



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
CENTRO TECNOLÓGICO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

VERA LÚCIA DIAS DA SILVA

**COMPORTAMENTO MECÂNICO E DE FLAMABILIDADE DE COMPÓSITO DE
POLIPROPILENO RECICLADO COM FIBRA DE COCO E HIDRÓXIDO DE
ALUMÍNIO**

ABRIL/2006



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
CENTRO TECNOLÓGICO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**COMPORTAMENTO MECÂNICO E DE FLAMABILIDADE DE COMPÓSITO DE
POLIPROPILENO RECICLADO COM FIBRA DE COCO E HIDRÓXIDO DE
ALUMÍNIO**

TM: 2006

AUTORA: VERA LÚCIA DIAS DA SILVA

**UFPA/CT/PPEM
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DO GUAMÁ
BELÉM - PARÁ - BRASIL**



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
CENTRO TECNOLÓGICO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

**COMPORTAMENTO MECÂNICO E DE FLAMABILIDADE DE COMPÓSITO DE
POLIPROPILENO RECICLADO COM FIBRA DE COCO E HIDRÓXIDO DE
ALUMÍNIO**

AUTORA: VERA LÚCIA DIAS DA SILVA

Dissertação submetida à banca examinadora aprovada pelo Colegiado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Pará, como requisito para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica na área de Materiais e Processos.

Prof^a. Dr^a. Carmen Gilda Barroso Tavares Dias

ABRIL/2006

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
CENTRO TECNOLÓGICO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

VERA LÚCIA DIAS DA SILVA

**COMPORTAMENTO MECÂNICO E DE FLAMABILIDADE DE COMPÓSITO DE
POLIPROPILENO RECICLADO COM FIBRA DE COCO E HIDRÓXIDO DE
ALUMÍNIO**

**DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO APRESENTADA AO PROGRAMA
DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECANICA DA UNIVERSIDADE
FEDERAL DO PARÁ, EM 02/05/2006.**

BANCA EXAMINADORA:

Prof^ª. Dr^ª. Carmen Gilda Barroso Tavares Dias
Universidade Federal do Pará/PPGEM - Orientadora

Prof. Dr. Fernando Antônio de Sá
Universidade Federal do Pará/PPGEM – Membro

Prof. Dr. Roberto de Freitas Neves
Universidade Federal do Pará/PPGGC – Membro

ABRIL/2006

**A minhas irmãs Wânia Dias e
Valéria Dias.**

AGRADECIMENTOS

A Deus pela oportunidade e sabedoria suprema.

À prof^a. Dr^a. Carmen Gilda, pela sua orientação, motivação e dedicação na preparação deste trabalho.

À ALUNORTE, pelo fornecimento do hidróxido de alumínio e dados fornecidos.

À ALBRAS, pela doação do ligante.

Ao Centro de Geociências da UFPA, onde foram realizadas análises por difração de raios X em materiais usados nesta dissertação.

Ao Prof. Dr. Roberto de Freitas Neves, por ter despertado o interesse à pesquisa.

À prof^a. Dr^a. Sílvia Flores pelo acompanhamento na jornada acadêmica e científica.

Ao Prof. Dr. Hilton Costi do Centro de Pesquisa do Museu, pela realização das micrografias obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura.

Ao prof. Dr. José Roberto Zamian do Departamento de Química da UFPA pelas análises no infravermelho.

Aos funcionários Max e Marco, do Laboratório de Engenharia Química da UFPA, pelos serviços prestados nas análises granulométricas.

Aos Mestres Alacy Rodrigues, Arildomá Peixoto, Núbia Santos e Olinda Neves, pelas contribuições valiosas na elaboração deste trabalho.

Aos colegas do grupo de Eco-Compósitos pelo mútuo estímulo e opiniões, em especial a minha amiga Aline Corecha e Benedito Bitencourt.

Aos professores, funcionários e colegas do Departamento de Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da UFPA, pelo apoio e colaboração à conquista deste ideal.

**Feliz é o homem que acha sabedoria, e
o homem que adquire entendimento.**

(Prov. 2:13)

RESUMO

A reciclagem de plásticos tem sido uma possibilidade interessante para minimizar o problema de destino dos resíduos plásticos. O polipropileno (PP) está entre os tipos de polímeros de maior consumo, portanto a reutilização deste material tem possibilitado o desenvolvimento de estudos de grande relevância científica e social. Este polímero apresenta excelente relação custo/benefício, além de ser facilmente conformável e exibir propriedades mecânicas que o torna útil em várias aplicações. Entretanto, esse material ao ser queimado gera produtos que agem como combustíveis de modo que, para alguns usos, boa resistência à chama é necessária. Isso pode ser obtido pela adição de retardante de chama, que tem o propósito de aumentar a resistência desse material à ignição e, ao mesmo tempo, reduzir a velocidade de propagação da chama. O hidróxido de alumínio, ou simplesmente hidrato de alumina, é o agente retardante de chama mais utilizado no mercado, pois, age também como supressor de fumaça e não libera gases tóxicos durante a queima. No entanto, para tais propriedades, altas concentrações de alumina hidratada são necessárias. Isto causa deterioração nas propriedades físicas dos materiais, por não ter caráter reforçante. As fibras naturais possuem boa capacidade de reforço quando combinadas adequadamente com polímeros. Apresentando também vantagens como baixo custo, baixa densidade, biodegradabilidade e na combustão não emana gases tóxicos. Neste trabalho, misturas contendo alumina hidratada e fibras de coco foram incorporadas ao polipropileno com o objetivo de se encontrar um balanço adequado de propriedades para utilização deste compósito com características de resistência à chama e desempenho mecânico. Os compósitos foram moldados por compressão a quente e caracterizados por IV, DRX, MEV, testes mecânicos e de inflamabilidade. Foi observado aumento no módulo de elasticidade dos compósitos em geral, bem como aumento na resistência a tenacidade do compósito PP/fibra de coco em relação ao PP puro. Os resultados indicaram a eficiência da alumina hidratada como antichama, em todos os compósitos, exceto PP/F, classificando os materiais como V-0 segundo a norma internacional *UL 94V*.

PALAVRAS-CHAVES: polipropileno; hidróxido de alumínio; fibra de coco; propriedades mecânicas; inflamabilidade.

ABSTRACT

The plastic recycling has been an interesting possibility to minimize the destiny problem of the plastic residues. The polypropylene (PP) is enters the types polymers of larger consumption, therefore the utilization of this material has been enabling the studies development of great scientific and social relevance. This polymer presents excellent cost-performance relation, besides can be easily conformed and to exhibit mechanical properties that turns it useful in several applications. However, this material when being burnt generates products that act as combustible so that, for some uses, flame resistance good is necessary. This can be gotten by flame retardant addition, that has the intention to increase the resistance of this material to the ignition and, at the same time reducing the propagation speed of the flame. The aluminium hydroxide, or simply alumina hydrate, is the flame retardant agent used most in the market, therefore it also acts as smoke suppressant and it does not liberate toxic gases during the burning. However, for such properties, high alumina hydrate concentrations are necessary. This causes deterioration in the physical properties of the materials for not have reinforcing character. The natural fibres own good reinforcement capacity when combined adequately with polymers. Also presenting advantages as low cost, low density, biodegradability and in the combustion does not emanate toxic gases. In this work, mixtures contend alumina hydrate and coco fibres had been incorporated polypropylene with the objective of if finding an properties rocking adequate for use of this composite with characteristics flame resistance and mechanical performance. The composites were molded by hot compression and characterized by IV, DRX, MEV, mechanical and non-flammability tests. Increase in the elasticity modulus of the composites in general was observed, as well as increase in the tenacity resistance of the PP/coco fiber composite regarding pure PP. The results had indicated the efficiency of alumina hydrate as it flame retardant, in all the composites, except PP/F, classifying the materials as V-0 according to international norm UL 94V.

KEYWORDS: polypropylene; aluminium hidroxide; coco fiber; mechanical properties; non-flammability.

LISTA DE TABELAS

	p.
Tabela 2.1 Propriedades do polipropileno isotático, sindiotático e atático	24
Tabela 2.2 Propriedades típicas e composição química das aluminas calcinadas normais	30
Tabela 2.3 Propriedades mecânicas do polipropileno comercial	52
Tabela 2.4 Caracterização físico-química dos compósitos de matriz de polipropileno	54
Tabela 3.1 Formulação das misturas	65
Tabela 3.2 Parâmetros de processamento via moldagem por compressão a quente	67
Tabela 4.1 Análise granulométrica do polipropileno	73
Tabela 4.2 Temperatura como parâmetro de processamento do PP comercial	75
Tabela 4.3 Análise química da alumina trihidratada	76
Tabela 4.4 Análise granulométrica da alumina trihidratada	77
Tabela 4.5 Área Específica BET das Aluminas	79
Tabela 4.6 Dados de difração de raios X da ATH	81
Tabela 4.7 Características técnicas da fibra de coco	83
Tabela 4.8 Propriedades mecânicas dos materiais	92

LISTA DE FIGURAS

	p.	
Figura 2.1	Produtos da bauxita, fonte de alumina Bayer	24
Figura 2.2	Artefatos com fibras de coco	35
Figura 2.3	Ilustração dos constituintes do coco	37
Figura 2.4	Análise termogravimétrica (ATG) das fibras de coco	38
Figura 2.5	Superfície de uma fibra de coco sem tratamento (a); tratada (b)	39
Figura 2.6	Morfologia de fratura do compósito com fibras de coco tratadas	39
Figura 2.7	Consumo mundial de agentes antichama no ano 2000	45
Figura 2.8	Representação esquemática dos estágios de combustão	46
Figura 3.1	Garrafas de polipropileno	55
Figura 3.2	Fibras de coco	56
Figura 3.3	Fluxograma do processo de obtenção dos compósitos	58
Figura 3.4	Fragmentos da garrafa de PP (a) gargalo, (b) lateral, (c) base	59
Figura 3.5	Moinho de facas	59
Figura 3.6	Partículas de polipropileno com umidade	60
Figura 3.7	Microscópio Ótico	61
Figura 3.8	Aparelho de difração de raios X	62
Figura 3.9	Sistema automático para medição de superfície específica	63
Figura 3.10	Aparelho de infravermelho	64
Figura 3.11	Agitador mecânico	66
Figura 3.12	Esquema para moldagem por compressão a quente (a) chapa inferior, (b) moldura, (c) chapa superior	67
Figura 3.13	Teste esquemático para o ensaio de queima vertical UL 94 (dimensões em mm)	69

Figura 3.14	Ensaio de tração do compósito, durante sua realização	70
Figura 3.15	Máquina de impacto para ensaio Charpy	71
Figura 3.16	Microscópico eletrônico de varredura	72
Figura 4.1	Distribuição granulométrica do polipropileno	74
Figura 4.2	Tamanho e formas das partículas	75
Figura 4.3	Distribuição granulométrica do hidróxido de alumínio Bayer - gibsita	78
Figura 4.4	Espectro de infravermelho das aluminas	79
Figura 4.5	Difratograma de raios X da amostra de alumina hidratada	80
Figura 4.6	Difratograma de raios X da amostra do trihidróxido Bayer	81
Figura 4.7	MEV da ATH: (a) 1,00X; (b) 1,00X; (c) 1,43X; (d) 513X	82
Figura 4.8	MEV da fibra de coco (a) Fratura em tração; (b) superfície	83
Figura 4.9	Placas moldadas via compressão a quente de PP (a) pressão manual a 190 ⁰ C; (b) 10 MPa a 190 ⁰ C; (c) 10 MPa a 200 ⁰ C; (d) 32 MPa a 200 ⁰ C	85
Figura 4.10	Materiais compósitos moldados por compressão a quente: (a) PP/ATH; (b) PP/F	86
Figura 4.11	Resistência à tração do PP e compósitos	88
Figura 4.12	Resistência à compressão do PP e compósitos	89
Figura 4.13	Módulo de elasticidade do PP e compósitos	90
Figura 4.14	Resistência ao impacto do polipropileno e dos compósitos	91
Figura 4.15	Morfologia das fraturas de PP obtidas em ensaio de tração em várias resoluções	94
Figura 4.16	Morfologia das fraturas do compósito PP/ATH	94
Figura 4.17	Morfologia das fraturas do compósito PP/ATH/AM obtidas em ensaio de tração em várias resoluções	96
Figura 4.18	Mecanismos de fratura do compósito de PP/F	97

Figura 4.19	Morfologia das fraturas do PP (a-b); PP/ATH/AM (c-d); PP/ATH (e-f), obtidas em ensaios de compressão	98
Figura 4.20	Morfologia das fraturas do compósito polipropileno obtidas em ensaios de impacto em várias resoluções	100
Figura 4.21	Morfologia das fraturas: (a-b) PP/ATH/F; (c-d) PP/ATH/F/B	101
Figura 4.22	Corpos de prova para o teste UL-94V: (a) PP; (b) PP/ATH; (c) PP/ATH/AM; (d) PP/ATH/B; (e) PP/ATH/F/B	102
Figura 4.23	Corpos de prova para o teste UL-94V: (a) PP; (b) PP/ATH; (c) PP/ATH/AM; (d) PP/ATH/B; (e) PP/ATH/F/B	103
Figura 4.24	Morfologia das fraturas do compósito PP/ATH após ensaio de inflamabilidade	104
Figura 4.25	Difratograma de polipropileno	104
Figura 4.26	Difratogramas de raios X do PP, ATH e do compósito PP/ATH	105
Figura 4.27	Difratogramas de raios X do PP/ATH modificado	106
Figura 4.28	Espectro de FT-IR do PP e dos compósitos PP/ATH e PP/ATH modificada com anidrido maleico	108
Figura 4.29	Espectro de FT-IR do PP e do anidrido maleico	108

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ASTM	American Society for Testing and Materials
ALBRAS	Alumínio Brasileiro S/A
ALUNORTE	Alumina do Norte S/A
ATG	Análise termogravimétrica
ATH	Alumina trihidratada
AM	Anidrido maleico
B	Binder
DRX	Difração de raios X
DEQ	Departamento de Engenharia Química
ϵ	Deformação
F	Fibra
Mg(OH) ₂	Hidróxido de magnésio
FT-IR	Infravermelho por Transformada de FOURIER
GPa	Giga Pascal
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MPa	Mega Pascal
E _T	Modulo de elasticidade na tração
E _C	Modulo de elasticidade na compressão
N	Newton
POEMA	Programa de Pobreza e Meio Ambiente na Amazônia
%	Percentual
PP	Polipropileno
KJ	KiloJoule
rpm	Rotações por minutos
σ_T	Resistência à tração
σ_C	Resistência à compressão
RI	Resistência ao impacto
UFPA	Universidade Federal do Pará

SUMÁRIO

	p.
1 INTRODUÇÃO	18
1.1 ANTECEDENTES	20
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	20
2 REVISÃO DA LITERATURA	21
2.1 A IMPORTÂNCIA DOS MATERIAIS POLIMÉRICOS	21
2.2 AVALIAÇÃO NAS CARACTERÍSTICAS DOS POLÍMEROS	22
2.3 POLIPROPILENO	23
2.3.1 Polipropileno isotático	24
2.3.2 Aplicabilidade do polipropileno	25
2.4 MATERIAIS CERÂMICOS	26
2.4.1 Hidróxido de alumínio	27
2.4.2 Propriedades e composição química das aluminas especiais	30
2.5 MATERIAIS COMPÓSITOS POLIMÉRICOS	31
2.6 CARGAS INORGÂNICAS PARA MATERIAL COMPÓSITO	33
2.7 FIBRAS VEGETAIS COMO CARGA DE REFORÇO EM COMPÓSITOS POLIMÉRICOS	34
2.7.1 Fibra de coco	36
2.8 RETARDANTES DE CHAMA	40
2.8.1 Tipos e modo de atuação dos retardantes de chama	41
2.8.2 Campo de atuação e consumo dos antichamas	45
2.9 O PROCESSO DE COMBUSTÃO DOS POLÍMEROS	46
2.10 TESTE DE INFLAMABILIDADE UL 94 V (UNDERWRITERS LABORATORIES)	49
2.11 AGENTE DE ACOPLAGEM	50
2.12 CARACTERÍSTICAS MECÂNICAS DO POLIPROPILENO COMERCIAL E COMPÓSITOS	51
3 MATERIAIS E MÉTODOS	55
3.1 MATERIAS	55
3.1.1 Polipropileno como matriz polimérica	55
3.1.2 Alumina hidratada como retardante de chama	56
3.1.3 Agente de acoplagem ou compatibilizante	56

3.1.4 Fibras de coco como reforço em matriz polimérica	56
3.2 MÉTODOS	57
3.2.1 Aquisição das garrafas plásticas	57
3.2.2 Lavagem e secagem das garrafas plásticas	57
3.2.3 Moagem do polipropileno	57
3.2.4 Classificação do polipropileno	60
3.2.5 Avaliação do tamanho e formas das partículas do polipropileno	60
3.2.6 Ponto de fusão do polipropileno	61
3.2.7 Seleção das fibras de coco	61
3.2.8 Análise química da alumina hidratada	62
3.2.9 Área específica (BET)	62
3.2.10 Granulometria da alumina hidratada	63
3.2.11 Espectro no infravermelho dos materiais	64
3.2.12 Medida da densidade aparente dos materiais	64
3.2.13 Formulação e homogeneização dos materiais	65
3.2.14 Moldagem por compressão a quente dos materiais	66
3.2.15 Ensaio de inflamabilidade dos compósitos	68
3.2.16 Ensaio mecânicos dos compósitos	69
3.2.16.1 Ensaio de tração	69
3.2.16.2 Ensaio de compressão	70
3.2.16.3 Ensaio de impacto Charpy	71
3.2.17 Caracterização das fraturas dos compósitos	72
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	73
4.1 CARACTERIZAÇÃO DO POLIPROPILENO	73
4.1.1 Análise Granulométrica	73
4.1.2 Avaliação do tamanho e forma das partículas de polipropileno	74
4.1.3 Avaliação da fluidez do polipropileno	75
4.2 CARACTERIZAÇÃO DA ALUMINA TRIHIDRATADA	76
4.2.1 Análise Química	76
4.2.2 Análise Granulométrica	77
4.2.3 Espectro no Infravermelho com transformada de Fourier	78
4.2.4 Área Específica (BET)	79
4.2.5 Difração de raios X da alumina hidratada	80

4.2.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da alumina trihidratada	82
4.3 CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE COCO	83
4.4 PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS	84
4.4.1 Avaliação dos parâmetros de processamento em moldagem via compressão a quente	84
4.4.2 Efeito da formulação e homogeneização das misturas	85
4.5 ENSAIOS MECÂNICOS	87
4.5.1 Resistência à tração	88
4.5.2 Resistência à compressão	88
4.5.3 Módulo de elasticidade dos materiais	89
4.5.4 Resistência ao impacto	90
4.5.5 Média percentual e desvio padrão das propriedades mecânicas dos materiais	91
4.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DAS FRATURAS DOS CORPOS DE PROVA	92
4.6.1 Morfologia das fraturas obtidas em ensaios de tração	92
4.6.1.1 Morfologia das fraturas do polipropileno	93
4.6.1.2 Morfologia das fraturas do compósito PP/ATH	93
4.6.1.3 Morfologia das fraturas do compósito PP/ATH/AM	95
4.6.1.4 Morfologia das fraturas do compósito polipropileno/fibra de coco (PP/F)	96
4.6.2 Morfologia das fraturas obtidas em ensaios de impacto Charpy	97
4.6.3 Morfologia das fraturas obtidas em ensaios de compressão	99
4.7 ENSAIO DE INFLAMABILIDADE	101
4.8 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DO COMPÓSITO PP/ATH APÓS ENSAIO DE INFLAMABILIDADE	103
4.9 DIFRAÇÃO DE RAIOS X	104
4.10 ESPECTRO NO INFRAVERMELHO	106
5 CONCLUSÕES	109
SUGESTÕES	111
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	112

1 INTRODUÇÃO

O grande interesse atual no desenvolvimento de materiais poliméricos pode ser justificado com base em dois fatores principais: o significativo crescimento da utilização dos polímeros e a possibilidade de, por aditivação, modificar amplamente os seus desempenhos, em termos de propriedades e características finais obtidas (MOREIRA *et al.*, 1991; UNAL, 2004), bem como na redução de custos (MASSON *et al.*, 2003; CORREA *et al.*, 2003). Entre os aditivos, por exemplo, podem ser citados os compatibilizantes (CHIANG; HU, 2001; HALVORSON *et al.*, 2003), fungicidas, antioxidantes (SIQUEIRA *et al.*, 2001) e retardantes de chama (HERGENROTHER *et al.*, 2005; SAIN *et al.*, 2004).

Além do aspecto tecnológico e econômico, um outro aspecto importante é o ambiental (JOSE *et al.*, 2004). A exigência da sociedade por produtos derivados de fontes renováveis e que não agridem o ambiente; conhecidos como materiais “ecologicamente corretos”, contribuem para que o setor industrial se conscientize da importância do ciclo de vida do produto, origem das matérias primas, minimização de resíduos em aterros, dentre outros (ARBELAIZ *et al.*, 2005; CORREA *et al.*, 2003). Neste contexto, a reciclagem de plásticos e a incorporação de fibras naturais como reforço em compósitos termoplásticos vem se fortalecendo. Assim, diversas fibras vegetais têm sido utilizadas em diferentes países, sendo que as mais utilizadas em compósitos poliméricos são as de juta, sisal, bagaço de cana, madeira e coco (BAIARDO *et al.*, 2004; FRANCO; GONZALEZ, 2004).

O emprego de plásticos reciclados, tanto em nível de pesquisa quanto a nível industrial, é bastante significativo como matrizes poliméricas na elaboração de compósitos (HU; ZHANG, 2004). E no conjunto de modificações propostas na aplicação desses materiais poliméricos, há uma grande preocupação com a redução

da inflamabilidade, incluindo os crescentes cuidados com segurança e prevenção da combustão tóxica (LI; QU, 2003; FU; QU, 2004). Pelas crescentes exigências das normas de segurança, em algumas aplicações, a inflamabilidade torna-se uma barreira na utilização de alguns polímeros (JANG *et al.*, 2000; SMITH *et al.*, 2001).

Entre os vários polímeros modificados com retardantes de chama, pode-se fazer referência ao polipropileno, que embora seja um termoplástico de grande importância, como poliolefina não modificada tem baixíssima resistência à chama (JONNA; LYONS, 2005) e, é um dos polímeros mais estudados quando se pretende obter polímeros carregados e/ou reforçados (MASSON *et al.*, 2003).

A literatura tem citado com muita frequência a utilização de hidróxido de alumínio, que atua como carga retardante de chama e supressor de fumaça, em matriz polimérica devido ao seu baixo custo e baixa toxidez (MOREIRA *et al.*, 1991; CANAUD *et al.*, 2001; ZANIN, 1991). No entanto, com relação ao desempenho mecânico, não apresenta melhorias significativas na resistência mecânica das misturas, por funcionar como carga de enchimento (ZHANG *et al.*, 2005).

Uma alternativa para contornar as limitações do uso de hidróxido de alumínio como reforço e antichama é o uso de compatibilizante entre a matriz polimérica e a carga mineral (MOREIRA *et al.*, 1991; CHIANG; HU, 2001; ZHANG *et al.*, 2005). A utilização de um agente compatibilizante aumenta o poder de molhabilidade, em razão das similaridades químicas, e favorece a possibilidade de ligação química entre a carga tratada e o polímero (JONNA; LYONS, 2005).

O presente trabalho aborda uma aplicação alternativa para garrafas pós-consumo de polipropileno contendo hidróxido de alumínio como antichama e fibra de coco como reforço, objetivando a obtenção de um compósito que apresente na sua formulação característica de resistência à chama e desempenho mecânico.

