

**UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE
POLO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
ESCOLA DE ENGENHARIA INDUSTRIAL METALÚRGICA DE VOLTA REDONDA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA**

MARINELE TOLENTINO RODRIGUES

**ESTUDO DE PROPRIEDADES DE PROPILENO
PURO E RECICLADO**



**VOLTA REDONDA, RJ
2020**

MARINELE TOLENTINO RODRIGUES

ESTUDO DE PROPRIEDADES DE PROPILENO PURO E RECICLADO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação de Engenharia Metalúrgica, da Universidade Federal Fluminense, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica.

Área de concentração: Processamento e Caracterização de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Ladário da Silva

VOLTA REDONDA, RJ

2020

Ficha catalográfica automática - SDC/BEM
Gerada com informações fornecidas pelo autor

R696e Rodrigues, Marinele Tolentino
ESTUDO DE PROPRIEDADES DE PROPILENO PURO E RECICLADO /
Marinele Tolentino Rodrigues ; Ladarío Da Silva, orientador.
Volta Redonda, 2020.
97 f. : il.

Dissertação (mestrado)-Universidade Federal Fluminense,
Volta Redonda, 2020.

DOI: <http://dx.doi.org/10.22409/PPGEM.2020.m.05601030774>

1. Polipropileno Puro. 2. Polipropileno Reciclado. 3.
Elipsometria. 4. Espectroscopia Raman. 5. Produção
intelectual. I. Da Silva, Ladarío, orientador. II.
Universidade Federal Fluminense. Escola de Engenharia
Industrial e Metalúrgica de Volta Redonda. III. Título.

CDD -

MARINELE TOLENTINO RODRIGUES

ESTUDO DE PROPRIEDADES DE PROPILENO PURO E RECICLADO

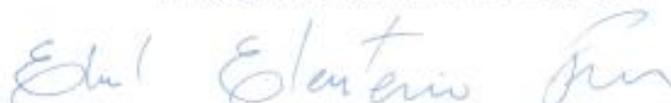
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação de Engenharia Metalúrgica, da Universidade Federal Fluminense, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica.

Área de concentração: Processamento e Caracterização de Materiais.

Aprovada em 03 de agosto de 2020, pela comissão julgadora:



Prof. D.Sc. Ladário da Silva (Orientador)
Universidade Federal Fluminense – UFF



Prof. D.Sc. Elie Eleuterio Farias
Universidade Federal de Roraima – UFRR



Prof. D.Sc. Elivelton Alves Ferreira
Universidade Federal Fluminense – UFF

VOLTA REDONDA, RJ

2020

Dedico esse trabalho ao amor da minha vida, meu filho Matheus.
Ao meus pais, meu esposo, minha avó e familiares que sempre me incentivaram.

Vocês são minha base.

Amo vocês!

AGRADECIMENTOS

Neste período de estudos, aconteceram muitos momentos que me fizeram pensar que não conseguiria chegar ao fim desse projeto que planejei desde a conclusão da graduação. E só foi possível chegar até aqui porque senti que Deus cuidava de mim em todos os momentos. Ele me deu força e determinação para não desistir. E primeiramente a Deus agradeço imensamente por ter me dado determinação e uma família maravilhosa.

Aos meus pais, Antonio dos Santos Rodrigues e Marilene Tolentino Rodrigues. A minha avó, Nair de Azevedo Tolentino por me encorajarem e me ajudar com os cuidados com o meu filho, sem vocês seria impossível concluir essa etapa da minha história.

Ao meu irmão, Marcelo Tolentino Rodrigues e meu sobrinho Marcelo Martins Rodrigues por sempre me darem suporte na vida e me impulsionarem na direção do meu sonho.

Ao meu esposo, Leonardo André Ribeiro por entender minha ausência e por estar ao meu lado nessa aventura cheia de provações do início ao fim

Ao meu filho, Matheus Tolentino Rodrigues Ribeiro, que desde o ventre foi meu combustível para buscar concluir esse sonho.

À todas as pessoas e instituições que em maior e menor grau colaboraram na execução deste trabalho, sem as quais seria impossível a conclusão do mesmo.

Ao professor Ladário da Silva, meu orientador, por todo suporte, apoio, incentivo e, sobretudo, pelos ensinamentos transmitidos nas técnicas de elipsometria e microscopia confocal. Agradeço ainda por não me deixar desistir em um dos momentos mais difíceis que vivi. O que me motivou a escolhê-lo como meu orientador foi o seu lado humano fora o grande profissional que é.

À professora Michelle Lemos de Souza, sempre disposta a ensinar e dividir seus conhecimentos. Por se colocar à disposição em levar e medir as amostras no Raman. E auxiliar na análise dos resultados.

Ao Claudio Faria Lopes Junior que me ajudou na medição de elipsometria e confocal de algumas amostras. À Tamiris de Almeida por me ajudar a obter com algumas informações das amostras. Aos colegas do mestrado que dividiram seus conhecimentos e tornaram mais fácil a chegada até aqui.

Ao Lucas, por todo suporte técnico e operacional na técnica termogravimetria. À Mariana Crispim por todo suporte técnico em espectros de polímeros. À Nubia Caroline de Almeida, por todo apoio no desenvolvimento do trabalho e pelas aulas de técnicas de caracterização de polímero. À Mariana Fortes por me mostra o caminho das pedras, sempre se colocando à disposição e incentivando de todas as formas possíveis. Ao Denis que realizou o lixamento de algumas amostras. Enfim por toda disponibilidade, paciência, pelos ensinamentos que absorvi vivendo a prática das técnicas no laboratório de análises químicas e instrumentais de uma montadora da região.

Ao Gabriel por sempre se colocar disponível e me ajudar a preparar as amostras para medição. Ao Jose Carlos Martins por sempre me auxilia tecnicamente sobre polímeros. Ao Rogerio Ferreira Junior por toda boa vontade, por me levar inúmeras vezes de carro no laboratório para medir as amostras. À Paôlla Cristina Martins dos Reis por me ajudar a cuidar do meu filho para que eu conseguisse estudar e preparar minha dissertação.

A Borealis Brasil SA pela doação das amostras analisadas.

Enfim, a todos que contribuíram para a realização deste trabalho.

“Todas as vitórias ocultam uma abdicação.”

(Simone de Beauvoir)

RESUMO

O emprego de materiais reciclados cresce a cada dia no mundo devido à grande possibilidade de aplicação com baixo custo, à preocupação com a sustentabilidade e com o meio ambiente. Os polímeros de forma geral, e o polipropileno em particular, podem ser aplicados em diversos ramos industriais. Atualmente são usados no setor automotivo, na linha branca (eletrodomésticos), na indústria farmacêutica, na indústria de cosméticos e ainda na área biomédica. Este trabalho foca na aplicação do polímero do setor automotivo, estudando algumas propriedades ópticas e mecânicas do polipropileno puro e polipropileno reciclado com porcentagens de carga de reforço (talco) em sua propriedade. A necessidade surgiu mediante a questões de redução de custo das peças montadas nos veículos e o incentivo no setor de aplicar matérias verdes no produto final. Para peças usadas no interior dos veículos, usa-se polipropileno com diferentes porcentagens de talco e propõe-se aplicar o polipropileno reciclado com os mesmos percentuais de talco. As amostras apresentam as seguintes características: 100% de polipropileno, 90% de polipropileno com 10% de talco, 80% de polipropileno com 20% de talco, 100% de polipropileno reciclado, 90% de polipropileno reciclado com 10% de talco e 80% de polipropileno reciclado com 20% de talco. Aplicaram-se as técnicas de caracterização, como a elipsometria, obtendo as curvas de dispersão do índice de refração (n) que se encontra em torno de 1,49 e do coeficiente de extinção (k), em média 0,10. A topografia e a rugosidade superficial foram obtidas por microscopia confocal. As amostras medidas apresentaram-se regulares quando comparadas. Verificou-se que as medidas que porcentagem de talco aumenta, aumenta também a dureza shore das amostras. Foi realizada análise termogravimétrica e os resultados apresentaram 0% de perda de massa para polipropileno puro variando até 22% conforme aumenta a presença do talco nas amostras. O ponto de fusão das amostras foi medido entre 166,8 e 172,3 °C. E a partir da espectroscopia Raman foi possível identificar a presença de grupos estruturais Raman de 1461 e 1360 cm^{-1} referentes às vibrações de “scissoring”, 1334 e 1162 cm^{-1} referente a vibração de torção, 822 cm^{-1} referente a vibração de alongamento e 977 cm^{-1} referente a vibração de balanço.

Palavras-chave: PP. Polímero Reciclado. Elipsometria. Dureza Shore. Espectroscopia Raman.

ABSTRACT

The use of recycled materials grows every day in the world due to the great possibility of application at low cost, concern for sustainability and the environment. Polymers in general, and polypropylene in particular, can be applied in several industrial sectors. They are currently used in the automotive sector, in the white line (home appliances), in the pharmaceutical industry, in the cosmetics industry and even in the biomedical area. This work focuses on the application of the polymer in the automotive sector, studying some optical and mechanical properties of pure polypropylene and recycled polypropylene with percentages of reinforcement load (talc) on its property. The need arose through issues of cost reduction of parts assembled in vehicles and the incentive in the sector to apply green materials in the final product. For parts used inside vehicles, polypropylene with different percentages of talc is used and it is proposed to apply recycled polypropylene with the same percentages of talc. The samples have the following characteristics: 100% polypropylene, 90% polypropylene with 10% talc, 80% polypropylene with 20% talc, 100% recycled polypropylene, 90% recycled polypropylene with 10% talc and 80 % recycled polypropylene with 20% talc. Characterization techniques were applied, such as ellipsometry, obtaining the dispersion curves of the refractive index (n) which is around 1.49 and the extinction coefficient (k), on average 0.10. Topography and surface roughness were obtained by confocal microscopy. The measured samples were regular when compared. . It was found that the measures that percentage of talc increases, also increases the shore hardness of the samples. Thermogravimetric analysis was performed and the results found 0% of mass loss for pure polypropylene varying up to 22%, as the presence of talc in them increases. The melting point of the colors was measured between 166.8 and 172.3 ° C. And from Raman spectroscopy it was possible to identify the presence of selected Raman groups of 1461 and 1360 cm^{-1} , referring to the "scissoring" vibrations, 1334 and 1162 cm^{-1} , referring to torsional vibrations, 822 cm^{-1} , referring to stretching vibrations and 977 cm^{-1} referring to swing vibration

Keywords: Polypropylene. Recycled. Ellipsometry. Shore Hardness. Raman spectroscopy.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	20
2 OBJETIVOS.....	23
2.1 Objetivo Geral	23
2.2 Objetivos Específicos	23
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	24
3.1 PP e PPRec	24
3.2 História e Visão Econômica	29
3.3 Reforços utilizados para o PP	31
3.4 Propriedades do PP e PPRec	32
3.5 Aplicações.....	40
3.6 Técnicas de Caracterização	46
3.6.1 Elipsometria	47
3.6.2 Polarização	48
3.6.3 Os coeficientes de Fresnel	50
3.6.4 Equação fundamental	51
3.6.5 Microscopia confocal.....	52
3.6.6 Dureza Shore	52
3.6.7 Ponto de Fusão.....	53
3.6.8 Termogravimetria – TGA	54
3.6.9 Espectroscopia Raman	55
4 METODOLOGIA	59
4.1 Material	59
4.2 Métodos	61
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	67
5.1 Elipsometria	67

5.2 Microscopia Confocal.....	72
5.3 Dureza Shore.....	76
5.4 Ponto de Fusão.....	78
5.5 Termogravimetria TGA.....	79
5.6 Espectroscopia RAMAN.....	84
6 CONCLUSÕES.....	88
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	90
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	91

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Estrutura química do PP.	24
Figura 2 – Reação geral da polimerização do propileno.....	25
Figura 3 – Esquema da refinação do petróleo e aplicação.....	25
Figura 4 – Etapas do processo de reciclagem mecânica secundária.	28
Figura 5 – Sistema de codificação para plásticos ABNT.	29
Figura 6 – Participação do polímero no mercado brasileiro.....	31
Figura 7 – Configuração do PP segundo a sua taticidade.....	33
Figura 8 – Segmentação do mercado de produtos em PP.....	43
Figura 9 – Processo de caracterização de materiais.....	46
Figura 10 – Representação de um Elipsômetro.	48
Figura 11 – Tipos de polarização: (a) Linear, (b) Circular e (c) Elíptica.....	49
Figura 12 – Polarização da luz através de um filtro polarizador.	49
Figura 13 – Reflexão e Refração – Incidência Oblíqua.	50
Figura 14 – Representação de ensaio de dureza com durômetro Shore.....	53
Figura 15 – (a) Curva padrão de decomposição térmica em função da temperatura-TGA (b) Derivada da curva TGA - DTG.....	55
Figura 16 – Princípio da Espectroscopia Raman.....	57
Figura 17 – Espectroscopia Raman PP.....	57
Figura 18 – (a) amostra do PP e (b) amostra do PPRec.....	60
Figura 19 – Lixadeira manual, marca Arotec, Modelo Aropol S.....	61
Figura 20 – Elipsômetro espectrométrico modelo SOPRA GES 5E da SEMILAB. ...	63
Figura 21 – Microscópio Confocal Leica DCM 3D.....	63
Figura 22 – Durômetro.....	64
Figura 23 – Ponto de Fusão da Am3.....	64
Figura 24 – TGA/DSC 2 marca Mettler Toledo.....	65
Figura 25 – Equipamento de Espectroscopia Raman.....	66

Figura 26 – Gráfico do índice de refração para amostra de 90% PP com 10% de talco. As medidas para os cinco pontos (P1, P2, P3, P4 e P5) coincidem.	67
Figura 27 – Gráfico do coeficiente de extinção para amostra de 90% PP com 10% de talco. P1, P2, P3, P4 e P5 são pontos onde as medidas foram feitas. ..	68
Figura 28 – Gráfico do índice de refração para amostra de 100% de PPR _{ec} . As medidas para os quatro pontos (P1, P2, P3, P4 e P5) coincidem.....	68
Figura 29 – Gráfico do coeficiente de extinção para amostra de 100% de PPR _{ec} . P1, P2, P3, P4 e P5 são pontos onde as medidas foram feitas.	69
Figura 30 – Gráfico do índice de refração para amostra de 100% PP. As medidas para os cinco pontos (P1, P2, P3, P4 e P5) coincidem.....	69
Figura 31 – Gráfico do coeficiente de extinção para amostra de 100% PP. P1, P2, P3, P4 e P5 são pontos onde as medidas foram feitas.	70
Figura 32 – Gráfico do índice de refração para amostra de 90% PPR _{ec} com 10%de talco. As medidas para os cinco pontos (P1, P2, P3, P4 e P5) coincidem.	70
Figura 33 – Gráfico do coeficiente de extinção para amostra de 90% PPR _{ec} com 10%de talco. P1, P2, P3, P4 e P5 são pontos onde as medidas foram feitas.	71
Figura 34 – Análise com um aumento de 10X da superfície da amostra 1 com 90% PP puro com 10% de talco. Em (a) Imagem da superfície da amostra e escala de altura em tons de cinza; (b) Topografia com escala de altura em tons de cores; e (c) Rugosidade ao longo da região central amostra.	72
Figura 35 – Análise com um aumento de 10X da superfície da amostra 2 com 100% PPR _{ec} . Em (a) Imagem da superfície da amostra e escala de altura em tons de cinza; (b) Topografia com escala de altura em tons de cores; e (c) Rugosidade ao longo da região central amostra.	73
Figura 36 – Análise com um aumento de 10X da superfície da amostra 3 com 100% PP puro. Em (a) Imagem da superfície da amostra e escala de altura em tons de cinza; (b) Topografia com escala de altura em tons de cores; e (c) Rugosidade ao longo da região central amostra.	74
Figura 37 – Análise com um aumento de 10X da superfície da amostra 4 90% PPR _{ec} com 10% de talco. Em (a) Imagem da superfície da amostra e escala de altura em tons de cinza; (b) Topografia com escala de altura em tons de cores; e (c) Rugosidade ao longo da região central amostra.	75
Figura 38 – Resultados da Dureza Shore D (a) amostra de PP e (b) de PPR _{ec}	77
Figura 39 – Ponto de fusão (a) amostra de PP e (b) de PPR _{ec}	78

Figura 40 – Curva TGA/DTG da decomposição térmica do PP para amostra 1 (90% PP com 10% de talco).....	79
Figura 41 – Curva TGA/DTG DTG da decomposição térmica do PPRec para amostra 2 (100% PPRec).	80
Figura 42 – Curva TGA/DTG DTG da decomposição térmica do PP para amostra 3 (100% PP).....	80
Figura 43 – Curva TGA/DTG DTG da decomposição térmica do PPRec para amostra 4 (90% PPRec com 10% talco).	81
Figura 44 – Curva TGA/DTG DTG da decomposição térmica do PP para amostra 5 (80% PP com 20% de talco).....	81
Figura 45 – Curva TGA/DTG DTG da decomposição térmica do PPRec para amostra 6 (0% PPRec com 20% talco).	82
Figura 46 – Espectro Raman (a) amostras de PP e (b) amostras de PPRec.	85

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Descrição do PP homopolímero, copolímero randômico e copolímero heterofásico.....	26
Quadro 2 – Descrição das configurações do PP de acordo com a orientação espacial dos grupos metil.	35
Quadro 3 – Influência da cristalinidade em certas propriedades mecânicas do PP..	36
Quadro 4 – Propriedades dos polímeros.....	38
Quadro 5 – Principais técnicas de processamento do PP.	42

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades térmicas e mecânicas do PP; em média.....	44
Tabela 2 – Propriedades elétricas e outros dados diversos do PP; em média.	45
Tabela 3 – Descrição Amostras.	59
Tabela 4 – Rugosidade medida através Microscópio Confocal.	75
Tabela 5 – Resultados obtidos pela TGA para as amostras de 1 a 6.	83
Tabela 6 – Atribuição de bandas Raman de PP.....	86

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABIQUIM	Associação Brasileira da Indústria Química
ABNT	Associação Brasileira de Normas e Técnicas
DSC	calorimetria/calorímetro diferencial de varredura
DTG	Termogravimetria derivada
FTIR	Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier
HDPE	polietileno de alta densidade
HDT	temperatura de deflexão térmica
ICEX	Instituto de Ciências Exatas
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
PE	polietileno
PEAD	polietileno de alta densidade
PEBD	polietileno de baixa densidade
PET	polietileno tereftalato
PP	polipropileno
PPRec	polipropileno Reciclado
PS	poliestireno
PVC	policloreto de vinila
TGA	Termogravimetria / Análise termogravimétrica

LISTA DE SÍMBOLOS

n, n_k	índice de refração
k	coeficiente de extinção
C	carbono
H	hidrogênio
%	percentual
Ca	cálcio
O	oxigênio
Ti	titânio
Cl	cloro
Al	alumínio
Et	éter (do inglês <i>ether</i>)
Mg	magnésio
Si	silício
Tg	temperatura de transição vítrea
p	índice referente à direção paralela com o plano de incidência (do alemão <i>parallel</i>)
s	índice referente à direção perpendicular com o plano de incidência (do alemão <i>senkrecht</i>)
R_p	componente do vetor do campo elétrico refletido na direção p
R_s	componente do vetor do campo elétrico refletido na direção s
E_p	componente do vetor do campo elétrico incidente na direção p
E_s	componente do vetor do campo elétrico incidente na direção s
T_p	componente do vetor do campo elétrico transmitido na direção p
T_s	componente do vetor do campo elétrico transmitido na direção s
\hat{n}_1, \hat{n}_2	índices de refração complexos ($\hat{n} = n(1 - ik)$) para os dois meios
θ_1, θ_2	ângulo de incidência e refração na interface

r_p	índice complexo de reflexão de Fresnel para a componente paralela
r_s	índice complexo de reflexão de Fresnel para a componente perpendicular
t_p	índice complexo de transmissão de Fresnel para a componente paralela
t_s	índice complexo de transmissão de Fresnel para a componente perpendicular
Ψ	variação no ângulo da polarização
Δ	ângulo de fase entre as componentes de uma onda
d, d_k	espessura de um filme fino
$\alpha, \alpha_p, \alpha_s$	coeficiente de absorção da fase depois da reflexão
β, β_p, β_s	coeficiente de absorção da fase antes da reflexão
ρ_p, ρ_s	coeficientes de reflexão complexos
ρ	coeficiente de reflexão normalizado
f	frequência da onda eletromagnética
λ	comprimento de onda da onda eletromagnética

1 INTRODUÇÃO

De acordo com Rocha e Mulinari (2014), atualmente existe uma grande preocupação mundial com os impactos nocivos ao meio ambiente e com isso o mundo vem trabalhando em novas tecnologias que buscam desenvolver e aplicar materiais sustentáveis. Uns dos pontos de maior discussão hoje em dia envolvem a natureza, questões que priorizam a sustentabilidade e o controle do consumo de energia elétrica. Sendo assim tem se investido fortemente no desenvolvimento de novas tecnologias que envolvem busca de novas fontes de energia e à aplicação de materiais sustentáveis no lugar materiais não sustentáveis.

Existe um interesse global em desenvolver materiais reciclados e com isso reduzindo consideravelmente os impactos que afetam diretamente o aumento da poluição e degradação do meio ambiente. Plásticos em geral são disponíveis como resíduos sólidos, e alguns polímeros feitos a partir de resíduos de petróleo são reciclados apenas com a adição de energia. Khanam e Almaadeed (2014) afirmam que as propriedades dos resíduos plásticos reciclados podem ser muito próximas das propriedades dos materiais virgens.

Conforme Fernandes e Domingues (2007) explicam, que as montadoras buscam aplicar materiais reciclados na concepção dos automóveis e a cada dia existe um grande empenho das indústrias automotivas em questão da sustentabilidade. Dentre as peças automotivas com maior facilidade de reciclagem pode-se exemplificar o para-choque que tem o polipropileno (PP) em 100% da sua produção. Porém na maioria das vezes essa peça é pintada e com isso para reciclagem a tinta prejudica as propriedades físicas, mecânicas e a qualidade superficial das peças.

Na reciclagem de plásticos, a mistura de polímeros é necessária porque a separação de um único componente pode ser difícil ou ter alto custo. Os polímeros Poliolefinas como Polietileno (PE) e o PP são misturas encontradas principalmente em resíduos plásticos urbanos e industriais e são recicladas após a separação dos polímeros. Misturas de poliolefinas, em especial polietileno de alta densidade (HDPE) e PP têm chamado muita atenção, porque esses plásticos apresentam uma percentagem significativa de resíduos em áreas urbanas e industriais conforme citado por Amin Jr *et al.* (2010).

De acordo com Mulinari *et al.* (2010), as reciclagens heterogêneas de 2ª classe de termoplásticos (resíduos não perigosos) podem levar a vantagens óbvias, como a redução da quantidade de energia, reaproveitamento dos materiais no final do ciclo de vida de produto e economia de recursos naturais necessários.

Assim surge o interesse em estudar mais a fundo as propriedades de materiais reciclados e comparar a viabilidade de aplicar esses materiais. Como exemplo aplicar o polipropileno reciclado (PPRec) no lugar do PP. Para realizar essa comparação se faz necessário aplicar algumas técnicas de caracterização entre os materiais citados para assim avaliar as propriedades como ponto de fusão, dureza que para o caso dos polímeros usa-se a shore D, analisar a perda de massa através da TGA, avaliar composição química pela técnica Raman e propriedade óptica por elipsometria.

Conforme comentado por Fujiwara (2007), a elipsometria é uma técnica não-destrutiva apropriada para caracterizar propriedade óptica, como a constante dielétrica complexa de uma superfície. Basicamente seu funcionamento padrão implica na incidência e alteração do estado de polarização de luz em um material que se tem interesse em conhecer suas propriedades.

Raimundo (2012) cita que a microscopia confocal é uma técnica utilizada para obter imagens microscópicas e criar imagens tridimensionais para melhor análise de textura, topografia e rugosidade na superfície das amostras.

A técnica de dureza shore é a forma mais simples de determinar a dureza de um material e a partir dessa informação é possível definir a resistência do material, temperatura de transições vítreas e mudança de fase das amostras como afirma Carneiro *et al.* (2019).

Flores, Ania e Baltá-Calleja (2009) afirmam que dureza pode estar relacionadas a outras propriedades mecânicas macroscópicas, como tensão de escoamento, se módulo de elasticidade. Obteve-se a dureza das amostras aplicando o ensaio de dureza shore D indicado para materiais poliméricos.

Conforme afirma Bianchi *et al.* (2010), a análise termogravimetria é uma análise térmica que pode ser aplicada na determinação de reações de decomposição e na análise de estabilidade térmica. Nesta dissertação, essa técnica observou a variação de massa em atmosfera controlada em função da temperatura

ou tempo, medindo a perda ou agregação de massa de cada uma das seis amostras.

