalpia se comparadas a da amostra pura. Isto ocorreu provavelmente devido a presença da massa de carga mineral, que não sofreu fusão durante o processo de aquecimento.



CONCLUSÃO

- Com realização deste trabalho foi possível obter compósitos PEAD/Caulim para aplicação na indústria automotiva. Todos os compósitos que foram obtidos, poderão ser usados.

- Em relação aos ensaios/caracterizações realizadas, conclui-se que:
 - Quanto maior o percentual de caulim maior a rigidez e conseqüentemente o módulo de elasticidade à tração e à flexão.
 - Houve aumento inicial na resistência ao impacto até o percentual de 20% de caulim. A partir de 30% observa-se nova queda na resistência ao impacto.
 - Quanto maior o teor de caulim menor foi a resistência ao impacto, a partir do percentual de 20% de caulim.



CONCLUSÃO

- No TGA Ambos os aditivos (carga e compatibilizante) diminuíram a temperatura de degradação inicial. Já no DSC, observou-se apenas redução na variação de entalpia dos compósitos acrescidos de caulim
- O índice de fluidez teve diminuição pequena na maioria dos experimentos.
- O Maior resultado do índice de fluidez ocorreu no experimento com 10% de caulim e 10% de compatibilizante. Maior inclusive que PEAD puro.
- Ocorreu diminuição no efeito de redução do índice de fluidez no experimento de 30% de caulim e 10% de compatibilizante quando comparado ao experimento de 30% de caulim sem compatibilizante. Estas duas evidências demonstram a importância do agente compatibilizante na propriedade de índice de fluidez.



ARTIGO, CONGRESSO E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- INFLUÊNCIA DA QUANTIDADE DE CAULIM E DE AGENTE COMPATIBILIZANTE NO ÍNDICE DE FLUIDEZ DE COMPÓSITOS PEAD/CAULIM. Revista Univap, 2016
- XXI Encontro de Iniciação Científica - XXI ENIC, realizado na Universidade de Taubaté, no dia 24 de setembro de 2016.



SUGESTÕES PARA TRABALHOS/ESTUDOS FUTUROS:

- COMPARAÇÃO ENTRE ENSAIO DE TRAÇÃO 300J E 4J (MSA - MINITAB)
- ANOVA, MSR E SUPERFÍCIE DE RESPOSTAS (MINITAB)
- ESTUDO DE DUREZA DE COMPÓSITOS PEAD/CAULIM
- MICROSCOPIA ÓTICA E ELETRÔNICA DE VARREDURA EM COMPÓSITOS PEAD/CAULIM
- APLICAÇÃO DE CARGA MINERAL RECONSTITUÍDA EM POLÍMEROS



CO-AUTORIA EM ARTIGO

- INFLUÊNCIA DO TEOR DE FIBRAS NA RESISTÊNCIA AO IMPACTO DE COMPÓSITOS HIPS/FIBRAS DE COCO VERDE APLICADOS PARA POSSÍVEL APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA AUTOMOBILÍSTICA.

*Gilmara Brandão Pereira, Glayce Cassaro Pereira, **Márcio Alves de Lima**, Sérgio Roberto Montoro*

XX INIC / XVI EPG / X INIC Jr / VI INID, promovido pela Universidade do Vale do Paraíba – UNIVAP

- Featuring High Impact Polystyrene Composites Strengthened with Green Coconut Fiber Developed for Automotive Industry Application.

*Gilmara Brandão Pereira¹, Glayce Cassaro Pereira¹, **Márcio Alves de Lima¹**, Brunno José Silva de Jesus¹, Ezequiel de Andrade Silva¹, Kelly Cristina Coelho de Carvalho Benini², Cirlene Fourquet Bandeira¹ and Sérgio Roberto Montoro^{1 3}*

Journal of Research Updates in Polymer Science, 2017, 6, 17-20