1.1 ANTECEDENTES

Pesquisas destinadas ao aproveitamento de matérias primas regionais, para a elaboração de compósitos com desempenhos mecânicos estão sendo desenvolvidas pelo grupo de Eco-Compósitos do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPA. A elaboração de compósitos a partir de materiais reciclados com fibras vegetais regionais constitui-se em rotas alternativas à conscientização ambiental, valorização de recursos regionais e agregação de valor econômico, por parte do grupo de pesquisa. A utilização de uma metodologia simples e eficaz, que reduza o número de variáveis possíveis durante o processamento, bem como a utilização de materiais disponíveis em nossos laboratórios, justificam o interesse do grupo em minimizar os custos na produção dos compósitos. Dentre os trabalhos desenvolvidos pelo grupo, destaca-se de Costa (2004), que produziu compósitos laminados de polipropileno reciclado utilizando manta de fibras de açai; Santos (2006), que elaborou compósitos com polipropileno reciclado com tecidos de fibras de miriti, guarumã e tucumã; e Rodrigues (2006), o qual desenvolveu compósitos de poliéster/fibra de curauá. Esses compósitos podem ser aplicados em diferentes segmentos industriais como na indústria de móveis e no setor automotivo.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Foram escolhidos como objetivos específicos da presente dissertação:

- obtenção de uma relação temperatura-pressão favorável à moldagem por compressão a quente;
- avaliar a influência de agente de acoplamento na adesão interfacial dos materiais.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 A IMPORTÂNCIA DOS MATERIAIS POLIMÉRICOS

A importância que os materiais poliméricos vêm assumindo a nível mundial no contexto do desenvolvimento tecnológico é indiscutível. Esta é expressa pelo mercado crescente da utilização dos polímeros convencionais, especiais e de engenharia e pela melhoria das propriedades apresentadas por estes materiais (MOREIRA *et al.*, 1991; MASSON *et al.*, 2003).

Novos materiais poliméricos podem ser obtidos através da síntese de novos polímeros ou através da modificação dos polímeros já existentes no mercado. O alto custo envolvido na síntese de novos polímeros e a ampla variedade de materiais com diferentes propriedades, que podem ser obtidos pela modificação de polímeros comerciais têm estimulado profissionais do setor produtivo e acadêmico a investir em pesquisa nesta área (WANG; TANG; QU, 2003).

A possibilidade de modificar amplamente os seus desempenhos é através da adição de cargas, cuja análise é extremamente importante, pois é uma forma de modificar as características de um produto visando uma determinada aplicação ou ampliando o campo de atuação deste material (SRIVASTAVA; KAWADA, 2001; DING *et al.*, 2005).

As propriedades mecânicas de sistemas poliméricos estão entre as mais importantes quando se consideram determinadas aplicações. Isso deve ser creditado ao fato de que, para qualquer condição real de trabalho, propriedades como resistência à tração, módulo de elasticidade, alongamento na ruptura e

resistência ao impacto são necessárias na seleção de um material polimérico (CANAUD *et al.*, 2001).

2.2 AVALIAÇÃO NAS CARACTERÍSTICAS DOS POLÍMEROS

As características morfológicas de polímeros semicristalinos, bem como o nível de cristalinidade, tamanho do esferulito, densidade do cristal, etc. são principalmente governadas pela natureza do polímero em que incluem principalmente flexibilidade, taticidade, reticulação, ramificação, distribuição do tamanho da cadeia e massa molar (LABOUR *et al.*, 2001). A morfologia é também muito influenciada pelo tratamento térmico e pelo processamento. Muitos estudos têm sido desenvolvidos para investigar as influências morfológicas nas propriedades mecânicas (MARERI *et al.*, 1998; WANG *et al.*, 2003).

Um grande problema na investigação das dependências das propriedades em uma dada variável estrutural é manter todos os outros parâmetros constantes. Realmente, mudanças nos tratamentos térmicos geralmente envolvem concomitantes modificações de parâmetros estruturais, então a exatidão real nas mudanças das propriedades é muito difícil de determinar (LABOUR *et al.*, 2001).

A estabilidade térmica é em geral dependente das forças de ligação química na estrutura da cadeia polimérica (HALVORSON *et al.*, 2003). A degradação polimérica ocorre por ruptura das ligações que produzem cadeias de menor massa molar ou reticulação.

Polímeros com alto grau de cristalinidade têm pontos de ebulição relativamente altos. Quanto maior a cristalinidade do material maior o fortalecimento de energia necessária para a fusão e, conseqüentemente, para a degradação. A

fase amorfa necessita de energia menor para a decomposição. Desta maneira, uma cristalinidade maior implica em uma estabilidade térmica maior. A cristalinidade depende, entre outros fatores, da regularidade estrutural e da rigidez, natureza química e orientação da cadeia (MAIA, 2000).

2.3 POLIPROPILENO

Dentre os termoplásticos, o polipropileno é o polímero que mais vem crescendo no mercado (WANG *et al.*, 2003), e é um dos mais estudados quando se pretende obter polímeros carregados e/ou reforçados (JONNA; LYONS, 2005; VELASCO *et al.*, 2002).

Quanto às particularidades, o PP é um poli-hidrocarboneto poliolefínico que apresenta incorporado a sua estrutura grupos funcionais instáveis e reativos. Esses grupos promovem sua degradação quando submetido ao calor e/ou a radiação ultravioleta, através da cisão de cadeia e diminuição acentuada do peso molecular o que reflete inversamente no seu índice de fluidez (ALCÂNTARA *et al.*, 1995).

As propriedades mecânicas do polipropileno são função tanto da estrutura molecular quanto das condições de processamento (THOMADON, 2004). Numerosos estudos são desenvolvidos para avaliar os parâmetros responsáveis pela mudança morfológica do polipropileno e suas influências nas propriedades mecânicas (CORREA *et al.*, 2003).

Dependendo da orientação dos grupos metila pendentes na cadeia polimérica pode haver três formas diferentes de estereoregularidade, que classificam o polipropileno como isotático, sindiotático ou atático. Na configuração isotática todos os grupos metila estão localizados em um lado do plano da cadeia principal. Na

configuração sindiotática os grupos metila pendentes alternam acima e abaixo da cadeia principal e na configuração atática os grupos pendentes estão aleatoriamente dispostos acima e abaixo do plano. Na Tabela 2.1 são apresentadas algumas propriedades do polipropileno isotático, sindiotático e atático.

Tabela 2.1- Propriedades do polipropileno isotático, sindiotático e atático.

Propriedades	Polipropileno		
	Isotático	Sindiotático	Atático
Temperatura de fusão ($^{\circ}\text{C}$)	160-170	130-160	-
Densidade (g/cm^3)	0,92-0,94	0,98-0,91	0,85-0,90
Solubilidade em hidrocarbonetos a 20°C	Nenhuma	Média	Muito alta
Cristalinidade (%)	55-65	50-75	ND*
Resistência à tração (KP/cm^2)	320-350	ND*	ND*

ND – Não Determinado
 Fonte: Maia (2000)

2.3.1 Polipropileno isotático

O polipropileno isotático é um material termoplástico de grande versatilidade, por isso, é usado em muitas aplicações comerciais. Como todo material termoplástico, tem crescido muito seu uso devido as atrativas propriedades nos vários segmentos de aplicações, favorável relação custo/benefício e pela possibilidade de modificação de suas propriedades (SANTOS; PEZZIN, 2003).

O desenvolvimento de compósito de polipropileno isotático com carga mineral é um grande campo de atuação na melhoria das características a nível estrutural (KOTEK *et al.*, 2005).

O polipropileno isotático é bem conhecido pela cristalinidade simultânea em duas formas cristalinas, α e β , suas relações amorfas são determinadas essencialmente pela temperatura de cristalização ou pela taxa de resfriamento,

devido a diferentes nucleação e taxas de crescimento das duas espécies cristalinas. A fase β tem sido valorizada pela maior ductilidade e menores perdas de rigidez em relação à fase α . O controle da relação β/α é modificado pelos tratamentos térmicos apropriados, influenciando assim, os parâmetros morfológicos do polipropileno (LABOUR *et al.*, 2001).

2.3.2 Aplicabilidade do polipropileno

A versatilidade, aplicabilidade e baixo custo do polipropileno têm aumentado sua procura no mercado a nível mundial. Apresenta fácil processabilidade, resistência à corrosão, rigidez mecânica, baixa densidade (JANG; LEE, 2001).

Os principais mercados para o polipropileno incluem produtos de consumo, eletrodomésticos, transportes, embalagens e produtos médicos, entre outros (MOURAD *et al.*, 2005).

Sua insuficiente resistência de impacto à baixa temperatura, limita suas aplicações como plásticos de engenharia (UOTILA *et al.*, 2005). A aplicação de polipropileno tem, entretanto, certas limitações pela sua baixa rigidez e resistência a baixa temperatura. Por outro lado, numerosos estudos têm avançado para proporcionar um balanço na tenacidade, rigidez e resistência do material, em combinação com outros materiais (METIN *et al.*, 2004).

A modificação química do polipropileno é um meio efetivo de introduzir propriedades desejáveis, sem afetar de forma significativa a natureza da cadeia principal do polímero (MAIA, 2000). Além disso, o polipropileno é modificado fisicamente pela adição de cargas de reforço. O polipropileno modificado tem suas maiores aplicações na indústria automobilística na construção de pára-choques,

painéis de instrumentos e em aparelhos elétricos e domésticos (MASSON *et al.*, 2003; MOURAD *et al.*, 2005).

O polipropileno é geralmente transformado em embalagens através da extrusão, da moldagem por injeção (WEIDENFELLER *et al.*, 2005; NOGUEIRA *et al.*, 1999) e por sopro, ou ainda, pela prensagem a quente (ALCÂNTARA *et al.*, 1995; NOGUEIRA *et al.*, 1999).

2.4 MATERIAIS CERÂMICOS

Com o crescente desenvolvimento industrial, a busca de novos materiais de melhor desempenho tem sido ampliada. A utilização de materiais cerâmicos tem sofrido grande impulso, e entre eles os das cerâmicas especiais, como as com aluminas de alta pureza (> 99%), que têm suas aplicações práticas estendidas a diversos ramos das indústrias (ZHAO *et al.*, 2003; ELSEBROCK *et al.*, 2004).

É crescente a preocupação com os estágios preliminares do processamento cerâmico, pois problemas atribuídos a estes estágios dificilmente são corrigidos nas etapas posteriores. Sendo assim, pesquisas em processamento e caracterização de aluminas são necessárias, pois fornecem subsídios que permitem manter a qualidade desejada a custos aceitáveis (BOSCHI, 1996). A produção de alumina que apresentem o tipo de produto que se deseja obter, envolve parâmetros, tais como: características do pó; pureza química; tamanho e distribuição granulométrica (HE; MA, 2001); forma das partículas; técnicas de conformação; taxa e tempo de aquecimento; dentre outros (COSTA *et al.*, 1996).

As cerâmicas de alta alumina vêm encontrando utilização em vários campos. O desempenho prático mais importante destes materiais é o de suportarem cargas

mecânicas em aplicações estruturais, muitas vezes em temperaturas elevadas, com um mínimo de desgaste; alta resistência mecânica, que se mantém a altas temperaturas; baixa densidade; condutividade térmica superior à da maioria dos óxidos cerâmicos; alta resistência à corrosão; propriedades nucleares e catalíticas (NOVAK *et al.*, 2001; ASMANI *et al.*, 2001; RAO *et al.*, 2003). Devido estas propriedades, a alumina é utilizada em diversos processos industriais, como: revestimento de fornos para altas temperaturas, peças para motores e instrumentos de precisão, componentes magnéticos, equipamentos químicos, cadinhos, meios de moagem, como biomateriais, dentre outras aplicações (DUAILIBI FILHO; ROCHA, 1988).

2.4.1 Hidróxido de alumínio

A alumina ocorre na natureza como componente de muitas rochas e minerais, e também como óxidos ou hidróxidos. A bauxita é o mineral mais comum para a produção de alumina e de alumínio. A classificação industrial de bauxita depende dos teores de Al_2O_3 e SiO_2 , e da espécie mineralógica do hidróxido de alumínio presente, sendo os melhores graus os que têm maior teor de Al_2O_3 e menor teor de SiO_2 (DARRAGH, 1982). A maioria das bauxitas é refinada pelo processo Bayer. E seus numerosos produtos comerciais estão identificados na Figura 2.1.

Na natureza e sinteticamente são conhecidos 5 hidróxidos de alumínio com estrutura cristalina e uma forma não cristalina. Os hidróxidos cristalinos são compostos por três trihidróxidos (Gibsite, Baierita e Nordestrandita) de fórmula $\text{Al}(\text{OH})_3$ e dois monohidróxidos de fórmula AlOOH (Boemita e Diásporo).

O hidróxido de alumínio produzido no processo Bayer é constituído da fase cristalina gibsita, este hidróxido (alumina trihidratada) é calcinado em grandes fornos rotativos ou em leito fluidizado a uma temperatura entre 959⁰C a 1200⁰C para ser transformado em alumina-alfa (alumina calcinada) (DARRAGH, 1982; HELMBOLDT, 1985).

O termo alumina trihidratada, ou mesmo, alumina hidratada ambos baseados na descrição $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, são considerados incorretos, visto que a estrutura cristalina da gibsita não contém água molecular. Tecnicamente, o correto seria hidróxido de alumínio e a fórmula seria apresentada por $\text{Al}(\text{OH})_3$. Contudo, o termo usualmente empregado é alumina trihidratada (MOREIRA *et al.*, 1991).

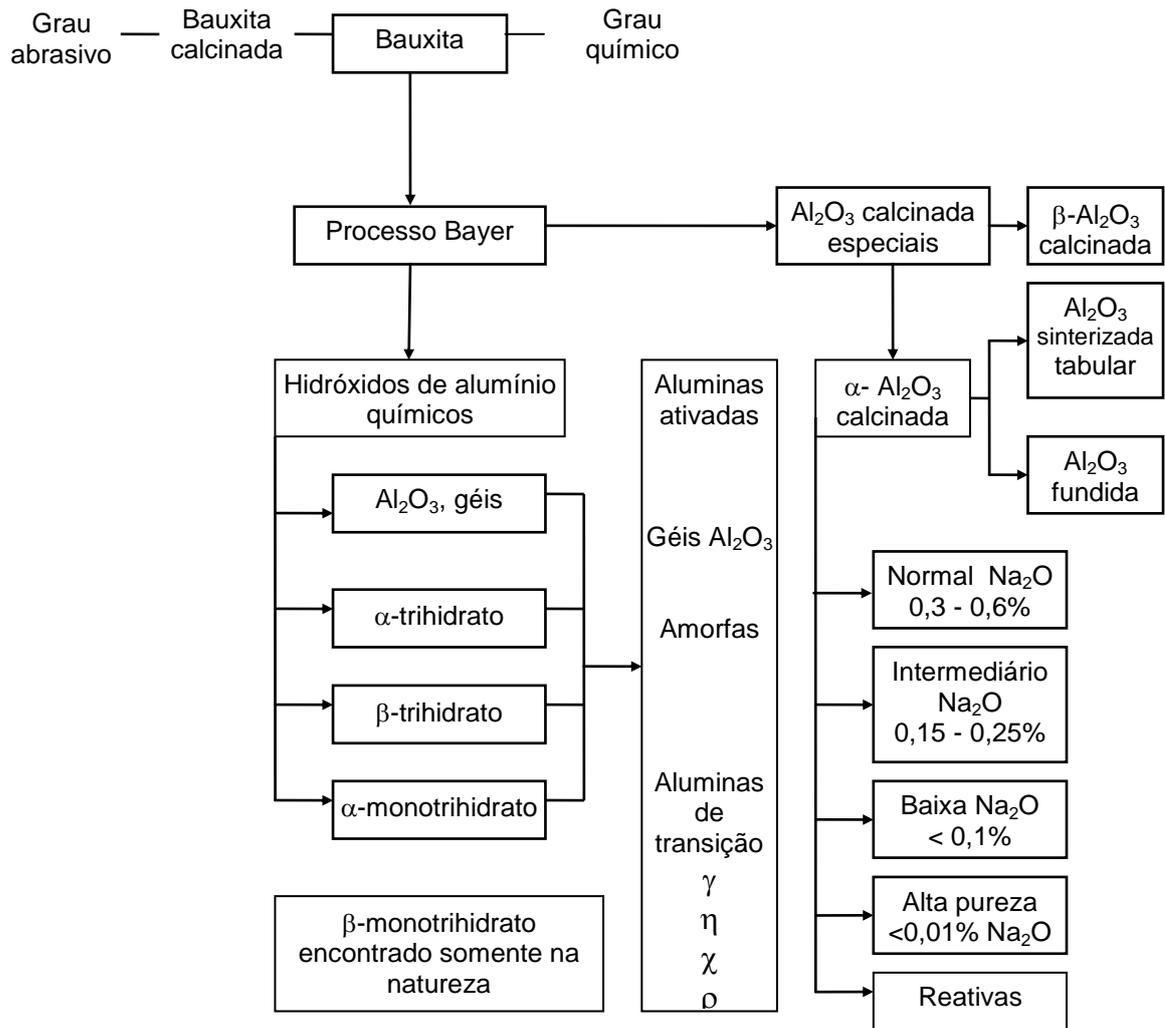


Figura 2.1- Produtos da bauxita, fonte de alumina Bayer (DARRAGH, 1982).

São encontrados diferentes caminhos, fases e propriedades no processo de obtenção de alumina-alfa. As aluminas que apresentam formas de transição até a cristalização da alumina-alfa, recebem o nome de aluminas de transição e são designadas pelas letras gregas: gama, delta, teta, chi e kapa, que estão associadas principalmente à temperatura de calcinação, atmosfera presente durante a calcinação, tipo e granulometria do hidróxido de partida (DARRAGH, 1982; RUAN *et al.*, 2002).

As aluminas calcinadas ou especiais Bayer podem ser largamente categorizadas de acordo com o conteúdo de soda e tamanho das partículas. Além dos níveis de soda das aluminas calcinadas normais (0,3-0,6% Na₂O) também são computados graus intermediários (0,15-0,25% Na₂O) e de baixa soda (<0,1% Na₂O). Aluminas calcinadas de alta pureza apresentam teores de soda menor que 0,008% e de Al₂O₃ normalmente de 99,95%. A maioria das aluminas calcinadas de alta pureza apresentando teores acima de 99,9% são provenientes de sais de alumínio e não do processo Bayer (MARTELLI, 1997; RODRIGO *et al.*, 2002).

2.4.2 Propriedades e composição química das aluminas especiais

As propriedades típicas e composição química das aluminas calcinadas normais são apresentadas na Tabela 2.2 (SILVA, 2005).

Tabela 2.2 - Propriedades típicas e composição química das aluminas calcinadas normais

Alumina Calcinada normal	Kaiser C-70	Alcan C-1	Alcoa C-13	Kaiser C-1	VAW 103-60	Martins-werk PN	Show a A-14	Alcoa A-12	Kaiser C-5R
Tamanho final do cristal (µm)	<1,0	<1,0	<1,0	<1,0	0,3		0,3	3-5	4-6
Área superficial (m ² /g)			6-12		6	8-15	5	0,5	
Al ₂ O ₃ (% peso)	98,5	99,3	99,2	99,2	99,1	99,3	99,7	99,4	99,4
Na ₂ O (% peso)	0,45	0,55	0,25	0,45	0,3	0,5	0,3	0,25	0,45
SiO ₂ (% peso)	0,01	0,03	0,02	0,01	0,03	0,03	0,02	0,02	0,01
Fe ₂ O ₃ (% peso)	0,01	0,03	0,04	0,01	0,03	0,03	0,01	0,04	0,01
Perda na ignição (%)	0,9	1,0	0,4	0,35	0,4		0,3	0,2	0,1
Al ₂ O ₃ alfa (%)			65-90		80	>80		98	

2.5 MATERIAIS COMPÓSITOS POLIMÉRICOS

Nos últimos anos tem sido bastante significativa a atenção dada aos compósitos poliméricos, tanto no nível de pesquisa quanto a nível industrial. Estes podem ser definidos como sendo a combinação de dois ou mais materiais, quais sejam: elementos de reforço e/ou cargas unidas por uma matriz polimérica, diferindo em forma e/ou composição. Os componentes retêm suas identidades individuais, podendo ser fisicamente identificados apresentando, porém, uma interface entre eles, o que lhes confere uma atuação em conjunto na aplicação final do compósito (HUSIC *et al.*, 2005; NOGUEIRA *et al.*, 1999).

O material compósito pode ser constituído de uma ou mais fases contínuas e uma ou mais fases dispersas. A matriz é definida como a fase que preenche todo o espaço da estrutura do compósito sem sofrer descontinuidade. A fase dispersa pode ser particulada ou fibrosa. A fase fibrosa é muito utilizada quanto carga de reforço (MASSON *et al.*, 2003; CORREA *et al.*, 2003; SANTOS; PEZZIN, 2003). As mais diversas combinações de matriz e reforço têm sido atualmente estudadas objetivando obter propriedades que tenham utilização industrial (HUSIC *et al.*, 2005).

Quando a combinação do reforço e da matriz polimérica confere ao compósito obtido menor valor de massa específica e maior valor de resistência mecânica e rigidez esses materiais são denominados compósitos poliméricos avançados. Essas características, somadas aos maiores valores de resistência à fadiga e à corrosão, têm permitido uma grande utilização deste tipo de compósito na indústria aeronáutica, atendendo às crescentes exigências em serviço das aeronaves (NOGUEIRA *et al.*, 1999).

O universo das possíveis aplicações dos compósitos poliméricos avançados não se restringe somente ao setor aeronáutico, podendo-se mencionar aplicações nas áreas espacial, automobilística, náutica e biomédica. Como exemplos podem ser citados: estruturas de satélites e de veículos lançados de satélites, protetores de carter, suporte de assentos, cascos de embarcações e próteses ortopédicas, entre outros (CORREA *et al.*, 2003; NOGUEIRA *et al.*, 1999; BITTMAN, 2004).

Os compósitos poliméricos termoplásticos são, por sua vez, constituídos por uma matriz polimérica termoplástica e por elementos de reforço. A seleção entre as várias opções de materiais, tanto a matriz quanto o reforço, está condicionada a fatores como desempenho, custo, condições de processamento e disponibilidade (NOGUEIRA *et al.*, 1999).

A procura de compósitos com fibra natural em várias aplicações, está em crescimento, devido as vantagens ecológicas e econômicas destes em relação aos compósitos convencionais (SAIN *et al.*, 2004; ARBELAIZ *et al.*, 2005). Entretanto, a principal desvantagem da utilização de fibras natural é a sua natureza hidrofílica que diminui a compatibilidade com matrizes poliméricas hidrofóbicas durante a fabricação do compósito. Isso pode acarretar microfissuras no compósito e redução nas propriedades mecânicas (UNAL, 2004; CANTERO *et al.*, 2003).

As propriedades mecânicas dos compósitos, em que a fase dispersa é um material fibroso dependem de alguns fatores, tais como, fração volumétrica, razão de aspecto, distribuição e orientação das fibras, adesão interfacial entre a fibra e a matriz, composição química da matriz polimérica e das fibras (LIU; TANAKA, 2003).

A adesão entre as fibras vegetais e a matriz de polipropileno é obtida mediante a adição de agentes compatibilizantes ou de acoplagem, que melhoram a

adesão entre a fibra e a matriz, como também a melhor dispersão das fibras na matriz (ARBELAIZ *et al.*, 2005; CANTERO *et al.*, 2003).

O efeito do conteúdo de fibras nas propriedades mecânicas dos compósitos poliméricos é de grande significância. Tem sido observado que um aumento no conteúdo das fibras leva a um aumento na resistência e módulo, e também na tenacidade da matriz (JANG; LEE, 2001).