Gopanna *et al.* (2019) afirma que nas últimas quatro décadas vem aumentando o uso da espectroscopia Raman para análises estruturais, análises quantitativas e qualitativa de materiais poliméricos. Por meio dessa técnica obteve-se informações químicas e estruturais identificando assim as bandas Raman das amostras 1 (Am1, PP 90% + 10% de talco), 3 (Am3, PP 100%) e 5 (Am5, PP 80% + 20% de talco). Essas amostras são compostas de PP e com isso foi possível relacionar as bandas Raman comum do PP.

Essa dissertação apresenta no capítulo 2 o objetivo geral e específico. No capítulo 3 apresenta a revisão bibliográfica. No capítulo 4 encontram-se os materiais e no capítulo 5 apresentam-se os resultados obtidos. Na sequência vêm a conclusão e as referências bibliográficas.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O objetivo desta dissertação é caracterizar algumas propriedades do PP e PPRec com diferentes percentuais de PP com talco.

2.2 Objetivos Específicos

- a) obter os índices de refração (n) e o coeficiente de extinção (k) em função do comprimento de onda via elipsometria;
- b) observar a topografia das amostras via microscopia confocal;
- c) medir as rugosidades das amostras via microscopia confocal;
- d) avaliar a dureza via ensaio de dureza Shore D;
- e) medir o ponto de fusão de cada amostra;
- f) analisar a perda ou agregação de massa em variadas temperaturas, usando a análise termogravimétrica;
- g) investigar a natureza química e estrutura molecular das amostras por espectroscopia Raman.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 PP e PPRec

O PP é um termoplástico que é obtido a partir da polimerização do gás propileno ou propeno. Sendo uma resina de baixa densidade, fornece um bom equilíbrio entre as propriedades térmicas, químicas e elétricas com uma resistência considerada moderada (CALLISTER; RETHWISCH, 2014). A Figura 1 representa a estrutura química do PP.

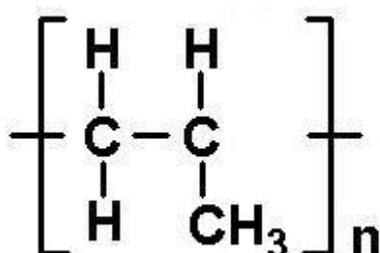


Figura 1 – Estrutura química do PP.

Fonte: Callister; Rethwisch (2014).

Segundo Strapasson (2004), as características do PP são: cor branca e opaca, baixo custo e densidade, alta resistência química a solventes e grande versatilidade, pois é utilizado em aplicações que vão desde recipientes a peças automotivas.

O PP é considerado um polímero semicristalino que apresenta duas fases: cristalina e amorfa. A sua proporção vai depender de fatores estruturais e estereoquímicas, além do modo de preparação. Como demonstrado na figura 2, Leão (2012) afirma ainda sobre o PP:

É proveniente da polimerização do gás propeno ou propileno (C_3H_6), sendo geralmente produzido com uma elevada massa molecular (200.000 a 700.000 g/mol). São normalmente sintetizados usando catalisadores Ziegler-Natta, que resultam em cadeias poliméricas cristalizáveis com propriedades industrialmente interessantes (LEÃO, 2012, p. 14).



Figura 2 – Reação geral da polimerização do propileno.

Fonte: Leão (2012).

De acordo com Carvalho (2008), o PP é obtido por meio da polimerização do propileno, que consiste num subproduto gasoso da refinação do petróleo. Basicamente aplica-se calor no refino para separar componentes do petróleo, conforme demonstrado na Figura 3.

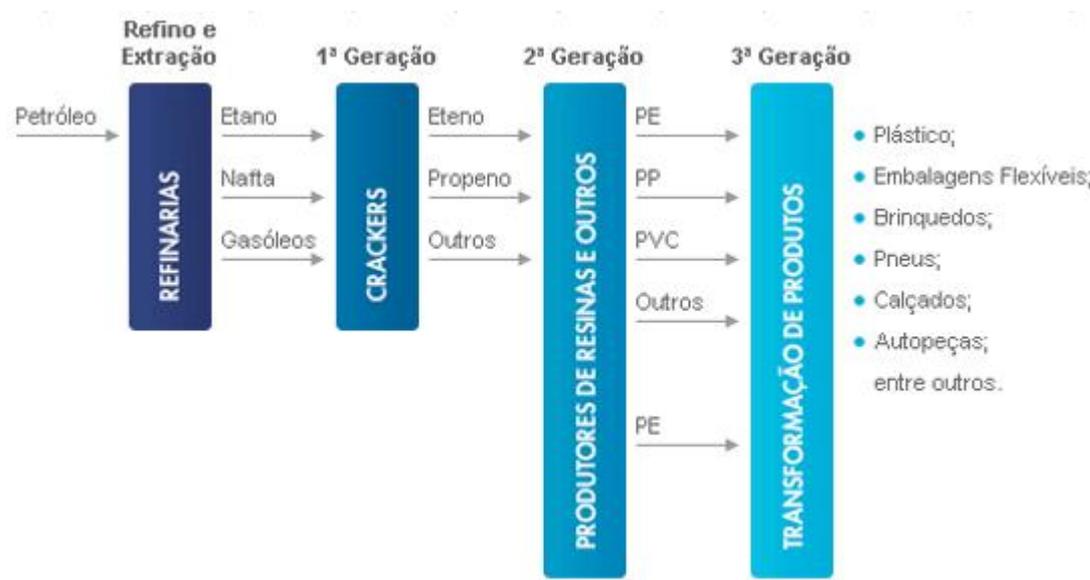


Figura 3 – Esquema da refinação do petróleo e aplicação.

Fonte: Carvalho (2008).

Roda (2012) aponta como uma das particularidades do PP o seu “efeito dobradiça”, ou seja, o PP permite que sejam produzidas peças com dobras, como tampas de frascos dobráveis, estojos para óculos, etc. Porém, apresenta como desvantagem uma baixa resistência a condições climáticas extremas, como por

exemplo, ao ser exposto ao sol pode apresentar manchas e perda de suas propriedades.

De acordo com Moura e Gramolelli Júnior (2009), o PP está sendo qualificado atualmente entre um plástico de grande consumo e um plástico de engenharia. Segundo os autores, estudos apontam que 25% do PP produzido é utilizado em aplicações técnicas.

Moura e Gramolelli Júnior (2009) afirma que o PP se divide em três tipos distintos: homopolímeros, copolímeros randômicos e copolímeros heterofásicos, com índice de fluidez entre 600 a 1000g/10 min. O quadro 1 apresenta cada um dos três tipos.

Tipo de PP	Descrição
Homopolímeros	São produzidos pela polimerização única do propeno; Elevada cristalinidade, alta rigidez, dureza e resistência ao calor.
Copolímeros randômicos	Obtidos quando se adiciona ao propeno um segundo monômero (normalmente eteno) no reator; As moléculas de eteno são inseridas aleatoriamente, o que reduz a cristalinidade do material; Apresentam maior transparência, menor temperatura de fusão e são mais resistentes ao impacto à temperatura ambiente que os homopolímeros.
Copolímeros heterofásicos	Produzidos em dois reatores em série; no primeiro se polimeriza somente o propeno e no segundo uma fase elastomérica composta de propeno e eteno. Por apresentar estas duas fases, perdem transparência, porém apresentam elevada resistência ao impacto tanto à temperatura ambiente como a baixas temperaturas.

Quadro 1 – Descrição do PP homopolímero, copolímero randômico e copolímero heterofásico.

Fonte: Moura e Gramolelli Júnior (2009).

Cada tipo de PP apresenta características diferentes e o processo de escolha do tipo que mais se adequa à aplicação final deve se pautar mais no desempenho que o uso final vai requerer do que no método de processamento aplicado (sopro, injeção, extrusão, etc.) (MOURA; GRAMOLELLI JÚNIOR, 2009).

Tendo em vista a preocupação com a disposição final dos resíduos sólidos, muito se tem investido em reciclagem. Porém, segundo Strapasson (2004), a

reciclagem de polímeros sintéticos não atinge nem 10% na sociedade atual, consequência essa de problemas técnicos como a incompatibilidade entre os tipos de polímeros, a contaminação pela absorção de compostos de baixa massa molar, a degradação devido a mudanças em sua estrutura molecular, a reticulação devido a impossibilidade de refusão e remoldagem, o valor econômico relativamente baixo, dentre outros fatores como a regulamentação governamental.

A conversão dos resíduos plásticos em grânulos possibilita a sua reutilização na produção de outros produtos como sacos de lixo, componentes de automóveis, mangueiras, pisos, etc., gerando assim o conceito de reciclagem mecânica (ANTÔNIO, 2004).

Sobre a reciclagem mecânica, Machado Junior (2017) salienta que pode ser dividida em duas categorias: reciclagem mecânica primária (aquela em que os materiais a serem reciclados são oriundos dos refugos dos processos industriais) e reciclagem mecânica secundária (aquela em que os materiais a serem reciclados são oriundos do pós-consumo). A reciclagem mecânica primária é mais simples, pois os materiais utilizados são isentos de contaminações, o que facilita o processo de obtenção de nova matéria prima para processamento. Já a reciclagem mecânica secundária utiliza os materiais plásticos descartados no lixo, o que torna o processo de reutilização um pouco mais complexo, envolvendo diversas etapas, como: separação dos materiais; moagem; descontaminação através de lavagem e secagem (parcial e total); extrusão para retenção de contaminantes sólidos; transformação do material em grãos para serem processados novamente.

A figura 4 ilustra as etapas presentes no processo de reciclagem mecânica secundária.



Figura 4 – Etapas do processo de reciclagem mecânica secundária.

Fonte: Machado Junior (2017).

Em relação ao PPRec aplica-se o reprocessamento do material com injeção. Uma das propriedades que foram observadas durante o reprocessamento foi a redução da viscosidade do fundido e um aumento da cristalinidade; e ainda aumento do módulo elástico e da tensão de escoamento, enquanto que o alongamento na ruptura e a tenacidade à fratura diminuíram.

Incarnato *et al.* (2003¹ *apud* STRAPASSON, 2004) também realizaram estudos com o PPRec. Os autores observaram o efeito de três ciclos de processamento com o intuito de avaliar a cristalinidade e a morfologia do PP através das seguintes medidas: viscosidade, calorimetria diferencial de varredura (DSC) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foram observados os seguintes resultados:

Durante a reciclagem de plásticos pós-consumidos há tensões térmicas e mecânicas (especialmente por cisalhamento) agindo no fundido e com isso há quebra de macromoléculas. É interessante notar que a presença de cargas, como o CaCO₃ descrito no trabalho de La Mantia e Dintcheva (2003), aumenta a viscosidade do PP (ou de qualquer polímero) no seu estado fundido. (STRAPASSON, 2004, p. 25)

¹ INCARNATO, L.; SCARFATO, P.; ACIERNO, D.; MILANA, M. R.; FELICIANI, R. Influence of recycling and contamination on structure and transport properties of polypropylene. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 89, n. 7, p. 1768–1778, 2003. <https://doi.org/10.1002/app.12168>.

Levando em consideração a existências de diversos tipos de plástico, a Associação Brasileira de Normas e Técnicas (ABNT) criou um sistema de codificação de produtos plásticos, descritos na NBR 13.320, a fim de facilitar sua identificação, como se pode observar na figura 5.

Além disso, os diferentes plásticos podem ser separados através da diferença entre propriedades físicas, como a tensão superficial, a solubilidade, características elétricas e a densidade. A diferença de densidade é o método mais comum de separação, normalmente utiliza-se a água, na qual alguns tipos de plástico flutuam, enquanto outros afundam (STRAPASSON, 2004, p. 24).

				1) PET - polietileno tereftalato
PET	PEAD	PVC	PEBD	2) PEAD - polietileno de alta densidade
				3) PVC - policloreto de vinila
				4) PEBD - polietileno de baixa densidade
				5) PP - polipropileno
PP	PS	OUTROS		6) PS - poliestireno
				7) Outros

Figura 5 – Sistema de codificação para plásticos ABNT.

Fonte: Adaptada de Strapasson (2004).

3.2 História e Visão Econômica

O PP foi sintetizado por Giulio Natta em 1954 e ele ganhou o prêmio Nobel por este feito. Sua utilização está presente, em grande escala, nas indústrias automobilísticas, eletrodomésticos e em produtos de consumo, tais como embalagens, produtos médicos entre outros (ALFARO; SILVA, 2010). De acordo com Muler *et al.* (2006), a escolha por utilizar o PP se deve às suas propriedades, tais como, boa resistência mecânica e baixa densidade.

De acordo com Petry (2011), no ano anterior a descoberta do PP, Karl Ziegler descobriu que polímeros de eteno com alto peso molecular podiam ser obtidos com a adição de sais de transição, como o $TiCl_4$, ao catalisador alquilalumínio. Sendo assim, Natta pensou que os princípios aplicados ao eteno também poderiam ser aplicados ao propeno e utilizou os catalisadores desenvolvidos por Ziegler para sintetizar PP cristalino em seu laboratório pela primeira vez. Porém, em seu primeiro

experimento, Natta utilizou um sistema catalítico de $\text{TiCl}_4/\text{AlEt}_3$ que resultou num polímero com aspecto de borracha e não homogêneo, não apresentado utilidade comercial. Ele observou que esse resultado estava relacionado com as diferentes conformações do polímero. Assim, em 1955 Natta utilizou o CrO_3 como catalisador e conseguiu sintetizar PP isotático e cristalino. “O sistema catalítico por eles desenvolvido, utilizado atualmente com algumas modificações, é conhecido como catálise Ziegler-Natta. (PETRY, 2011)

Assim, 3 anos após a sua descoberta, o PP começou a ser produzido em escala comercial na Itália pela empresa Montecatini, que utilizava os catalisadores de Ziegler-Natta.

Conforme Carvalho (2008), desde que o PP foi descoberto ele tem sido considerado uma das resinas termoplásticas mais importantes na atualidade e com maior índice de crescimento. Em 2007 a procura pelo filme de PP já tinha alcançado a marca de 5 milhões de toneladas, demonstrando um crescimento de 8,7% ao ano desde o ano 2000. Assim, segundo Carvalho (2008), a indústria mundial começou a aumentar a capacidade de produção com o intuito de acompanhar esse crescimento, estimado em 85%.

Ainda de acordo com Carvalho (2008), em suas pesquisas realizadas no ano de 2007, o referido crescimento se apresentava de forma notória na região da Ásia Central e Oriental, com previsões de crescimento em torno de 6,8% ao ano, o que tornaria a região asiática representante de três quartos do crescimento mundial até o ano de 2012.

Machado Junior (2017) demonstra por meio da figura 6 a participação do PP mercado brasileiro no ano de 2012, o qual representou 23,3% de todo o material plástico produzido no país.

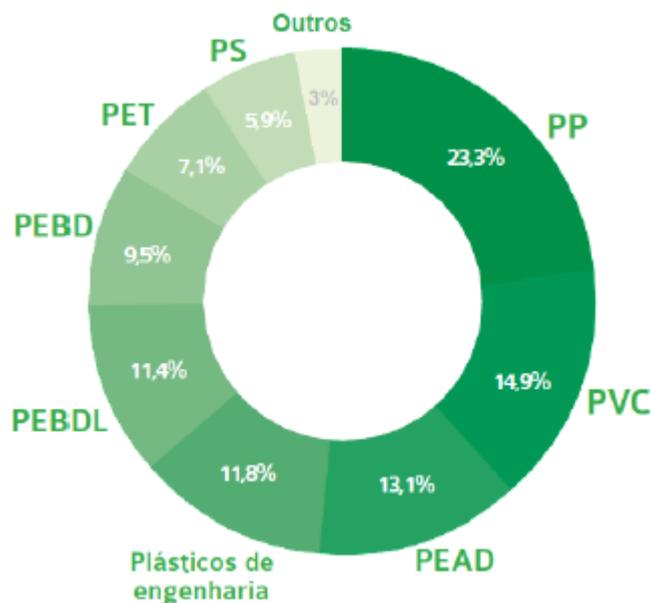


Figura 6 – Participação do polímero no mercado brasileiro.

Fonte: Machado Junior (2017).

3.3 Reforços utilizados para o PP

Atualmente uma das cargas minerais que serve como reforço mais aplicado no processo de fabricação de um pp é o talco.

O Talco é filossilicato de magnésio hidratado com a fórmula química $Mg_3(Si_4O_{10})(OH)_2$. Apresenta composição química $MgO=31,7\%$; $SiO_2=63,5\%$ e $H_2O=4,8\%$ (PONTES; ALMEIDA, 2005).

O talco se apresenta em quatro tipos de partículas, pode ser fibroso, lamelar, acicular e nodular. No caso para aplicar no polímero o indicado é o lamelar. Ele se apresenta em partículas lamelares finas, na cor branca e apresenta grande pureza. Usualmente é aplicado em termoplástico variando de 10% a 40% da composição do polímero (MIRANDA *et al.*, 2002).

O talco devido a sua estrutura lamelar e superfície hidrofóbica consegue influenciar orientação das lamelas, alterando as propriedades mecânicas como aumento da cristalinidade, rigidez, temperatura de distorção, resistência a fluência, fadiga mecânica e ainda evita que PP se contraia após processamento. Em especial em peças obtidas por um processo de injeção (SANTOS; SAITO; NUNES, 2019).

O talco ainda atua na redução da anisotropia de propriedades reduzindo problemas durante o processamento do material, possui baixo custo impactando diretamente no custo geral do processo.

3.4 Propriedades do PP e PPRec

De acordo com Manrich (2005), o PP pode ser submetido a esforços externos ou ataque químico e a forma como ele irá responder as solicitações é que determina suas propriedades. Dessa forma, Manrich (2005) afirma que o desempenho do PP está diretamente ligado as suas propriedades.

Quevedo (2016) afirma que os materiais poliméricos são capazes de apresentar propriedades distintas, a depender do tipo de material utilizado. Segundo a autora, as possíveis aplicações de cada material são determinadas por suas propriedades e características específicas, bem como do processo de transformação ao qual serão submetidos. Assim, as propriedades vão depender de alguns fatores extremamente importantes, como a natureza química, o processo e a técnica de polimerização utilizada.

Conforme Quevedo (2016):

A natureza química dos monômeros que formam o polímero influenciam na estrutura molecular, tanto no que diz respeito à configuração, constituição, massa molecular e conformação das moléculas. [...] O processo de polimerização influencia nas propriedades dos polímeros no que se refere ao mecanismo envolvido e às suas interações na estrutura do polímero. [...] A escolha da técnica de polimerização adequando-a para obtenção de um polímero com maior pureza (QUEVEDO, 2016, p. 1).

Segundo Manrich (2005), as propriedades do PP dividem-se em dois grupos: propriedades físicas e propriedades químicas. Dentre as propriedades físicas, temos propriedades mecânicas (como resistência a tração, flexão, dureza), térmicas (como calor específico, fusão cristalina transição vítrea), elétricas (como rigidez dielétricas, fator de potência) e óticas (como transparência e índice de refração). E ainda as propriedades químicas como resistência de oxidação, água, ácidos, bases e inflamabilidade (MANRICH, 2005).

Conforme Fiebig *et al.* (1999), a propriedades dos polímeros semi-cristalinos são determinadas basicamente pela morfologia cristalina que se desenvolve no

decorrer da moldagem, sendo que durante a síntese é que são fixados os fatores que mais influenciam em sua cristalinidade. Dessa forma, os autores ressaltam que, ainda que o fenômeno pós-cristalização possa ocasionar mudanças de propriedades que se relacionam às mudanças na cristalização do material, geralmente é durante a síntese que é ditada a massa molar e sua distribuição, a regularidade da cadeia (estereorregularidade) e a morfologia do PP. Assim, Fiebig *et al.* (1999) afirmam que as regiões cristalinas do PP, por serem ligadas por meio das regiões amorfas, influenciam massivamente às propriedades mecânicas; enquanto que os processos de recristalização que ocorrem em temperaturas acima de 80°C vão influenciar a temperatura de deflexão térmica (HDT), a resistência ao impacto, densidade e módulo.

Como destacado na figura 7, Carvalho (2008) demonstra a presença de um carbono assimétrico na estrutura monomérica do PP resulta num encadeamento polimérico de três possíveis configurações, de acordo com a orientação espacial dos grupos metil: o PP isotático: quando os grupos metil estão ordenados do mesmo lado da cadeia; o PP sindiotático: apresenta uma ordem regular de alternância de sentidos opostos; PP atático: possuem ordem aleatória.

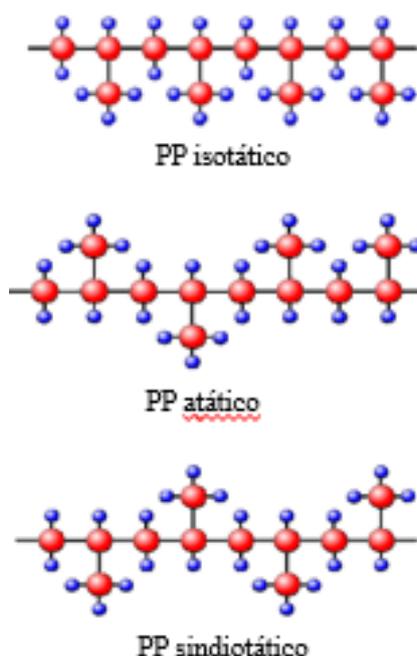


Figura 7 – Configuração do PP segundo a sua taticidade.

Fonte: Carvalho (2008).

Conforme Kitaoka (1997), a taticidade influi diretamente na cristalinidade, uma vez que, quanto maior a regularidade na cadeia, maior será o grau de cristalinidade, proporcionando assim uma melhor resistência mecânica, maior rigidez e densidade contra uma menor tenacidade à fratura e menor capacidade do material se alongar plasticamente. Isso se explica pelo fato de as macromoléculas do PP cristalino se arranjamem em uma ordem tridimensional, dobrando-se repetidas vezes formando lamelas.

O quadro 2 traz uma síntese sobre cada uma das classificações do PP.

Classificação	Descrição
PP Isotático	A estrutura regular do PP reflete-se na sua cristalização (termoplástico semicristalino). Isto significa que este polímero, em comparação com o PEAD tem uma maior resistência mecânica e temperatura amolecimento e fusão superiores, mas uma menor densidade devido à abundância de grupos metilo secundários. O PP isotático possui um maior número de aplicações industriais, utilizando geralmente uma mistura com uma pequena quantidade de PP atático. Adicionalmente, as propriedades mecânicas e térmicas são melhoradas com a orientação.
PP Atático	O PP atático apresenta uma baixa cristalinidade, porque não tem qualquer ordem (termoplástico amorfo), portanto, a sua densidade e a sua resistência mecânica são menores e têm uma temperatura de amolecimento e fusão menor. É usado com grande quantidade de cargas minerais e em aplicações como massas para marcar estradas, massa para insonorizar automóveis e como aditivo para betume, borracha, etc.
PP Sindiotático	Atualmente, está-se a obter PP sindiotático utilizando catalisadores metallocene, espera-se que as aplicações deste tipo de PP aumentem no futuro. O aparecimento de catalisadores metallocene está a permitir o surgimento de outras formas estereoquímica como PP semi-isotático, onde a maioria dos grupos metil se encontram do mesmo lado da cadeia de PP, como no isotático, mas outros grupos metilo são inseridos em intervalos regulares para o lado oposto da cadeia.

Quadro 2 – Descrição das configurações do PP de acordo com a orientação espacial dos grupos metil.

Fonte: Carvalho (2008).

Em relação às propriedades mecânicas típicas do PP, Strapasson (2004) afirmou que:

[...] incluem um módulo de Young entre 1,25 e 2,40 GPa e resistência de 33 MPa. No entanto, estes valores podem ser alterados devido às características do PP específico e suas condições de processamento. Kalay e Bevis (1997), variando os parâmetros tempo (0,4 a 1 s), temperatura do fundido (205 a 240°C) e pressão de injeção (100 a 160 bar) em moldagens com o PP, alcançaram variações de módulo (2100 a 2600 MPa) e resistência à tração (38 a 55 MPa) significativas. (STRAPASSON, 2004, p. 17)

Carvalho (2008) acrescenta ainda que estas dependem fortemente da sua cristalinidade, uma vez que ao aumenta-la, conseqüentemente se aumenta a rigidez,

dureza, tensão de ruptura e resistência à flexão, porém a resistência ao impacto é reduzida.

O quadro 3 apresenta várias propriedades mecânicas do PP e a sua dependência da cristalinidade.

