

EFEITOS DA ADIÇÃO DE PARTÍCULAS DE ALUMINA EM COMPÓSITOS DE POLIPROPILENO

Germannya D. A. Silva¹, Yeda M. B. Almeida², Ricardo A.F. Sanguinetti¹, Yogendra P. Yadava^{1*}

¹Departamento de Engenharia Mecânica - UFPE - PE (yadava@ufpe.br)

²Departamento de Engenharia Química - UFPE - PE

Resumo—O presente trabalho investigou o efeito de micropartículas de Al₂O₃ calcinada com diferentes granulometrias (80µm e 6µm), com e sem agente de acoplamento silano, nas proporções de 1%, 3% e 5%, em massa, nas propriedades térmicas e mecânicas de compósitos de polipropileno produzidos pela técnicas de intercalação por fusão. A caracterização térmica e as propriedades mecânicas dos compósitos foram avaliadas por Análise Termogravimétrica (TGA), Ensaio de tração e impacto. Como resultado observou-se que houveram ganhos nas propriedades mecânicas e térmicas do compósito em comparação ao PP puro. O compósito PP-Al₂O₃ 1% (6µm) na ausência do silano como agente de acoplamento, apresentou melhor resultado quanto as propriedades mecânicas (módulo de tenacidade e alongamento (%)) e o compósito na presença do agente de acoplamento silano S-PP-Al₂O₃5% (6µm) apresentou o melhor desempenho térmico.

Palavras-chave: *Compósito Polipropileno, Alumina, propriedades mecânicas, propriedades térmicas*

Introdução

O uso de partículas inorgânicas tem se apresentado como uma prática nas indústrias plásticas para melhorar as propriedades mecânicas dos termoplásticos, bem como a temperatura de distorção, dureza, tenacidade, rigidez e retração na moldagem. O Polipropileno (PP) é um material que chama a atenção das indústria de automóveis devido ao seu bom desempenho manifestado pela relação bom processamento e baixo custo, no entanto, sua aplicação é limitada devido as suas propriedades de resistência a abrasão, baixa resistência ao impacto em temperatura ambiente e na baixa temperatura (de que), além de sua baixa dureza [1, 2]. Já o uso da alumina como reforço em compósitos poliméricos ainda é pouco discutido, mas merece atenção devido as suas propriedades dielétricas, dureza e estabilidade dimensional e, normalmente é produzida por prensagem e sinterização do pó, que resulta em graus de pureza variando de 80 a 99,9% [3,4]. A síntese de nano e compósitos a base de PP com partículas inorgânicas tem sido bastante estudada [6-10], todavia ainda são poucos os estudos direcionados à preparação de nano ou compósitos PP/Al₂O₃ [13-15]. Grande parte destas pesquisa buscam otimizar o agente de tratamento para modificar organicamente a nano-partícula inorgânica, ou buscam otimizar sua dispersão na matriz de um PP modificado. No entanto, poucos desses estudos baseados em nano-compósitos de PP têm sido postos em prática, porque a viscosidade em fusão aumenta à medida que aumenta a área de interface da resina com a carga, e o agente de tratamento necessário para o tratamento para a nano-dispersão da carga, eleva os custos do processo produtivo[5]. O presente trabalho investigou o efeito da alumina, com diferentes granulometrias (80µm e 6µm), com e sem tratamento da superfície com silano, atuando como carga em compósitos de PP, direcionado ao desenvolvimento de produtos com requisitos de boa estabilidade térmica e tenacidade à fratura, propriedades requeridas por dispositivos de sustentação de elementos mecânicos, a exemplo dos suportes de radiadores em automóveis, mantendo as características de processabilidade do material.

Parte Experimental

Materiais

Polipropileno (HP550R) fabricado pela Quattor, (índice de fluidez de 25 g/10 min. (230° C) e densidade de 0,905 g/cm³) e a Alumina calcinada foi fornecida pela ALCOA S.A. (pureza de 98,26% e umidade: 3,19%). O agente de acoplamento (3- chloropropyl)triethoxysilane (95%), Sigma-Aldrich e o Tolueno Anidro (99,8%) da VETEC, como solvente foram utilizados na etapa de tratamento da alumina.