O polipropileno é o polímero termoplástico mais usado com cargas minerais. A incorporação de cargas minerais em termoplásticos é bem estabelecida e tem sido amplamente estudada. Algumas cargas minerais atuam como agentes nucleantes nos polímeros, conseqüentemente, a fase do polipropileno no compósito poderá apresentar propriedades anisotrópicas (VELASCO *et al.*, 2002).

2.6 CARGAS INORGÂNICAS PARA MATERIAL COMPÓSITO

As cargas são comumente adicionadas em resina termoplásticas comerciais por razões econômicas e também pela favorável modificações nas propriedades como, rigidez, resistência à tração, estabilidade dimensional e molhabilidade (UNAL, 2004; NOGUEIRA *et al.*, 1999).

As cargas particuladas podem ser definidas como materiais sólidos, que são adicionados aos polímeros em quantidades suficientes para reduzir custos e/ou alterar as duas propriedades físicas e/ou mecânicas.

Os compósitos particulados são freqüentemente encontrados em compósitos de matriz cerâmica e metálica, em que a introdução de partículas visa o aumento na dureza do material e da tenacidade à fratura. Entretanto, para matrizes poliméricas a introdução de partículas, geralmente, não leva a um aumento substancial das

propriedades mecânicas do polímero. Este fato ocorre, pois as tensões não são efetivamente transferidas da matriz para entidades esféricas dotadas de pequena área superficial. Além disso, as partículas também podem atuar como agentes nucleantes de trincas e assim contribuir para a redução da resistência mecânica dos compósitos (UNAL, 2004; MASSON *et al.*, 2003).

As cargas inorgânicas mais usadas em polímeros são carbonato de cálcio, caulim, talco, entre outras (MARERI *et al.*, 1998). Em geral, as fibras tipicamente usadas em compósitos em matrizes poliméricas como reforço são as fibras de vidro, carbono e boro (VELASCO *et al.*, 2002).

2.7 FIBRAS VEGETAIS COMO CARGA DE REFORÇO EM COMPÓSITOS POLIMÉRICOS

Recentemente, fibras naturais estão sendo usadas em compósitos poliméricos (CORREA *et al.*, 2003; CANTERO *et al.*, 2003; JANG *et al.*, 2000). É crescente o interesse na utilização de materiais lignocelulósicos, principalmente de fibras vegetais (sisal, juta, coco, banana, curauá), como reforço em compósitos de matriz termofixa e/ou termoplástica. Compósitos com fibras vegetais podem ser aplicados em diferentes segmentos industriais como na construção civil, indústria de móveis e no setor automotivo onde já existe um mercado consolidado (MUELLER, KROBJILOWSKI, 2003). Portas e partes laterais de carros de passeio a caminhões já são feitas de compósitos com fibras vegetais (DAHLKE *et al.*, 1998; SCHUH; GAYER, 1996). A Volkswagen, por exemplo, utiliza fibras de curauá (originária da Amazônia) no teto do modelo FOX, um dos seus lançamentos de 2004. A Figura 2.2 mostra alguns artefatos elaborados com fibras de coco da empresa Poematec – Fibras Naturais da Amazônia.



Figura 2.2 – Artefatos com fibras de coco (MOURA, 2001)

O interesse por estes compósitos está relacionando às propriedades e características das fibras vegetais, podendo-se destacar: baixo custo, baixa densidade, flexibilidade no processamento e uso de sistemas simples quando o tratamento de superfície se necessário. Além disso, as fibras vegetais são fontes renováveis, disponíveis, não-abrasivas, porosas, viscoelásticas e biodegradáveis.

As fibras naturais como de juta e sisal têm sido usadas em muitas aplicações como cordas, mantas e fios quando combinadas com diferentes plásticos, como PVC, PP e PE têm largas aplicações (SILVA; MERCADANTE, 2002; TITA *et al.*, 2002).

Fibras de lignocelulose são tipos de compósitos biopoliméricos, com os seguintes componentes em diferentes proporções, dependendo das espécies consideradas: celulose, hemicelulose, lignina e outros componentes em pequenas proporções. Esses polímeros são os constituintes básicos da parede celular e são responsáveis pela maioria das propriedades físicas e químicas, como: a instabilidade dimensional da mistura, biodegradabilidade, flamabilidade, termoplasticidade,

degradabilidade pela luz ultravioleta, ácido e bases (PLACKETT *et al.*, 2003; LEAO *et al.*, 1998).

Os lignocelulósicos podem ser combinados com uma ou mais substâncias, usando algum tipo de matriz, resultando em um material compósito. Esses compósitos podem ser designados se baseado em seu destino final sobre os mais importantes aspectos, como: custos, aceitabilidade, renovável, reciclabilidade e ambientalmente aceitável (PEREIRA *et al.*, 2004; TITA *et al.*, 2002).

As fibras de lignocelulose reciclável podem ser usadas como carga de reforço em compósito com poliolefinas.

A baixa resistência ao impacto dos compósitos com poliolefinas contendo hidróxidos metálicos pode ser compensada pela adição de elastômeros. Por exemplo, a adição de um copolímero de etileno e acetato de vinila (EVA) resulta em uma maior adesão interfacial, porém as propriedades retardantes de chama e supressoras de fumaça só aumentam até um limite da concentração de EVA, após a qual diminuem.

Os plásticos recicláveis podem ser usados como matrizes produzindo uma alta performance – material compósito de baixo custo. Também pode ser usada como carga de reforço em compósitos termoplásticos, em que poderá elevar a resistência, dureza, etc., embora um decréscimo na resistência ao impacto seja esperado (ZATTERA *et al.*, 2005; LEAO *et al.*, 1998).

2.7.1 Fibra de coco

A fibra de coco (*cocos nuciferas L*), extraída do mesocarpo do fruto, conforme Figura 2.3. É oriunda de fonte natural, renovável, reciclável, biodegradável, não

causa impacto ambiental, possibilita especificação e dureza diferenciadas e possibilita a fabricação de peça ergometricamente correta.

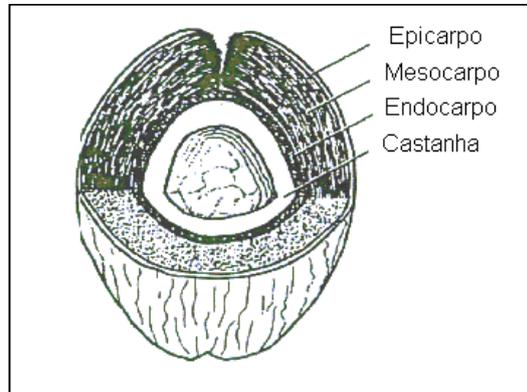


Figura 2.3 – Ilustração dos constituintes do coco (NEVES, 2006)

O comprimento da fibra de coco nacional varia de 10 a 200 mm, e o seu diâmetro é de cerca de 0,3 mm, no entanto, as suas fibrilas são muito curtas, com comprimento entre 0,4 e 1,0 mm e diâmetro na faixa de 0,016 a 0,020 mm, sendo, portanto inadequadas à produção de celulose e papel, tem baixo teor de celulose quando comparadas com outras fibras, sua estrutura é bem aberta, devendo ser esta a razão de sua melhor resistência à ação dos álcalis do que as fibras de alto teor de celulose (MALAININE *et al.*, 2005; MOURA, 2001). Apresenta grande elasticidade e boa capacidade de resistir a umidade, condições climáticas e a água do mar (KHALIKOV; MUKHIDDINOV, 2004; PLACKETT *et al.*, 2003).

O desempenho dos compósitos é fortemente influenciado pelas propriedades das fibras, sua distribuição, fração volumétrica, umidade, tratamento e interação entre eles. Tais propriedades podem ser aditivas ou os componentes podem interagir em sinergismo, melhorando de maneira significativa as propriedades dos compósitos.

Segundo SILVA *et al.* (2004), as curvas do percentual de perda de peso em função da temperatura das fibras de coco são apresentadas na Figura 2.4. As fibras, tratadas e não tratadas, apresentaram três principais estágios de decomposição. O primeiro, em torno de 100°C, corresponde à vaporização da água absorvida pelas fibras, confirmando a necessidade de secagem das fibras antes da moldagem dos compósitos. Houve influência do tratamento alcalino; a perda de peso da fibra não tratada foi em torno de 10% e para a fibra tratada, 6%. O segundo estágio corresponde ao início da decomposição das fibras e ocorreu em torno de 260°C, enquanto o terceiro, em torno de 380°C, indica a combustão final. A menor estabilidade térmica da fibra de coco não tratada pode ser atribuída ao maior teor de lignina. A lignina se degrada primeiro com taxa mais lenta do que os outros constituintes da fibra (SHUKRY *et al.*, 1992). O tratamento alcalino da fibra de coco certamente extraiu lignina e hemicelulose da fibra o que resulta em uma maior estabilidade térmica.

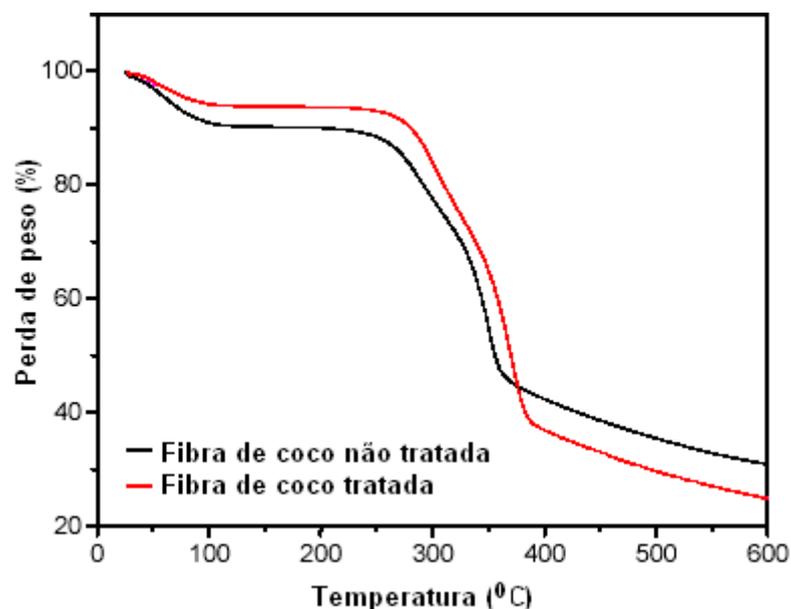


Figura 2.4 – Análise termogravimétrica (ATG) das fibras de coco

A fibra de coco possui um teor de lignina (41 a 45%), o que dificulta uma melhor interação entre fibra e matriz no compósito. Assim, é necessário um tratamento adequado, com o objetivo de retirar um maior percentual de lignina e hemicelulose, tal como sugerido por alguns autores (GEETHAMMA *et al.*, 1998).

A morfologia de uma fibra de coco sem tratamento e tratada é apresentada na Figura 2.5. Segundo SILVA *et al.* (2004) as fibrilas estão encobertas por uma camada de material (denominado de cutícula). Observando pequenas protusões globulares identificadas como marcas silicificadas. Após o tratamento ocasionou remoção do material de enchimento das marcas globulares como pode ser observado na Figura 2.5 b. Um maior número de vazios foi produzido na superfície da fibra como resultado da remoção destas protusões globulares.

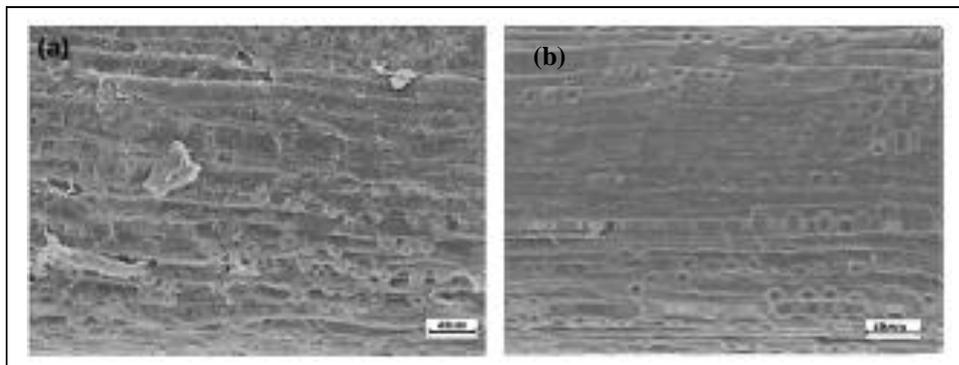


Figura 2.5 – Superfície de uma fibra de coco sem tratamento (a); tratada (b) (SILVA *et al.*, 2004)

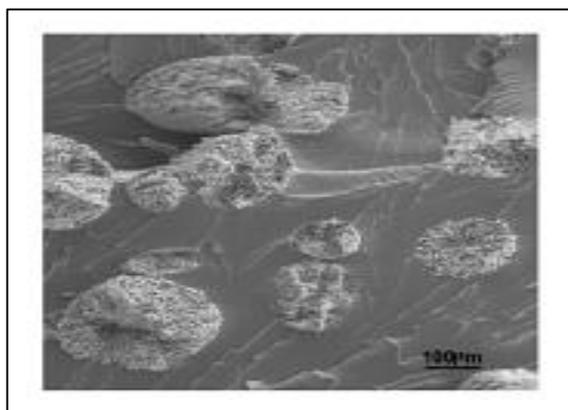


Figura 2.6 - Morfologia de fratura do compósito com fibras de coco tratadas

A influência do tratamento das fibras pode ser visto na Figura 2.6. Observando boa aderência interfacial da fibra com a matriz de poliuretana (SILVA *et al.*, 2004).

2.8 RETARDANTES DE CHAMA

Como a maioria dos produtos orgânicos, os polímeros são, em maior ou menor grau, inflamáveis. Isto ocorre porque durante o aquecimento há liberação de pequenas moléculas que atuam como combustíveis em presença do fogo (LIU; TANAKA, 2003; VELASCO *et al.*, 2002). Em algumas aplicações é essencial se evitar a combustão, o que tem incentivado o desenvolvimento de formulações retardantes de chama, reduzindo assim a probabilidade de combustão durante a fase de iniciação do fogo, bem como a velocidade de propagação da chama (MOREIRA *et al.*, 1991; CANAUD *et al.*, 2001)

Numerosos casos de incêndios em túneis, aeroportos e estações de metrô, às vezes causados por plásticos em combustão, desencadearam um grande volume de discussões sobre a flamabilidade de plásticos. Em várias aplicações de construções, elétricas, transportes e em outras indústrias, é necessário que os plásticos apresentem retardantes de chama exigidos por normas de segurança, pois em algumas aplicações a inflamabilidade é uma das barreiras de utilização de alguns polímeros (MARCELINO *et al.*, 2004).

Cumprimentos das normas de segurança são controlados com o auxílio de diferentes testes de flamabilidade. Uma variedade de formulações de retardantes de chama tem sido desenvolvida por causa dos plásticos com exigências de requisitos de resistência à chama (FTROITZSCH, 2004). Por outro lado, a adição de

retardantes de chama pode apreciavelmente prejudicar as propriedades mecânicas dos plásticos. O problema é encontrar um equilíbrio entre o decréscimo do desempenho do plástico, causado pela adição do retardante de chama, e o desejado alcance na segurança do efeito antichama (ZHANG *et al.*, 2005).

Em geral, os testes de inflamabilidade podem ser classificados como sendo de pequena escala e de grande escala. Nos testes em grande escala procura-se fazer uma simulação que se aproxime o máximo possível das condições reais de trabalho. São testes caros que demandam longos períodos de tempo e, portanto, difíceis de serem realizados em laboratório, para controle do material. Testes feitos em pequena escala não simulam incêndios mas ainda assim são úteis como uma medida do efeito de determinados parâmetros sobre o comportamento do material frente o incêndio. Os resultados, dependendo do teste em particular, podem apresentar valores numéricos ou ser do tipo classificatório (JANG; LEE, 2001; CANAUD *et al.*, 2001; FTROITZSCH, 2004).

Um ideal retardante de chama seria àquele que ao ser incorporado no polímero não afetasse suas propriedades originais, tais como, as propriedades ópticas, mecânicas ou elétricas mantendo as características como antichama (MARCELINO *et al.*, 2004). Para amenizar as mudanças nas propriedades dos plásticos, inúmeras formulações têm sido desenvolvidas com retardantes de chama para cada tipo de plástico nas mais diversas aplicações (CHIANF; HU, 2001; HERGENROTHER, *et al.*, 2005).

2.8.1 Tipos e modo de atuação dos retardantes de chama

A aplicação de um determinado tipo de antichama depende do polímero, do uso final, do processamento e de outros aditivos presentes.

Os antichamas inorgânicos representam mais de 50% do consumo. Os mais empregados são: alumina trihidratada (ATH), hidróxido de magnésio e trióxido de antimônio. A alumina trihidratada é o agente retardante de chama mais utilizado e o seu consumo corresponde a 50% do volume total de todos os retardantes de chama consumidos no mundo (CANAUD *et al.*, 2004).

A alumina trihidratada é largamente empregada em materiais processados em temperaturas abaixo de 259⁰C. Na faixa de temperatura entre 250-300⁰C o hidróxido de alumínio (terminologia correta para ATH) se decompõe endotermicamente (MOREIRA *et al.*, 1991), segundo a equação 1 abaixo .



Esta decomposição absorve cerca de 1.172 J/Kg, o que contribui para o abaixamento da temperatura do material, reduzindo sua velocidade de decomposição térmica. A água liberada, cerca de 31% , dilui os gases combustíveis na chama. Outro aspecto que contribui para o efeito antichama deste aditivo é a formação de Al₂O₃ como uma camada protetora na superfície do produto, reduzindo a difusão de oxigênio para o meio reativo e dificultando a troca de calor. A liberação de 3 moléculas de água atuam também durante o processo de combustão como agente supressor de fumaça (MOREIRA *et al.*, 1991; SIQUEIRA *et al.*, 2001).

As principais vantagens da utilização da alumina trihidratada são o baixo custo e a baixa toxidez, decorrente da não liberação de gases tóxicos ou substâncias corrosivas durante a queima, agindo simultaneamente como retardante de chama e supressor de fumaça.

Para que efetivamente a alumina trihidratada seja agente antichama e atue como supressor de fumaça há necessidade de uma quantidade muito alta, aproximadamente 60% (ZHANG *et al.*, 2005),. Portanto, sua presença não provoca melhoras significativas na resistência mecânica do material, pelo fato da alumina trihidratada não ser carga de reforço (SAIN *et al.*, 2004). Para contornar esta limitação , a alumina trihidratada é tratada superficialmente com agentes de acoplagem, visando maior aderência ao polímero (CANAUD *et al.*, 2001; ZHANG *et al.*, 2005; MASSON *et al.*, 2003).

Os antichamas orgânicos compreendem basicamente dois tipos cujos mecanismos de atuação são substancialmente diferentes, os quais são: compostos com halogênios (compostos clorados e bromados) e compostos contendo fósforo.

Os compostos clorados são representados pelas parafinas cloradas com 20-70% de cloro, cuja eficiência aumenta com o teor de cloro. São mais baratos do que o bromados, entretanto os compostos bromados são pelo menos duas vezes mais eficientes do que os clorados e, como são utilizados em menores quantidades, afetam menos as propriedades mecânicas dos polímeros.

Os compostos bromados são indicados em plásticos de engenharia como poliamidas e poliésteres. Os principais exemplos de compostos bromados são: dibromo pentaertritol, hexabromo ciclohexano, tetrabromobisfenol, dentre outros.

A ação dos retardantes de chama dos compostos de fósforo não é bem entendida. Supõe-se que o composto se decompõe e o ácido fosfórico obtido (não volátil) reage com o polímero, formando uma camada superficial de proteção e liberando água e gases não inflamáveis. Quimicamente podem ser fosfatos, fosfitos, fosfonatos, etc. (SAIN *et al.*, 2004).

Os retardantes de chama halogenados apresentam como desvantagens os efeitos corrosivos nos equipamentos de processamento, a geração de vapores tóxicos e a redução na estabilidade térmica e fotoquímica do polímero. Naturalmente, hoje há uma tendência ao uso de produtos isentos de halogênios ou pelo menos na forma de combinações, de modo a reduzir ao máximo o teor desses elementos. Uma alternativa isenta de halogênio e muito amigável ao meio ambiente são os hidróxidos de metal como a alumina trihidratada e o hidróxido de magnésio (MARERI *et al.*, 1998).

Alguns agentes antichama atuam melhor em combinação com aditivos sinérgicos (FU; QU, 2004).

O mecanismo de retardância à chama e supressão de fumaça da alumina trihidratada não interfere nos mecanismos dos demais agentes retardantes de chama, e pode inclusive agir sinérgicamente nos polímeros. Algumas das razões para este fato podem ser explicadas com base nas fases de queima e degradação de um polímero, as quais são: a fase condensada que envolve o polímero; a fase gasosa que envolve a chama causada pela queima dos voláteis que são emitidos pela superfície do polímero; e a interface entre estas duas áreas, podendo ser usada como uma barreira.

Um agente retardante de chama pode agir isoladamente em uma destas áreas. Normalmente os retardantes de chama usuais atuam ou na fase gasosa ou na barreira superficial, enquanto a alumina trihidratada na fase condensada. Desta forma, o mecanismo da alumina trihidratada não interfere com os mecanismos dos outros retardantes de chama, justificando assim a possibilidade do efeito de sinergia (SAIN *et al.*, 2004; MOUZHENG; QU, 2004). Dependendo de sua natureza, os agentes antichamas podem atuar quimicamente e/ou fisicamente na fase sólida,

líquida ou gasosa com vários materiais como: poliolefinas, PVC, poliésteres, ABS, plásticos de engenharia, poliuretanas, borrachas e elastômeros, dentre outros (MOREIRA *et al.*, 1991).

2.8.2 Campo de atuação e consumo dos antichamas

Os principais campos de aplicação dos antichamas são as indústrias eletroeletrônicas e de construção civil. Exemplos de artigos produzidos são isolantes de fios e cabos, instalações telefônicas, gabinetes de televisão e de aparelhos de som, partes internas de autos e aeronaves, tanques de combustíveis e de armazenamento, coberturas de telhados, janelas, móveis, carpetes e muitas outras aplicações (SAIN *et al.*, 2004; JANG; LEE, 2001; ZANIN, 1991).

O mercado mundial envolve mais de 900.000 t (dados do ano 2000) de agentes antichamas. Do ponto de vista quantitativo, a maior parte desses aditivos consiste em alumina trihidratada, conforme ilustrado na Figura 2.7 (HOHENBERG, 2004).

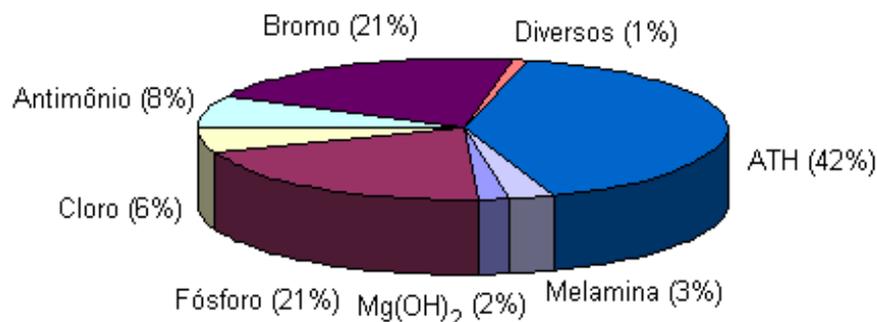


Figura 2.7 - Consumo mundial de agentes antichama no ano 2000 (HOHENBERG, 2004)

2.9 O PROCESSO DE COMBUSTÃO DOS POLÍMEROS

A combustão pode desenvolver-se em vários caminhos, dependendo de fatores como tipo e tamanho de ambiente, condições de ventilação, calor e emissão de fumaça. Vários parâmetros operacionais interferem nos mecanismos de combustão, além dos citados, assumem importância como umidade, teor de voláteis, geometria, porosidade da partícula, etc (WU; BILL Jr, 2003; TROITZSCH, 1999). Os componentes essenciais da combustão são: calor, combustível e oxigênio. A combustão é uma sucessão completa de processos físicos e químicos em que as substâncias reagem com o oxigênio atmosférico liberando calor e formando produtos como água, CO e CO₂ (GACHTER; MÜLLER, 2001). O processo de combustão envolve basicamente quatro estágios, conforme Figura 2.8.