Propriedade	Aumentando a cristalinidade
Resistência ao escoamento	Aumenta
Elongação à quebra	Diminui
Impacto IZOD	Diminui
Fluência	Aumenta
Dureza	Aumenta
Fluidez	Não se altera
Inchamento	Não se altera
Resistência do fundido	Não se altera
Temperatura de distorção a quente	Aumenta

Quadro 3 – Influência da cristalinidade em certas propriedades mecânicas do PP.

Fonte: Miguel (2010).

Para Gahleitner (2001), ao se avaliar as propriedades mecânicas do PP é importante que se conheça os efeitos causados pela variação da temperatura ou do tempo de ensaio para um determinado material, além de outros fatores que podem favorecer um comportamento frágil ou dúctil, como o tipo de esforço, a geometria do corpo de prova e os fatores ambientais.

Conforme Strapasson (2004):

Devido às características viscoelásticas dos polímeros, onde os processos de relaxação são importantes, um mesmo polímero pode apresentar vários tipos de curvas de tensão *versus* deformação em função das condições experimentais. Além da fratura frágil caracterizada por alto módulo e pequena deformação (menor que 20%), as curvas típicas de fraturas dúcteis podem ser do tipo extensão uniforme (típica de elastômeros), estiramento a frio e as com formação de pescoço que podem ser divididas em primeiro e segundo tipo. Na curva do tipo estiramento a frio, por exemplo, a tensão aumenta até atingir o ponto de escoamento, cai e a partir daí a deformação fica localizada na seção mais estreita do corpo de prova (STRAPASSON, 2004, p. 15).

Em relação às propriedades elétricas do PP, Roda (2012) esclarece que estas podem ser afetadas em diversos graus de temperatura de serviço uma vez que, caso ocorra o aumento dessa temperatura a constante dielétrica irá permanecer razoavelmente constante. Porém, observa-se que a resistência ou o poder dielétrico irá aumentar, enquanto a resistividade volumétrica diminuirá.

Quevedo (2016) escreve sobre as principais propriedades dos polímeros, os quais foram organizadas no quadro 4.

Propriedade	Descrição
Densidade (dureza)	A densidade do material é uma propriedade extremamente importante, principalmente para definir qual o melhor processo de transformação para aquele material.
Estabilidade dimensional	Esta propriedade está bastante relacionada com a higroscopicidade do material, ou seja, a característica de absorver ou não umidade, que pode alterar consideravelmente o volume da peça ou produto confeccionado. Outro fator que influencia diretamente esta propriedade é a variação de temperatura, que pode deformar a peça ou produto.
Inflamabilidade	Esta propriedade está diretamente relacionada à composição química do polímero. Polímeros que possuem elementos químicos da família VII A, como Flúor, Cloro e Bromo normalmente, possuem propriedades naturais de extinguir as chamas. Para os materiais que não possuem esses elementos em sua estrutura química, existem aditivos retardantes de chama que podem promover essas características aos materiais.
Propriedades térmicas	A condutividade térmica dos materiais poliméricos é fundamental para conhecer a quais temperaturas (de processamento e de uso contínuo) o material pode ser submetido sem que haja danos ou que ele inicie processo de deformação térmica.
Propriedades mecânicas	São propriedades que se referem à quanto de deformação por aplicação de força e/ou alongamento através da tensão, cisalhamento, tração, compressão e pressão o material resiste sem que se deforme ou haja ruptura das cadeias.
Propriedades elétricas	Esta propriedade refere-se a capacidade e facilidade ou não de o polímero conduzir corrente elétrica, para poder definir algumas aplicações específicas onde essa propriedade se faz necessária, ou ao contrário, evitar aplicações, quando esta propriedade pode causar acidentes, como por exemplo no recobrimento de cabos e fios elétricos, utilizar materiais poliméricos com propriedades elétricas de condutividade seria um erro catastrófico.
Propriedades ópticas	Estão ligadas à passagem de luz através do material, todos materiais poliméricos possuem capacidade de possibilitar a passagem de luz através de suas moléculas, contudo, existem alguns que permitem maior ou menor capacidade.
Propriedades ecológicas	Alguns materiais poliméricos possuem propriedades que os tornam ecologicamente corretos, são os chamados polímeros biodegradáveis, ou seja, materiais que se degradam com maior facilidade no meio ambiente. Existem também um outro conceito chamado polímero verde, que se baseia na matéria – prima que originou aquele polímero, se é de origem renovável.

Quadro 4 – Propriedades dos polímeros

Fonte: Quevedo (2016).

Machado Júnior (2017) define dureza como “a capacidade que um material tem de resistir à penetração ou ao risco. Em relação ao PP o autor ressalta que a dureza está relacionada à fluência e a recuperação elástica do material, cuja determinação pode ser feita conforme norma ASTM-D785.

Segundo Quevedo (2016), na escolha do processo de transformação mais viável para o PP observa-se principalmente a densidade, pois esta vai ajudar a definir qual o processo ideal para o material com o qual se está trabalhando.

O PP apresenta densidade entre 0,85 a 0,94, a depender de sua configuração (isotático, sindiotático ou atático), sendo assim considerado um polímero de baixa densidade (MACHADO, 2002).

Yoon *et al.* (1998² *apud* MIGUEL, 2010) define o ponto de fusão para o PP isotático de no máximo 176°C e um limite de 135°C para o PP isotático; enquanto que o PP atático apresenta somente temperatura de transição vítrea, pelo fato deste não cristalizar. O ponto de fusão vai depender da porcentagem de fase cristalina no polímero. Os autores afirmam ainda que o ponto de fusão do PP é superior a maioria das poliolefinas, pois a rotação do grupo lateral metil causa maior rigidez estrutural no PP.

Miguel (2010) salienta que os valores relacionados à temperatura de transição vítrea variam bastante, de acordo com a técnica de medida utilizada, da influência da taticidade e da massa molar. “Para o PP isotático os valores na temperatura de transição vítrea (Tg) vão de -13 a 0°C e para a forma atática de -18 a 5°C” (MACHADO JUNIOR, 2017).

Conforme Mano (1991) as propriedades mecânicas de um determinado material consistem na resposta a solicitação mecânica externa, onde o material pode apresentar deformação de forma reversível ou irreversível.

Machado Junior (2017) aponta que o comportamento de deformação do PP associa-se ao fenômeno de viscoelasticidade ocorrido na estrutura molecular dos polímeros. Estes apresentam comportamento viscoso em associação ao comportamento de um sólido elástico. O autor ainda define o comportamento elástico como:

² YOON, J.-S.; OH, S.-H.; KIM, M.-N. Compatibility of poly(3-hydroxybutyrate)/poly(ethylene-co-vinyl acetate) blends. **Polymer**, v. 39, n. 12, p. 2479–2487, 1 jan. 1998. [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(97\)00556-9](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(97)00556-9).

(...) aquele em que ocorre a deformação instantânea do material mediante a solicitação mecânica, mas essa deformação é totalmente reversível. Dessa forma, quando a força for retirada do material, o mesmo não apresentará mais nenhuma deformação. Esse é o mesmo comportamento que ocorre com a mola, por exemplo. Já o comportamento viscoso é aquele em a deformação do corpo é irreversível, ou seja, ao fim da solicitação mecânica o material continuará deformado. O comportamento viscoelástico é aquele em que o material apresenta os dois comportamentos, em que ele apresentará uma recuperação parcial da deformação quando a força exercida sobre ele for retirada (MACHADO JUNIOR, 2017, p. 43).

Abreu *et al.* (2006) apontam para a baixa tenacidade e resistência ao impacto que o PP apresenta, ressaltando a necessidade, em alguns casos, da adição de modificadores de impacto para possibilitar a sua aplicação de forma economicamente viável com resultados satisfatórios. As características apresentadas pelos polímeros tornam sua mistura interessantes para diversas aplicações, como na indústria automobilística e de embalagens.

3.5 Aplicações

Conforme Miguel (2010), há várias formas de se processar o PP, dentre as quais se destacam as moldagens do tipo injeção, sopro e extrusão, que podem ou não utilizar cargas de reforço. Além disso, o PP pode ser apresentado em chapas, tarugos e tubos com dimensões variadas para beneficiamento e aplicação em diversos seguimentos industriais. Sua utilização é variada, sendo os PP não-reforçados aplicados na fabricação de embalagens moldadas por sopro (ex. recipientes farmacêuticos, médicos e cosméticos) e, tanto os não-reforçados como os tipos reforçados, aplicados na fabricação de automóveis, aparelhos domésticos e elétricos (ex. carcaças de bateria, de lanterna, rotores de ventoinha, pás de ventiladores) e como suporte para peças elétricas condutoras de corrente, carretéis de bobinas, capas protetoras de cabo elétrico, jogos magnéticos de televisão, cartuchos para fusíveis e como isoladores, entre outras aplicações.

Machado Junior (2017) caracteriza o PP como um isolante elétrico, de fácil coloração e moldagem e que apresenta baixa absorção de umidade, cujas principais aplicações são: filmes de embalagens de alimentos, sacolas, fraldas, seringas, material hospitalar esterilizável, para-choques, brinquedos e caixas de uso industrial.

Petry (2011) salienta que cada tipo de PP – homopolímero, copolímero heterofásico e copolímero estático ou randômico – possui aplicações específicas. Segundo o autor, o PP Homo, por se apresentar com maior rigidez e cristalinidade, é aplicado geralmente em forma de fibras ou em peças submetidas a altas temperaturas. Já o copolímero estático, obtido pela adição de eteno ao propeno, demonstra maior resistência ao impacto em comparação ao homopolímero, além de melhores propriedades ópticas. Por fim, o copolímero heterofásico se destaca pela sua fabricação, realizada em duas etapas: na primeira se produz o homopolímero e na segunda realiza-se a copolimerização de propeno com eteno, resultando finalmente em um copolímero de etileno-propileno disperso regularmente em uma matriz de PP homopolímero. “A proporção de eteno é bem mais elevada do que na produção do copolímero randômico. A parte copolimerizada se torna emborrachada, o que melhora a absorção de energia no impacto” (PETRY, 2011).

De acordo com informações publicadas pela Abiplast em 2014, o PP homopolímero (PP homo) demonstra uma boa resistência a altas temperaturas, sendo assim indicado na aplicação em produtos que podem ser esterilizados, como os de uso farmacêutico, por exemplo; além de peças com dobradiças como as tampas flip-top, embalagens para alimentos, fibras e monofilamentos. Se comparado ao polietileno de alta densidade (PEAD), o PP homo apresenta: “menor densidade, maior ponto de amolecimento, maior dureza superficial, maior rigidez, menor resistência ao impacto, maior sensibilidade à oxidação, melhor resistência à fissura sob tensão e maior fragilidade a baixas temperaturas” (ABIPLAST, 2014).

Já o PP copolímero (PP copo), segundo a Abiplast (2014), se caracteriza por apresentar maior flexibilidade e resistência (exceto resistência química) em comparação ao PP Homo. Sua utilização está presente na fabricação de produtos de utilidade doméstica, frascos e embalagens em geral. Este material demonstra maior resistência a impactos após modificação com elastômeros, além de alta resistência mecânica a baixas temperaturas.

O PP como já foi dito é muito utilizado em diversas áreas por conferir ao produto final características importantes como dureza, resistência à flexão e à alta temperatura. Entretanto, em alguns casos é necessário reforçar o PP afim de obter algumas propriedades térmicas e mecânicas específicas. O talco e o carbonato de cálcio são os principais tipos de reforços utilizados na aplicação do PP, que pode ser

conformado segundo as principais técnicas de processamento descritas no quadro 5.

Técnica de processamento	Descrição
Moldagem por injeção	Peças de PP moldadas por injeção são principalmente utilizadas na indústria automotiva. O PP é amplamente utilizado também para a fabricação de vasilhames fechados e, devido à possibilidade de ser esterilizado é também de grande uso médico.
Filmes	Filmes de PP são usados na indústria de embalagens de vários produtos e como componentes em sacolas.
Termoformagem e Extrusão	As principais utilizações do PP termoformado são no ramo de vasilhames, como copos de iogurte, pote de margarina, etc. Na forma extrudada, a principal utilização do PP é na fabricação de tubos.
Moldagem por sopro	Garrafas de PP orientado possuem alta transparência e boa propriedade de barreira, sendo usadas em embalagens de detergentes, xampus e outros produtos.

Quadro 5 – Principais técnicas de processamento do PP.

Fonte: Miguel (2010).

Miguel (2010) aponta que as principais aplicações do PP incluem:

(...) brinquedos, recipientes para remédios e produtos químicos; carcaças para eletrodomésticos; fibras; sacarias (ráfias); filmes orientados; tubos para cargas de canetas esferográficas; carpetes; seringas de injeção; material hospitalar esterilizável; autopeças (pára-choques, pedais, carcaças de baterias, lanternas, ventoinhas e ventiladores (MIGUEL, 2010, p. 14).

Petry (2011), baseado em dados publicados pela Associação Brasileira da Indústria Química (ABIQUIM) em 2009, elaborou um gráfico para demonstrar a segmentação do mercado de PP no Brasil no referido ano. O autor concluiu que a principal aplicação do PP se deu no setor alimentício, com a produção de embalagens, tampas, potes, frascos, garrafas e galões; seguido pelo setor de bens de consumo, através de utilidades domésticas, embalagens e caixas; além do setor de higiene pessoal e limpeza e setor automobilístico, que mostraram igual participação na aplicação do PP como destacado na figura 8.

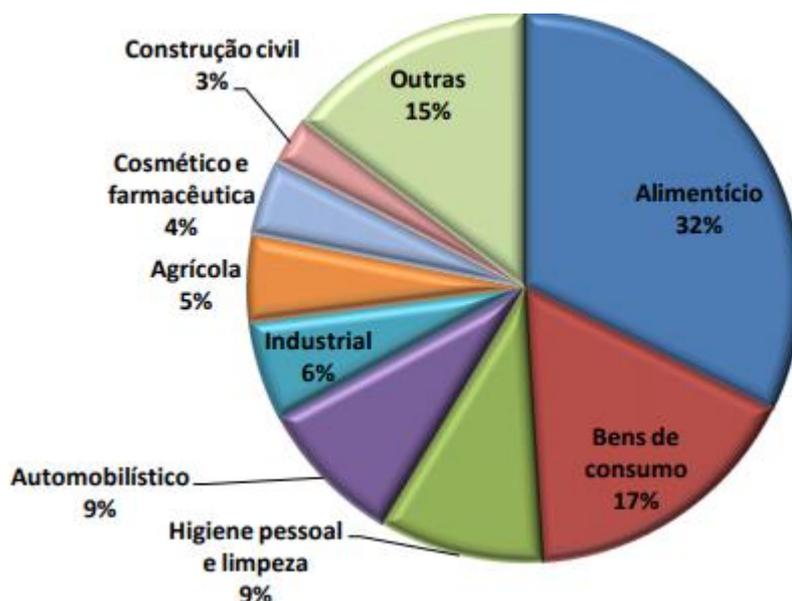


Figura 8 – Segmentação do mercado de produtos em PP.

Fonte: Petry (2011).

De acordo com as informações técnicas disponibilizadas, o PP pode ser aplicado na engenharia elétrica, na construção civil, na engenharia mecânica, em maquinário de construção civil, na tecnologia de alimentos, em maquinário têxtil, em maquinário para indústria de embalagens, na engenharia automotiva e em aplicações domésticas. São exemplos de aplicações: “anéis afastadores, coberturas, recipientes, bobinas, perfis de isolamento, tubulações, capas de isolamento para sondas, acumuladores, dispositivos de montagem e placas de proteção” (PLASTTOTAL, 2010).

O documento de informações técnicas publicado pela Plasttotal (2010) aponta ainda que é necessário que se realize testes individuais para cada aplicação específica do PP, a fim de determinar suas características e propriedades. Porém, a nível de referência de consulta, apresenta uma tabela com a média dos resultados de testes realizados em corpos de prova injetados, secos e ensaiados, conforme se observa nas tabelas 1 e 2.

Tabela 1 – Propriedades térmicas e mecânicas do PP; em média.

	VALOR (SECO/ÚMIDO)	UNIDADE	NORMA DE REFERÊNCIA
PROPRIEDADES MECÂNICAS			
Resistência Tração (escoamento)	30	MPa	DIN EN ISO 527
Alongamento (ruptura)	.50	%	DIN EN ISO 527
Módulo de elasticidade (tração)	1600	MPa	DIN EN ISO 527
Módulo de elasticidade (flexão)		MPa	DIN EN ISO 178
Dureza	80	-	DIN 53 456
Resistência à deformação após 1000h com carga estática	22	m	
Tensão de deformação para 1% de alongamento depois de 1000h	4	m	
Resistência ao impacto (Charpy - 23°C)	30	kJ/m ²	DIN EN ISO 179
Coefficiente de fricção (em aço retificado - p = 0,05 N/mm ² , v = 0,6 m/s)	0,3	-	
Desgaste em aço retificado - (p=0,05 N/mm ² , v = 0,6m/s)	11	µm/km	
PROPRIEDADES TÉRMICAS			
Temperatura de transição vítrea	-13	°C	DIN 53 765 ISO R 75 / DIN 53
Temperatura de distorção por calor (HDT) - método A	65	°C	461 461
Máxima temperatura de serviço - curta duração	130	°C	
Máxima temperatura de serviço - longa duração	100	°C	
Coefficiente de condutividade térmica (23°C)	0,22	W/(k.m)	
Calor específico (23°C)	275	Kcal/Kg°C	

Fonte: Plasttotal (2010, p. 2-3).

Tabela 2 – Propriedades elétricas e outros dados diversos do PP; em média.

	VALOR (SECO/ÚMIDO)	UNIDADE	NORMA DE REFERÊNCIA
PROPRIEDADES ELÉTRICAS			
Constante Dielétrica	2,25	-	DIN 53 483 / IEC 250
Fator de perda dielétrica	0,0002	-	DIN 53 483 / IEC 250
Volume específico de resistência	>10 ¹	Ω.cm	DIN IEC 60093
Resistência superficial	>10 ¹³	Ω	DIN IEC 60093
Rigidez Dielétrica	>40	kV/mm	DIN 53 481, IEC 243, CDE 0303
DADOS DIVERSOS			
Densidade	0,91	g/cm ³	DIN 53 479
Teor de absorção de água (23°C / 50%)	-	%	DIN EN ISO 62
Teor de absorção da água até Saturação	-	%	DIN EN ISO 62
Inflamabilidade	-	HB	
Resistência à água quente, bicarbonato de sódio	-		
Resistência ao intemperismo	-		
Ponto de fusão dos cristais	165	°C	DIN 53 765

Fonte: Plasttotal (2010, p. 2-3).

De acordo com Battistelle *et al.* (2014), uma aplicação atual para o PP que vem ganhando espaço no mercado internacional é a sua utilização como reforço na produção de compósitos. Os compósitos se constituem em duas fases: uma polimérica denominada matriz e outra denominada de reforço, que pode ser aplicada na forma de fibras. Essas novas formulações fibra-matriz são adotadas para reduzir custos, obter fibras-matriz com comportamentos mecânicos apropriados e de boa compatibilidade, além de buscar uma melhoria na resistência ao impacto e às falhas de acabamento.

3.6 Técnicas de Caracterização

A caracterização de materiais tem um papel fundamental na escolha de materiais que pretende se utilizar, pois considera a atuação do material em estudo, viabilizando uma melhor seleção do mesmo. A partir da técnica de caracterização pode-se abrir um gama de opções de aplicação relacionadas com o conceito do material. Importante observar as propriedades físicas do material em relação com a aplicação em questão o que faz com que o se tenha a identidade do material (CALLISTER; RETHWISCH, 2014).

A Figura 9 ilustra o processo de caracterização e os fatores relacionados a identificação do material.

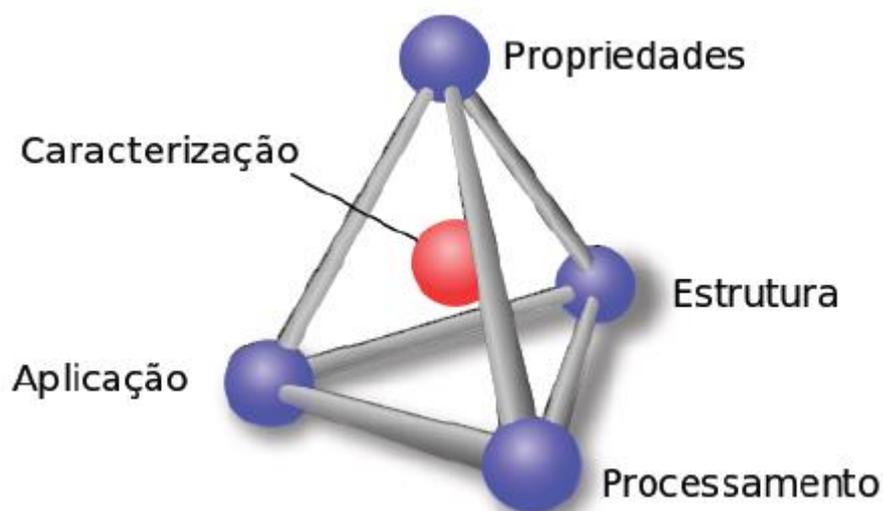


Figura 9 – Processo de caracterização de materiais.

Fonte: A autora.

Neste capítulo apresentam-se as principais técnicas de caracterização de materiais utilizadas para analisar e caracterizar o PP, as quais se destacam: Elipsometria, Microscopia Confocal, Ultra Microdurômetro, Microscópio Eletrônico de Varredura – MEV, Calorímetro Diferencial de Varredura – DSC, Termogravimetria – TGA, Difração de Raios-X e Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).

3.6.1 Elipsometria

É uma técnica capaz de explicar as propriedades de um material tendo em vista as características da luz que incide e reflete sobre a superfície. Se trata de uma técnica de análise não destrutiva, quantitativa e custo reduzido, com a qual dados de alta precisão são obtidos, e ainda é capaz de analisar múltiplos filmes (GIACON, 2007).

A elipsometria consiste na medida do efeito da reflexão no estado de polarização da luz como afirma Guimarães (1983). Essas medidas fornecem as constantes óticas do material.

De acordo com Guimarães (1983), o engenheiro francês Etienne Malus foi quem observou pela primeira vez a polarização da luz por reflexão ao olhar a luz que a janela do palácio de Luxemburgo refletia, através de um cristal de calcita. Mais adiante, o físico alemão Paul Karl Ludwig desenvolveu a teoria sobre reflexão, possibilitando assim o estudo das principais equações elipsométricas.

Para se obter os parâmetros elipsométricos a fim de caracterizar o material é utilizado um equipamento chamado elipsômetro. Conforme Giacon (2007), o processo de funcionamento do elipsômetro ocorre da seguinte maneira:

Neste equipamento um feixe de luz monocromático incide em um polarizador, que produz luz de polarização conhecida e controlada. O feixe interage com o sistema óptico e tem o seu estado de polarização alterado. O feixe resultante é então medido por um segundo polarizador e pelo fotodetector. O equipamento fornece os dois ângulos, ψ e Δ , que caracterizam a mudança do estado polarizado do feixe devido a reflexão do feixe pela amostra. A teoria de elipsometria relaciona estes parâmetros ópticos medidos, ou seja, ψ e Δ , e através de programas computacionais, como *Dafbim*, obtém-se os valores relativos à espessura e índice de refração do filme analisado (GIACON, 2007, p.45).

Na figura 10 apresenta-se o esquema de funcionamento de um Elipsômetro de onde se obtém informações relacionadas aos sistemas ópticos através da medição da mudança que ocorre no estado de polarização de um feixe refletido por um sistema óptico.

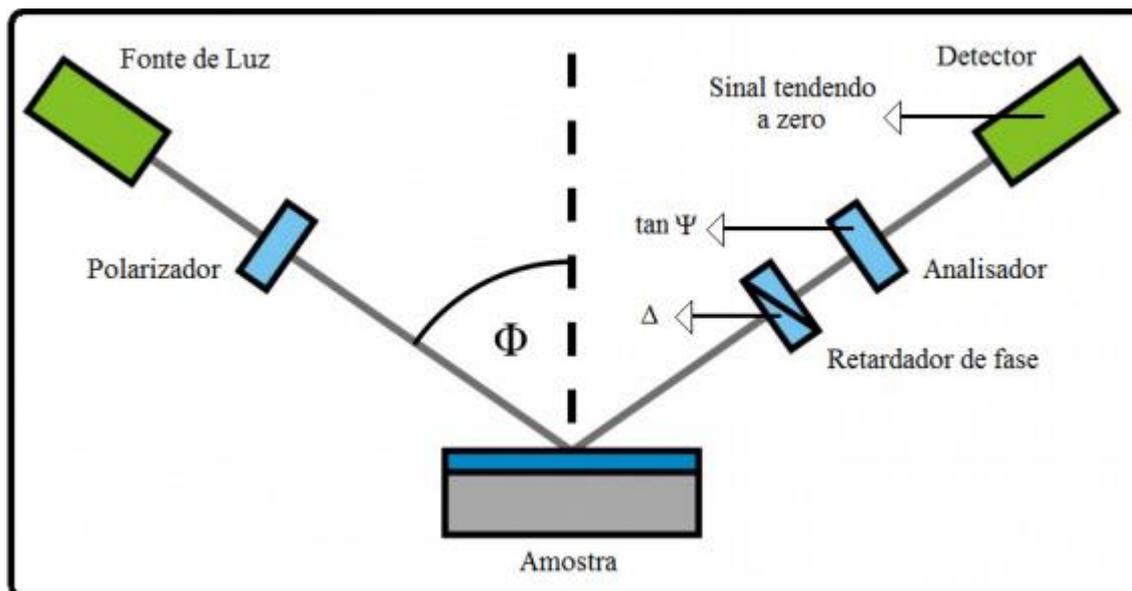


Figura 10 – Representação de um Elipsômetro.