Tratamento da alumina e Preparação do compósito PP/Al₂O₃

Para redução do tamanho da partícula, a alumina passou por um processo de moagem no equipamento moinho de bolas ou moinho Alsing. Uma amostra de 100g de Al₂O₃ foi triturada e homogeneizada no moinho de bolas por 24h para ser modificada pela técnica de silanização adaptada dos procedimentos descritos em outros estudos [11-12]. Em um balão de 500 ml de fundo redondo, 10,0g de nanopartículas de óxido de alumínio calcinado foi suspenso em 100,0 ml de tolueno anidro, 25,0 ml de (3- chloropropyl) triethoxysilane (95%), foi adicionado, e a mistura foi submetida a refluxo durante 23h a 135°C num banho de óleo. Em seguida, a suspensão foi transferida para frascos de centrifuga de plásticos

e centrifugado a 5000 rpm durante 5 min. Após três lavagens em tolueno o sedimento de partículas foi transferido para um copo de vidro limpo e seco durante um dia sob vácuo à temperatura ambiente. O polímero (PP), na forma de pellet, foi misturado a alumina com e sem tratamento em um misturador HaakeRheomix 3000 QC. Um *masterbatch* foi obtido com diferentes concentrações em peso de alumina (1%, 3% e 5%) sendo a mistura realizada durante 10 min (190° C e 60rpm). Os detalhes contendo os percentuais de cada formulações com a presença ou não do agente silano estão apresentados na Tabela 01. Os corpos de prova (Tipo I - ASTM D368 10) foram injetados em injetora de rosca simples (Fluidmec H30-40) com a mesma temperatura (190° C) em ambas as câmaras. O molde foi mantido a temperatura de 25° C, pressão de injeção 20%, fluxo de injeção 40%, carga 63,7cm e tempo de resfriamento 25s.

Caracterização térmica e Propriedade mecânicas

As análises termogravimétricas (TGA) foram conduzidas em um equipamento Perkin Elmer STA 6000, temperatura variando de 30°C a 900°C com taxa de aquecimento de 20°C/min, sob atmosfera de nitrogênio. O ensaio de tração foi realizado com base na norma ASTM D 638, em uma máquina de ensaios mecânicos de marca EMIC DL 2000.

Tabela01 – Formulação dos compósitos PP-Al₂O₃.

Material de Composição	Unidades									
	P-Ao	P-A801	P-A803	P-A805	PA61	PA63	PA65	PAS63	PAS65	
PP	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
Al ₂ O ₃ (80µm)	0	1	3	5	0	0	0	0	0	
Al ₂ O ₃ (6µm)	0	0	0	0	1	3	5	3	5	
Agente Silano (S)	0	0	0	0	0	0	0	S	S	

Resultados e Discussão

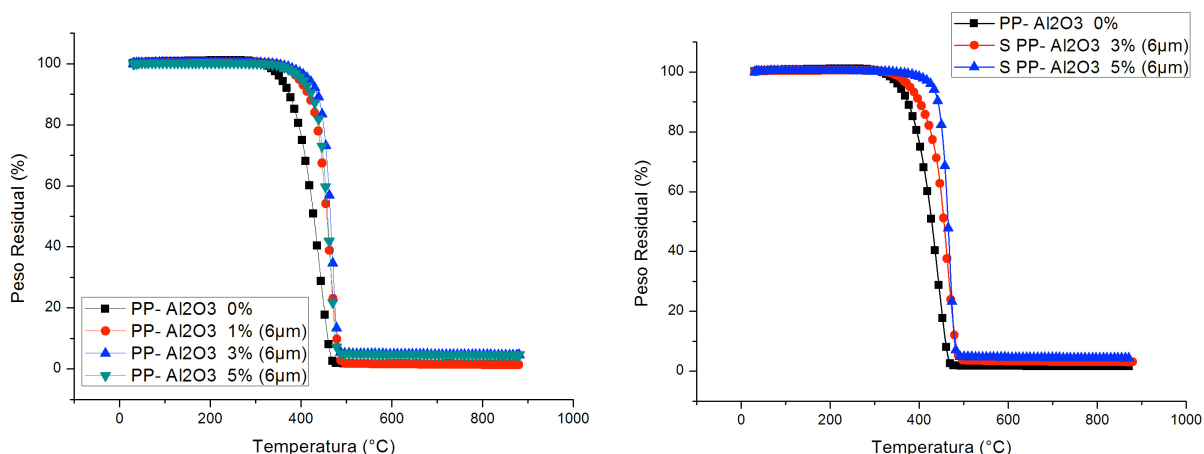


Figura 01-Resultados de TGA para os compósitos PP- Al₂O₃ (6µm) com e sem agente de tratamento (ou agente de acoplamento)