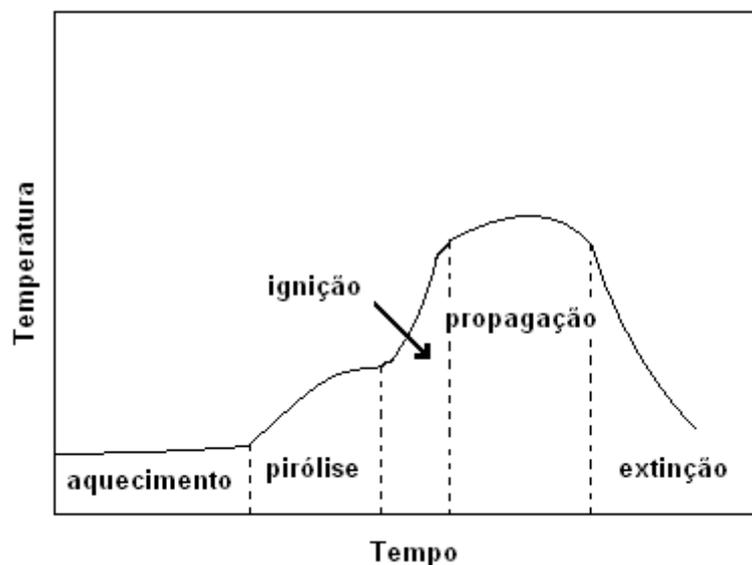


Figura 2.8 – representação esquemática dos estágios de combustão (GALLO; AGNELLI, 1998)

Todos os combustíveis sólidos, em geral, ao adentrarem em uma região de combustão, passam por etapas de aquecimento, pirólise e combustão e a relevância

de cada uma delas varia de acordo com o combustível sólido considerado (DENG *et al.*, 2006).

Na fase de aquecimento do polímero a velocidade de aquecimento depende basicamente da temperatura da chama e do tipo de polímero. Neste estágio o polímero termoplástico amolece ou funde-se e começa a fluir. A velocidade de aumento de temperatura do material depende do calor específico, condutividade térmica, calor latente e calor de vaporização.

No aquecimento do polímero ocorre a decomposição térmica com a liberação de pequenas moléculas. Nesta etapa formam-se gases combustíveis, como hidrocarbonetos e hidrogênio (ZHANG *et al.*, 2005) e gases não combustíveis, como dióxido e monóxido de carbono (ARBELAIZ *et al.*, 2006). A velocidade com que ocorre a decomposição depende da estabilidade térmica do polímero (HUSIC *et al.*, 2005).

A decomposição é um processo exotérmico (GACHTER; MÜLLER, 2001), o que eleva a temperatura do material. Se a proporção dos gases inflamáveis for suficiente poderá haver a ignição e a chama se propaga por todo o produto. A temperatura de auto-ignição também depende do tipo de polímero e sempre se situa acima da temperatura de decomposição. A inflamabilidade de um material depende, além de sua composição química, da forma e da densidade (MAROSFÖI *et al.*, 2006). As reações de combustão ocorrem por radicais livres cuja velocidade é proporcional ao aumento de temperatura. A temperatura mínima de ignição depende principalmente da velocidade de fluxo do ar, pois velocidade muito alta resfria o material e dilui os gases combustíveis, enquanto muito baixa não supre oxigênio suficiente (GACHTER; MÜLLER, 2001).

A combustão continua após a ignição, caso haja transferência de calor suficiente da chama para o polímero, a fim de manter o suprimento de gases combustíveis. Este processo é essencialmente dependente da decomposição térmica e do suprimento de oxigênio para suportar a combustão. A propagação não continua se a decomposição do polímero requerer mais calor do que é suprido pela chama, ou se resíduos não inflamáveis na superfície isolarem o polímero da fonte de calor (MOREIRA *et al.*, 1991; TIDJANI, 2005). Com a propagação da chama a disponibilidade de material combustível e/ou de oxigênio gradativamente diminui, até que o calor gerado pelas reações de combustão não seja suficiente para manter a região de queima em temperatura elevada. Nesta etapa a chama diminui até a extinção (WOOD, 1990).

Um retardante de chama pode inibir ou extinguir o processo de combustão dependendo da sua natureza; este pode atuar quimicamente e ou fisicamente na fase sólida, líquida ou gasosa interferindo na combustão durante um estágio particular desse processo, por exemplo, durante o aquecimento, decomposição, ignição ou propagação da chama (GACHTER; MÜLLER, 2001).

A alumina trihidratada atua na fase condensada que envolve o polímero. O mecanismo de atuação é baseado na decomposição do hidróxido de alumínio, através de reação endotérmica com liberação de três moléculas de água, que atuam durante o processo de combustão como agente supressor de fumaça (MOREIRA *et al.*, 1991).

2.10 TESTE DE INFLAMABILIDADE UL 94 V (UNDERWRITERS LABORATORIES)

O comportamento ao fogo de materiais em determinadas aplicações, especialmente em transportes, construção civil e equipamentos eletrônicos, deve ser aferido adequadamente (TROITZSCH, 1999). Porém, é muito difícil se obter dados absolutos válidos para todos os materiais em todas as aplicações, uma vez que as condições reais onde serão exigidos variam muito. Cada organismo de segurança ou de teste de materiais tem cadastrado um grande número de testes avaliando, por exemplo, temperatura mínima de ignição, velocidade de propagação da chama, densidade da fumaça, perda de massa, etc.

O teste UL 94 V avalia a capacidade do material de propagar a chama na mesma direção em que se propagam os produtos de pirólise, a direção vertical. Por esse motivo, esse é um teste bastante rigoroso, pois as condições de queima são propositadamente favoráveis. O material é caracterizado através de três classificações: V0, V1 e V2 (SIQUEIRA *et al.*, 2001; JANG; LEE, 2001). É considerado um dos mais importantes testes para avaliar a inflamabilidade de plásticos (GACHTER; MÜLLER, 2001).

Neste teste a amostra é fixada verticalmente, de modo que a extremidade é colocada 3,5 cm acima de um chumaço de algodão de 0,6 cm de espessura. A chama é colocada por 10 s na extremidade da amostra. Se a amostra extingue-se após a remoção da chama, esta é colocada por mais 10 s. Os resultados são classificados como V0 se, a soma dos tempos de duração da chama não for superior a 50 s e, a camada de algodão não incendiar por gotejamento do material. Quando V1 a soma dos tempos de combustão não deve ser superior a 250 s sem queima do

algodão por gotas ou fagulhas emitidas. A classificação V2 é igual a V1, mas com a camada de algodão incendiada pelo gotejamento.

2.11 AGENTE DE ACOPLAGEM

A estrutura e a natureza da interface fibra-matriz desempenha um papel importante nas propriedades mecânicas e físicas dos materiais compósitos, porque é através desta interface que ocorre a transferência de carga da matriz para a fibra; a matriz protege o material fibroso dos efeitos nocivos do meio ambiente (DEMIR *et al.*, 2005; KOTEK *et al.*, 2005). Para otimizar a interface, muitos métodos físicos e químicos, com diferentes eficiências, costumam ser utilizados, com o principal objetivo de intensificar a adesão entre a fibra e a matriz. Dentre estes, pode-se destacar a modificação química da fibra por reações químicas, com a utilização de agentes de acoplamento para modificar a natureza química da fibra, que posteriormente irá interagir com a matriz polimérica. Os métodos físicos de modificação da fibra mais conhecido são: plasma e descarga elétrica (corona, ar ionizado) (TITA *et al.*, 2002).

A principal desvantagem da utilização de fibras celulósicas como reforço para termoplásticos é a sua percentagem de grupos hidróxidos e conseqüentemente sua alta polaridade (ARBELAIZ *et al.*, 2005). Sendo assim, as fibras lignocelulósicas hidrofílicas não proporcionam boa aderência na matriz de polipropileno, o qual é hidrofóbico. Dentre os métodos físicos e químicos utilizados para aumentar a adesão interfacial entre diferentes fibras naturais e a matriz, o polipropileno com anidrido maleico tem sido bastante utilizado como agente de acoplagem (SCLAVONS *et al.*, 2005; DEMIR *et al.*, 2005; UOTILA *et al.*, 2005).

Os agentes de acoplagem aplicados nos tratamentos superficiais da ATH são os tipos organo-silanos e titanatos orgânicos (MOREIRA, *et al.*, 1999).

2.12 CARACTERÍSTICAS MECÂNICAS DO POLIPROPILENO COMERCIAL E COMPÓSITOS

Os compósitos poliméricos termoplásticos são, por sua vez, constituídos por uma matriz polimérica termoplástica e por elementos de reforço. A seleção entre as várias opções de materiais, tanto a matriz quanto o reforço, está condicionada a fatores como desempenho, custo, condições de processamento e disponibilidade (NOGUEIRA *et al.*, 1999). Geralmente, a incorporação de cargas particuladas as matrizes poliméricas é feita objetivando a modificação de algumas propriedades do polímero e/ou redução dos custos de produtos finais. Em alguns casos, os materiais particulados normalmente são preteridos em relação aos fibrosos, uma vez que não possibilitam o reforço multidirecional. Entretanto, de acordo com a utilização do material, eles são perfeitamente aplicáveis, possibilitando boa relação custo/benefício (ULLOA *et al.*, 2004; UNAL, 2004).

Misturas físicas baseadas em polipropileno e cargas minerais apresentam propriedades otimizadas e com maior potencial de aplicação no mercado automobilístico. As cargas minerais têm preço reduzido e promovem, em geral, o aumento do módulo e da estabilidade dimensional dos materiais (WANG *et al.*, 2003; DING *et al.*, 2004; MARERI *et al.*, 1997).

As Tabelas 2.3 e 2.4 apresentam as propriedades mecânicas do polipropileno e de compósito com carga mineral de matriz de polipropileno, respectivamente.

Tabela 2.3 – Propriedades mecânicas do polipropileno comercial

Propriedades Mecânicas do Polipropileno comercial	DEMIR <i>et al.</i> (2005)	KOTEK, J., <i>et al.</i> (2005)	MODESTI <i>et al.</i> (2005)	ARBELAIZ <i>et al.</i> (2005)	DING <i>et al.</i> (2005)	THOMASON (2005)	MÄHLMANN <i>et al.</i> (2004)	JOSE <i>et al.</i> (2004)	SAIN <i>et al.</i> (2004)
Resistência à Tração na Ruptura (MPa)	22,8 ASTM D 638	30,5 ISO 527 v = 1 mm/min	31 ISO 527	33 ASTM D 638 v = 5 mm/min	32,5 GB 1040-93	35 ASTM D 638 v = 5 mm/min	32,22 ASTM 882	30,7 ASTM D 412 v = 50 mmmin	22,6 ASTM D 638 v = 12,5 mm/min
Força na Ruptura (N)							294,09		
Módulo de Elasticidade em Tração (GPa)	1,16	0,85		0,9			0,78	1,25	1,1
Alongamento à Ruptura (%)	14,6							15	
Deformação Específica (%)							13,52		
Resistência à Flexão (MPa)				38 ASTM 790 M v = 1,7 mm/min	57 v = 0,2 mm/min	45 ASTM D 790 v = 2,5 mm/min			39,5 ASTM D 790
Módulo de Elasticidade em Flexão (GPa)				1,3	1,27				1,2
Resistência ao Impacto IZOD (J/m)						650 ASTM D 256			650* ASTM D 256
Resistência ao Impacto Izod (kJ/m ²)					3,32* GB 9341-88			21,9* ASTM D 256	
Resistência ao Impacto Charpy (J/m)									
Resistência ao Impacto Charpy (kJ/m ²)				61		3* ASTM D 4812	3		
Inflamabilidade UL-94 (Teste Vertical)									
Densidade (g/cm ³)									

*com entalhe

(cont) Tabela 2.3 – Propriedades mecânicas do polipropileno comercial

Propriedades Mecânicas do Polipropileno comercial	SALVADOR, M. D., <i>et al.</i> (2003)	WANG, K., <i>et al.</i> (2003)	SANTOS, P., PEZZIN, S. H. (2003)	CANTERO, G., <i>et al.</i> (2003)	WANG, W., TANG, L., QU, B. (2003)	CORREA, C. A., <i>et al.</i> (2003)	MASSON, T. J., MIRANDA, L. F., AGNELLI, J. A. M. (2003)	CHIANG, W. Y., HU, C. H. (2001)	MOREIRA, J. C. G., <i>et al.</i> (1991)
Resistência à Tração na Ruptura (MPa)	23,22 ISO 527 v = 20 mm/min	29 ASTM D 638 v = 10 mm/min	32 ASTM 618 v = 50 mm/min	29 ASTM D 638	34 ASTM D 412 v = 50 mm/min		33,5 ASTM D 638	37,79 ASTM D 638 v = 5 cm/min	18,9 ASTM D 638
Força na Ruptura (N)									
Módulo de Elasticidade em Tração (GPa)	1,23	1,2		1,28	1,3	1,7 ASTM D 638 v = 1 mm/min			
Alongamento à Ruptura (%)		14,6							166
Deformação Específica (%)									
Resistência à Flexão (MPa)	33,40 ISO 178 v = 2 mm/min			37 ASTM D 790			35,7 ASTM D 790		38,0 ASTM D 790
Módulo de Elasticidade em Flexão (GPa)			1,15	1,25					1,12
Resistência ao Impacto IZOD (J/m)			25*			31,5 ± 4,1* ASTM D 256	25* ASTM D 256		69* ASTM D 256
Resistência ao Impacto Izod (kJ/m ²)					2,3*				
Resistência ao Impacto Charpy (J/m)									
Resistência ao Impacto Charpy (kJ/m ²)		2,7* ASTM D 256							
Inflamabilidade UL-94 (Teste Vertical)									N.C.
Densidade (g/cm ³)							0,905		0,905 ASTM D 792
Dureza R (Rockwell)							81 ASTM D 785		

*com entalhe

Tabela 2.4 – Caracterização físico-química dos compósitos de matriz de polipropileno

Propriedades Físico-Química dos Materiais	MOREIRA <i>et al.</i> (1991)			MASSON <i>et al.</i> (2003)		SAIN <i>et al.</i> (2004)		JANG <i>et al.</i> (2000)	VELASCO <i>et al.</i> (2001)	
	PP	PP + ATH + Silano	PP + ATH + Titanato	PP	PP + Talco + Madeira	PP	PP + Madeira + AM + Mg(OH) ₂	Resina Fenólica + ATH + Polpa de Papel	PP	PP + ATH
Resistência à Tração na ruptura (MPa)	18,9 – 20,7	25,6	15,3	33,5	30,2	22,6	28,8			
Força na ruptura (N)										
Módulo de Elasticidade em Tração (GPa)						1,1	2,7		1,1	1,9
Alongamento à Ruptura (%)	166-121	6,8	23,2							
Deformação Específica (%)										
Resistência à Flexão (MPa)	38,0 – 36,5	45,8	33,0	35,7	46,8	39,5	56	28		
Módulo de Elasticidade em Flexão (GPa)	1.125 – 1,2	3.715	3.290			1,2		5,5		
Resistência ao Impacto – IZOD (J/m)	69* - 220 ⁻	46	105	25 ⁻	22 ⁻		45			
Resistência ao Impacto – Izod (kJ/m ²)										
Resistência ao Impacto – Charpy (J/m)						650 ⁺				
Resistência ao Impacto – Charpy (kJ/m ²)										
Inflamabilidade UL-94 (Teste Vertical)	N.C	N.C	V-O					NC		
Densidade (g/cm ³)	0,905	1,50	1,48	0,890	1,013					
Dureza (Rockwell)				81	85					

* Com entalhe

N.C. = Não Classificado

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAS

Os materiais utilizados para a fabricação de compósitos foram garrafas plásticas descartáveis como matriz polimérica, fibras naturais como reforço, alumina hidratada como retardante de chama e anidrido maleico e binder como agentes de acoplagem.

3.1.1 Polipropileno como matriz polimérica

Foram utilizadas garrafas de água mineral de 5 litros, sem gás, pós-consumo, fabricadas em polipropileno, segundo a Figura 3.1. Sendo as mesmas transparentes e azuladas da empresa Indaiá Brasil Águas Minerais Ltda. O material polimérico foi obtido por coleta seletiva antes da chegada aos lixos urbanos.



Figura 3.1 – Garrafas de polipropileno

3.1.2 Alumina hidratada como retardante de chama

O agente retardante de chama utilizado neste trabalho foi a alumina hidratada, denominada quimicamente como hidróxido de alumínio - $\text{Al}(\text{OH})_3$. Embora se apresente sob a forma de pó seco branco de fina textura, contém três moléculas de água quimicamente combinadas. Foi produzida pela empresa ALUNORTE - Alumina do Norte S.A, a partir do minério da bauxita pelo processo Bayer.

3.1.3 Agente de acoplagem ou compatibilizante

Utilizou-se anidrido maleico ($\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_3$ – PM 98,06) a 99% da VETEC como agente de acoplagem comercial, e outro à base de acrílico (binder) fornecido pela ALBRAS – Alumínio do Brasil S.A, o qual é utilizado como aditivo na compactação de alumina pela referida empresa.

3.1.4 Fibras de coco como reforço em matriz polimérica

Fibras da casca do coco (*Cocos nuciferas L*) foram fornecidas pelo Poematec – Fibras Naturais da Amazônia Ltda, de acordo com Figura 3.2.



Figura 3.2 – Fibras de coco

3.2 MÉTODOS

O processo de produção dos compósitos, em linhas gerais, obedeceu aos seguintes passos: reciclagem de plástico pós-consumo; misturas dos materiais constituintes; caracterização físico-química dos materiais; análises fractográficas dos compósitos. O fluxograma do processo de obtenção dos compósitos está representado na Figura 3.3.

3.2.1 Aquisição das garrafas plásticas

As garrafas de polipropileno foram coletadas pelo grupo de pesquisa Eco-Compósitos do Laboratório de Engenharia Mecânica da UFPA, decorrentes de descartes das próprias residências.

3.2.2 Lavagem e secagem das garrafas plásticas

A limpeza manual foi executada em água corrente e sabão neutro para eliminações de impurezas decorrentes do transporte e/ou manuseio das garrafas e retiradas de rótulos. Em seguida foram vertidas por 24 horas em temperatura ambiente para remoção de água.

3.2.3 Moagem do polipropileno

As garrafas foram primeiramente cortadas em três partes distintas (ver Figura 3.4): gargalo, lateral e base através de um disco de corte rotativo DREMEL multi Pro

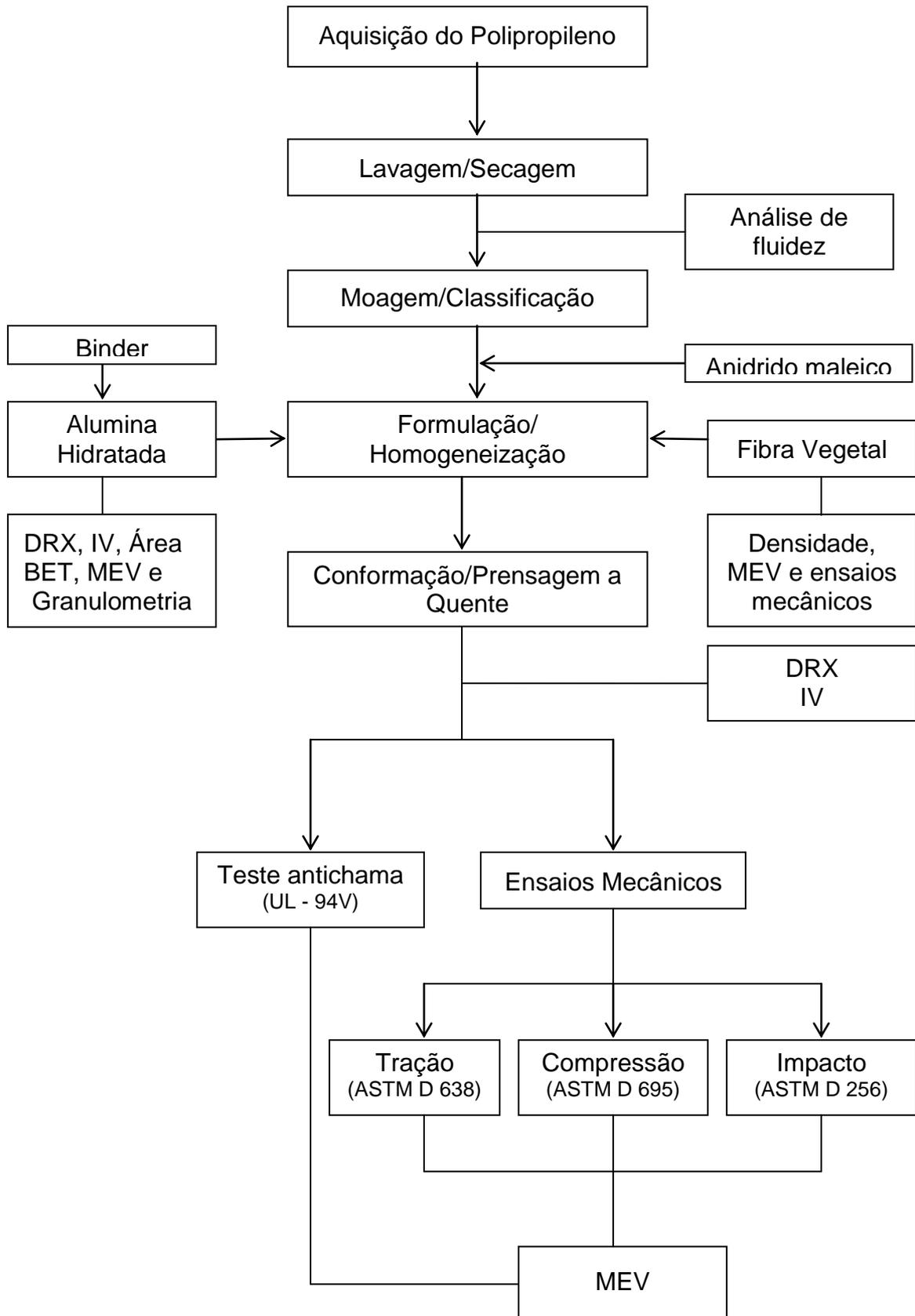


Figura 3.3 – Fluxograma do processo de obtenção dos compósitos

de 5.000 a 30.000 rotações por minuto, devido às variações de espessuras de 0,6 a 1,03 mm. As espessuras foram medidas em paquímetro manual marca Mitutoyo, sensibilidade 0,05 mm. Cada fração de polipropileno foi picotada, em moinho de facas modelo NFA-1533 da RONE como mostra a Figura 3.5, por três vezes com a intenção de se obter menores tamanhos de partículas. As amostras foram pesadas em balança digital Gehaka, modelo BG 1000 com capacidade de 1000 gramas e precisão 0,01 gramas. Utilizou-se somente a fração correspondente as laterais das garrafas com espessura média de 0,6 mm.