Fonte: Barreto (2012).

Existem três processos ou a combinação desses processos que pode alterar o estado de polarização da luz durante sua interação com a matéria ou com o sistema estudado. Pode ser através da reflexão, transmissão e espalhamento. Na reflexão a luz refletida na superfície entre os dois meios ópticos diferentes alteram o estado de polarização. No processo de transmissão a mudança ocorre de forma contínua enquanto a luz atravessa um meio que demonstra anisotropia óptica. Já no espalhamento a luz atravessa meios não homogêneos no índice de refração causada por centro de espalhamento como aerossol e emulsões. Aqui temos uma mudança significativa na colimação do feixe incidente, pois o espalhamento se dá numa larga faixa de ângulos sólidos como afirma Gatto (2008).

3.6.2 Polarização

Comumente quando uma onda eletromagnética tem um vetor de campo elétrico oscilando em direções aleatórias em relação tempo sabe-se que é uma onda não polarização. Isso se dá por exemplo em fontes de luz comum como o sol, lâmpada. Em contrapartida, existem processos que nos quais se pode selecionar a direção para vibração de campo elétrico da luz ao qual se denomina polarizar a luz. A polarização pode ser classificada em linear, circular e elíptica. Na figura 11 ilustra as três categorias de polarização (BARRETO, 2012).

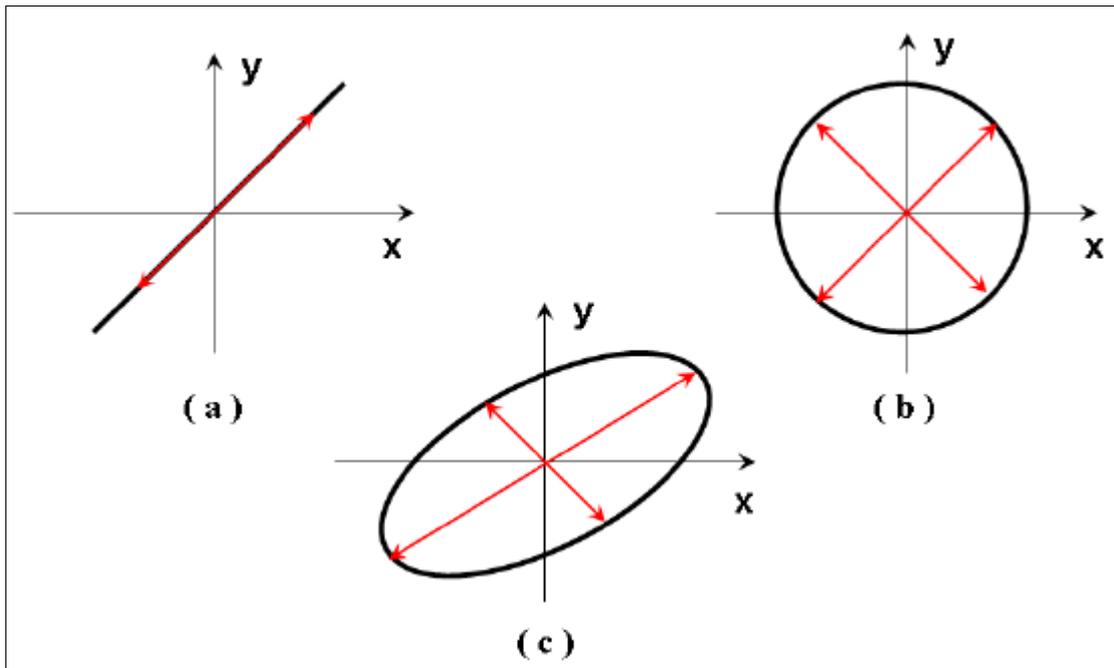


Figura 11 – Tipos de polarização: (a) Linear, (b) Circular e (c) Elíptica.

Fonte: Gatto (2008).

De forma simples, se pode polarizar a luz por meio de um filtro polarizador com isso os campos elétricos oscilam paralelos a essas cadeias estes são absorvidos pelo material selecionando uma única direção de propagação do campo elétrico da luz. E com isso ocorre a polarização linear conforme figura 12.

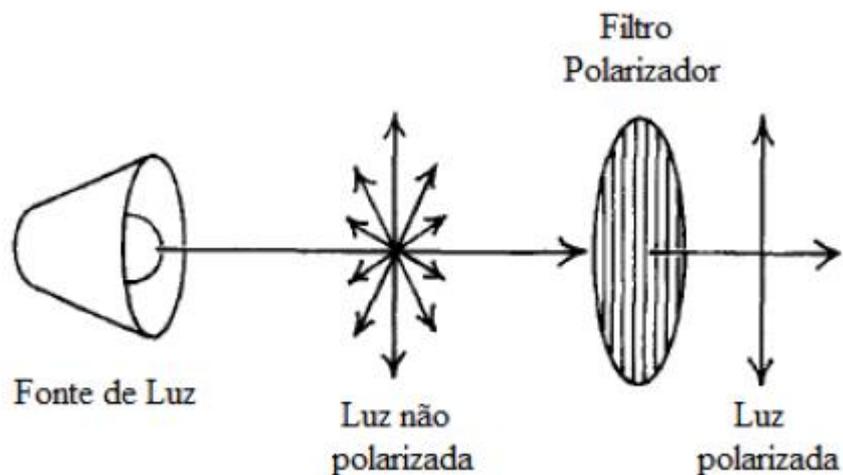


Figura 12 – Polarização da luz através de um filtro polarizador.

Fonte: Barreto (2012).

3.6.3 Os coeficientes de Fresnel

Fresnel demonstrou que só se podia explicar os fenômenos relacionados a polarização caso a luz fosse tratada como uma onda puramente transversal. Assim, Fresnel calculou os coeficientes de reflexão para cada um dos componentes da polarização, antes ainda da descoberta de que a luz consiste numa onda eletromagnética, o que hoje é conhecido por Equações de Fresnel (AZEVEDO *et al.*, 2010).

Conforme demonstrado na figura 13 a decomposição de um feixe de luz arbitrariamente polarizado em duas componentes, havendo uma interface plana entre dois meios homogêneos, semi-infinitos e opticamente isotrópicos.

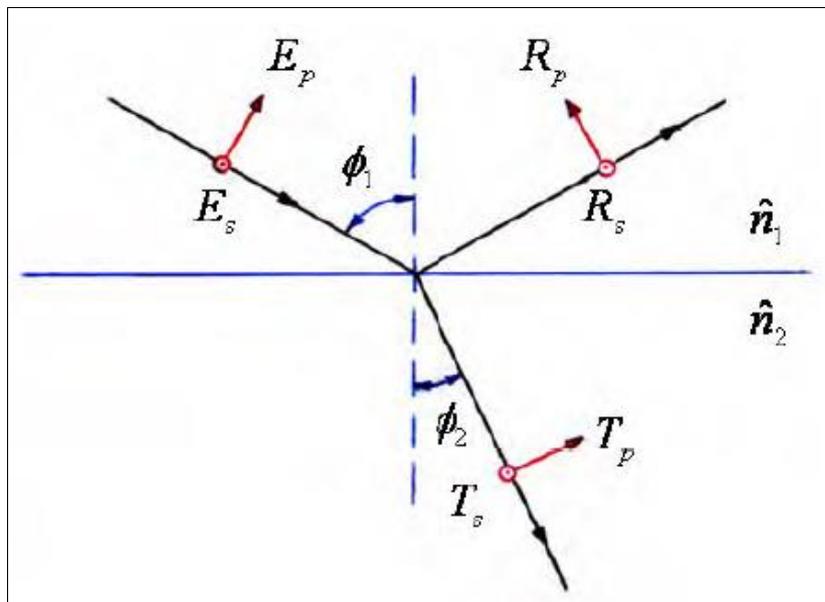


Figura 13 – Reflexão e Refração – Incidência Oblíqua.

Fonte: Gatto (2008).

Na figura E_p e E_s são os vetores do Campo Elétrico do feixe incidente na direção paralela (p) com o plano de incidência (plano do papel) e na direção perpendicular (s) com o plano de incidência. Esta notação se deve às palavras de origem alemã para paralela (p = parallel) e perpendicular (s = senkrecht), respectivamente. Correspondentemente, as componentes para o campo refletido e refratado (transmitido) são R_p e R_s e T_p e T_s (GATTO, 2008).

Para a interface ar-dielétrico as equações de Fresnel são:

$$\frac{R_p}{E_p} = \frac{\hat{n}_2 \cos\theta_1 - \hat{n}_1 \cos\theta_2}{\hat{n}_2 \cos\theta_1 + \hat{n}_1 \cos\theta_2} = r_{12}^p \quad (1)$$

$$\frac{R_s}{E_s} = \frac{\hat{n}_1 \cos\theta_1 - \hat{n}_2 \cos\theta_2}{\hat{n}_1 \cos\theta_1 + \hat{n}_2 \cos\theta_2} = r_{12}^s \quad (2)$$

para reflexão, e

$$\frac{T_p}{E_p} = \frac{2\hat{n}_1 \cos\theta_1}{\hat{n}_2 \cos\theta_1 + \hat{n}_1 \cos\theta_2} = t^p \quad (3)$$

$$\frac{T_s}{E_s} = \frac{2\hat{n}_1 \cos\theta_1}{\hat{n}_1 \cos\theta_1 + \hat{n}_2 \cos\theta_2} = t^s \quad (4)$$

para transmissão.

onde (E_p, E_s) , (R_p, R_s) e (T_p, T_s) representam as componentes de amplitude complexas do vetor campo elétrico para as ondas incidente, refletida e transmitida, respectivamente. \hat{n}_1 e \hat{n}_2 são os índices de refração complexos ($\hat{n} = n(1 - ik)$) para os dois meios e θ_1 e θ_2 são os ângulos de incidência e refração na interface. (r^p e r^s) e (t^p e t^s) são os coeficientes complexos de Fresnel de reflexão e transmissão para a interface (GATTO, 2008, p.45).

3.6.4 Equação fundamental

A elipsometria se divide em duas partes: uma técnica de medida dos ângulos elipsométricos Ψ e Δ e a segunda parte que relaciona os parâmetros ópticos de um filme com os valores de Ψ e Δ .

Como abordado por Fujiwara (2007) as medições de elipsometria, os estados de ondas de luz incidentes e refletidas são determinados pelas parâmetros elipsométricos nas coordenadas das polarizações p e s. Sendo assim os ângulos Ψ e Δ medidos na elipsometria são funções da relação entre os coeficientes de reflexão de amplitude de polarização p e s e suas diferenças de fase.

A incidência e a reflexão de uma luz polarizada na superfície de um filme fino de espessura d , com índice de refração igual a n e coeficiente de extinção igual a κ . E_p e E_s representam os campos elétricos incidente paralelo (p) e perpendicular (s) ao plano de incidência, ao mesmo tempo que R_p e R_s são as suas componentes refletidas respectivamente.

Sendo assim se escreve a equação fundamental de elipsometria (5):

$$\rho = \tan\Psi e^{i\Delta} = f(n, k, d) \quad (5)$$

Sendo o problema básico medir Ψ e Δ . Após essa etapa, dá-se o modelamento, associando esses parâmetros ao índice de refração (n), coeficiente de extinção (k) e espessura do filme (d).

3.6.5 Microscopia confocal

A microscopia confocal é utilizada para gerar imagens de alta resolução através de cortes ópticos. Posteriormente estes cortes são agrupados para a reconstrução tridimensional da topografia de objetos complexos. Essa técnica pode ser empregada para análise fisiológica das células e tecidos, construção de imagens em três dimensões (3D), localizar e observação de células e tecidos marcados com fluorocromos por imunofluorescência. (DTI-FOP, 2015)

Segundo Raimundo (2012), foi a partir das observações de Marvin Minsky em 1950 que se desenvolveu o microscópio confocal, pois este estudava as conexões entre as células do sistema nervoso central quando percebeu que o aumento do espalhamento da luz utilizada era causado pela iluminação de um volume grande de material. Marvin Minsky observou ainda que os materiais observados que tinham um maior volume apresentavam uma imagem formada com fótons advindos de outros planos da amostra que não eram o foco da objetiva naquele momento.

A microscopia confocal se destaca por fornecer imagens em 3D tendo como origem amostras espessas, e com essa mesma amostra é possível obter seus planos específicos sem que a amostra passe por qualquer tipo de destruição ou degradação, que poderia impactar na imagem tridimensional final ou mesmo influenciar no tempo de processamento. E ainda, através dessa técnica é possível analisar amostras (COONS; CREECH; JONES, 1941).

3.6.6 Dureza Shore

Segundo o Hung (1994), a dureza shore mede a resistência a penetração. Consiste em um ensaio cujo objetivo é avaliar a dureza superficial de polímeros ou elastômeros. Avalia ainda a resistência concernente a endentação, através de

materiais de grande resiliência e capacidade para absorver a energia e se adaptar à deformação.

Já o CIMM (2006), define o durômetro como um instrumento utilizado para medição da dureza de endentação de materiais plásticos, borrachas e materiais com comportamento similar. Existem varias escalas de dureza que podem ser utilizados em diversos materiais. A mais comum é a dureza shore A, que é aplicada em materiais menos duros como elastômeros e PVC. E dureza shore D é usada para polímeros em geral.

A escala de dureza Shore D foi criada por Albert F. Shore, a partir de um instrumento de medição elaborado especificamente para medir a dureza de materiais termoplásticos e borrachas duras, usando a norma ASTM D2240 (CIMM, 2006)

Para realizar o ensaio o material recebe uma pressão exercida por uma mola que empurra o endentador, acoplado ao equipamento existe um visor que indica a profundidade de endentação que é o resultado da profundidade exercida no material que nada mais é que o valor da dureza como explica CIMM (2006). Na figura 14 segue a representação do ensaio de dureza

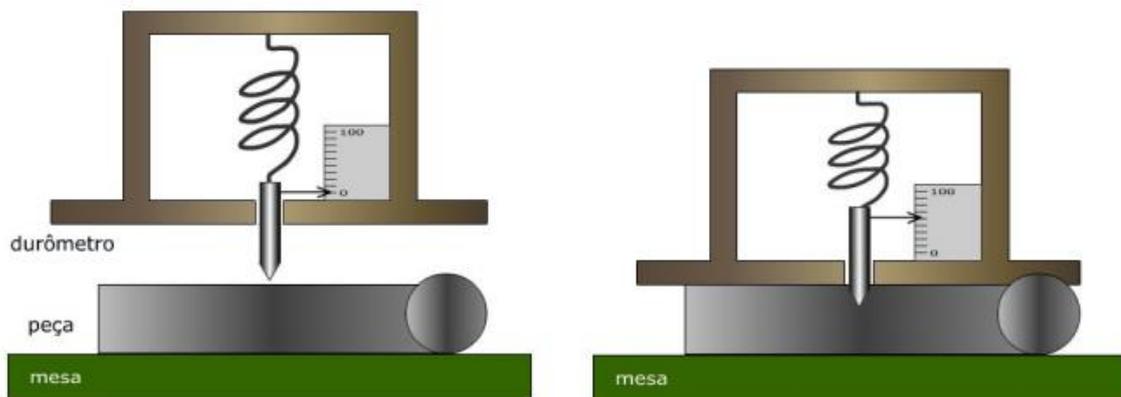


Figura 14 – Representação de ensaio de dureza com durômetro Shore.

Fonte: CIMM (2006).

3.6.7 Ponto de Fusão

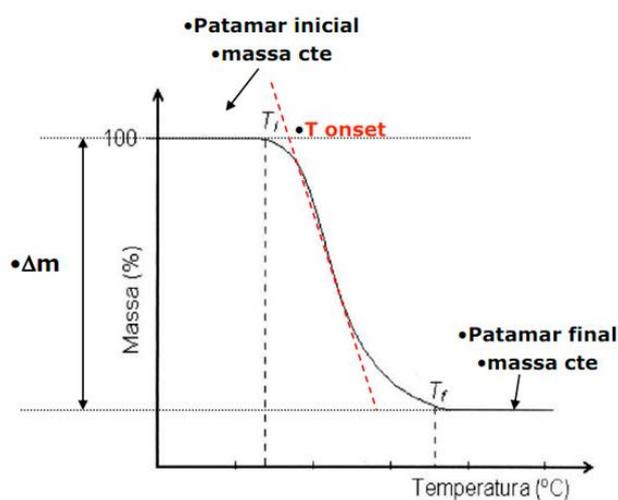
Ponto de fusão é uma técnica que tem objetivo de medir a temperatura de fusão do material.

O equipamento digital de ponto de fusão é consistido de uma placa que aquece de 0°C a 350°C e o procedimento para análise consiste em movimentar com uma pinça um pedaço do material a ser analisado e observar no termômetro digital do equipamento o momento em que o material irá fundir. A temperatura que será marcada no equipamento é o ponto de fusão do material.

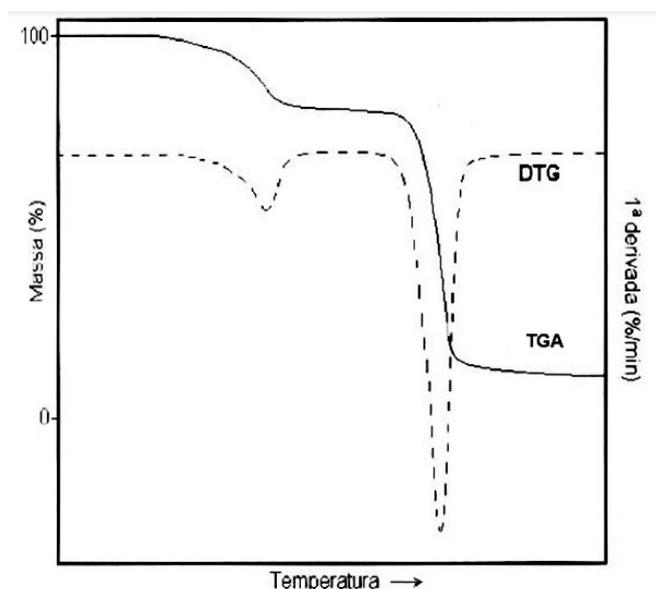
3.6.8 Termogravimetria – TGA

Termogravimetria que tem origem da palavra em inglês thermogravimetric, comumente é chamada no Brasil de TGA e a derivada da mesma é chamada de DTG. Essa técnica trata-se de uma análise térmica destrutiva, que mede a variação da massa de uma amostra que é acompanhada considerando a temperatura e/ou tempo em um ambiente controladas, com objetivo de analisar a perda ou agregação de massa da amostra em questão (PERKINELMER, 2010).

O termograma ou curva de decomposição térmica consiste num gráfico da massa ou percentual da massa em função do tempo, gerado pela termogravimetria como mostra na figura 15 (a). Essas curvas devem ser derivadas gerando a DTG que disponibiliza informações da derivada primeira da variação da massa pelo tempo (dm/dt) ou em relação a temperatura (dm/dT) como explica na figura 15 (b):



(a)



(b)

Figura 15 – (a) Curva padrão de decomposição térmica em função da temperatura- TGA (b) Derivada da curva TGA - DTG.

Fonte: Canevaloro (2004).

3.6.9 Espectroscopia Raman

A espectroscopia Raman foi descoberta por Sir. Chandrasekhara Venkata Raman. Raman por sua vez ganhou o prêmio Nobel de física em 1930 por este trabalho. Espectroscopia Raman é uma técnica analítica de espectroscopia vibracional tem como objetivo determinar composição ou constituintes de um

material (GUO *et al.*, 2019). A técnica consiste na incidência de uma luz monocromática em uma amostra e analisa-se as vibrações moleculares. A incidência da luz na amostra gera espalhamento da luz elástico e inelástico. Na difração elástica, a luz incidente tem a mesma frequência que a luz difratada e com isso terá mesma energia. Já na difração inelástica, a luz monocromática em frequência definida e com emissão de uma luz como frequência diferente logo as energias serão diferentes. Um espectro Raman pode ser considerado como uma descrição vibracional das moléculas (GOPANNA *et al.*, 2019).

Conforme abordado por Gopanna *et al.* (2019), no espectro Raman de PP, os números de onda são observados entre 500 e 1500 cm^{-1} e de 2600 a 3000 cm^{-1} . E neste espectro Raman citado inclui vibrações de alongamento de coluna vertebral C – C, vibrações de deformação –CH₂– e –CH₃ e de 2600 a 3000 cm^{-1} , inclui vibrações de alongamento –CH₂– e –CH₃. As intensidades da cadeia central C-C vibrações de estiramento, vibrações de deformação –CH₂– e de deformação –CH₃ são consideravelmente menores que as intensidades de –CH₂– e CH₃ alongando vibrações.

Gopanna *et al.* (2019) descrevem o comportamento nos números de onda Raman para PP:

Entre a banda Raman de 810 e 842 cm^{-1} ocorre às vibrações de moléculas na fase cristalina e as vibrações de moléculas helicoidais contidas nas regiões amorfas, respectivamente. Na razão da intensidade da banda de 842–810 cm^{-1} é usualmente aplicado para medir a orientação em PP. Já as bandas entre 999 e 842 cm^{-1} observa-se os segmentos helicoidais com pelo menos 11 e 14 unidades de repetição, respectivamente. (GOPANNA *et al.*, 2019, p. 8)

Na figura 16 mostra quando a luz interage com as moléculas de um gás, líquido ou sólido e se dá o fenômeno do espalhamento elástico ou espalhamento Rayleigh que é quando a maior parte dos fótons é dispersa ou propagada com a mesma energia que os fótons incidentes. E quando uma pequena parte desses fótons é propagada em uma frequência diferente da frequência do fóton incidente. Neste caso ocorre o fenômeno chamado de espalhamento inelástico ou efeito Raman como apresentado na figura 16 o princípio da espectroscopia Raman.

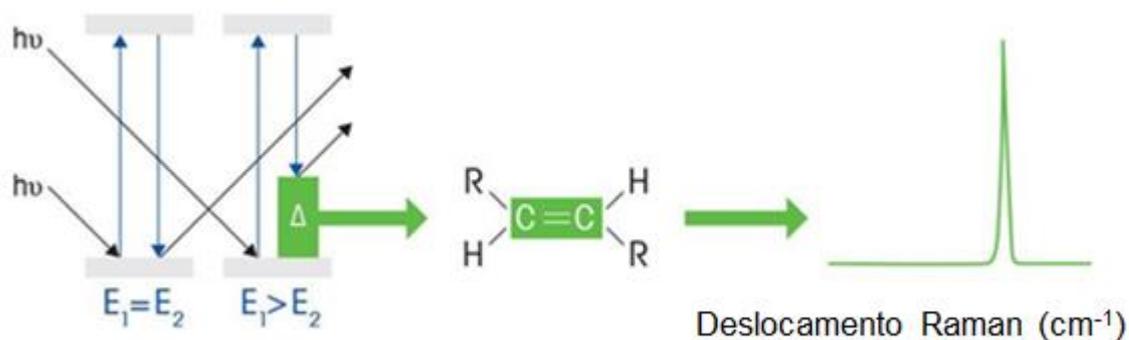


Figura 16 – Princípio da Espectroscopia Raman.

Fonte: Mettler Toledo (2020).

É possível analisar o espectro Raman do PP, com números de onda característicos que representam as bandas Raman como pode ser observado na figura 17. O estudo de amostras de PP permite comparar e analisar as bandas relacionadas aos grupos de CH₃ e CH₂, correlacionando também as propriedades físicas o que auxilia no entendimento do gráfico (FURUKAWA *et al.*, 2003).