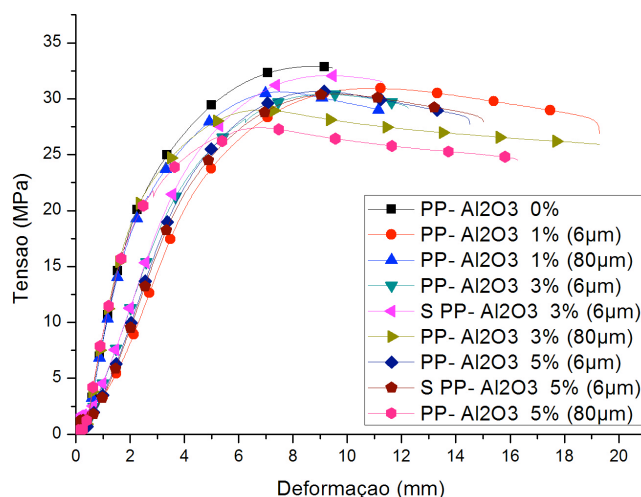


Figura 02 Resultados de tensão em função da deformação para as amostras com diferentes concentrações de alumina.

As curvas termogravimétricas (TG) do polipropileno puro e dos compósitos PP- Al_2O_3 (6 μm) com 1%, 3% e 5%, em massa, apresentaram o melhor comportamento térmico e estão mostradas na Figura 1. A redução do tamanho da partícula, o tratamento da superfície, bem como o aumento do volume em massa da alumina causou significativa alteração na estabilidade térmica do polipropileno, perceptível a partir de 250 $^{\circ}\text{C}$.

A Figura 2 apresenta o diagrama do ensaio de tensão contendo a curva Módulo de Young, Resistência a tração e Alongamento na ruptura do PP puro e das diferentes formulações para os compósitos PP- Al_2O_3 . Observa-se um aumento nos valores de alongamento para os compósitos PP- Al_2O_3 3% (80 μm); (PP- Al_2O_3 5% (80 μm) e PP- Al_2O_3 1% (6 μm). Os resultados do ensaio de tração para o PP puro e para os compósitos PP/ Al_2O_3 são mostrados na Tabela 02. Os valores do módulo de elasticidade não apresentaram significativas alterações para todos os compósitos com incorporação da alumina (80 μm), porém, com a redução após moagem houve perda no valor do módulo de elasticidade em especial, para os compósitos com teores de alumina de 1% e 3%. No entanto, a redução do tamanho da partícula gerou um aumento significativo no módulo de tenacidade e alongamento total se comparado ao PP puro, em especial para o compósito PP- Al_2O_3 1% (6 μm).

Tabela02– Efeito da composição do compósito PP- Al_2O_3 nas propriedades mecânicas

Amostra	Módulo Elasticidade (MPa)	Resistência à Tração (MPa)	Módulo de Tenacidade (MJ/m^3)	Alongamento Total (%)
PP- Al_2O_3 0%	1337,3 \pm 35,8	32,9 \pm 0,3	202 \pm 22	15 \pm 1
PP - Al_2O_3 1% (80 μm)	1371,9 \pm 50,6	30,8 \pm 0,7	256 \pm 21	18 \pm 2
PP - Al_2O_3 3% (80 μm)	1429,2 \pm 46,4	28,8 \pm 1,0	422 \pm 68	30 \pm 5
PP - Al_2O_3 5% (80 μm)	1356,1 \pm 55,4	27,4 \pm 0,4	381 \pm 32	29 \pm 3
PP - Al_2O_3 1% (6μm)	643,1\pm13,2	30,4\pm0,6	472\pm53	34\pm3
PP - Al_2O_3 3% (6 μm)	686,6 \pm 16,3	30,6 \pm 0,4	292 \pm 48	22 \pm 3
PP - Al_2O_3 5% (6 μm)	715,3 \pm 13,5	30,8 \pm 0,3	322 \pm 46	24 \pm 3
S PP - Al_2O_3 3% (6 μm)	717,8 \pm 17,0	31,8 \pm 0,4	258 \pm 13	20 \pm 1
S PP - Al_2O_3 5% (6 μm)	688,7 \pm 5,0	30,5 \pm 0,3	331 \pm 59	25 \pm 3