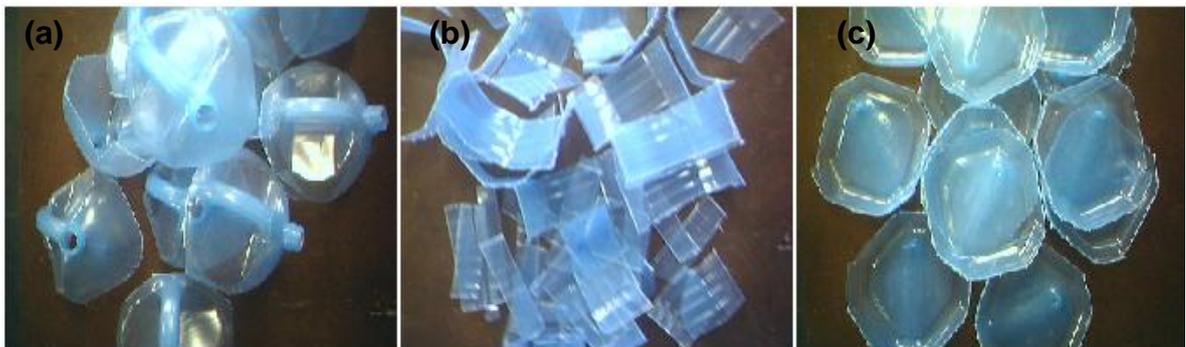


Figura 3.4 – Fragmentos da garrafa de PP (a) gargalo, (b) lateral, (c) base



Figura 3.5 - Moinho de facas

3.2.4 Classificação do polipropileno

A classificação foi feita através de peneiramento vibratório por 25 minutos em peneiras padronizadas da série Tyler, com aberturas variando de 4 a 42 *mesh* (4,699 a 0,341 mm), pertencente ao Laboratório de Engenharia Química e de Alimentos da UFPA. Utilizou-se a fração retida em 35 *mesh* (0,417 mm). O tamanho das partículas coletadas em qualquer peneira é expresso como um comprimento médio apropriado entre as aberturas da peneira imediatamente anterior e a abertura da peneira coletora (PERRY, 1992). Esse material foi lavado em água corrente e seco em estufa elétrica, fabricada pela Indústria Soc. Fabbe Ltda, durante 6 horas a 60°C. A Figura 3.6 mostra partículas de polipropileno úmidas.



Figura 3.6 – Partículas de polipropileno com umidade

3.2.5 Avaliação do tamanho e formas das partículas do polipropileno

Foi utilizado para observação do tamanho das partículas de PP o Microscópio Ótico marca Leica Q550IW/QWIN, conforme Figura 3.7. Cada partícula, dentro de um campo, foi medida por meio de um micrômetro em uma única direção. Os

resultados são tratados como sendo diâmetro das partículas para que daí se calcule um diâmetro médio (FOUST, 1980).



Figura 3.7 - Microscópio Ótico

3.2.6 Avaliação da fluidez do polipropileno

A zona de fluidez foi observada em um aparelho de ponto de fusão da Quimis modelo Q-340S13 limite 300⁰C.

3.2.7 Seleção das fibras de coco

As fibras de coco foram picotadas e passadas em peneiras da série Tyler em rot-up por 25 minutos. Selecionaram-se fibras retidas em peneira *mesh* 35 (0,417 mm), onde foram secas em forno elétrico marca Suggar por 12 horas a 70⁰C, com umidade em torno de 4%. Em seguida as amostras foram mantidas em dessecador.

3.2.8 Análise química da alumina hidratada

A análise química foi obtida pela técnica de difração de raios X em aparelho Phillips PW 3710 e goniômetro PW 1050 empregando-se o método do pó, de acordo com a Figura 3.8, pertencente ao Centro de Geociências da UFPA, em lâmina escavada de vidro com radiação K-alfa do cobre. Os teores de SiO_2 , Fe_2O_3 , Na_2O , dentre outros foram investigados.

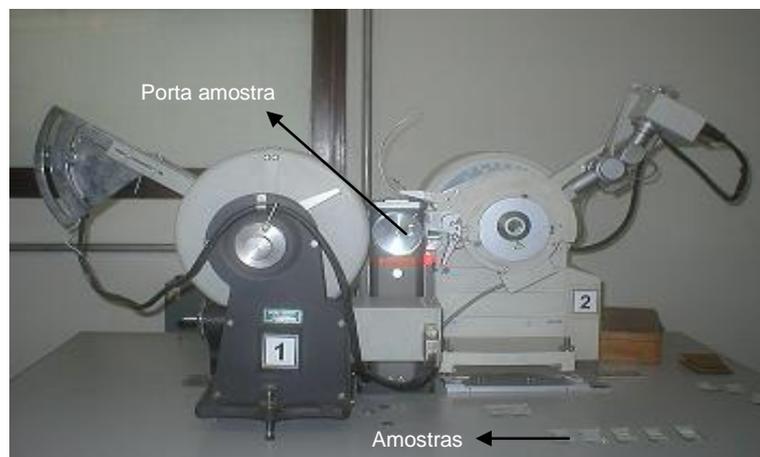


Figura 3.8 – Aparelho de difração de raios X

3.2.9 Área específica (BET)

A medida da área específica pelo método BET (área superficial por unidade de massa) da alumina hidratada foi feita em um aparelho Monosorb Quantachrome modelo Nova 1200, de acordo com a Figura 3.9, pertencente ao Laboratório de Química/Pesquisa da UFPA. A área específica é uma medida da área superficial média de um grande número de partículas. Esta medida é de muita utilidade porque está freqüentemente relacionada com várias características cinéticas e geométricas. Quando se trata de atividade química, catálise, fricção, adsorção, contaminação,

prensagem e sinterização, a superfície específica fornece informações importantes sobre o comportamento dos pós. A medida é feita a partir da quantidade de gás adsorvida na superfície do pó. Conhecendo-se a área que cada molécula de nitrogênio adsorvida ocupa, pode-se calcular a área específica da amostra (FERREIRA *et al.*, 1990).



Figura 3.9 – Sistema automático para medição de superfície específica

Foi determinada a área superficial da alumina hidratada e como comparativo determinou-se a área superficial da alumina calcinada (α -alumina) a 1200°C pela empresa Alunorte – alumina do Norte S.A.

3.2.10 Granulometria da alumina hidratada

A análise granulométrica da alumina hidratada foi realizada em peneiras da série Tyler pela empresa ALUNORTE – Alumina do Norte S.A.

3.2.11 Espectro no infravermelho dos materiais

O espectro no infravermelho foi obtido em um espectrômetro de infravermelho com transformada de Fourier da Charis modelo IR 100, conforme Figura 3.10. Os espectros foram analisados por unidade de transmitância com número de varredura igual a 4 em intervalos de 1 cm^{-1} na faixa de 4000 a 400 cm^{-1} obtidos da intensidade das absorções das bandas moleculares expressas em porcentagem de transmitância. As análises foram feitas no Laboratório de Catálise e Oleoquímica da Química/Pesquisa da UFPA.

A espectroscopia torna-se uma ferramenta poderosa na identificação, na determinação de grupos funcionais e nos estudos de conformação e estrutura de macromoléculas (CANEVAROLO Jr, 2003).



Figura 3.10 – Aparelho de infravermelho

3.2.12 Medida da densidade aparente dos materiais

A densidade aparente foi determinada mediante a massa do material com o auxílio de uma balança analítica modelo BG-1000 da marca Gehaka com

capacidade de 1000 gramas e precisão 0,01 gramas. O volume foi determinado pelo método de deslocamento de líquido utilizando-se uma bureta de 50 mL de acordo com a norma ASTM D792.

3.2.13 Formulação e homogeneização dos materiais

Os agentes de acoplamento anidrido maleico e binder foram utilizados na proporção correspondente a 50% em peso do PP e alumina trihidratada, respectivamente. Também foram confeccionados corpos de prova sem agente de acoplamento. As misturas polipropileno/alumina (50/50% p/p) foram mantidas constantes, pois, sabe-se que concentração acima de 50% em peso de alumina trihidratada é necessária na eficiência de agente retardante de chama. A quantidade de fibras de coco picadas foi de 5% em peso em relação às misturas.

A Tabela 3.1 mostra as concentrações de cada componente das misturas.

Tabela 3.1 – Formulação das misturas

Componentes	Número de misturas					
	A	B	C	D	E	F
PP	100	50	47,5	95	47,5	45
ATH	-	50	50	-	47,5	45
Fibra de coco	-	-	-	5	5	5
Anidrido maléico	-	-	2,5	-	-	-
Binder	-	-	-	-	-	5

As misturas foram preparadas em agitador mecânico da Quimis modelo Q-235A com velocidade de rotação de 60 rpm, durante 10 minutos na temperatura

ambiente, de acordo com a Figura 3.11. Quando adicionado o agente de acoplamento, previamente foi feita a mistura da ATH/Binder ou PP/Anidrido maleico durante 3 minutos e, posterior adição dos componentes do compósito por mais 8 minutos.



Figura 3.11 – Agitador mecânico

3.2.14 Moldagem por compressão a quente dos materiais

A metodologia de conformação dos compósitos foi pelo uso de pressão e temperatura via moldagem por compressão a quente, método este adotado pela disponibilidade de execução em nosso laboratório. Um molde com dimensões de 200x150x3 mm³ em aço galvanizado foi confeccionado segundo a norma ABNT NBR 7143 pelo grupo de pesquisa, como mostrado na Figura 3.12.

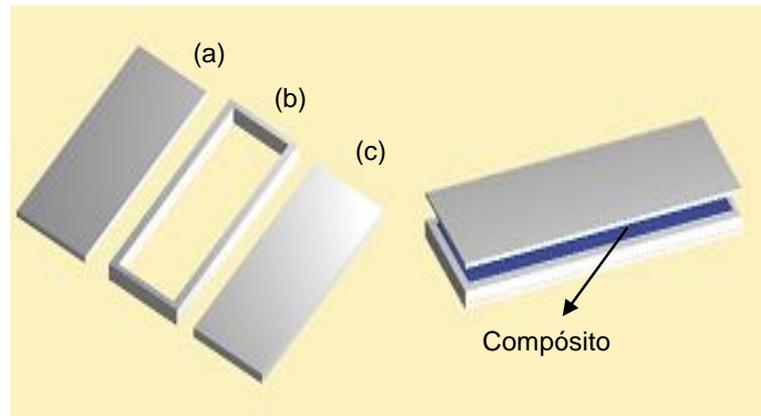


Figura 3.12 - Esquema para moldagem por compressão a quente
(a) chapa inferior, (b) moldura, (c) chapa superior

Em estudos preliminares, analisou-se a influência da pressão e da temperatura de processamento a fim de se encontrar a melhor condição de elaboração dos compósitos, de acordo com a Tabela 3.2.

Tabela 3.2 - Parâmetros de processamento via moldagem por compressão quente

Pressão (MPa)	Temperatura (°C)
Manual	190
10	190
10	200
32	200

De acordo com os resultados obtidos adotou-se a seguinte metodologia: a mistura foi depositada preenchendo toda a cavidade do molde, sobre pré-compactação de 32 MPa para diminuição de vazios, em prensa hidráulica KREBSFER com capacidade de 15 tons. Posteriormente, foi acoplada em uma prensa manual de bancada e aquecida em forno elétrico marca SUGGAR. Durante a fase de transição vítrea da resina em temperatura de 155 - 190°C, obtida em

aparelho de ponto de fusão da Quimis modelo Q-340S13, houve aumento de pressão manualmente e a temperatura foi mantida a 200⁰C por 20 minutos. Em seguida, retirou-se o ferramental do forno e uma pressão de 32 MPa foi aplicada. Para controle da temperatura de amolecimento foi inserido no centro de massa do material conformado um termopar MT-521. A abertura do molde foi executada após resfriamento a temperatura ambiente.

3.2.15 Ensaio de inflamabilidade dos compósitos

Para a avaliação da inflamabilidade dos compósitos, foi realizado o teste de queima vertical UL (Underwriter's Laboratory) 94. Um esquema simplificado para o teste UL 94 é mostrado na Figura 3.13. Esse teste avalia a capacidade do material de propagar a chama na mesma direção em que se propagam os produtos de pirólise, a direção vertical. O material é caracterizado através de três classificações: V0, V1 e V2, sendo a V0 mais rigorosa, exigindo que a chama seja extinta em tempo igual ou inferior a 50 segundos. As dimensões dos corpos de prova foram 125x12,7x3 mm³.

O tempo de combustão das composições foi definido como o total da soma da primeira e segunda combustão. Tempo total de combustão superior a 300 segundos é considerado como não classificatório no padrão do teste UL 94. Foram testadas 5 amostras de cada composição.

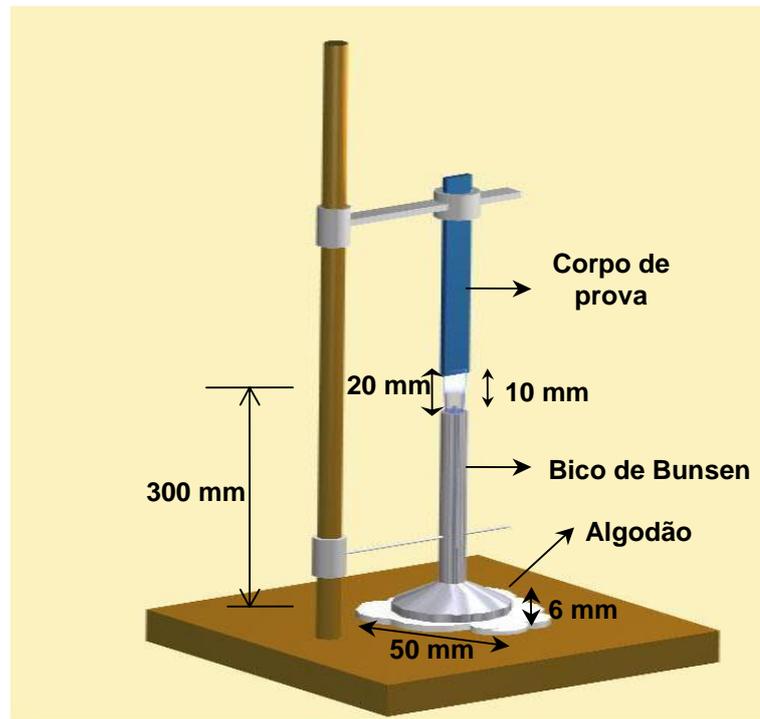


Figura 3.13 – Teste esquemático para o ensaio de queima vertical UL 94 (dimensões em mm) (JANG; LEE, 2001)

3.2.16 Ensaios mecânicos dos compósitos

Os compósitos foram analisados segundo os ensaios de tração e compressão segundo normas ASTM através da máquina de ensaio universal modelo DL-500 da EMIC. Enquanto que, o ensaio de impacto foi realizado através da máquina de Impacto modelo WP 410, 300Nm da Gunt Hamburg.

3.2.16.1 ENSAIO DE TRAÇÃO

O ensaio de tração trata-se de ensaio amplamente utilizado na indústria de componentes mecânicos, devido à vantagem de fornecer dados quantitativos das características mecânicas dos materiais (RAMULU *et al.*, 2004). Consiste na

aplicação de carga de tração uniaxial crescente em um corpo de prova específico até a ruptura. O resultado do teste de tração é representado pela curva de tensão de tração *versus* deformação sofrida pelo corpo durante o ensaio (SRIVASTAVA; KAWADA, 2001). A Figura 3.14 mostra um corpo de prova sobre tração.

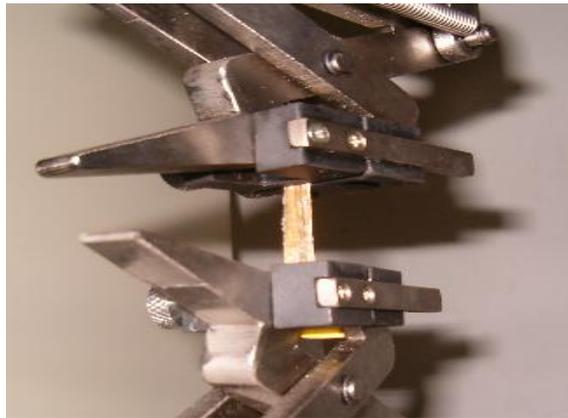


Figura 3.14 – Ensaio de tração do compósito, durante sua realização

Foram ensaiados cinco corpos de prova de cada mistura de dimensões $115 \times 13 \times 3 \text{ mm}^3$ de acordo com a norma ASTM D638-90. Utilizou-se um extensômetro de 50 mm de comprimento para medir a deformação sofrida pelo corpo de prova durante a aplicação da carga a uma velocidade de deformação de 5 mm/min.

3.2.16.2 ENSAIO DE COMPRESSÃO

O ensaio de compressão consiste na aplicação de carga compressiva uniaxial em um corpo de prova. A deformação linear obtida pela medida da distância entre as placas que comprimem o corpo *versus* a carga de compressão consiste na resposta desse tipo de ensaio (GARCIA; SPIM; DOS SANTOS, 2000). Foram ensaiados cinco

corpos de prova de cada mistura com velocidade de deslocamento de travessa de 5 mm/min de acordo com a norma ASTM-D695-90.

2.2.16.3 ENSAIO DE IMPACTO CHARPY

No ensaio de impacto a carga é aplicada na forma de esforços por choque (dinâmicos), sendo o impacto obtido por meio da queda de um martetele ou pêndulo, de uma altura determinada, sobre a peça a examinar, conforme a Figura 3.15. O resultado é obtido com base na energia que o corpo de prova absorve para se deformar e romper (FREEMAN *et al.*, 2005; GARCIA; SPIM; DOS SANTOS, 2000).

O aparelho dispõe de uma escala em joules para registro de energia requerida para fratura do corpo de prova. Foram ensaiados cinco corpos de prova não entalhados de acordo com a norma ASTM-D5942-96. As dimensões dos corpos de prova foram de $65 \times 12,7 \times 3 \text{ mm}^3$, obtidas utilizando um paquímetro manual marca Mitutoyo, sensibilidade 0,05 mm, e um disco de corte da ferramenta rotativa DREMEL.

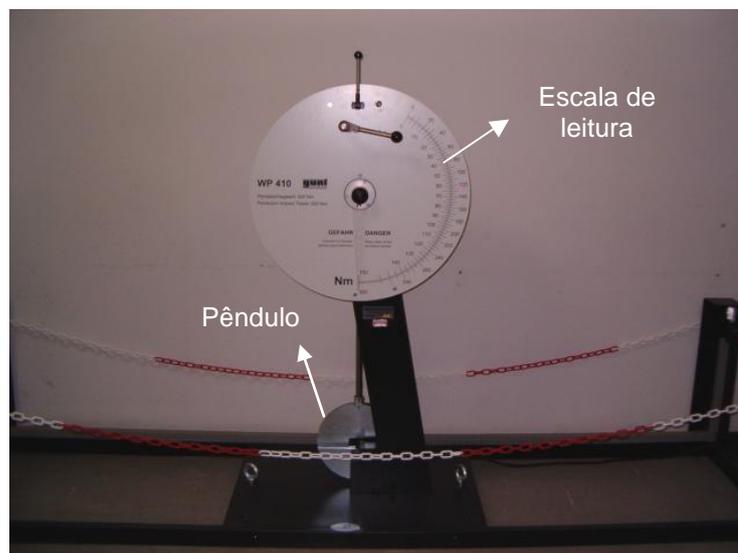


Figura 3.15 – Máquina de impacto para ensaio Charpy

3.2.17 Caracterização das fraturas dos compósitos

A caracterização da superfície de fratura dos compósitos foi obtida em Microscópio Eletrônico de Varredura LEO modelo 1450 VP, conforme Figura 3.16, onde essa técnica é intensamente utilizada no estudo dos mecanismos de fraturas em compósitos poliméricos (SUAREZ *et al.*, 2003; MADI, 2005).



Figura 3.16 – Microscópio eletrônico de varredura

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÃO DO POLIPROPILENO

4.1.1 Análise Granulométrica

A Tabela 4.1 e Figura 4.1 apresentam os resultados da análise granulométrica do polipropileno, em peneiras padronizadas da série Tyler.

Tabela 4.1 – Análise granulométrica do polipropileno

Partículas (mm)	4,699	3,962	1,981	0,833	0,495	0,417	0,351
Massa retida (%)	2,64	5,72	42,02	28,51	13,56	5,20	1,40
<i>Mesh</i>	4	5	9	20	32	35	42

Na Figura 4.1, pode ser observado que a maior parte das partículas do polipropileno está na faixa de 1,981 a 0,495 mm. Portanto, as amostras de polipropileno apresentam relativamente grandes tamanhos de partículas, o que está associado ao tipo de cominuição em moinhos de facas, limitando o processo de cominuição quase que exclusivamente à fragmentos grandes. A literatura cita que o tamanho, forma e a distribuição do tamanho de partículas influenciam nas propriedades dos materiais e que tamanhos mais refinados agregam valores nas propriedades dos materiais (MARERI *et al.*, 1997; MAROSFÖI *et al.*, 2006). Foram utilizadas partículas retidas em peneiras *mesh* 32 (0,495 mm) por apresentar um rendimento favorável em relação aos tamanhos de partículas obtidas, além do que a literatura cita a seleção de partículas em malha de 30 a 40 *mesh* (DEL CORTO, 1991).

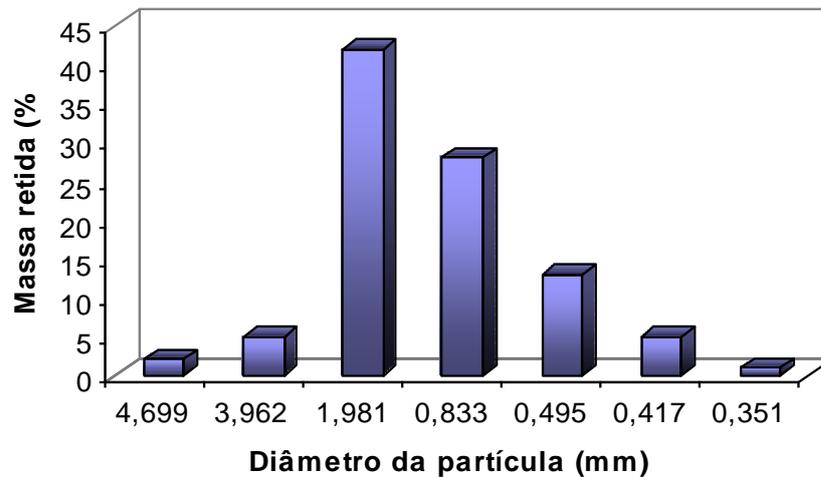


Figura 4.1 – Distribuição granulométrica do polipropileno

4.1.2 Avaliação do tamanho e forma das partículas de polipropileno

O tamanho das partículas analisado no microscópio ótico é maior do que 100 μm , conforme Figura 4.2. Esse tamanho dificultou uma melhor dispersão das cargas na matriz, devido às dificuldades na homogeneização dos materiais. As limitações para os tamanhos de partículas de resina dizem respeito, em primeiro lugar, à moagem de pó, pois, determinado o arranjo de empacotamento das partículas enquanto elas se depositam e se fundem sobre a superfície do molde acaba determinando o tamanho e a distribuição das bolhas que se formam ao longo da espessura da peça (OLINEK *et al.*, 2005).

As partículas se apresentaram de formas irregulares com de dimensões diversas.