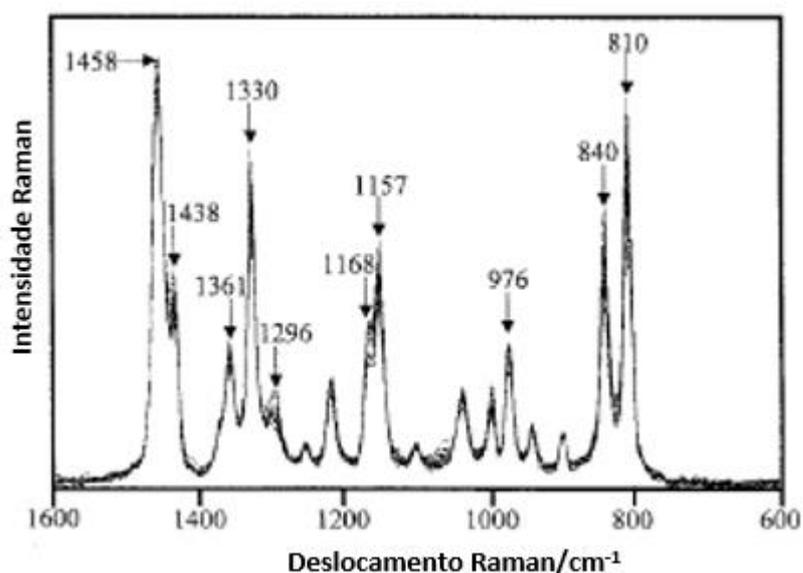


Figura 17 – Espectroscopia Raman PP.

Fonte: Furukawa *et al.* (2003).

Furukawa *et al.* (2003) explica que as mudanças mais significantes ocorrem nas bandas 1438, 1296 e 1168 cm⁻¹, e todas essas mudanças são devidos aos grupos CH₂. Conforme descrito na figura 17, no detalhe destaca que os números de

onda de 1330, 1168, 1153, 840 e 810 cm^{-1} são bandas positivas e as bandas negativas aparecem em 1442 e 1296 cm^{-1} . Todas as bandas positivas surgem de grupos CH_3 ou títulos COC , enquanto que todas as bandas são devidas a grupos CH_2 e com isso relacionando a atribuição de bandas Raman de PP.

4 METODOLOGIA

4.1 Material

O PP tem sua origem a partir do propileno após polimerização. O polímero classificado como termoplástico, que pode ser amolecido a partir de ação do calor. Sofre deformação a partir de tensões aplicadas e após resfriamento volta a sua forma sólida. Possui peso molecular entre 80.000 a 500.000 g/mol conforme Castro (2013).

As amostras foram fornecidas pela empresa Borealis Brasil SA. Neste caso o estudo será realizado com PP puro, PPRec e PP puro/reciclado com diferentes percentuais de talco. Na tabela 3 detalha as seis amostras que são compostas com PP 100% puro, PP 100% reciclado, PP 90 % puro mais 10% de talco, PP 90 % reciclado mais 10% de talco, PP 80 % puro mais 20% de talco e PP 80 % reciclado mais 20% de talco. O PPRec é proveniente do processamento do PP.

Tabela 3 – Descrição Amostras.

Amostras	Detalhe
Am1	90% PP com 10% de talco
Am2	100% PPRec
Am3	100% PP
Am4	90% PPRec com 10% talco
Am5	80% PP com 20% talco
Am6	80% PPRec com 20% talco

Na figura 18 temos uma imagem da amostra de PP e PPRec usada para estudo e análise. Na imagem (a) a direita da figura é a amostra do PP e na (b) amostra do PPRec.



Figura 18 – (a) amostra do PP e (b) amostra do PPRec

Fonte: A autora.

A principal diferença entre o PP e o PPRec é a composição. Parte no PPRec encontra-se PP processado e com alterações em suas propriedades físicas. Isso acontece, pois, o material reciclado tem distribuição de peso molecular menor, porque conforme o material passa pelo processamento, as cadeias cisalham e se tornam cada vez menores e as cadeias menores que tem como ponto positivo agir como plastificante, facilitando que as cadeias grandes deslizem sobre elas e com isso, o processamento se torna mais rápido, pois fica menos viscoso. Precisa considerar também o talco existente na composição do material pois este tem o papel de melhorar a performance do material.

O material foi lixado em lixadeira manual (figura 19) com lixa d'água de 600, 800 e 1500 Mesh onde atingiu uma superfície lisa sem riscos visíveis. Depois foi aplicado álcool isopropílico para limpar a superfície das amostras para retirar qualquer tipo de impureza que poderia estar na superfície do corpo de prova. Esse processo foi repetido para as 6 amostras.

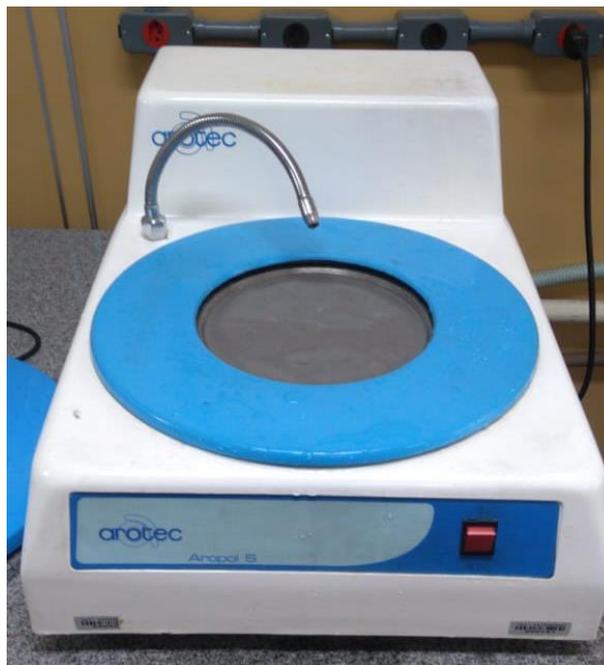


Figura 19 – Lixadeira manual, marca Arotec, Modelo Aropol S.

Fonte: A autora.

As amostras estão divididas de acordo com as seguintes composições, uma amostra de PP 100% puro, uma de PP 100% reciclado, uma de PP 90% puro + 10% de talco, uma de PP 90% reciclado + 10% de talco, uma de PP 80% puro + 20% de talco e uma de PP 80% reciclado + 20% de talco. As amostras foram preparadas no Laboratório de Caracterização de Microestrutura da Universidade Federal Fluminense (UFF), de Volta Redonda.

4.2 Métodos

Para caracterização das amostras foram utilizadas várias técnicas, como por exemplo, elipsometria, microscopia confocal, dureza shore, TGA e espectroscopia Raman. Para desenvolvimento do estudo foi utilizado um elipsômetro espectrométrico modelo GES 5S da SEMILAB de polarizador rotativo com microspot. O equipamento se encontra no Instituto de Ciências Exatas (ICEx) da UFF em Volta Redonda. O elipsômetro tem capacidade de fazer medidas fotométricas de transmitância e reflectância. Também pode-se adquirir medidas de parâmetros elipsométricos com a finalidade de se obter propriedades ópticas e elétricas.

O equipamento em questão realiza medidas em diferentes ângulos de incidência. Os parâmetros Ψ e Δ podem ser fornecidos para ângulos de incidência

entre 17° e 90°. Foi utilizado o ângulo de incidência de 75°, uma vez que este ângulo forneceu os dados desejados para este estudo.

A elipsometria é uma técnica que acessa as propriedades ópticas e dielétricas de materiais. A técnica de elipsometria usa a mudança do estado de polarização da luz incidente após a reflexão do material estudado para obter seus parâmetros. Sendo assim obtém-se os parâmetros elipsométricos Ψ e Δ . A equação fundamental da elipsometria relacionando os parâmetros elipsométricos citado por Fujiwara (2007) é apresentada em:

$$e^{i\Delta} \tan \Psi = R_p / R_s = f(n_k, d_k, \lambda, \phi) \quad (6)$$

onde:

- a) Δ = Ângulo de fase entre as componentes de uma onda;
- b) Ψ = Variação no ângulo da polarização;
- c) R_p = Razão entre as amplitudes refletida e incidente na direção paralela
- d) R_s = Razão entre as amplitudes refletida e incidente na direção perpendicular
- e) n_k = Índice de refração da k-ésima camada
- f) d_k = Espessura da k-ésima camada;
- g) λ = comprimento de onda do feixe incidente;
- h) ϕ = ângulo de incidência.

Para este material, podemos usar o modelo de “bulk” conforme citado por Fujiwara (2007). O elipsômetro usado é mostrado na Figura 20. As medidas foram realizadas em um ângulo de incidência de 75°.



Figura 20 – Elipsômetro espectrométrico modelo SOPRA GES 5E da SEMILAB.

Fonte: A autora.

Com o uso do modelo de bulk, pode-se obter os parâmetros desejados, ou seja, o índice de refração (n) e o coeficiente de extinção (k).

Foram realizadas as medidas de rugosidade e topografia utilizando o microscópio confocal Leica DCM3D (figura 21) que se encontra no Instituto de Ciências Exatas (ICEx) da UFF em Volta Redonda.

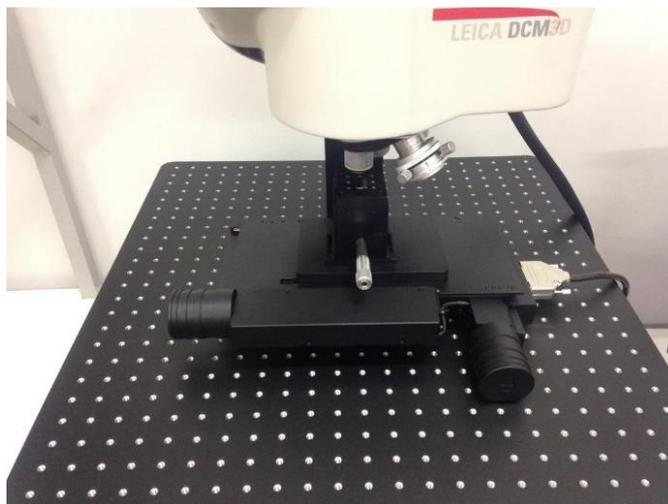


Figura 21 – Microscópio Confocal Leica DCM 3D.

Fonte: A autora.

Para obtenção dos dados de dureza shore, as medidas foram realizadas em um laboratório de análises químicas e instrumentais de uma montadora da região. Afim de medir dureza de um termoplástico usou-se dureza shore D. Essa escala

adimensional varia de 0 a 100. Foi usado o durômetro modelo HPE II- Barcol da marca Bareiss e as medições foram realizadas seguindo a norma ASTM D 2240.

O ensaio mediu a resistência à penetração por meio de endentador que exerce uma força vertical sobre a superfície do material conforme figura 22.



Figura 22 – Durômetro.

Fonte: A autora.

Usando a técnica de ponto de fusão obteve-se as medidas no laboratório de análise químicas e instrumentais de uma montadora da região com a utilização do aparelho digital de ponto de fusão MQAPF – 301 da marca Equilam.



Figura 23 – Ponto de Fusão da Am3.

Fonte: A autora.

Para conhecer a variação de massa e derivada primeira da variação de massa das amostras foi realizada a técnica TGA/DTG. A partir das curvas TGA para cada amostra pode-se comparar os resultados obtidos com resultados esperados. A curva de DTG permite visualizar as temperaturas de início e fim do evento térmico, além de visualizar a temperatura de “peak” onde a velocidade da reação é máxima. As medidas foram realizadas em um laboratório de análise químicas e instrumentais de uma montadora da região, usando o modulo simultâneo TGA/DTG marca Mettler Toledo como apresentado na figura 24.



Figura 24 – TGA/DSC 2 marca Mettler Toledo.

Fonte: A autora.

As amostras foram medidas usando uma massa aproximada de 8 mg com tolerância de ± 3 mg, e aplicando os seguintes parâmetros na faixa de temperaturas, para elevação sob nitrogênio entre 30 °C e 800 °C, para elevação sob ar sintético entre 400 °C a 800°C, a taxa de aquecimento de 10 °C/min conforme ASTM E1131. Na sequência as amostras foram colocadas no suporte de alumina aberto.

A fim de analisar a espectroscopia Raman, com a ajuda da Profa. Michele Lemos de Souza utilizou-se o espectrômetro Renishaw InVia Reflex acoplado a um microscópio óptico Leica (figura 25). Aplicando uma excitação laser em 632,8 nm com 16 mW de potência e rede de difração de 1200 l/mm, no Laboratório de Espectroscopia Molecular do Instituto de Química da Universidade de São Paulo.



Figura 25 – Equipamento de Espectroscopia Raman.

Fonte: Michelle Lemos.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Elipsometria

Após o preparo inicial das amostras, elas foram posicionadas na mesa do elipsômetro, pra medidas. Foi usado o ângulo de 75° com uso de microspots. Foram medidos 8 pontos ao longo da amostra em questão. O mesmo processo foi realizado para a Am1, Am2, Am3 e Am4. Foram medidos os parâmetros elipsométricos $\tan(\Psi)$ e $\cos(\Delta)$. Após a modelagem de bulk obteve-se o índice de refração (n) e o coeficiente de extinção (k) em função do comprimento de onda.

Para todas as amostras PP e PPRec, os parâmetros elipsométricos $\tan(\Psi)$ estão expostas nas figuras a seguir.

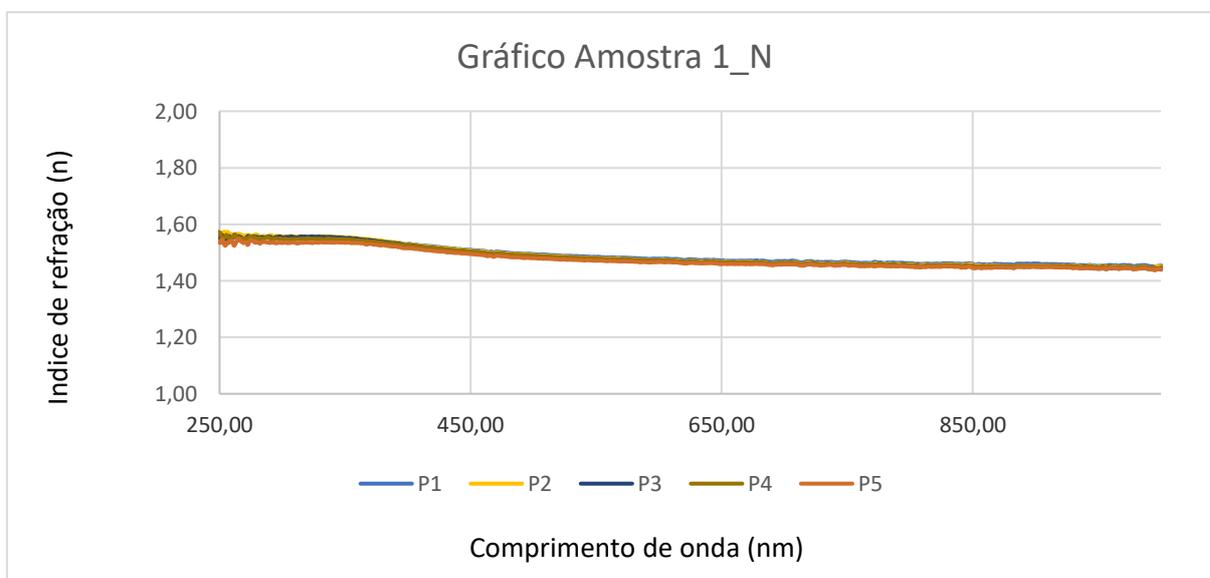


Figura 26 – Gráfico do índice de refração para amostra de 90% PP com 10% de talco. As medidas para os cinco pontos (P1, P2, P3, P4 e P5) coincidem.



Figura 27 – Gráfico do coeficiente de extinção para amostra de 90% PP com 10% de talco. P1, P2, P3, P4 e P5 são pontos onde as medidas foram feitas.

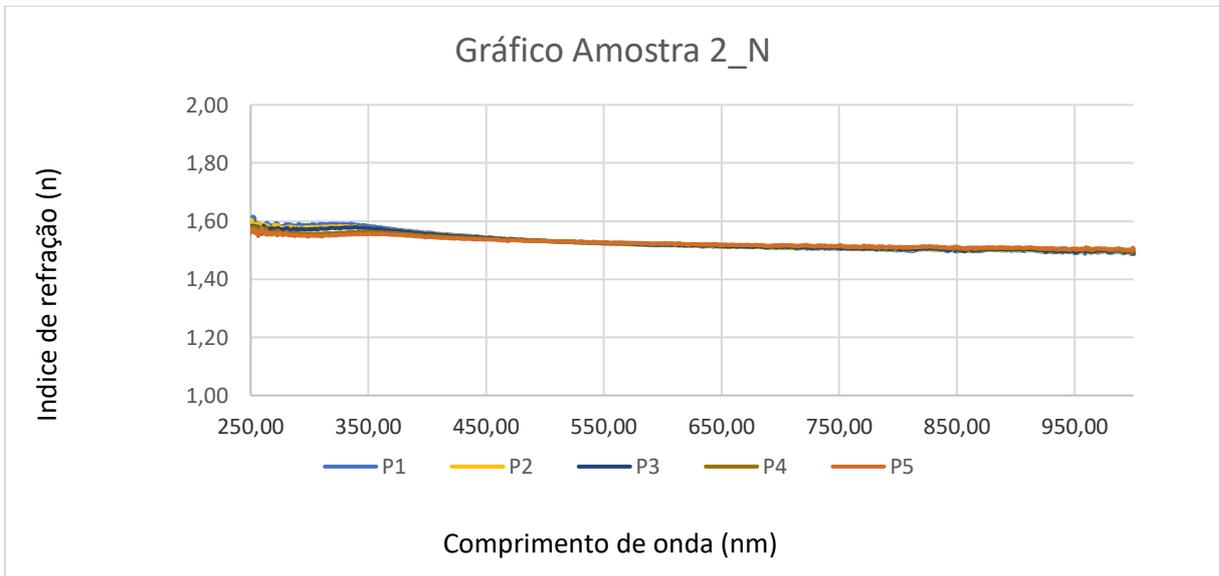


Figura 28 – Gráfico do índice de refração para amostra de 100% de PPRc. As medidas para os quatro pontos (P1, P2, P3, P4 e P5) coincidem.

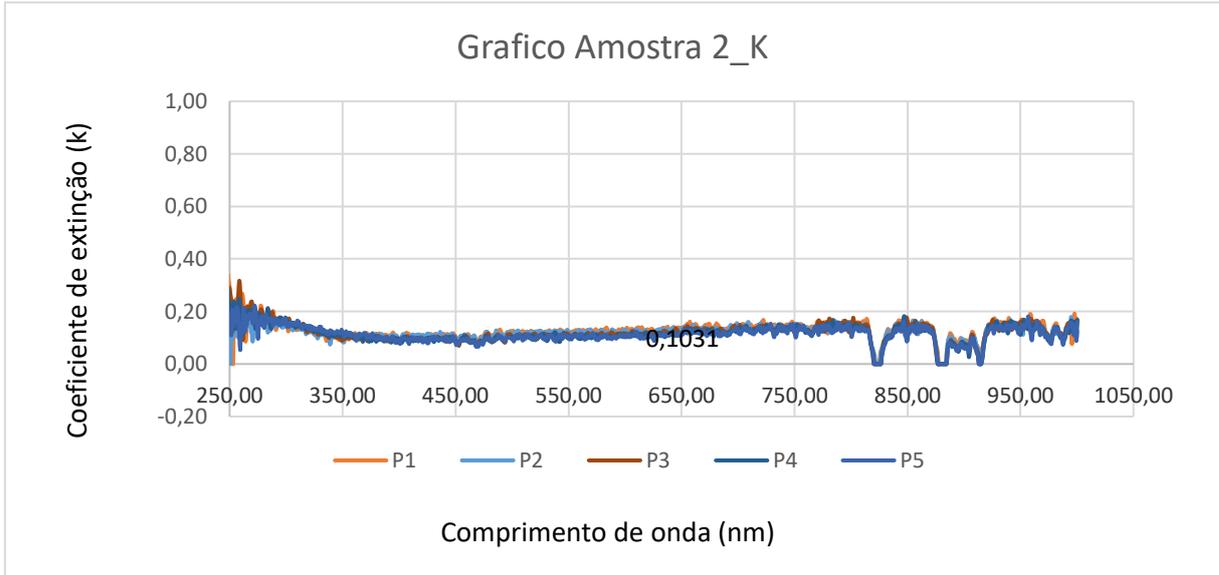


Figura 29 – Gráfico do coeficiente de extinção para amostra de 100% de PPRec. P1, P2, P3, P4 e P5 são pontos onde as medidas foram feitas.

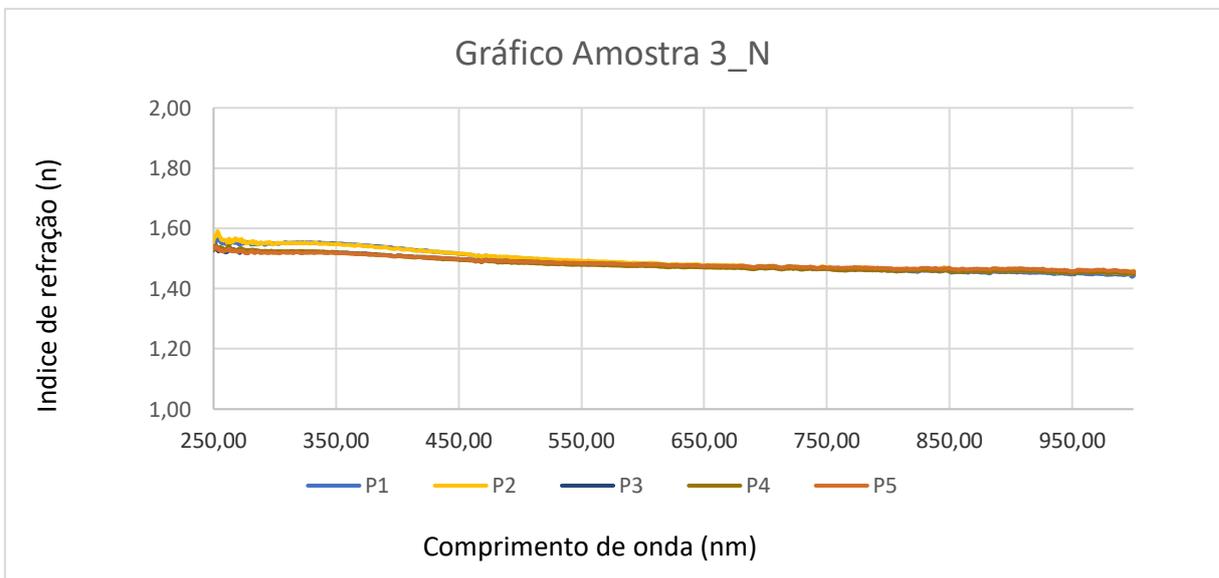


Figura 30 – Gráfico do índice de refração para amostra de 100% PP. As medidas para os cinco pontos (P1, P2, P3, P4 e P5) coincidem.

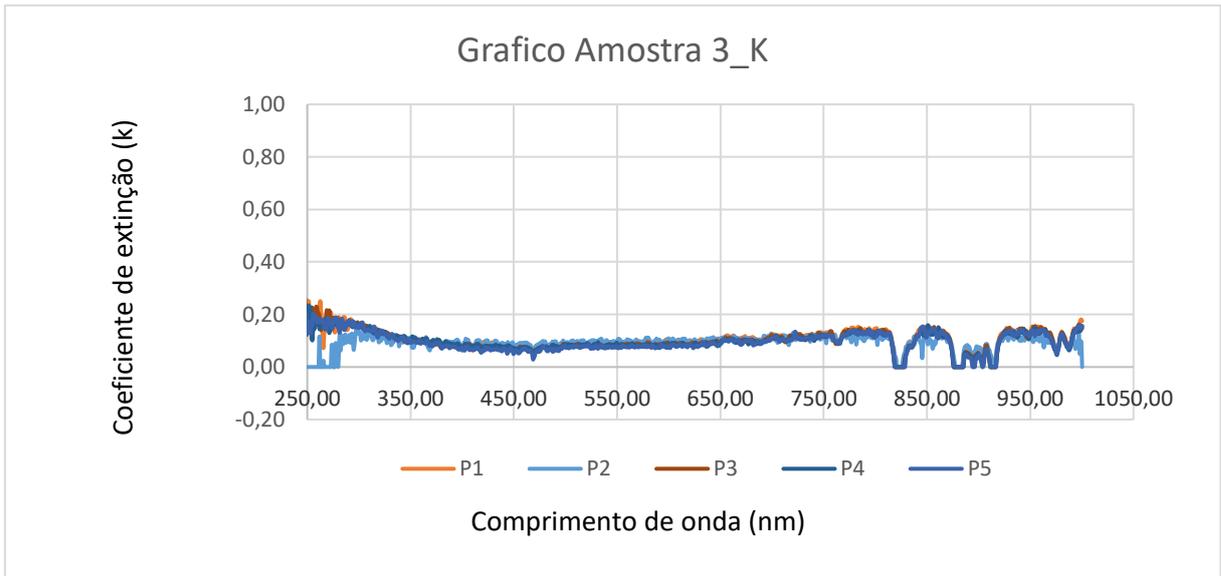


Figura 31 – Gráfico do coeficiente de extinção para amostra de 100% PP. P1, P2, P3, P4 e P5 são pontos onde as medidas foram feitas.