Conclusão

Os resultados obtidos dos ensaios de tração mostraram que não houve um aumento significativo do módulo de elasticidade dos compósitos PP- Al_2O_3 (80 μm), mas houve perda para os compósitos PP- Al_2O_3 (6 μm) na comparação ao polímero puro. Houve uma melhora significativa do módulo de tenacidade do compósitos PP- Al_2O_3 1% (6 μm), bem como um aumento do alongamento (%), inclusive para os compósitos com concentrações de 3% e 5% de alumina (80 μm). Contudo, o tratamento de superfície com agente silano influenciou na estabilidade térmica do material, em

especial, no compósito S-PP- Al_2O_3 5% ($6\mu\text{m}$), porém o aumento das propriedades mecânicas não teve relação com a adesão da micropartícula de alumina na matriz polimérica de polipropileno.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Lab. de Polímeros da UFCG pelo apoio na produção dos corpos de prova em acordo com ASTM D638 e ASTM D256, ao Lab. de Metrologia em Plástico da Escola Técnica SENAI Santo Amaro- PE pelos ensaios de tração e ao Lab. Tec. e Processos Limpos do Dep. de Eng. Química pela realização das Análises Térmicas.

Referências

1. W.C.J. Zurderduin; C. Westzaan; J. Huetink; R. J. Gaymans *Polymer* 2003, 44, 261.
2. G.M.X. Carvalho; H.S. Mansur; W.L. Vasconcelos; R.L. Orefice *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, 2007, 17, 98.
3. R. Morrel *Handbook of properties of technical and engineering ceramics*, part 1: an introduction for the engineer and designer, England: Her Majesty's Stationary Office, 1985.
4. AUERKARI, P. *Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics*. Technical Research centre of Finland. VTT Tiedotteita – Meddelanden. Research Notes, 1792. 26p. Espoo, 1996.
5. S. Moritono; T. Watanabe; S. Kanzaki. *Sumitomo Kagaku Vol 1* 2010 1-16.
6. A.R. Bhattacharyya, T.V. Sreekumar, T. Liu, S. Kumar, L.M. Ericson, R.H. Hauge, R.E. Smalley *Polymer*, 2003, 44, 2373-2377.
7. E. Manias; A. Touny; L. Wu; K. Strawhecker; B. Lu; T.C. Chung *Chemistry of Materials* 2001, 13, 3516.
8. G. Galgala; S. Agarwal; A. Lelea *Polymer*, 2004, 45, 6059.
9. C.H. Chen; C.F. Mao; M.S. Tsai; F.S. Yen; C.H. Lin *Tseng Journal of Applied Polymer Science*, 2008, 110, 237.
10. M. Chipara, K. Lozano, A. Hernandez, M. Chipara *Polymer Degradation and Stability*, 2008, 93, 871-876.
11. L.T. Thuong; A. Larsen; B. Holme; S. Diplas, F. K. Hansen, J. Roots, S. Jorgensen *Surface and Interface Analysis*, 2010, 42, 1046-1049.
12. A. Frey, M.R. Neutra, F.A. Robey, *Bioconjugate Chem.* 1997, 8, 424.
13. H. Zhao; R.K.Y. Li *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 2005, 43, 3652.
14. S. Alyali, A. Mostafapour, E. Azarsa. *International Journal of Advances in Engineering & Technology*, 2012, 3, issue 1, 598-605.
15. V. Yadav, V.S. Rao. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 2012, 25, 319-331.