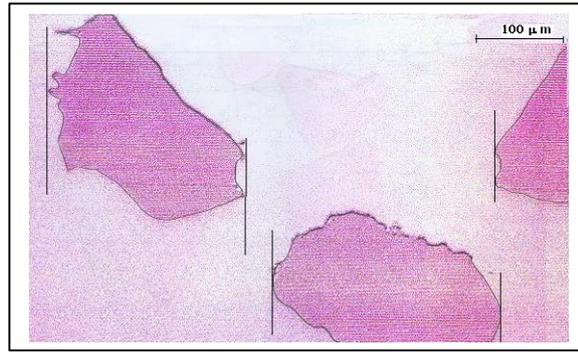


Figura 4.2 – Tamanho e formas das partículas

4.1.3 Avaliação da fluidez do polipropileno

Observou-se que o polipropileno reciclado apresentou um início de fluidez a temperatura de 153^oC e com total fluidez a 203^oC. Este resultado serviu como referencial na escolha da temperatura de processamento, pois se sabe que compósitos com fibras vegetais requerem temperaturas inferiores à 210^oC, devido à degradação térmica das fibras (BLEDZKI; GASSAN, 1999; MUELLER; KROBJILOWSKI, 2003). A Tabela 12 mostra as temperaturas de processamento via moldagem por extrusão do polipropileno comercial. Isto pode ser um indicativo de que o polipropileno reciclado apresenta um ponto de fusão mais elevado do que a resina virgem.

Tabela 4.2 – Temperatura como parâmetro de processamento do PP comercial

Amostra	Temperatura de processamento	Autores
Clariant	190 ^o C	(DEMIR <i>et al.</i> , 2005)
UK fibre	190 ^o C	(ZHANG <i>et al.</i> , 2005)
Eltex-P HV200	180 ^o C	(ARBELAIZ <i>et al.</i> , 2005)
Himont SV152	185 ^o C	(SAIN <i>et al.</i> , 2004)
F401	170 ^o C	(LI; XU, 2005)

4.2 CARACTERIZAÇÃO DA ALUMINA TRIHIDRATADA

4.2.1 Análise Química

Os resultados das concentrações de impurezas na alumina trihidratada estão apresentados na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 – Análise química da alumina trihidratada

Teores (%)	Alumina hidratada
SiO ₂	0,017
Fe ₂ O ₃	0,011
Na ₂ O	0,380
TiO ₂	0,005
ZnO	0,001
V ₂ O ₅	0,002
CaO	0,005
Ga ₂ O ₃	0,011
P ₂ O ₅	0,0006
TiO ₂	0,005
SO ₃	0,030

Pode-se observar os baixíssimos níveis de contaminantes provenientes de óxidos metálicos, resultando em produtos com baixos teores de insolúveis, importante fator em diversas aplicações químicas (HELMBOLDT, 1985). O hidrato apresenta aproximadamente 65% de Al₂O₃.

O Na_2O apresenta-se como principal impureza, coerentemente com a origem das aluminas provenientes do processo Bayer, devido ao conteúdo de soda usado nos digestores para extração da alumina do minério de bauxita.

4.2.2 Análise Granulométrica

A Tabela 4.4 apresenta os resultados da análise granulométrica da alumina trihidratada da empresa Alunorte feita por peneiras da série Tyler.

Tabela 4.4 – Análise granulométrica da alumina trihidratada

Peneiras	<i>mesh</i> 100 (0,147 mm)	<i>mesh</i> 200 (0,074 mm)	<i>mesh</i> 325 (0,043 mm)
Massa retida (%)	11,5	87,5	98,9
	10,0	91,0	99,5
	9,8	90,9	99,5
Média (%)	10,4	89,8	99,3

Pode ser observado, pela referida Tabela 4.4, que a ATH apresenta tamanhos de partículas bastante significativos que variam de 0,074 a 0,043 mm (diâmetro médio de 0,058 mm), quando comparado ao do polipropileno, pois é cerca de 8 vezes menor do que as partículas do polipropileno (0,51 mm). É esperado que os valores correspondentes ao tamanho das partículas de ATH da Alunorte – Alumina do Norte S.A, seja de fortes aglomerados. Isso pode ser observado em resposta ao ensaio como percentagem de massa acumulada feito por Oliveira *et al.* (2005) em amostra de hidrato Bayer da referida empresa, conforme Figura 4.3.

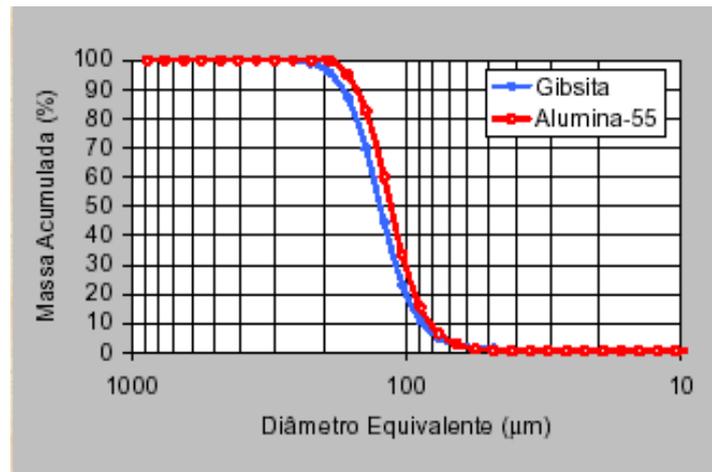


Figura 4.3 – Distribuição granulométrica do hidróxido de alumínio Bayer - gibsita (OLIVEIRA *et al.*, 2005)

Os dados experimentais obtidos por Oliveira *et al.* (2005) na Figura 4.3 apresentam o valor de aproximadamente 110 μm para o diâmetro médio das partículas de hidróxido de alumínio.

Segundo Olinek *et al.* (2005) a dispersão e distribuição das partículas exercem fortes influencias nas propriedades dos compósitos poliméricos. Agregados de partículas impedem o envolvimento completo pela matriz, o que pode gerar a concentração de tensões, e conseqüentemente redução das propriedades mecânicas da matriz polimérica. É importante então, que as partículas da carga estejam bem dispersas e bem distribuídas na matriz polimérica.

4.2.3 Espectro no Infravermelho com transformada de Fourier

Os espectros no infravermelho da alumina trihidratada e como comparativo o da alumina calcinada estão apresentados na Figura 4.4. Verifica-se absorções em torno de $3600\text{-}3200\text{ cm}^{-1}$, resultante do estiramento do grupamento O-H. Assim, a

comparação dos espectros permite verificar que a desidroxilação é um indicativo da decomposição térmica do hidrato ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) em alumina calcinada (Al_2O_3).

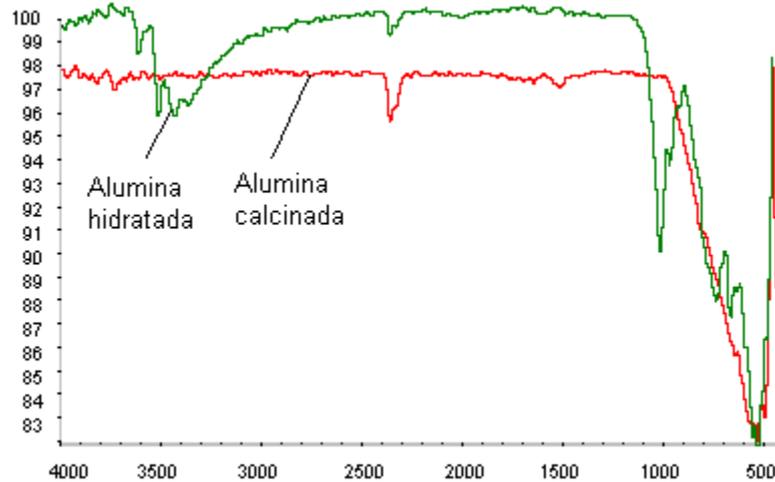


Figura 4.4 – Espectro de infravermelho das aluminas

4.2.4 Área Específica (BET)

Os dados experimentais da área específica das aluminas trihidratada e calcinada, estão listados na Tabela 4.5.

Tabela 4.5 - Área Específica BET das Aluminas

Alumina	Área Específica (m^2/g)
Hidratada	4,56
Calcinada	76,3

A menor área específica pode ser atribuída à formação de agregados de partículas porosas, que constituem o pó da alumina hidratada. É razoável esperar uma porosidade apreciável já que se trata de um pó com alto teor de umidade.

O valor da área superficial da alumina trihidratada está de acordo com o obtido por Moreira *et al.* (1991) de 4,9 (m²/g).

4.2.5 Difração de raios X da alumina hidratada

Na Figura 4.5 e na Tabela 4.6 são apresentados o difratograma de raios X e os dados de difração da ATH utilizado neste trabalho. Enquanto que na Figura 4.6 é apresentado o difratograma de raios X obtido por OLIVEIRA *et al.* (2005), que serviu como referência.

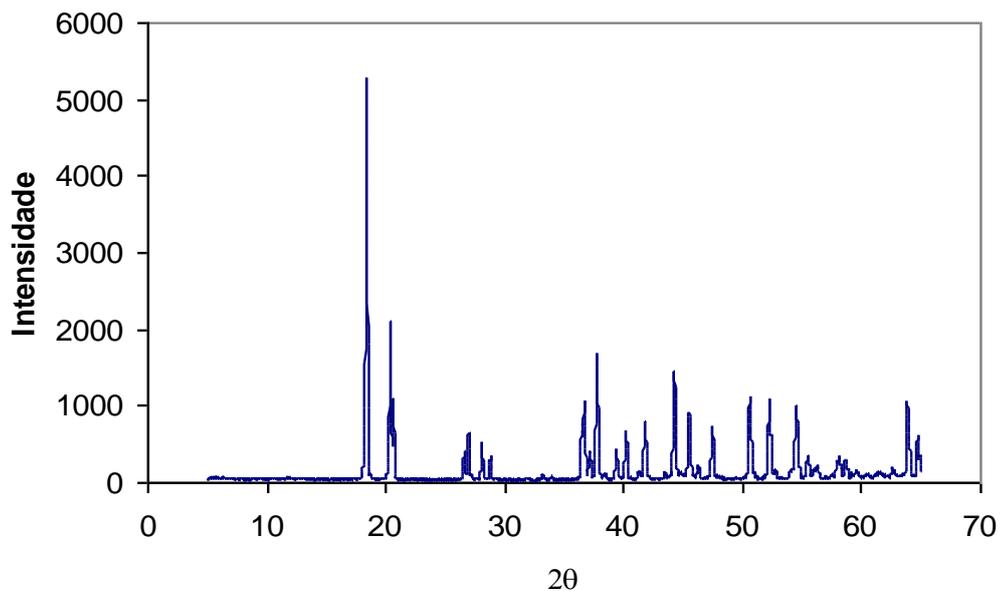


Figura 4.5 – Difratograma de raios X da amostra de alumina hidratada

O material estudado apresentou um padrão característico correspondente a gibbsita-Al(OH)₃, proveniente do processo Bayer de acordo com Oliveira *et al.* (2005).

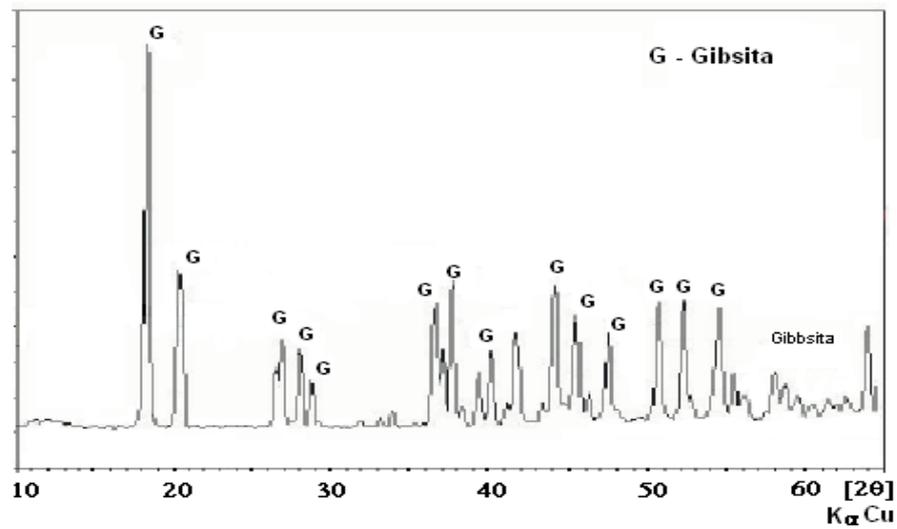


Figura 4.6 – Difratoograma de raios X do trihidróxido Bayer (OLIVEIRA *et al.*, 2005)

Tabela 4.6 – Dados de difração de raios X da ATH

Alumina hidratada	
d (Å ⁰)	I/I ₀
1,069	100,0
1,287	47,61
1,304	67,24
1,423	50,41
1,494	65,61
1,519	47,61
1,573	77,44
1,631	70,56
1,729	60,84
1,802	49,00
1,841	77,44
2,017	75,69
2,177	60,84
2,299	64,00
2,365	72,25
3,503	79,21
3,666	62,41
3,846	65,61
4,044	77,44

4.2.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da alumina trihidratada

A Figura 4.7 (a-d) mostra as micrografias eletrônicas de varredura da alumina hidratada em diferentes aumentos. Observa-se que as partículas apresentam-se de diferentes tamanhos e formas irregulares.

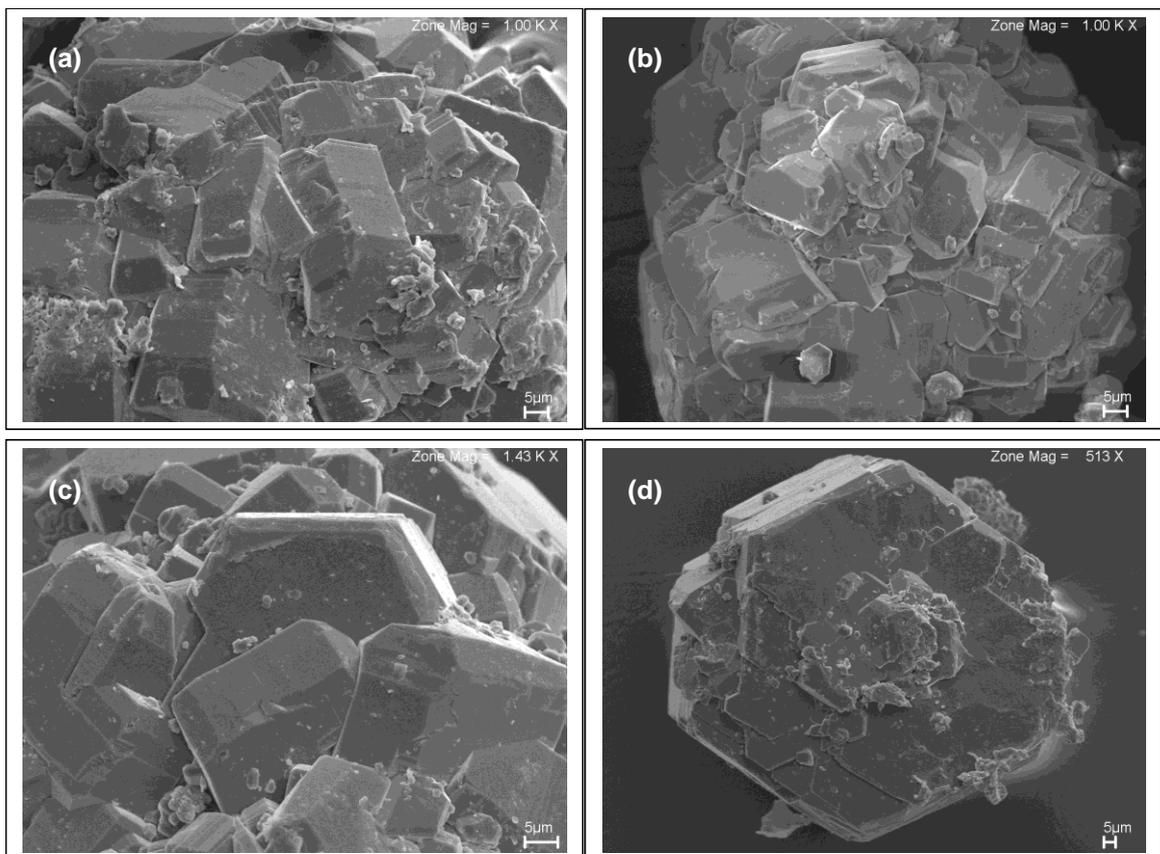


Figura 4.7 – MEV da ATH: (a) 1,00X; (b) 1,00X; (c) 1,43X; (d) 513X

Observam-se grandes aglomerados de partículas maiores do que 5 µm formados por placas hexagonais bem definidas.

É necessária uma distribuição e dispersão ótima das partículas durante o processamento do compósito, pois segundo Mareri e colaboradores (1997) as partículas menores parecem cooperar com as maiores, estabilizando o crescimento das trincas e melhorando as propriedades mecânicas da matriz.

4.3 CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE COCO

A caracterização das fibras de coco é parte integrante das dissertações de mestrado de NEVES (2006) e FAGURY (2006) do Grupo de Eco-Compósitos do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPA. A Tabela 4.7 mostra as características físico-mecânicas das fibras de coco.

Tabela 4.7 - Características técnicas da fibra de coco (NEVES, 2006).

	Diâmetro (mm)	Comprimento (mm)	Resistência à tração (MPa)	Modulo de elasticidade (GPa)	Alongamento na ruptura (%)
Coco	0,21 - 0,27	10 - 200	99 - 116	1,5 - 4,2	23 - 43

A Figura 4.8 (a-b) mostra o comportamento da fibra de coco obtida em ensaio de tração analisado no MEV, onde se observa que a fibra de coco apresenta deformação plástica sem apresentar desfibrilamento significativo. Observam-se ainda, irregularidades na superfície da seção transversal das fibras arredondadas, variando de arredondadas a elípticas e o lúmen bem definido de acordo com ITO (2004).

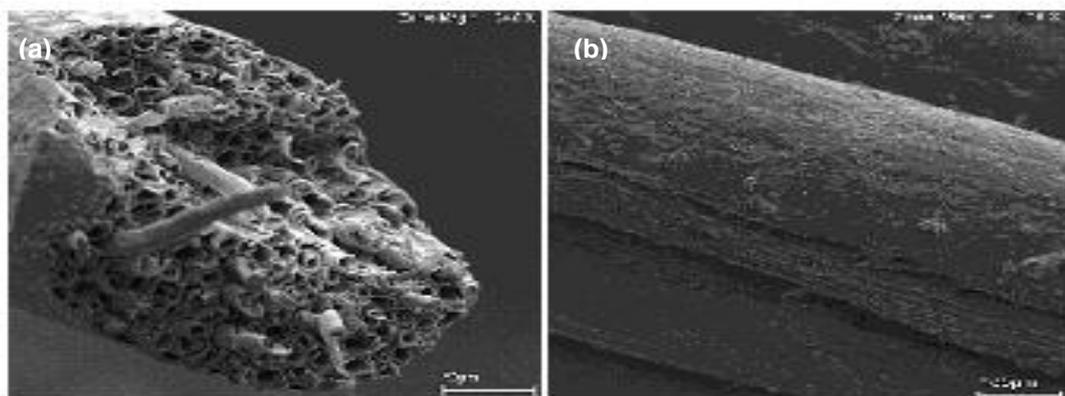


Figura 4.8 – MEV da fibra de coco (a) fratura em tração; (b) superfície (FAGURI, 2006)

4.4 PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS

4.4.1 Avaliação dos parâmetros de processamento em moldagem via compressão a quente

É bem conhecido da literatura que a temperatura de processamento é um fator extremamente importante ao se analisar as melhores condições de processamento (NOGUEIRA *et al.*, 1999). Diante disto, foram empregadas temperaturas de 190 e 200^oC com prensagem manual, e posteriormente a pressão de 10 e 32 MPa. O melhor resultado foi obtido na temperatura de 200^oC sob pressão de 32 MPa num tempo fixado em 20 minutos. O tempo de moldagem foi determinado a partir de dados de SANTOS (2006). A Figura 4.9 (a-d) revela a nível macroscópico a qualidade da superfície das placas obtidas.

NOGUEIRA *et al.* (1999) observaram que o aparecimento de vazios ou bolhas de ar proporcionam propriedades mecânicas indesejáveis no produto final, quando este é processado via rotomoldagem. Segundo Olinek *et al.* (2005) o arranjo de empacotamento das partículas, enquanto elas se depositam e se fundem sobre a superfície do molde acaba determinando o tamanho e a distribuição das bolhas que se formam ao longo da espessura da peça, assim como a uniformidade da espessura da camada depositada de resina fundida ao longo da superfície do molde.

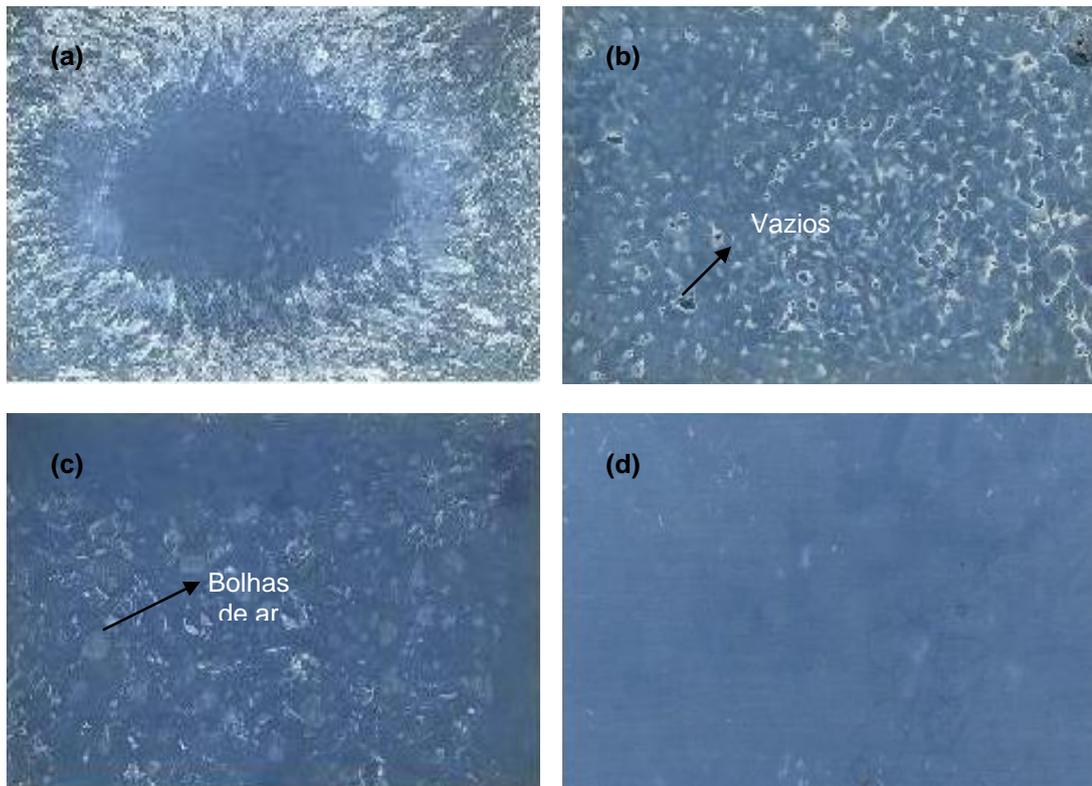


Figura 4.9 – Placas moldadas via compressão a quente de PP (a) pressão manual a 190⁰C; (b) 10 MPa a 190⁰C; (c) 10 MPa a 200⁰C; (d) 32 MPa a 200⁰C

4.4.2 Efeito da formulação e homogeneização das misturas

Os materiais termo-prensados obtidos no desenvolvimento deste trabalho têm mostrado nível de moldagem satisfatório nas condições de processamento definido.