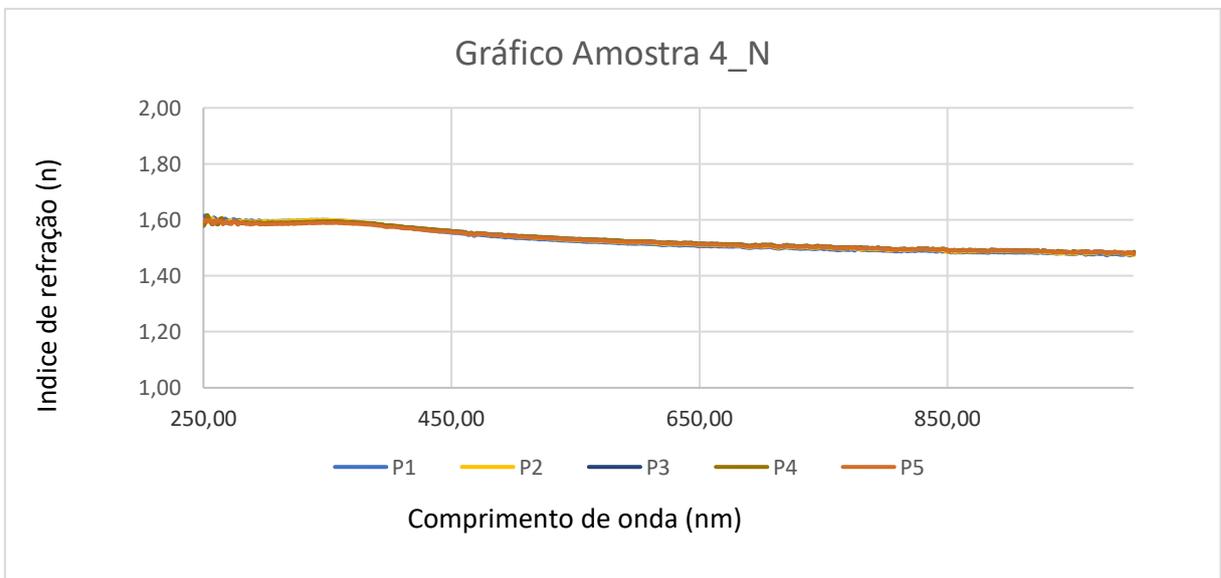


Figura 32 – Gráfico do índice de refração para amostra de 90% PPRrec com 10% de talco. As medidas para os cinco pontos (P1, P2, P3, P4 e P5) coincidem.



Figura 33 – Gráfico do coeficiente de extinção para amostra de 90% PPRec com 10% de talco. P1, P2, P3, P4 e P5 são pontos onde as medidas foram feitas.

As amostras com 80% de PP com 20% de talco e 80% de PPRec com 20% de talco, não foram medidas a tempo para análise dos resultados. Devido a pandemia do corona vírus, o Instituto de Ciências Exatas (ICEx) da UFF em Volta Redonda se viu obrigado a suspender suas atividades devido as restrições para combate ao COVID-19 e seguindo as recomendações dos órgãos de saúde quanto às medidas de segurança.

Conforme demonstrado nos gráficos acima, os índices de refração (n) e coeficiente de extinção (k) para as amostras de Am1 e Am3 apresentam o valor de n em torno de 1,5. E para as Am3 e Am4 apresentam o valor de n em torno de 1,58. Neste caso sugerisse que o índice de refração se apresentou maior que o encontrado na literatura por se tratar de ser PPRec.

De acordo com Souza *et al.* (2009) o polímeros PP apresenta o índice de refração em torno de 1,49 demonstrando estabilidade entre as amostras. Nota-se que as medidas para os cinco pontos (P1, P2, P3, P4 e P5) também coincidem, tendo um comportamento muito parecido com o PP e PPRec o que sugere uma boa uniformidade da superfície da amostra.

5.2 Microscopia Confocal

As amostras de polímero foram analisadas também no microscópio confocal para avaliação das superfícies das mesmas. Foi obtido a topografia do material e rugosidade das amostras em questão.

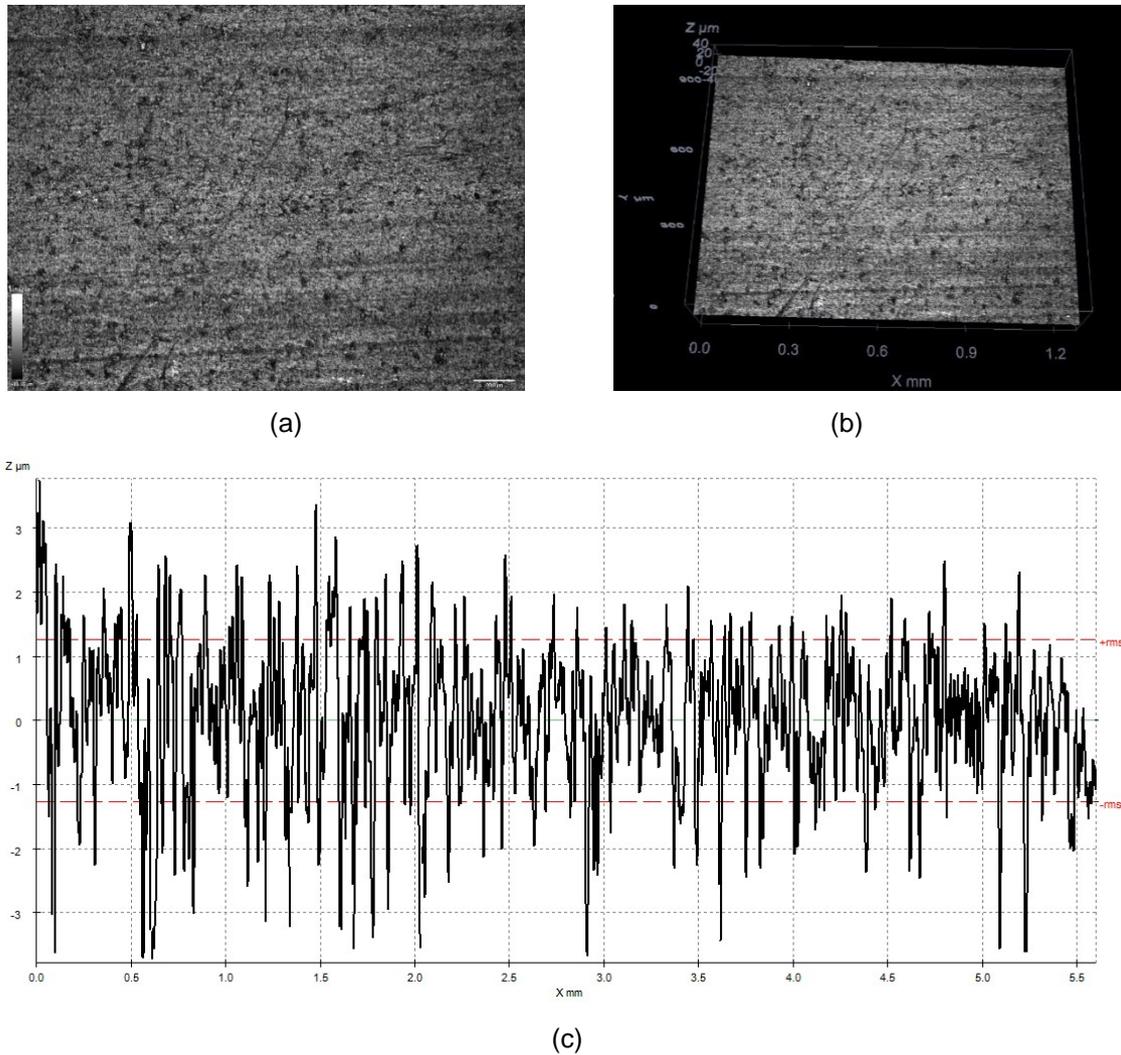
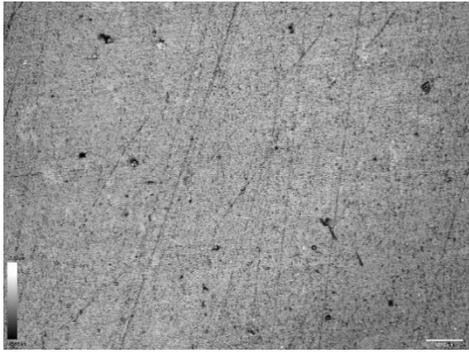
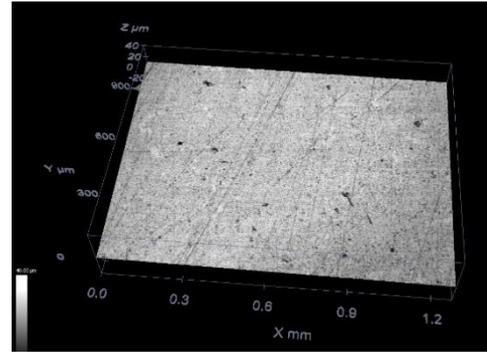


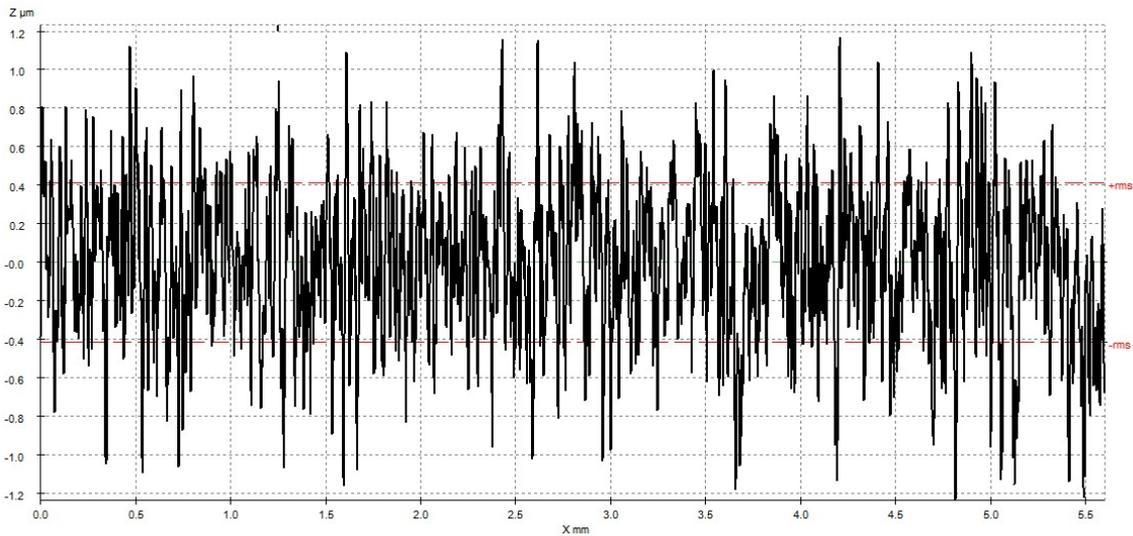
Figura 34 – Análise com um aumento de 10X da superfície da amostra 1 com 90% PP puro com 10% de talco. Em (a) Imagem da superfície da amostra e escala de altura em tons de cinza; (b) Topografia com escala de altura em tons de cores; e (c) Rugosidade ao longo da região central amostra.



(a)

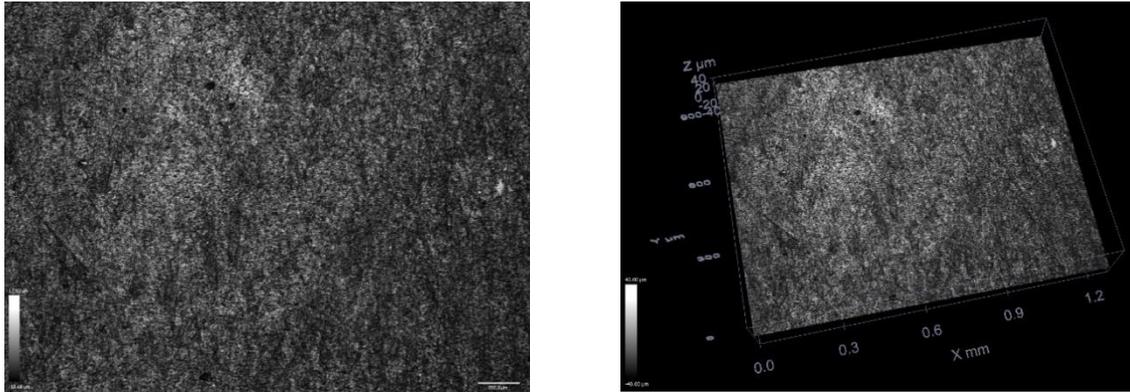


(b)



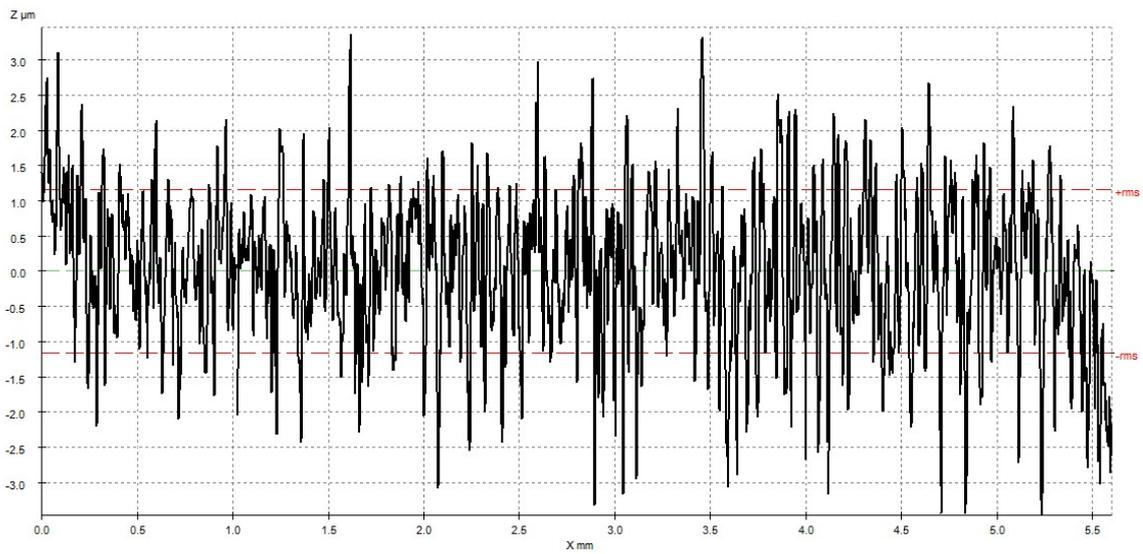
(c)

Figura 35 – Análise com um aumento de 10X da superfície da amostra 2 com 100% PPRc. Em (a) Imagem da superfície da amostra e escala de altura em tons de cinza; (b) Topografia com escala de altura em tons de cores; e (c) Rugosidade ao longo da região central amostra.



(a)

(b)



(c)

Figura 36 – Análise com um aumento de 10X da superfície da amostra 3 com 100% PP puro. Em (a) Imagem da superfície da amostra e escala de altura em tons de cinza; (b) Topografia com escala de altura em tons de cores; e (c) Rugosidade ao longo da região central amostra.

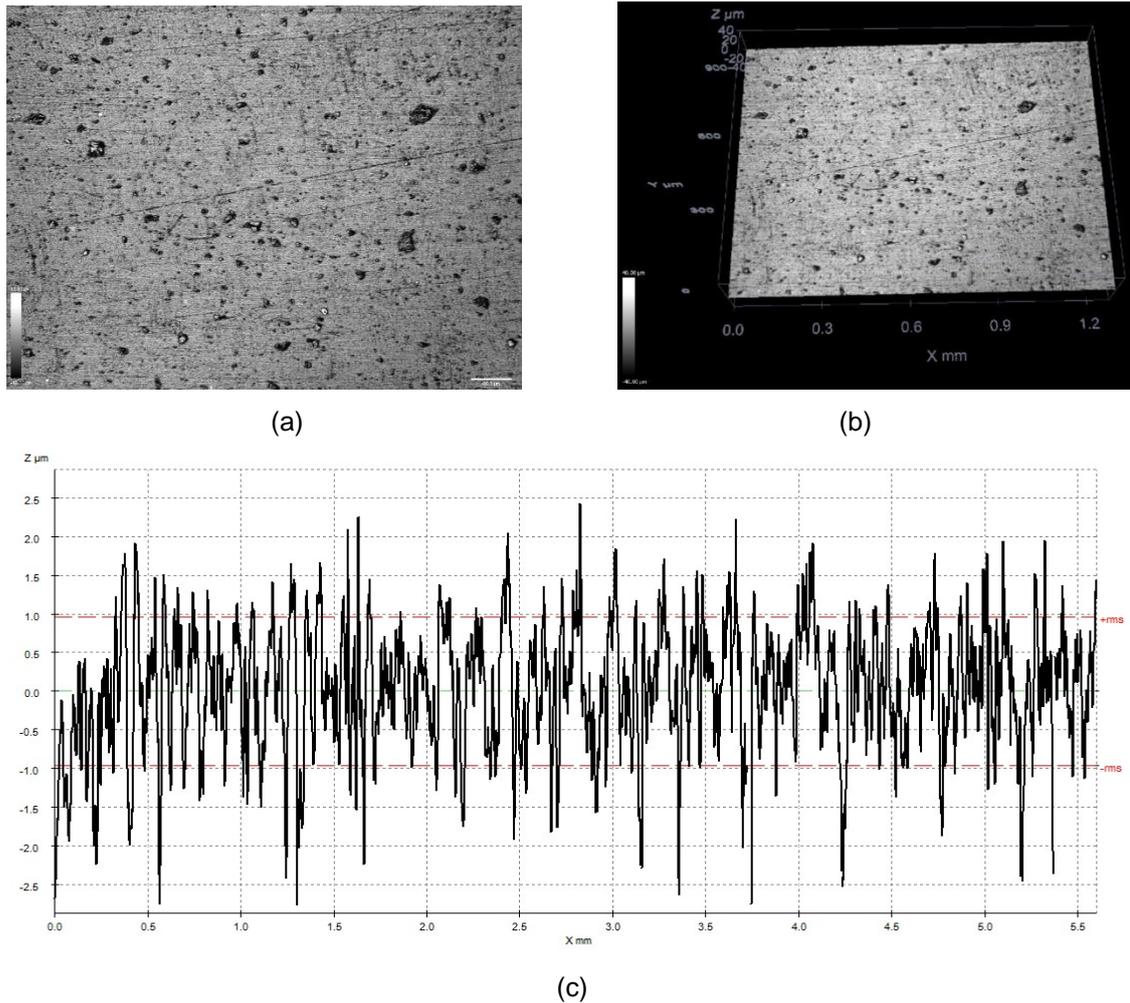


Figura 37 – Análise com um aumento de 10X da superfície da amostra 4 90% PPRec com 10% de talco. Em (a) Imagem da superfície da amostra e escala de altura em tons de cinza; (b) Topografia com escala de altura em tons de cores; e (c) Rugosidade ao longo da região central amostra.

Na tabela 4 são apresentadas as rugosidades médias e seus desvios padrões

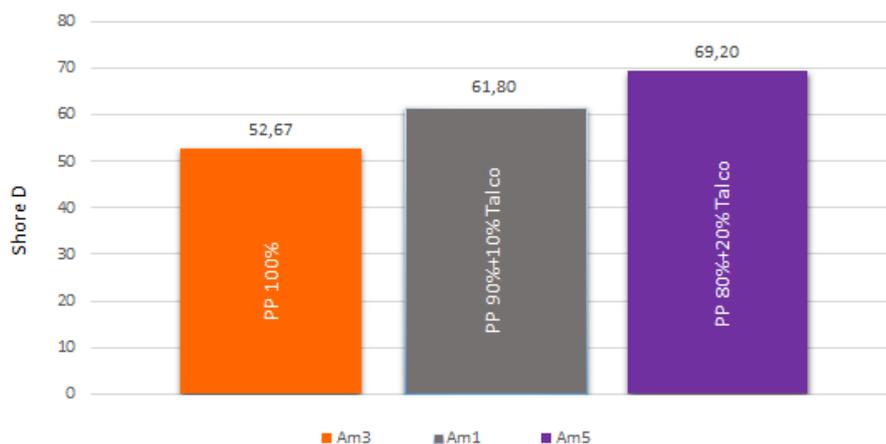
Tabela 4 – Rugosidade medida através Microscópio Confocal.

Amostras	Rugosidade Média (μm)	Desvio Padrão (μm)
Am1	0,86	0,04
Am2	0,33	0,01
Am3	0,88	0,05
Am4	0,66	0,05

Através da microscopia confocal obtivemos a topografia e rugosidade de cada amostra. As amostras foram medidas e se mostram regulares comparando PP e PPRec. A medição foi realizada seguindo a norma DIN 4768/ ISO 4288, o desvio padrão para cada amostra está na tabela 3. Os valores encontrados foram mais altos que os esperados, encontraram-se aproximadamente 0,9 para Am1 e Am3; 0,33 para Am2 e 0,66 para Am4. Na literatura a rugosidade para materiais PP e PPRec se encontra em torno de 0,473 μm como afirma Hashimoto *et al.* (2017). Isso pode ter influência com polimento da superfície das amostras. As amostras foram polidas manualmente talvez se tivesse usado uma politriz automática os resultados de rugosidade poderiam variar.

5.3 Dureza Shore

Os resultados obtidos para amostras estão representados na figura 38.



(a)



(b)

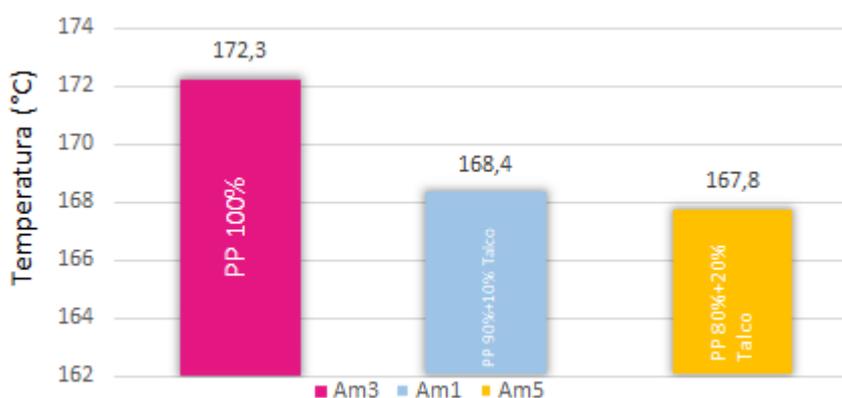
Figura 38 – Resultados da Dureza Shore D (a) amostra de PP e (b) de PPRec.

No ensaio de dureza shore os resultados apresentaram um aumento de dureza para as amostras Am2, Am4 em relação as amostras Am1, Am3. Desta forma verifica-se que o material reciclado (Am2) apresenta maior dureza em relação ao material virgem (Am3). Já para as Am5 e Am6 existe pouca diferença no resultado da dureza, pois apresentam a mesma quantidade de talco. Os resultados obtidos para Am1, Am3 e Am5 gira em torno de 53 e 70. Conforme cita Caraschi e Leão (2002), a dureza do PP é de 70 e para PP com percentual de talco 68. Para as Am1, Am3 e Am5 obteve-se os resultados variando de 61 a 70. Bayer (2009) afirma que para PPRec obteve a dureza de 70. De acordo com o aumento do talco na composição do material existe um aumento proporcional da dureza, tanto para o PP

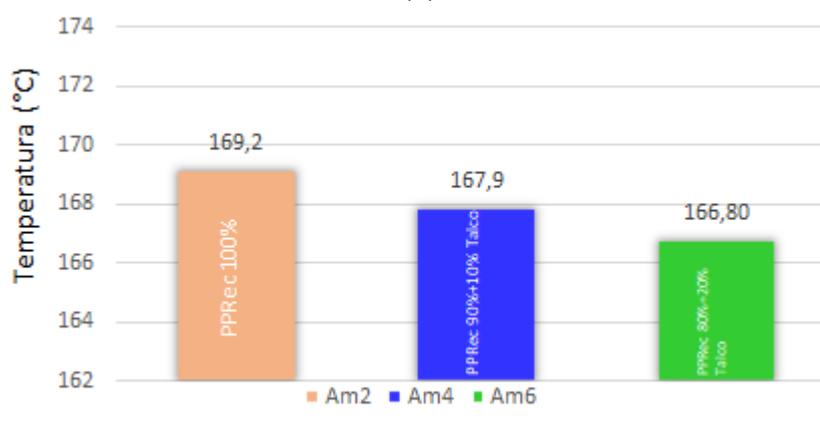
quanto para o PPRec os valores encontrados estão conforme esperados. Sugere também maior utilização do material reciclado com talco para aplicações que necessitam de resistência a risco.