O uso de alumina como carga no polipropileno apresentou certa dificuldade na homogeneização, isto pode ser decorrente das diferenças significativas de tamanhos de partículas dos constituintes, bem como da presença de aglomerados de partículas de alumina hidratada.

A porosidade da carga tem grande influência no aumento da resistência do polímero a ser modificado.

A modificação química da superfície das cargas tem sido o modo mais bem sucedido de unir quimicamente a matriz ao agente de reforço (DEMIR *et al.*, 2005). Segundo UOTILA *et al.* (2005), esta modificação é realizada com os agentes de acoplamento, que promovem a união química entre as fases ou altera a energia superficial da carga, permitindo um molhamento eficiente. Em uma distribuição e dispersão ótima, as partículas menores parecem cooperar com as maiores, estabilizando o crescimento das trincas e melhorando as propriedades mecânicas da matriz.

O acompanhamento da atuação do agente de acoplamento anidrido maleico e binder, quanto à adesão entre matriz/carga, pode ser verificado pela análise de absorção no infravermelho.

A adição de fibra vegetal picada as misturas particuladas de PP/ATH classifica o compósito obtido como compósitos reforçados por fibras descontínuas aleatórias, segundo Calister (2002).

A Figura 4.10 mostra o aspecto dos compósitos PP/ATH e PP/F obtidos através da moldagem por compressão, respectivamente.

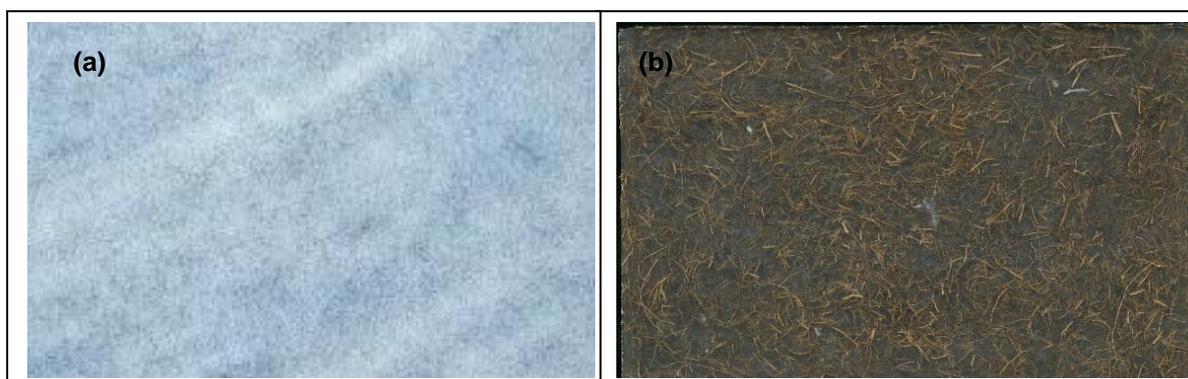


Figura 4.10 - Materiais compósitos moldados por compressão a quente:
(a) PP/ATH; (b) PP/F

4.5 ENSAIOS MECÂNICOS

4.5.1 Resistência à tração

O valor médio da resistência à tração do PP reciclado foi de 31,72 MPa, concordando com os da literatura (MODESTI *et al.*, 2005; SANTOS, 2003). Enquanto o valor médio encontrado para o compósito PP/ATH é cerca de 60% menor (12,49 MPa) do que o PP e, praticamente não houve nenhum acréscimo quando modificado com anidrido maleico (12,41 MPa). Moreira *et al.*, (1991) encontraram como valor médio para o compósito de PP/ATH modificado com titanato cerca de 15,3 MPa. Era esperada uma redução significativa na resistência desse compósito devido à elevada quantidade de carga adicionada à matriz (50%). Este fato ocorre, pois as tensões não são efetivamente transferidas da matriz para entidades esféricas dotadas de pequena área superficial. Além disso, as partículas também podem atuar como agentes nucleadores de trincas e assim contribuir para a redução da resistência mecânica dos compósitos.

A adição de fibra vegetal a matriz de PP representou uma redução de 33% (21,4 MPa). A Figura 4.11 mostra os valores médios de resistência à tração dos materiais.

Observou-se, ainda, uma pequena melhoria na resistência à tração do compósito PP/ATH/F quando modificada com binder.

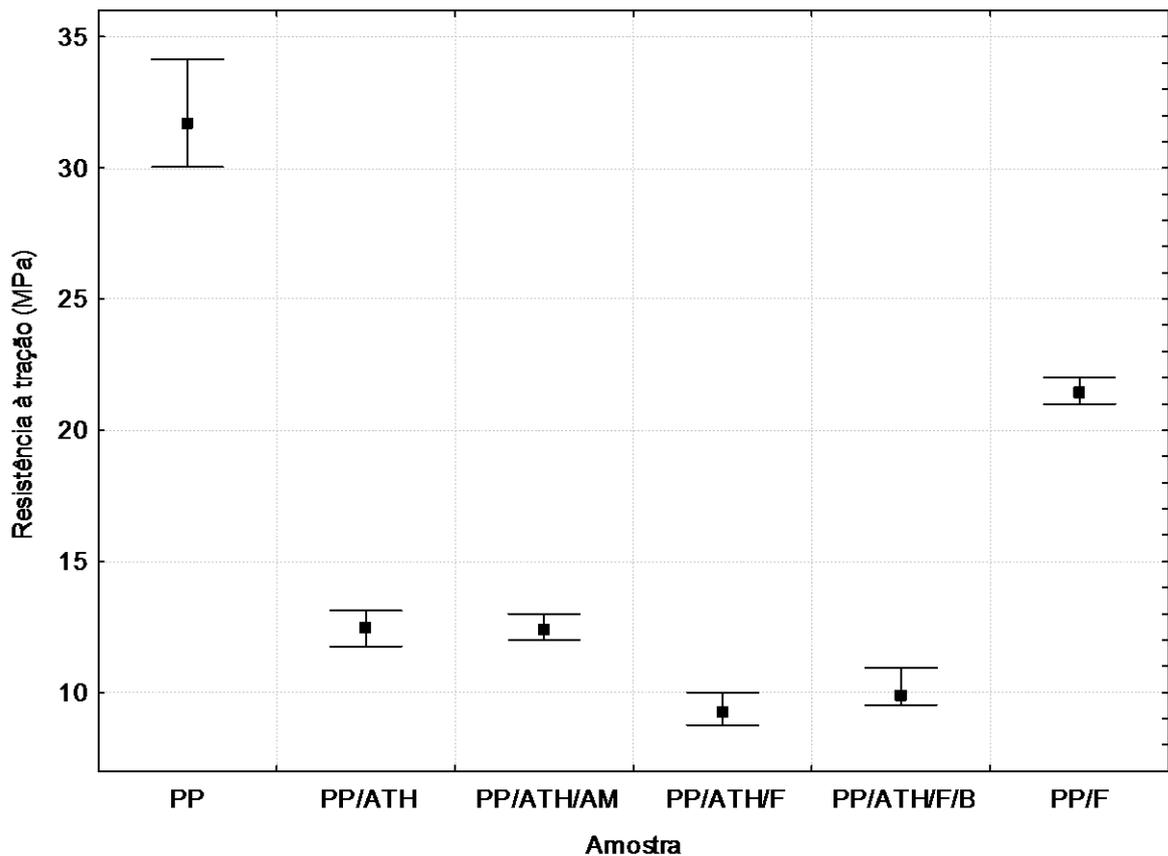


Figura 4.11 - Resistência à tração do PP e compósitos

4.5.2 Resistência à compressão

O valor médio de resistência à compressão do PP foi de 47,40 MPa. Enquanto que para o compósito PP/ATH houve uma redução de aproximadamente 47% (25,29 MPa). Labour *et al.* (2001) encontrou valores de resistência à compressão do PP de aproximadamente 60 MPa e, acredita que o nível de cristalinidade exerça grandes influências nas propriedades mecânicas do PP. Observou-se um aumento na resistência quando fibras de coco são incorporadas ao compósito de PP/ATH, chegando a um acréscimo de 31% quando modificado com binder (33,31 MPa). A Figura 4.12 mostra os valores médios de resistência à compressão dos materiais.

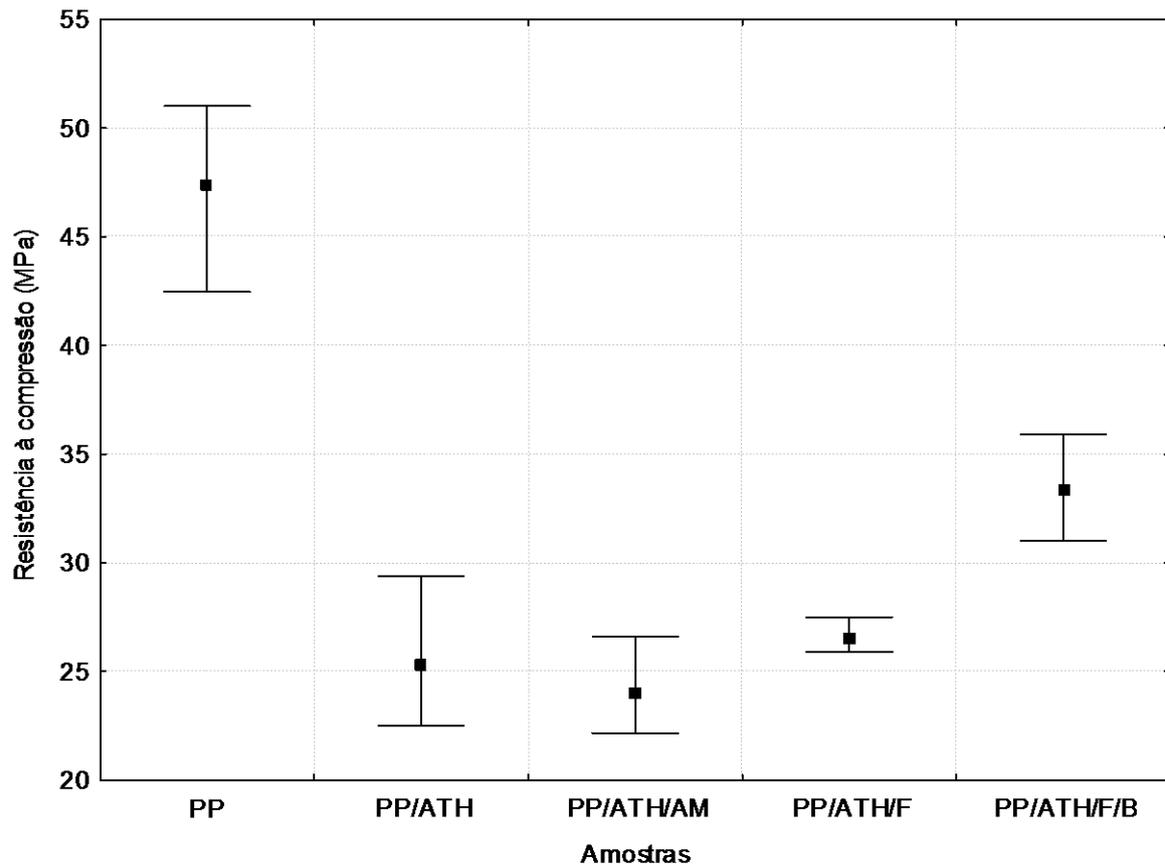


Figura 4.12 - Resistência à compressão do PP e compósitos

4.5.3 Módulo de elasticidade dos materiais

O módulo de elasticidade sofreu um aumento significativo com adição da carga inorgânica. Já era de se esperar, pois, a inclusão de cargas mineral em termoplásticos tende a melhorar a rigidez do material (MARERI *et al.*, 1997; MODESTI *et al.*, 2005; MASSON *et al.*, 2002). A Figura 4.13 mostra os resultados dos módulos de elasticidade dos materiais à tração e compressão.

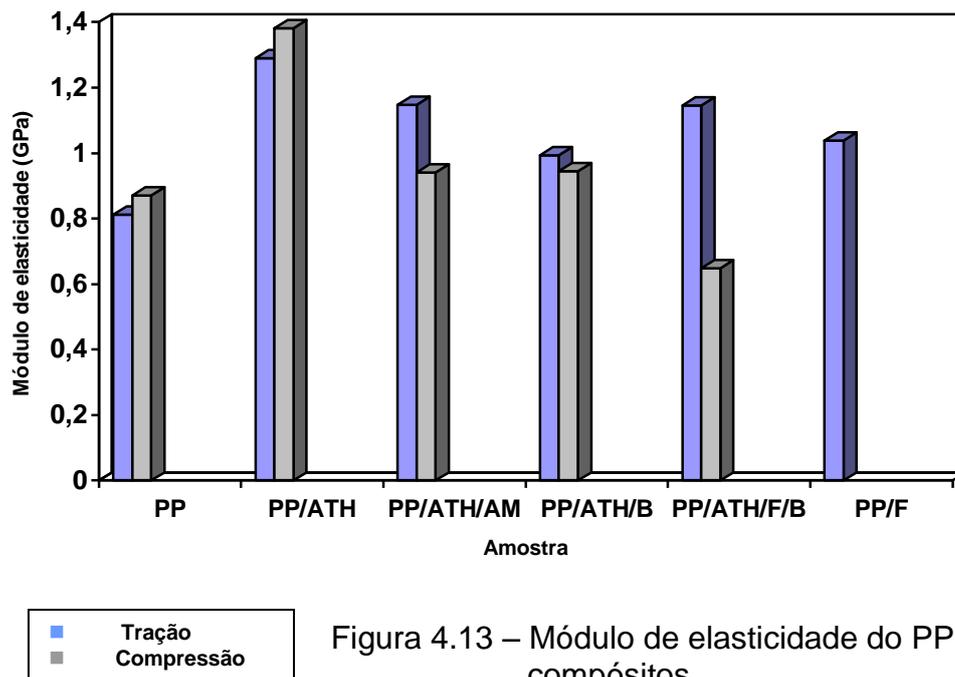


Figura 4.13 – Módulo de elasticidade do PP e compósitos

4.5.4 Resistência ao impacto Charpy

O valor médio de resistência ao impacto do PP reforçado de $19,80 \text{ kJ/m}^2$ comparativamente ao da matriz de $17,74 \text{ kJ/m}^2$, é um indicativo de que o polipropileno reforçado com fibra (PP/F) não alterou as propriedades da matriz. E provavelmente a adição de um teor maior de fibras ($>5\%$) proporcionaria uma maior rigidez ao compósito. Costa (2004) encontrou valor médio de resistência de $56,21 \text{ kJ/m}^2$ quanto ao PP reforçado com manta de aço com 20% em fração volumétrica da fibra. A Figura 4.14 apresenta os valores de resistência ao impacto Charpy do PP e dos compósitos.

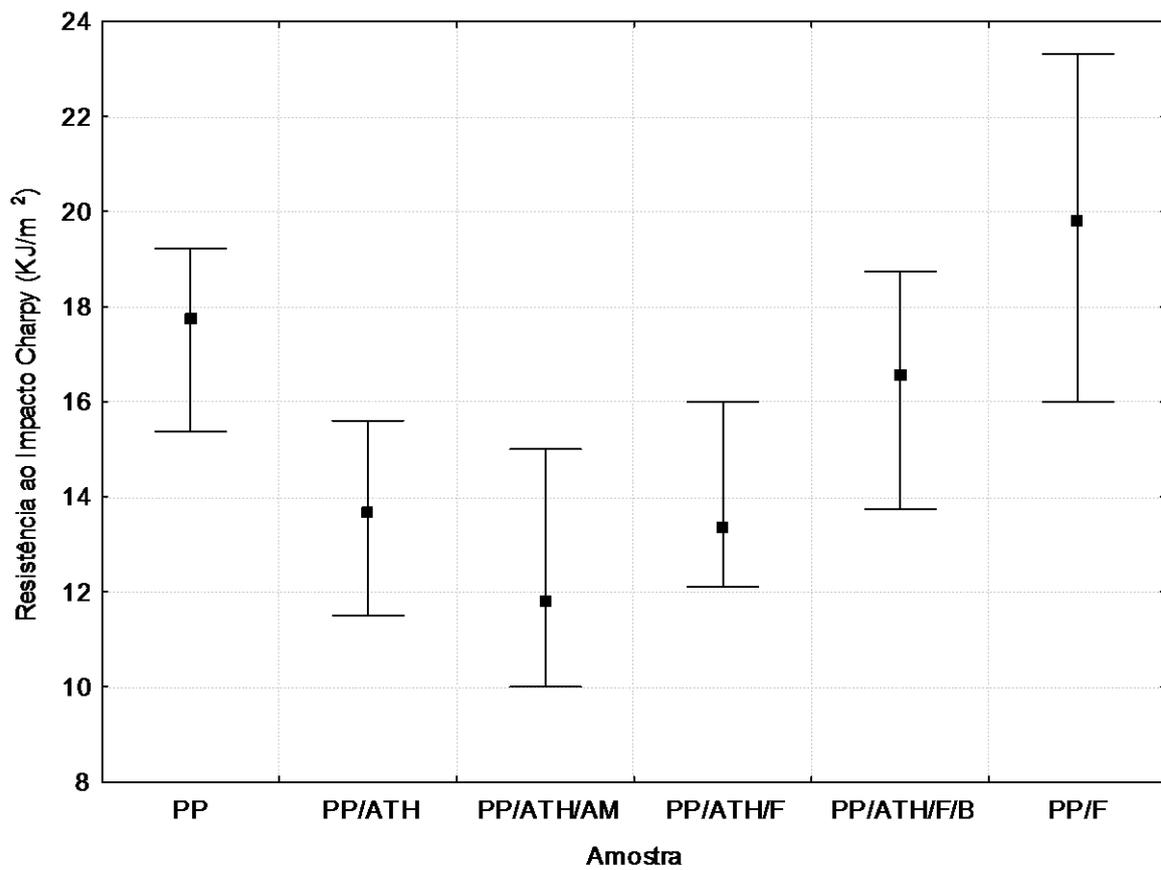


Figura 4.14 - Resistência ao impacto do polipropileno e dos compósitos

4.5.5 Média percentual e desvio padrão das propriedades mecânicas dos materiais

Os valores referentes à média e desvio padrão dos ensaios mecânicos, de pelo menos 5 corpos de prova, estão apresentados na Tabela 4.8.

Tabela 4.8 – Propriedades mecânicas dos materiais

Compósito	σ_T (MPa)	E_T (GPa)	σ_C (MPa)	E_C (GPa)	RI (KJ/m ²)
PP	31,72±1,76	0,813±0,009	47,40±3,59	0,872±0,018	17,74±2,5
PP/ATH	12,49±0,56	1,289±0,071	25,29±3,60	1,381±0,028	13,66±0,65
PP/ATH/AM	12,41±0,42	1,148±0,024	24,09±1,74	0,940±0,032	11,80±0,51
PP/ATH/F	8,90±0,35	0,994±0,031	27,01±0,70	0,945±0,066	13,36±2,65
PP/ATH/F/B	9,71±0,92	1,145±0,077	33,31±2,45	0,649±0,019	16,56±2,3
PP/F	21,40±0,48	1,038±0,038	ND	ND	19,80±2,73

σ_T ; σ_C – resistência à tração e compressão, respectivamente
 E_T ; E_C – módulo na tração e compressão, respectivamente
 RI – resistência ao impacto
 ND – Não determinado

4.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DAS FRATURAS DOS CORPOS DE PROVA

4.6.1 Morfologia das fraturas obtidas em ensaios de tração

Em termoplásticos sob tração, o mecanismo preferencial de fratura é o microfibrilamento. Este processo engloba processo de fissura que consiste na formação de cavidades e fratura, sendo caracterizado pela perda local de coesão intramolecular e significativo acréscimo da densidade nesse ponto.

A velocidade de propagação da trinca e a energia necessária para a fratura do compósito dependem do nível de adesão interfacial entre a fibra e a matriz. A trajetória da trinca depende do descolamento, da quebra ou arranque da fibra.

4.6.1.1 Morfologia das fraturas do polipropileno

A Figura 4.15 (a-f) revela os mecanismos de fratura do PP. As micrografias são apresentadas em diferentes resoluções. Em (a-b) observa-se um tipo de fratura dúctil apresentado por uma deformação plástica considerável na ponta da trinca.

Típicas linhas de freamento podem ser observadas em (c-f), seguidas por uma região de estrias paralelas à direção do crescimento da trinca. Estas estrias são características da propagação lenta após o freamento da trinca, caracterizada por uma deformação plástica rugosa (WANG, *et al.*, 2003).

4.6.1.2 Morfologia das fraturas do compósito PP/ATH

A qualidade da adesão interfacial da carga com a matriz de polipropileno é facilmente observada na Figura 4.16 (a-b). Em (b) mostra a superfície de fratura do compósito PP/ATH não modificado, em que no caso das partículas de ATH foram distintamente separadas da matriz e não é observada nenhuma adesão significativa entre as fases.