5.4 Ponto de Fusão

As medidas da figura 39 mostram separadamente o ponto de fusão dos PP e PPRec



(a)



(b)

Figura 39 – Ponto de fusão (a) amostra de PP e (b) de PPRec.

No equipamento digital ponto de fusão obteve para as Am2 e Am3 169,2 e 172,3 °C o que de acordo com Martins *et al.*(2009) estão dentro do intervalo entre 165-175°C para que aconteça a fusão do material. No caso das amostras Am1, Am4, Am5 e Am6 apresentam temperatura de fusão um pouco menor do que os amostras de PP e PPRec, mas ainda dentro do preconizado. Conforme aumenta a

presença do talco na composição do material encontra-se uma redução temperatura do ponto de fusão dos mesmos. Justificando assim o papel do talco que com sua estrutura lamelar e superfície hidrofóbica consegue influenciar orientação das lamelas, reduzindo o ponto de fusão uma vez aplicado no processo.

5.5 Termogravimetria TGA

As curvas de TGA/DTG estão representadas nas figuras 40 a 45:

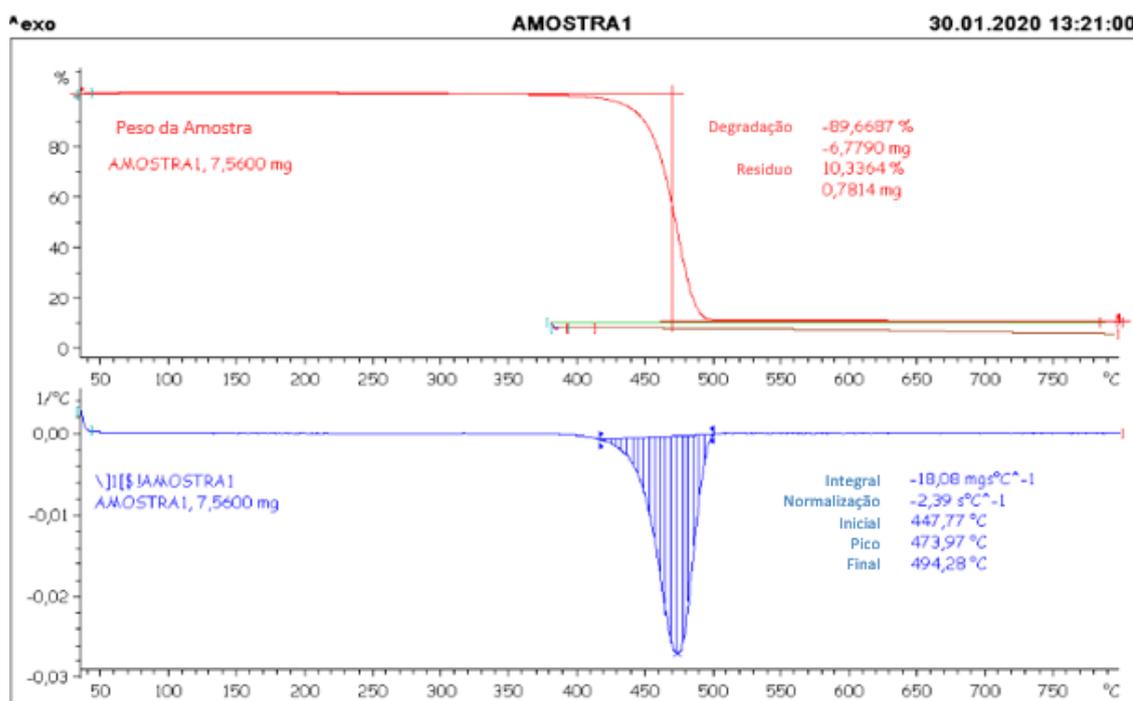


Figura 40 – Curva TGA/DTG da decomposição térmica do PP para amostra 1 (90% PP com 10% de talco).

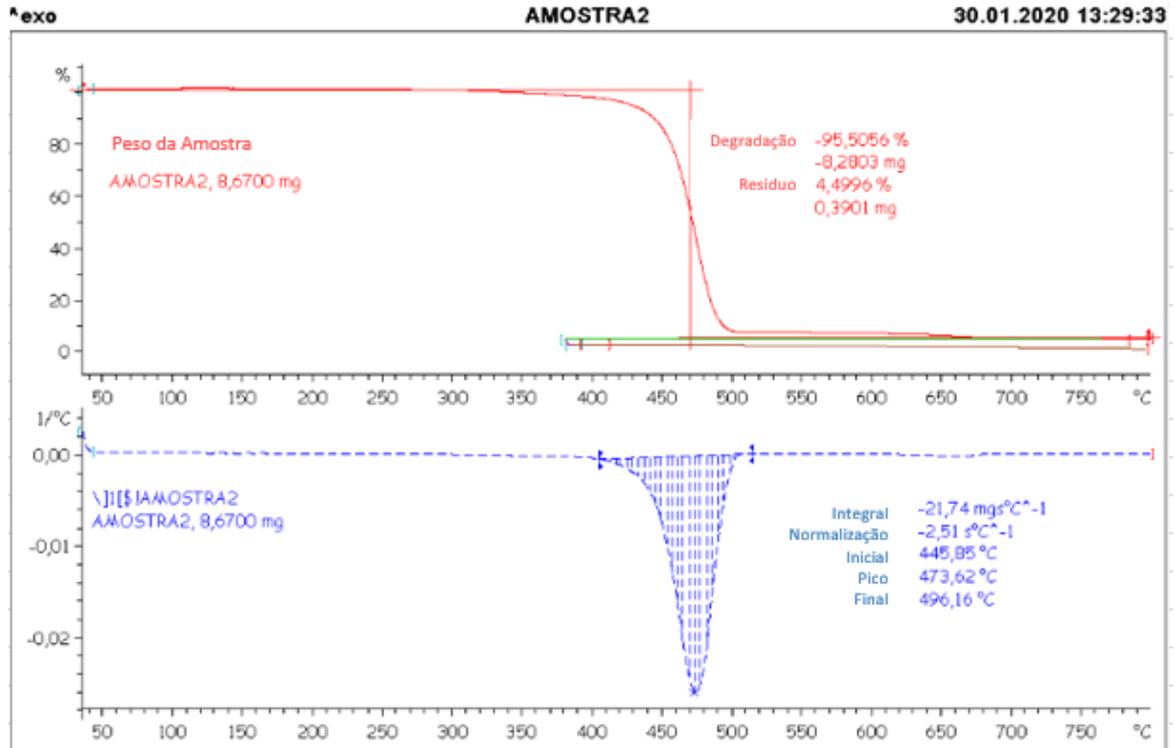


Figura 41 – Curva TGA/DTG DTG da decomposição térmica do PPRec para amostra 2 (100% PPRec).

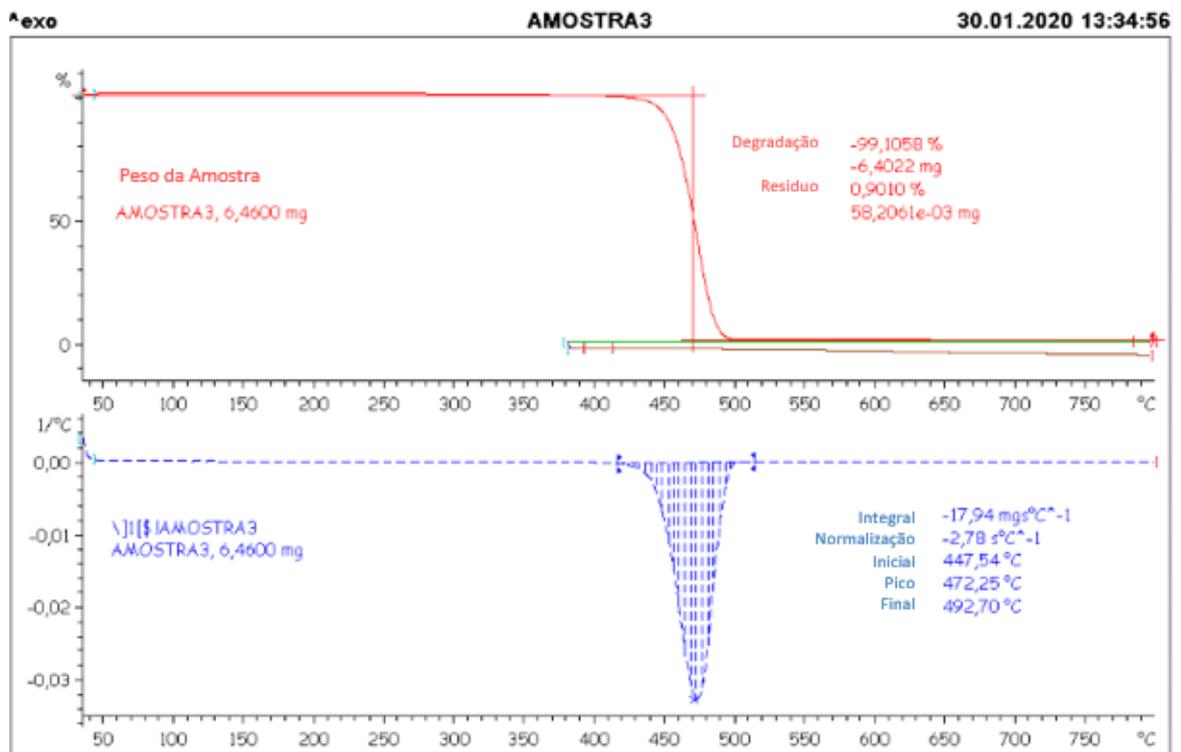


Figura 42 – Curva TGA/DTG DTG da decomposição térmica do PP para amostra 3 (100% PP).

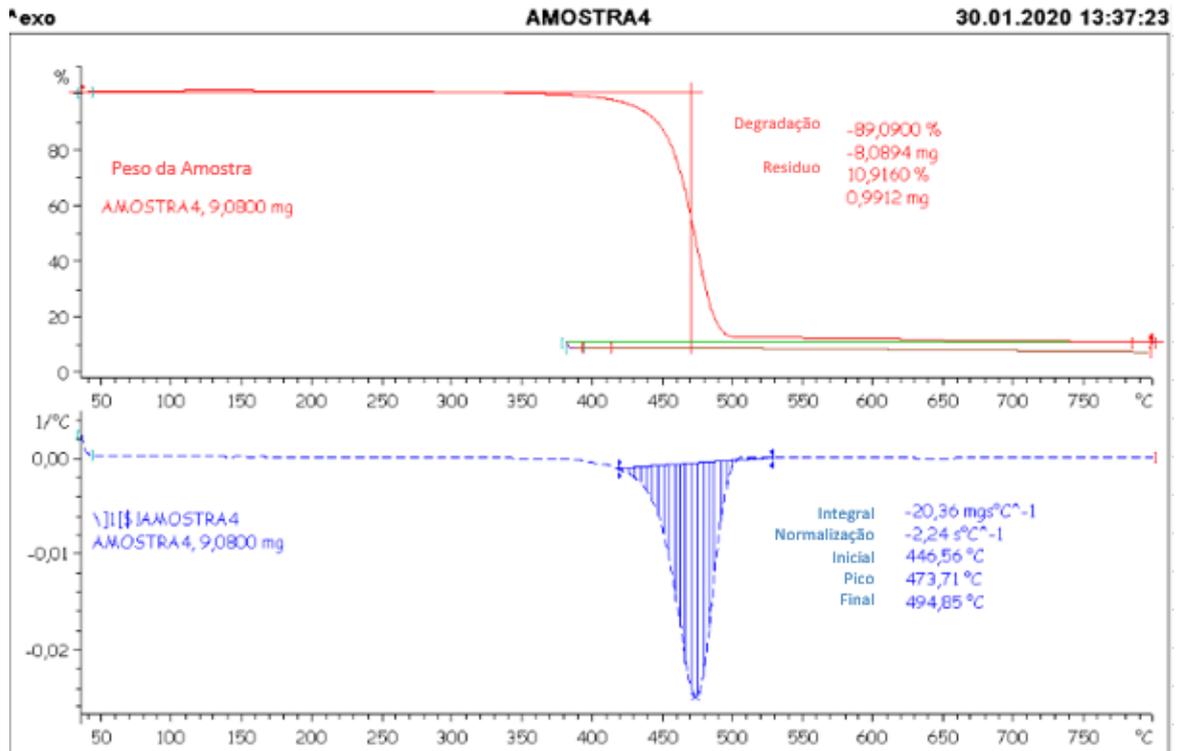


Figura 43 – Curva TGA/DTG DTG da decomposição térmica do PPRec para amostra 4 (90% PPRec com 10% talco).

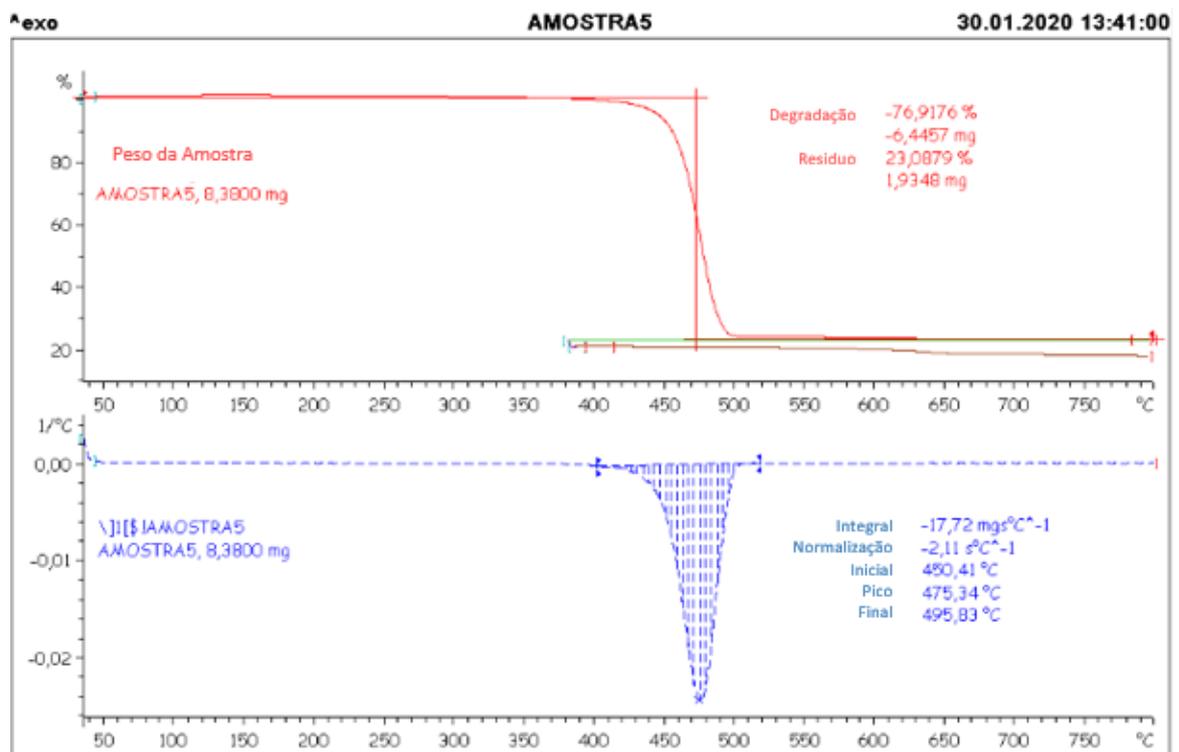


Figura 44 – Curva TGA/DTG DTG da decomposição térmica do PP para amostra 5 (80% PP com 20% de talco).

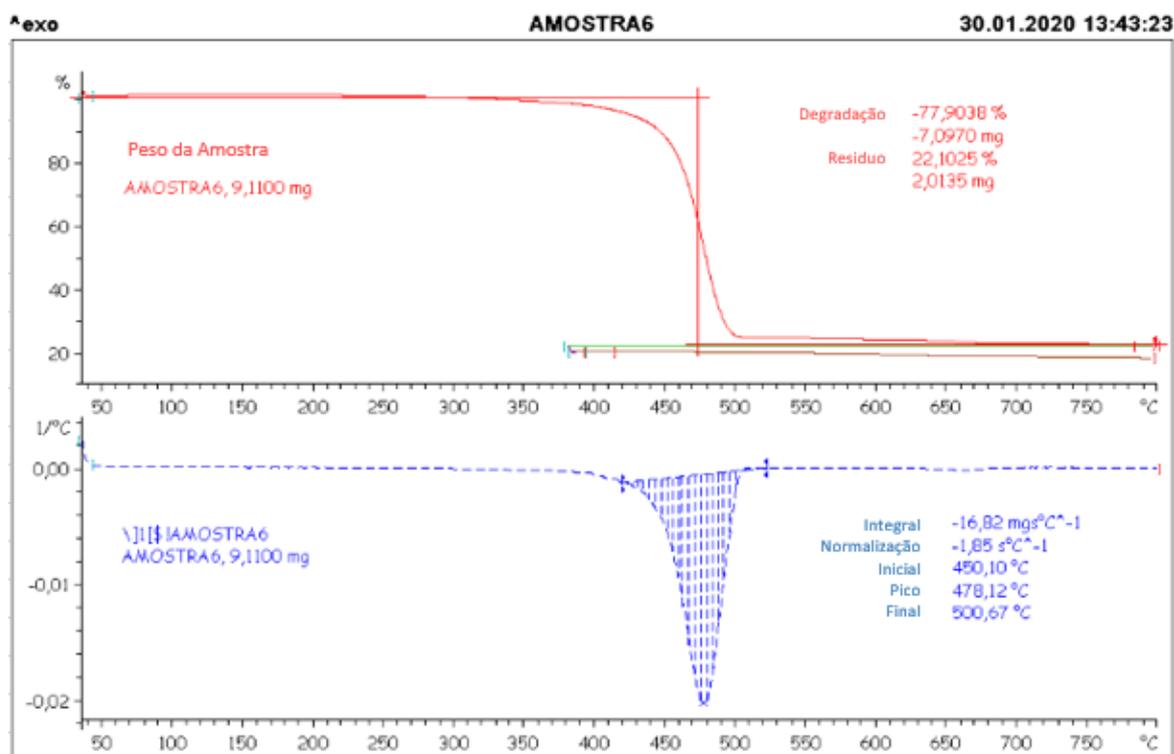


Figura 45 – Curva TGA/DTG DTG da decomposição térmica do PPRec para amostra 6 (0% PPRec com 20% talco).

As figuras acima mostram as curvas de degradação TGA na cor vermelha, a direita na curva apresenta massa da amostra que foi colocado no recipiente do equipamento, a esquerda da curva apresenta a degradação da amostra e o resíduo encontrado no fundo do recipiente após queima do material. Na curva na cor azul mostra a derivada da curva de TGA que é a curva de variação de massa em função do tempo ou temperatura através dela é possível identificar etapas de decomposição térmica ou degradação termo-oxidante. A direita da curva azul apresenta o peso da amostra que foi colocada no recipiente do equipamento, a esquerda mostra a Inicial é a temperatura inicial de degradação do material, pico é a temperatura onde a velocidade de reação é máxima e final representa a temperatura final do sistema. Ainda temos a descrita entalpia como integral e razão de aquecimento como normalização,

Na tabela 5 podemos observar as percentagens de perda de massa em relação aos intervalos de temperatura envolvidos:

Tabela 5 – Resultados obtidos pela TGA para as amostras de 1 a 6.

Amostras	Detalhe	Tempe- ratura (°C) Início	Tempe- ratura (°C) Pico	Tempe- ratura (°C) Final	Residuo
Am1	90% PP com 10% de talco	447,77°	473,97°	494,28°	10,33%
Am2	100% PPRec	445,85°	473,62°	496,16°	4,50%
Am3	100% PP	447,54°	472,25°	492,70°	0,00%
Am4	90% PPRec com 10% talco	446,56°	473,71°	494,85°	10,90%
Am5	80% PP com 20% de talco	450,41°	475,34°	495,83°	23,08%
Am6	80% PPRec com 20% talco	450,10°	478,12°	500,67°	22,10%

Com os resultados apresentados foi observado que os valores e comportamentos estão conforme esperados como explica Souza (2016). Ele obteve para o PP temperaturas de degradação entre 400 e 495°C e temperatura final de 495°C. Percebe-se na Tabela 5 que o resíduo, a temperatura final, de pico e inicial aumentam com a maior a porcentagem de talco empregado.

Em relação a perda de massa para PP o resultado apresentado do resíduo é próximo de zero. Para PPRec obteve -se 4,50% e o aceitável é até 5% de resíduo conforme literatura. Já para as amostras com carga o resíduo encontrado foi muito próximo do % de carga de talco referente a amostras, o que demonstra que quanto maior o % de talco presente nas amostras mais elevada são as temperaturas de processo de degradação. A tabela 5 detalha o resultado da curva de DTG com as temperaturas de onde se inicia a degradação de cada amostra, a temperatura de pico onde a velocidade de reação é máxima e temperatura final do sistema. Das amostras analisadas a amostra 80% PPRec com 20% talco (Am6) apresenta maior resistência térmica.

Para o PP e PPRec com talco os resultados obtidos apresentam grande similaridade mostrando assim pouca mudança na estabilidade térmica entre os materiais analisados.

5.6 Espectroscopia RAMAN

Para obtenção dos resultados a melhor condição para trabalhar com os dados foi utilizar a lente objetiva de 20X. A variação da potência do laser foi controlada de forma que não causasse a decomposição térmica do material.

Na figura 46a temos os espectros das Am1, Am3 e Am5 (amostras de PP), sendo a segunda linha correspondente a Am3 que trata o pp sem porcentagem de talco. Observa-se que surge mudanças significantes de intensidade em 1531, 1334, 1162 e 846 cm^{-1} semelhantes ao encontrado por Furukawa *et al.* (2003). O espectro Raman (b) é referente as amostras de PPRc:

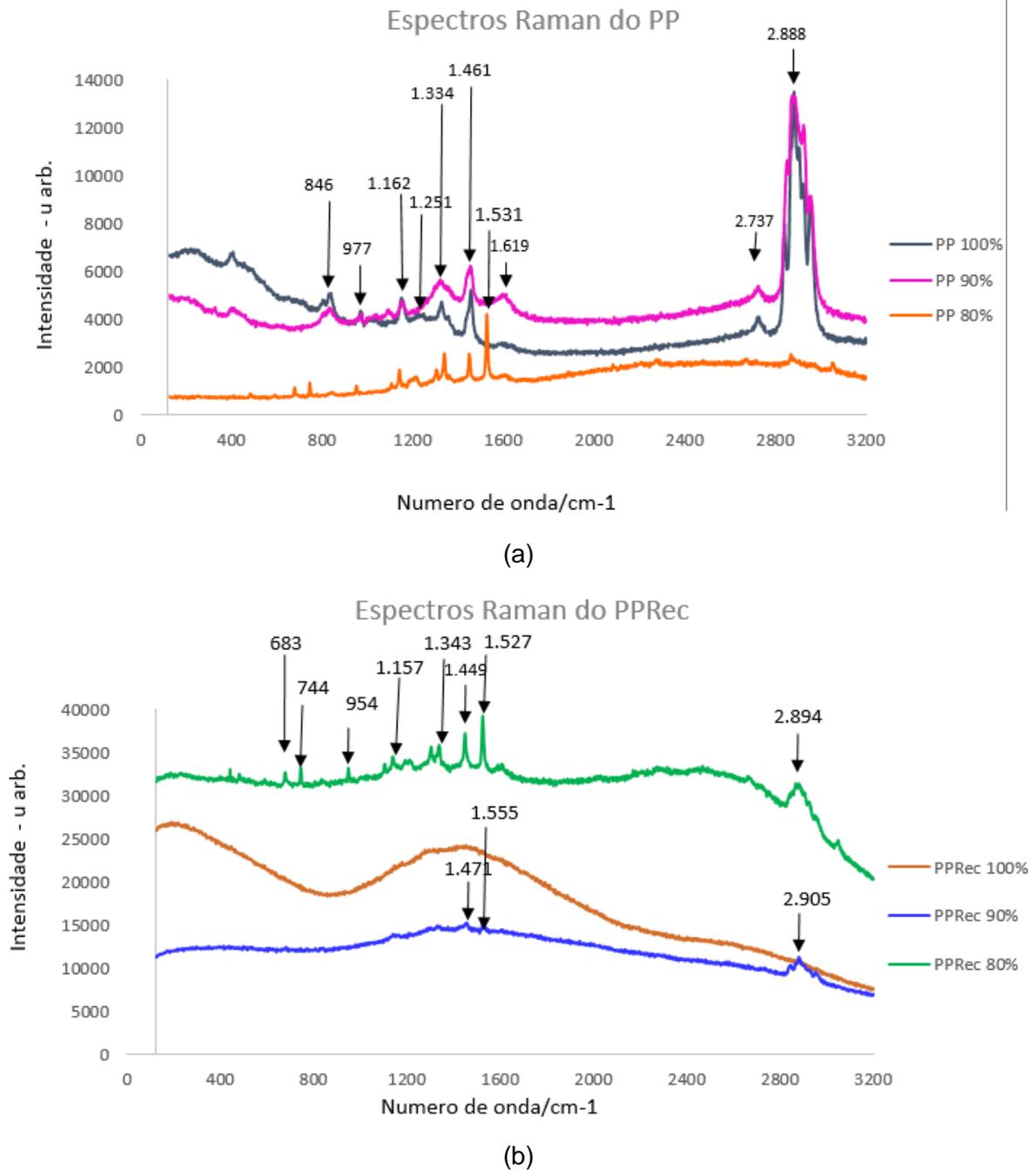


Figura 46 – Espectro Raman (a) amostras de PP e (b) amostras de PPRec.

Para analisar os espectros Raman das amostras é necessário entender as atribuições de bandas Raman definidas para o PP.

Tabela 6 – Atribuição de bandas Raman de PP.

Número de onda, cm^{-1}	Atribuição
1458	CH_2 scissoring
1438	CH_2 scissoring
1361	CH_3 deformação simétrica
1330	CH_2 torção
1296	CH_2 torção
1168	COC alongamento
1157	COC alongamento
976	CH_3 rocking
840	CH_3 rocking
810	COC alongamento

Fonte: Furukawa *et al.* (2003).

A figura 46a mostra entre 1461 e 1360 cm^{-1} atribuições do grupo CH_2 scissoring, que são vibrações em movimento de tesoura. Na região de 1334 cm^{-1} surgem uma vibração de torção atribuída a grupos CH_2 . Em 1162 cm^{-1} percebe-se uma vibração de torção devido à banda CH_2 . Na região de 822 cm^{-1} observa-se um alongamento que é atribuído ao grupo COC. No ponto 977 cm^{-1} a banda se refere ao grupo CH_3 (rocking), que são vibrações assimétricas por balanço. A região acima de 2700 cm^{-1} contém vibrações do tipo estiramento de CH, e por se tratar de uma região com pouca especificidade para a caracterização da amostra, não será discutida nesta dissertação. No entanto, esta região está apresentada por se tratar da caracterização da amostra.

Após análise dos resultados obtidos para Am3 (PP) e comparando com as atribuições de banda Raman de PP, sugere que espectro Raman dessa amostra é muito similar ao espectro do PP apresentado por Furukawa *et al.* (2003). Assim, pode ser concluído que a amostra é constituída de PP sem a presença de impurezas. As demais amostras de PP contendo talco apresentaram as mesmas bandas discutidas, porém a presença das bandas em 1531 e 1619 cm^{-1} indicam o talco.

Já para Am2 (PPRec) não é possível visualizar os números de onda que identifiquem atribuições de banda Raman, pois durante a medição, a mesma apresentou fluorescência, impedindo a observação do espalhamento Raman. A fluorescência é um fenômeno de emissão de luz muito mais intenso que o

espalhamento Raman, e impede a observação das bandas do PP. É possível que o processo de reciclagem tenha adicionado contaminante que apresenta fluorescência. Em contrapartida, a adição de talco diminuiu o fenômeno de fluorescência, sendo possível observar as bandas Raman do PP. Para o PPRec 90% há em 1555 cm^{-1} a presença da banda do talco. Para o PPRec 80% intensidade das bandas aumenta. Em 1527 cm^{-1} percebe-se a banda do talco. Em 1449 cm^{-1} verifica-se bandas (scissoring) atribuídas ao grupo CH₂. Em 1343 cm^{-1} existe uma banda relativa à deformação simétrica do grupo CH₃. Em 1157 cm^{-1} ocorre uma banda atribuída ao alongamento do grupo COC. E finalmente em 954 cm^{-1} a banda é atribuída às vibrações rocking do grupo CH₃. A adição de talco, por sua vez, leva à intensificação das bandas Raman, e o mesmo pode ter influenciado na cristalinidade da amostra. Isto porque a intensidade do espalhamento Raman é uma função também do número de espalhadores, e o incremento de material cristalino pode ter sido responsável pelo aumento da intensidade Raman. A espectroscopia Raman por ser uma técnica não destrutiva, muito precisa na identificação da amostra por análise de modos vibracionais, o resultado não é prejudicado pela presença de moléculas de água e pode utilizar uma quantidade pequena de amostra sem prévio preparo. Com isso foi possível identificar a estrutura o PP como pode-se observar na figura 47^a, e ainda mostrou-se como a adição do talco intensifica as bandas Raman sugerindo um aumento de cristalinidade da amostra 1 e 5.

6 CONCLUSÕES

Analisando os resultados obtidos nesse trabalho, foi possível observar o comportamento do PP e PPRec puro e com diferentes percentuais de talco em sua composição. Foram aplicadas 5 técnicas de caracterização nas amostras em questão.

Pela elipsometria obteve-se o índice de refração 1,50. Todas as amostras apresentaram um valor muito próximo ao que encontramos na literatura para o PP. No caso para o PPRec foi possível observar um índice de refração um pouco maior em relação ao PPRec.

Através da microscopia confocal obtivemos a topografia e rugosidade de cada amostra. As amostras foram medidas e se mostram regulares comparando PP e PPRec.

No ensaio de dureza shore os resultados apresentaram uma maior dureza para as amostras PPRec em relação as amostras PP, portanto o material reciclado apresenta maior dureza em relação ao material virgem. Observa-se quanto maior a presença do talco maior a dureza do material. Esse resultado indica maior utilização do material reciclado com talco para aplicações que necessitam de resistência a risco.

No equipamento digital ponto de fusão obtivemos para os materiais sem adição de talco valores para PP de 169,2 e PPRec 172,3 °C o que está de acordo com a literatura, confirmando que o valores obtidos para as todas as amostras estão no intervalo entre 165-175°C para que aconteça a fusão do material. Observa-se também quanto maior a presença de talco no material menor a temperatura de ponto de fusão.

O PP apresentou resíduo próximo de zero. Para PPRec o aceitável é até 5% de resíduo e obteve se 4,50%. Para o PP e PPRec com talco, o resultado obtido é bem próximo da quantidade de talco existente no material.

Considerando os resultados da caracterização estrutural por Raman foi possível identificar sobre a estrutura do PP ligações químicas de vibração, associadas as vibrações de scissoring (movimento de tesoura), vibração de torção, vibração de alongamento e vibração "rocking" (movimento em balanço). No caso PPRec não foi possível visualizar os números de onda que identifiquem atribuições

de banda Raman pois durante a medição apresentou fluorescência. Em contrapartida, a adição de talco diminuiu o fenômeno de fluorescência, sendo possível observar as bandas Raman do PP já em PPRec 90%, e bastante intensas em PPRec 80%.

Dessa forma, neste trabalho, com as técnicas aplicadas podemos entender que o PP poderia ser substituído pelo PPRec sem grandes perdas de propriedades ópticas, estruturais, térmicas e mecânicas no caso da dureza.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Realizar as medidas para as amostras de 80% PP reciclado com 10% talco e 80% PP puro com 10% de talco no elipsômetro; para acessar índices de refração (n) e os coeficientes de extinção (k) em função do comprimento de onda usando outra modelagem computacional que não o bulk;

Aplicar as técnicas de LIBS para acessar a composição final da amostra e DSC para acessar a T_g , temperatura de transição vítrea das amostras.

Avaliar o módulo de elasticidade usando o ultramicrodurômetro do LMCM;

Usar a técnica de difração de raios-X para verificar a cristalinidade.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABIPLAST. Conceitos básicos sobre materiais plásticos. 2014. **Abiplast**. [Documento Online]. Disponível em: http://file.abiplast.org.br/download/links/links%202014/materiais_plasticos_para_site_vf_2.pdf. Acesso em: 27 jul. 2019.

ABREU, F. O. M. S.; FORTE, M. M. de C.; LIBERMAN, S. A. Propriedades mecânicas e morfologia de blendas de polipropileno com Tpes. **Polímeros**, v. 16, n. 1, p. 71–78, mar. 2006. <https://doi.org/10.1590/S0104-14282006000100015>.

ALFARO, E. F.; SILVA, L. G. A. Caracterização do compósito de polipropileno com cinza de casca de arroz. *In*: 19º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS – CBECIMAT, nov. 2010. **Anais [...]**. Campos do Jordão-SP: [s. n.], nov. 2010. p. 7970–7976. Disponível em: <http://repositorio.ipen.br/bitstream/handle/123456789/17939/15906.pdf?sequence=1>. Acesso em: 17 jul. 2020.

AMIM JR., J.; PETRI, D. F. S.; MAIA, F. C. B.; MIRANDA, P. B. Filmes ultrafinos de ésteres de celulose: preparo, caracterização e imobilização de proteínas. **Química Nova**, v. 33, n. 10, p. 2064–2069, 2010. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422010001000011>.

ANTÔNIO, R. S. Relatório CETEA A028/04 - Final | Parecer técnico sobre embalagens plásticas. 12 jul. 2004. **Plastivida**. [Documento Online]. Disponível em: http://www.plastivida.org.br/images/temas/CETEA_parecer-tecnico-embalagens-plasticas_final.pdf. Acesso em: 17 jul. 2020.

AZEVEDO, E. R. de; FARIA, G. C.; BATALHÃO, T. B.; CASTRO FILHO, J. A. de; SANTONI, E.; SARTORI, J. L.; NUNES, L. A. de O. Utilização de um espectrógrafo de projeção como uma ferramenta para demonstrações sobre polarização da luz. **Química Nova**, v. 33, n. 5, p. 1204–1210, 2010. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422010000500036>.

BARRETO, B. J. **Técnica polarimétrica espectral como ferramenta complementar à elipsometria de filmes finos dielétricos isotrópicos e homogêneos**. 2012. 26 f. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Física) – Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2012. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/handle/10183/77898>. Acesso em: 14 jul. 2020.

BATTISTELLE, R.; VIOLA, N. M.; BEZERRA, B. S.; VALARELLI, I. D. D. Caracterização física e mecânica de um compósito de polipropileno reciclado e farinha de madeira sem aditivos. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 19, n. 1, p. 7–15, mar. 2014. <https://doi.org/10.1590/S1517-70762014000100003>.

BIANCHI, O.; DAL CASTEL, C.; OLIVEIRA, R. V. B. de; BERTUOLI, P. T.; HILLIG, E. Avaliação da degradação não-isotérmica de madeira através de termogravimetria-TGA. **Polímeros**, v. 20, n. 5, p. 395–400, 10 dez. 2010. <https://doi.org/10.1590/S0104-14282010005000060>.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Materials science and engineering: an introduction**. 9. ed. Hoboken, NJ: Wiley, 2014.

CANEVAROLO JR., S. V. **Técnicas de Caracterização de Polímeros**. São Paulo: Artliber, 2004. Disponível em: https://www.artliber.com.br/amostra/tecnicas_de_caracterizacao_de_polimeros.pdf. Acesso em: 14 jul. 2020.

CARNEIRO, L. R.; BARBAR, G.; PEREIRA DOS SANTOS, L. C.; ZUQUETE GUARATO, A. Influência da temperatura da mesa de impressão 3D na dureza e dimensões geométricas de amostras em ABS. *In: XXVI CONGRESSO NACIONAL DE ESTUDANTES DE ENGENHARIA MECÂNICA*, ago. 2019. **Anais [...]**. Ilhéus-BA: ABCM, ago. 2019. p. 9. DOI 10.26678/ABCM.CREEM2019.CRE2019-0046. Disponível em: <http://abcm.org.br/anais-de-eventos/CRE2019/0046>. Acesso em: 14 jul. 2020.

CARVALHO, L. B. **Produção de polipropileno bi-orientado (BOPP): tecnologia e aplicações**. 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Escola Superior de Tecnologia e de Gestão, Instituto Politécnico de Bragança, 2008. Disponível em: <https://bibliotecadigital.ipb.pt/handle/10198/1990>. Acesso em: 9 jul. 2020.

CASTRO, J. C. de. Fibra de polipropileno. 2013. **SlideShare**. [Apostila Online]. Disponível em: <https://pt.slideshare.net/Ezilen/apostilafibra-de-polipropileno>. Acesso em: 17 jul. 2020.

CIMM. O Durômetro Shore | Medição, controle e ensaios. 2006. **CIMM**. [Publicação online]. Disponível em: https://www.cimm.com.br/portal/material_didatico/6563-o-durometro-shore. Acesso em: 8 dez. 2019.

COONS, A. H.; CREECH, H. J.; JONES, R. N. Immunological Properties of an Antibody Containing a Fluorescent Group. **Experimental Biology and Medicine**, v. 47, n. 2, p. 200–202, 1 jun. 1941. <https://doi.org/10.3181/00379727-47-13084P>.

DTI-FOP. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. Microscópio Confocal de Varredura à Laser - Leica TCS SP5. 2015. **Faculdade de Odontologia de Piracicaba**. [Publicação online]. Disponível em: fop.unicamp.br/index.php/pt-br/cmi-equipamentos/cmi-confocal.html. Acesso em: 19 out. 2019.

FERNANDES, B. L.; DOMINGUES, A. J. Caracterização mecânica de polipropileno reciclado para a indústria automotiva. **Polímeros**, v. 17, n. 2, p. 85–87, jun. 2007. <https://doi.org/10.1590/S0104-14282007000200005>.

FIEBIG, J.; GAHLEITNER, M.; PAULIK, C.; WOLFSCHWENGER, J. Ageing of polypropylene: processes and consequences. **Polymer Testing**, v. 18, n. 4, p. 257–266, jun. 1999. [https://doi.org/10.1016/S0142-9418\(98\)00023-3](https://doi.org/10.1016/S0142-9418(98)00023-3).

FLORES, A.; ANIA, F.; BALTÁ-CALLEJA, F. J. From the glassy state to ordered polymer structures: A microhardness study. **Polymer**, v. 50, n. 3, p. 729–746, 28 jan. 2009. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2008.11.037>.

FUJIWARA, H. **Spectroscopic Ellipsometry: Principles and Applications**. England: John Wiley & Sons, 2007.

FURUKAWA, T.; WATARI, M.; SIESLER, H. W.; OZAKI, Y. Discrimination of various poly(propylene) copolymers and prediction of their ethylene content by near-infrared and Raman spectroscopy in combination with chemometric methods. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 87, n. 4, p. 616–625, 2003. <https://doi.org/10.1002/app.11351>.

GAHLEITNER, M. Melt rheology of polyolefins. **Progress in Polymer Science**, v. 26, n. 6, p. 895–944, ago. 2001. [https://doi.org/10.1016/S0079-6700\(01\)00011-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6700(01)00011-9).

GATTO, F. R. **Projeto e construção de um elipsômetro automatizado**. 2008. 163 f. Dissertação (Mestrado em Física) – Instituto de Geociências e Ciências Exatas, UNESP, Rio Claro-SP, 2008. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/handle/11449/91886>. Acesso em: 9 jul. 2020.

GIACON, V. M. **Fabricação e caracterização de Guia de Onda Polimerica a base de PMMA modificado por plasma de CHF₃**. 2007. 116 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Faculdade de Engenharia Química, Unicamp, Campinas-SP, 2007. Disponível em: <http://repositorio.unicamp.br/jspui/handle/REPOSIP/266425>. Acesso em: 9 jul. 2020.

GOPANNA, A.; MANDAPATI, R. N.; THOMAS, S. P.; RAJAN, K.; CHAVALI, M. Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), Raman spectroscopy and wide-angle X-ray scattering (WAXS) of polypropylene (PP)/cyclic olefin copolymer (COC) blends for qualitative and quantitative analysis. **Polymer Bulletin**, v. 76, n. 8, p. 4259–4274, ago. 2019. <https://doi.org/10.1007/s00289-018-2599-0>.

GUIMARAES, S. **Desenvolvimento da técnica elipsométrica para caracterização ótica de filmes finos**. 1983. Dissertação (Mestrado em Física Aplicada) – Universidade de São Paulo, São Carlos, 1983. Disponível em: <http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/54/54132/tde-02062015-174414/>. Acesso em: 9 jul. 2020.

GUO, X.; LIN, Z.; WANG, Y.; HE, Z.; WANG, M.; JIN, G. In-Line Monitoring the Degradation of Polypropylene under Multiple Extrusions Based on Raman Spectroscopy. **Polymers**, v. 11, n. 10, p. 1698, 16 out. 2019. <https://doi.org/10.3390/polym11101698>.

HASHIMOTO, P. M.; RIBEIRO, R. B.; MULINARI, D. R.; ROSA, J. L.; MATIAS, N. T.; DOMINGUES, B. S. M. Análise da Degradação da Superfície PP e PEAD em fibras de banana via microscópio eletrônica de varredura (MEV). **Cadernos UniFOA**, v. 7, n. Especial, p. 17–22, 30 mar. 2017.

HUNG, L. C. **Imobilização de Resinas de Troca Iônica em Polímeros**. 1994. 100 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1994.

KHANAM, P. N.; ALMAADEED, M. A. Improvement of ternary recycled polymer blend reinforced with date palm fibre. **Materials & Design**, v. 60, p. 532–539, ago. 2014. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.04.033>.

KITAOKA, R. S. **Efeito do uso de compabilizante e do tempo de processamento sobre as propriedades termicas, morfologicas, reologicas e mecanicas da blenda PET/PP**. 1997. 98 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas-SP, 1997. Disponível em: <http://repositorio.unicamp.br/jspui/handle/REPOSIP/267244>. Acesso em: 14 jul. 2020.

MACHADO JUNIOR, J. C. **Análise das propriedades mecânicas do polipropileno EP448R injetado com adição do polipropileno reprocessado em percentuais menores que 50% em peso**. 2017. 105 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2017.

MACHADO, G. **Estudo da morfologia e cristalinidade em polipropileno isotático submetido a deformação uniaxial em temperatura ambiente**. 2002. 167 f. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) – Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2002. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/handle/10183/3710>. Acesso em: 14 jul. 2020.

MANO, E. B. **Polímeros como materiais de engenharia**. São Paulo: Blucher, 1991.

MANRICH, S. **Processamento de termoplásticos**. São Paulo: Artliber, 2005.

METTLER TOLEDO. Espectroscopia Raman | Instrumentação, Introdução e Princípios. 2020. **Mettler Toledo**. [Publicação Online]. Disponível em: https://www.mt.com/br/pt/home/applications/L1_AutoChem_Applications/Raman-Spectroscopy.html. Acesso em: 14 jul. 2020.

MIGUEL, J. J. P. **Estudo comparativo das propriedades térmicas e mecânicas do polipropileno reforçado com óxido de zinco, carbonato de cálcio e talco**. 2010. Dissertação (Mestrado em Gestão e Tecnologia Industrial) – Faculdade de Tecnologia SENAI CIMATEC, Salvador, 2010. Disponível em: <http://repositoriosenaiba.fieb.org.br/handle/fieb/778>. Acesso em: 14 jul. 2020.

MIRANDA, L. F. de; MASSON, T. J.; AGNELLI, J. A. M.; PERIN, T. R. Estudo comparativo do polipropileno modificado pela presença de talco e de sílica. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS - CBECIMAT, 13 nov. 2002. **Anais [...]**. Natal-RN: [s. n.], 13 nov. 2002. p. 4725–4731. Disponível em: https://www.ipen.br/biblioteca/cd/cbecimat/2002/arqs_pdf/pdf_400/tc403-003.pdf. Acesso em: 14 jul. 2020.

MOURA, E. W.; GRAMOLELLI JÚNIOR, F. Incorporação de Biocida em Polipropileno. **Revista Engenho**, v. 1, n. 1, p. 1–11, 2009.

MULER, R. L. Obtenção e caracterização de compósitos de polipropileno pós-consumo com fibras de cana-de-açúcar com e sem tratamento químico. *In*: 17º

CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 2006. **Anais** [...]. [S. l.: s. n.], 2006.

MULINARI, D. R.; VOORWALD, H. J. C.; CIOFFI, M. O. H.; ROCHA, G. J. M.; SILVA, M. L. C. P. D. Surface modification of sugarcane bagasse cellulose and its effect on mechanical and water absorption properties of sugarcane bagasse cellulose/ HDPE composites. **BioResources**, v. 5, n. 2, p. 661–671, 22 fev. 2010.

PERKINELMER. Thermogravimetric Analysis (TGA): A Beginner's Guide. 2010. **PerkinElmer**. [Publicação Online]. Disponível em: https://www.perkinelmer.com/CMSResources/Images/44-74556GDE_TGABeginnersGuide.pdf. Acesso em: 18 nov. 2019.

PETRY, A. **Mercado brasileiro de polipropileno com ênfase no setor automobilístico**. 2011. 30 f. Trabalhos de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química) – Departamento de Engenharia Química, Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/handle/10183/36895>. Acesso em: 14 jul. 2020.

PLASTTOTAL. Polipropileno PP. 2010. **Plasttotal - Plásticos Industriais, Polipropileno e PVC**. [Publicação Online]. Disponível em: <https://www.plasttotal.com.br/produtos/plasticos-de-engenharia/polipropileno-pp/>. Acesso em: 28 jul. 2019.

PONTES, I. F.; ALMEIDA, S. L. M. de. Rochas e Minerais Industriais – 29. Talco. 2005. **CETEM**. [Documento Online]. Disponível em: <http://mineralis.cetem.gov.br/bitstream/cetem/1086/1/29.TALCO%20ok.pdf>. Acesso em: 14 jul. 2020.

QUEVEDO, R. T. Propriedades dos polímeros. 2016. **Química - InfoEscola**. [Publicação Online]. Disponível em: <https://www.infoescola.com/quimica/propriedades-dos-polimeros/>. Acesso em: 10 ago. 2019.

RAIMUNDO, J. Princípios da Microscopia Confocal. 2012. **UFJF**. [Documento Online]. Disponível em: <http://www.ufjf.br/pgcbio/files/2018/10/Apostila1.pdf>. Acesso em: 20 nov. 2019.

ROCHA, J. G.; MULINARI, D. R. Caracterização mecânica dos compósitos de PEBD reforçados com fibras da palmeira. **Cadernos UniFOA**, n. Especial, p. 45–53, jun. 2014.

RODA, D. T. PP PP. 2012. **Tudo sobre plásticos**. [Publicação Online]. Disponível em: <https://www.tudosobreplasticos.com/materiais/PP.asp>.

SANTOS, L. J. dos; SAITO, N. H.; NUNES, E. de C. D. Análise das propriedades de compósitos de polipropileno com wollastonita em comparação ao talco. **Engenharia no Século XXI**. 1. ed. Belo Horizonte: Poisson, 2019. v. 6, p. 113–121. Disponível em: <http://www.poisson.com.br/livros/engenharia/volume6/ESEC6.pdf>. Acesso em: 14 jul. 2020.

SOUZA, C. M.; CHINELLATO, A.; MOURA, E. A. B. Avaliação dos efeitos da radiação por feixes de elétrons nas propriedades mecânicas do polipropileno. *In*: 2009 INTERNATIONAL NUCLEAR ATLANTIC CONFERENCE - INAC 2009, 27 out. 2009. **Anais** [...]. Rio de Janeiro: Associação Brasileira de Energia Nuclear - ABEN, 27 out. 2009. Disponível em: <https://www.ipen.br/biblioteca/2009/inac/15258.pdf>. Acesso em: 14 jul. 2020.

SOUZA, L. V. **Compósito de matriz de polipropileno reforçado com nanotubo de carbono aplicado na indústria automobilística**. 2016. 67 f. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Engenharia de Materiais) – Departamento de Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016. Disponível em: http://www.demat.cefetmg.br/wp-content/uploads/sites/25/2018/06/TCC_2%C2%B0_2016-Lorena-Viana-Souza-vers%C3%A3o-final.pdf. Acesso em: 14 jul. 2020.

STRAPASSON, R. **Valorização do polipropileno através de sua mistura e reciclagem**. 2004. 94 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2004.