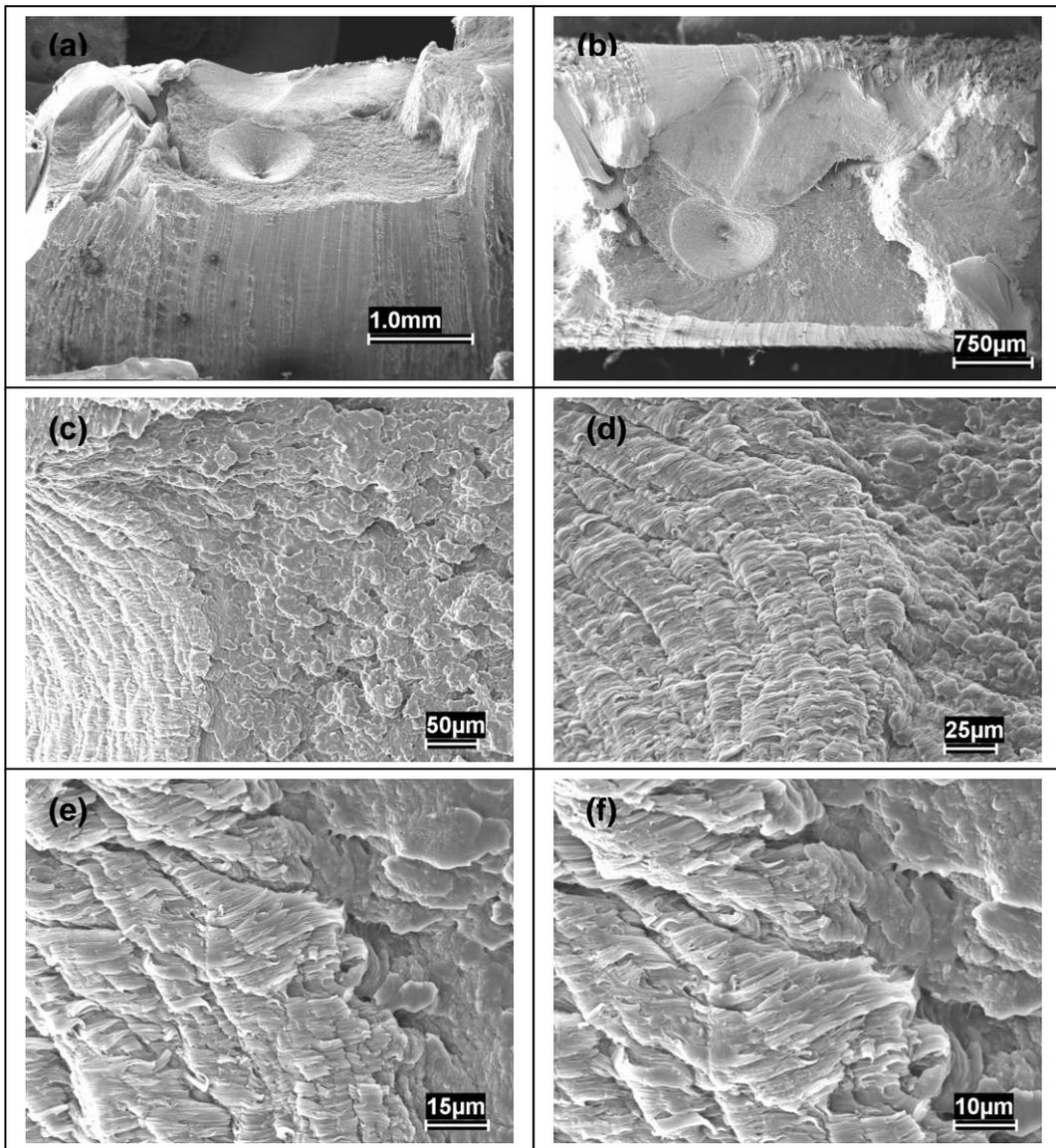


Figura 4.15 – Morfologia das fraturas de PP obtidas em ensaio de tração em várias resoluções

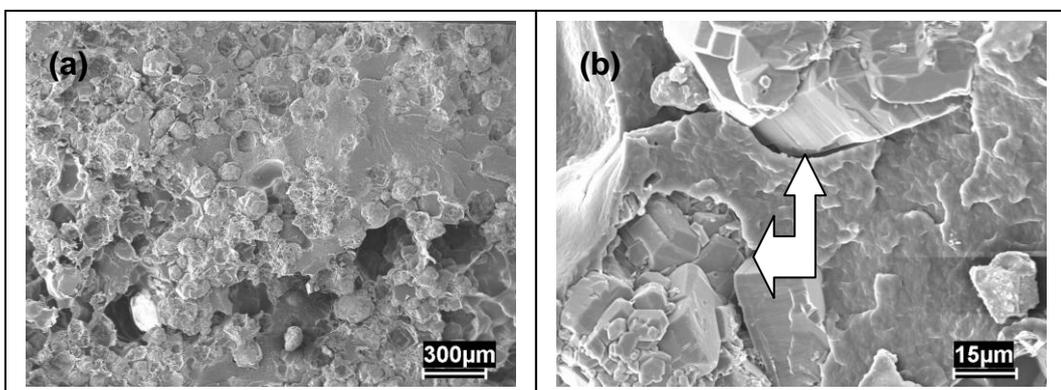


Figura 4.16 – Morfologia das fraturas do compósito PP/ATH

4.6.1.3 Morfologia das fraturas do compósito PP/ATH/AM

As micrografias das fraturas do compósito PP/ATH modificado com anidrido maleico são apresentadas em diferentes aumentos pela Figura 4.17 (a-f). Em (a) apresenta uma fratura tipo frágil, decorrente da carga particulada cerâmica que provavelmente impede a propagação do fluxo visco-elástico. Pode-se observar que após a fratura houve descolamento da carga particulada na matriz, conforme mostrado em (b). Contudo, observou-se uma certa ineficiência do agente de acoplagem, não permitindo assim, aderência entre os constituintes do compósito mostrados em (c-d).

A distribuição das partículas de ATH no compósito é bem distribuída, porém mal dispersa; enquanto que a do anidrido maleico se apresenta mal distribuída e mal dispersa. Isto impede o envolvimento completo pela matriz, o que gera concentração de tensões, e conseqüentemente redução das propriedades mecânicas da matriz polimérica (SUAREZ *et al.*, 2003).

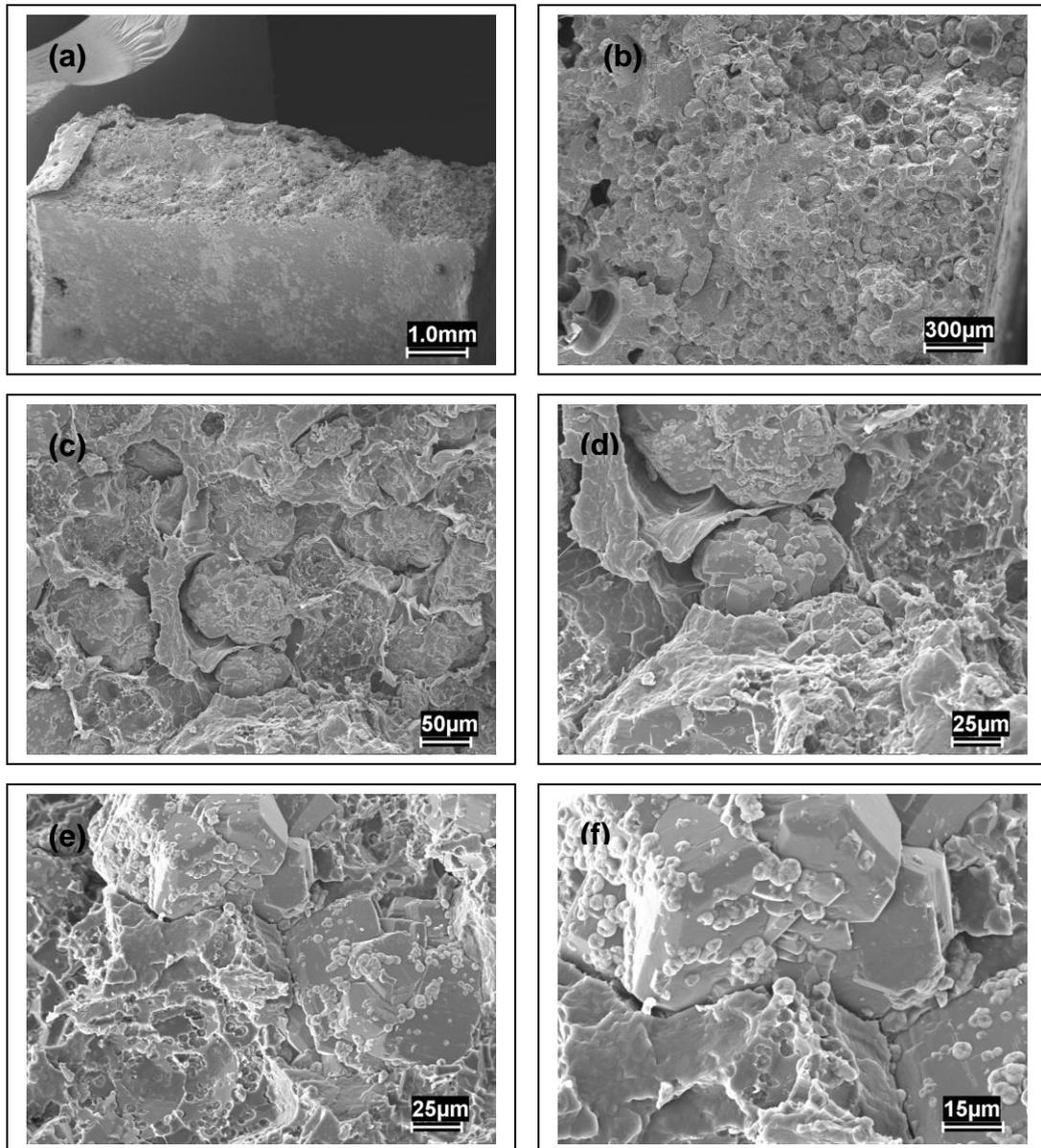


Figura 4.17 – Morfologia das fraturas do compósito PP/ATH/AM obtidas em ensaio de tração em várias resoluções

4.6.1.4 Morfologia das fraturas do compósito polipropileno/fibra de coco (PP/F)

A Figura 4.18 (a-b) mostra as superfícies de fraturas do compósito de polipropileno e fibra de coco. Pode-se observar a boa aderência da fibra na matriz, visto que, após fratura não foram suficientemente arrancadas da matriz (*fiber pull out*) observando a quebra na região acima e abaixo da ponta da trinca. Assim, as

rupturas nas fibras não coincidirão com as superfícies da trinca. Isso levará a alguma separação entre fibra e matriz, e conseqüentemente, ao sacamento da fibra com a abertura da trinca.

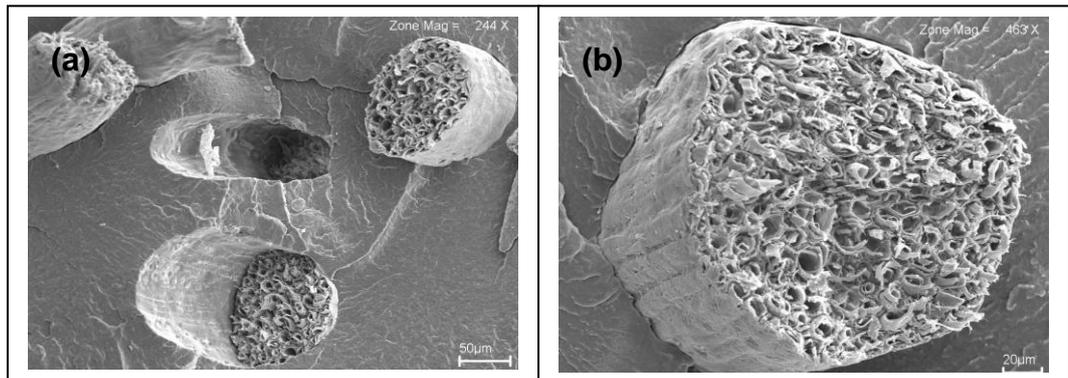


Figura 4.18 - Mecanismos de fratura do compósito de PP/F

4.6.2 Morfologia das fraturas obtidas em ensaios de compressão

Em termoplásticos sob compressão, o mecanismo preferencial de fratura é o escoamento sob cisalhamento. Neste caso, a trinca se propaga através do deslizamento de planos. A velocidade de propagação da trinca e a energia necessária para a fratura dependem do nível de adesão interfacial entre a fibra e a carga (BLEDZKI; GASSAN, 1999).

A Figura 4.19 (a-f) mostra a superfície de fratura do PP (a-b) bem como dos compósitos PP/ATH (c-d) e PP/ATH/AM (e-f). Observou-se em (a-c) o escoamento sob cisalhamento.

O comportamento mecânico do PP também apresentou um comportamento dúctil no ensaio de compressão. Os compósitos, em função do tipo de solicação aplicada a eles no ensaio de compressão, apresentaram um comportamento dúctil. A diferença de comportamento decorre do fato de o carregamento sob compressão

não conduzir à formação das micro-trincas, que são responsáveis pelo comportamento frágil dos compósitos nos ensaios de tração.

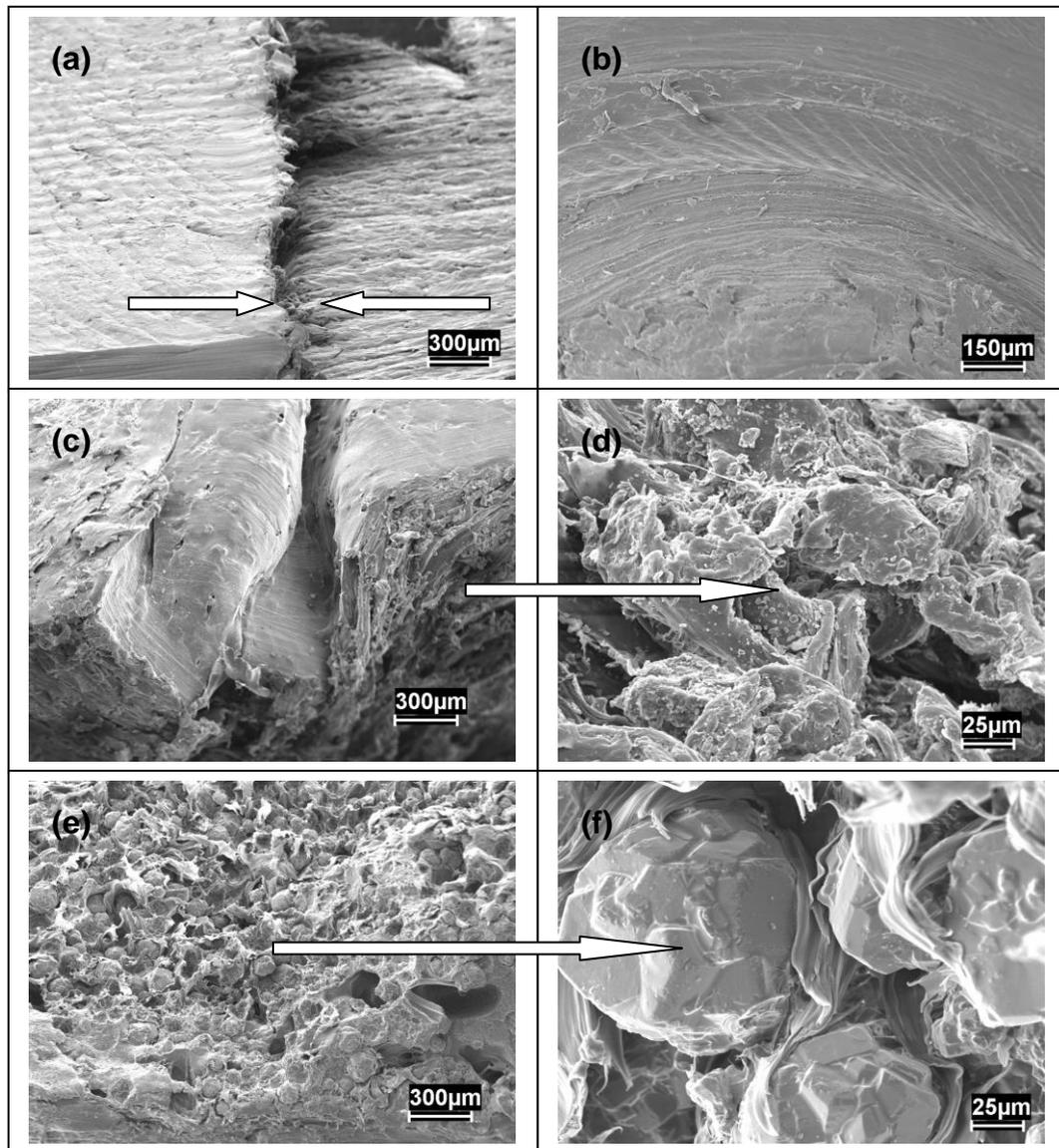


Figura 4.19 – Morfologia das fraturas do PP (a-b); PP/ATH/AM (c-d); PP/ATH (e-f), obtidas em ensaios de compressão

4.6.3 Morfologia das fraturas obtidas em ensaios de impacto Charpy

Durante o ensaio de impacto, a energia consumida na fratura de termoplásticos é um mecanismo bastante complexo, que engloba zonas tracionadas e compressivas podendo observar assim, mudanças de planos decorrentes do cisalhamento e microfibrilamento sob tensão.

A zona de deformação plástica pode ser identificada por uma área rugosa formada pela propagação da trinca em diferentes planos precedida de área lisa onde o crescimento da trinca ocorre sem nenhuma deformação plástica (MARTINS; PAOLI, 2002).

A Figura 4.20 (a-f) mostra a morfologia da fratura de polipropileno. Em (a) observa-se a característica geral da fratura, onde se pode perceber uma fratura tipo dúctil. Uma zona de deformação plástica da matriz fraturada por impacto ocorreu por formação de trincas originando uma área rugosa e lisa. Em (c-f) são observados detalhes da morfologia em múltiplos planos.

A Figura 4.21 (a-b) mostra a fratura de compósito PP/ATH/F, e enquanto a Figura 4.21 (c-d) mostra a morfologia de fratura desse compósito modificado com binder (PP/ATH/F/B). De modo geral, as fibras não são sacadas da matriz repleta de rugosidades que representam vestígios naturais da superfície fibrosa. As fibras não se aglomeraram indicando boa dispersão das mesmas na matriz.

A adesão interfacial facilitou a transferência de tensão da matriz para a fibra influenciando os resultados de resistência ao impacto pela presença do agente de acoplagem.

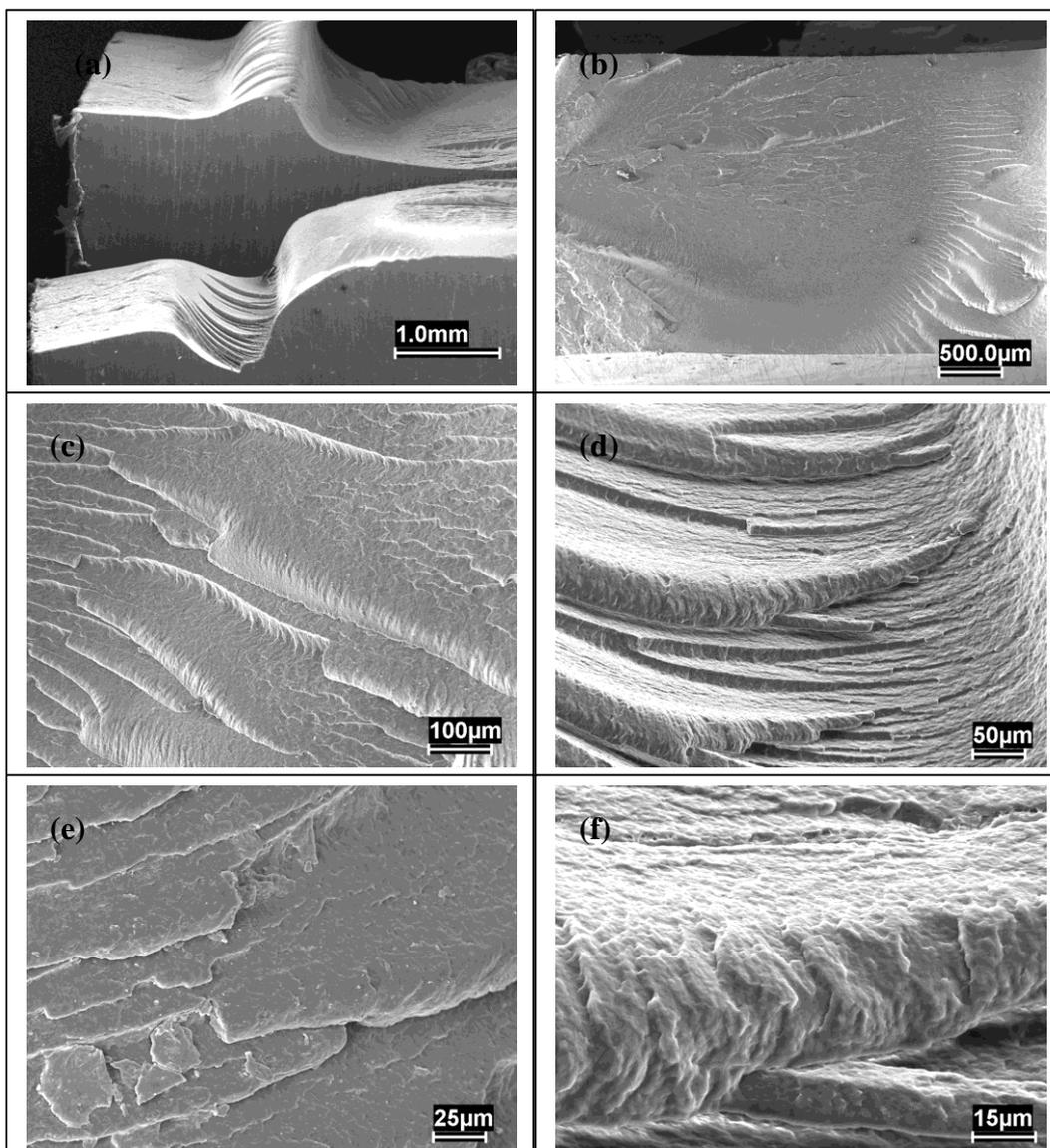


Figura 4.20 – Morfologia das fraturas do compósito polipropileno obtidas em ensaios de impacto em várias resoluções

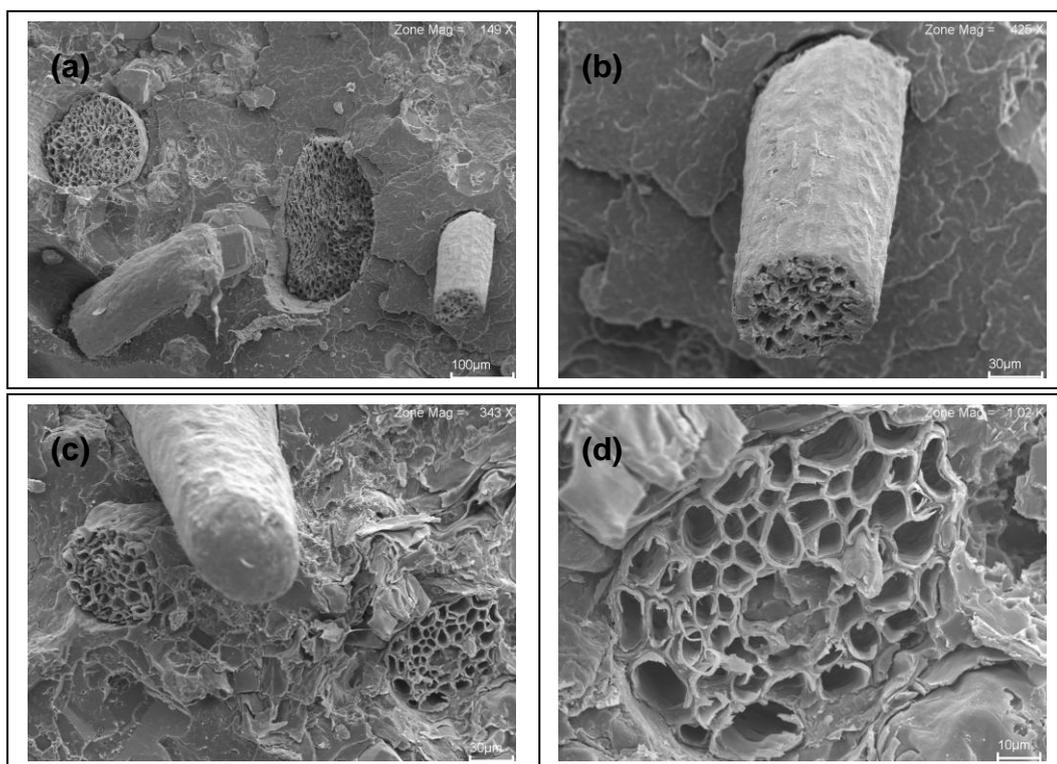


Figura 4.21 – Morfologia das fraturas: (a-b) PP/ATH/F; (c-d) PP/ATH/F/B

4.7 ENSAIO DE INFLAMABILIDADE

A avaliação da inflamabilidade da matriz de polipropileno e dos compósitos foi realizada conforme a norma internacional UL-94V, e subsequente classificação. A Figura 4.22 apresenta os corpos de prova antes do ensaio, enquanto que a Figura 4.23 apresenta o comportamento dos materiais durante o ensaio.

Na Figura 4.23 (a) observa-se que a matriz de polipropileno pura sofre ignição seguida de uma queima auto-sustentada. Este comportamento segundo a norma impede que o material possua uma classificação, isto também foi observado para o compósito PP/F. No ensaio do compósito sem a incorporação de fibra de coco ao sistema os materiais apresentaram uma auto-extinção da chama em um período igual ou inferior a 50 segundos, classificando os materiais como V-0. A presença de

fibras de coco ao compósito PP/ATH modificado classifica o sistema como V2, pois o tempo de duração da chama no corpo de prova foi igual ou menor que duzentos e cinqüenta segundos, conforme a norma internacional 94V.

O comportamento do sistema antichama pode ser atribuído à atuação da ATH na fase condensada, acarretando a formação de uma camada rígida de Al_2O_3 na superfície do polímero impedindo assim a combustão do material, e principalmente, liberando três moléculas de água, que atuam durante o processo de combustão como agente supressor de fumaça (MOREIRA *et al.*, 1991).

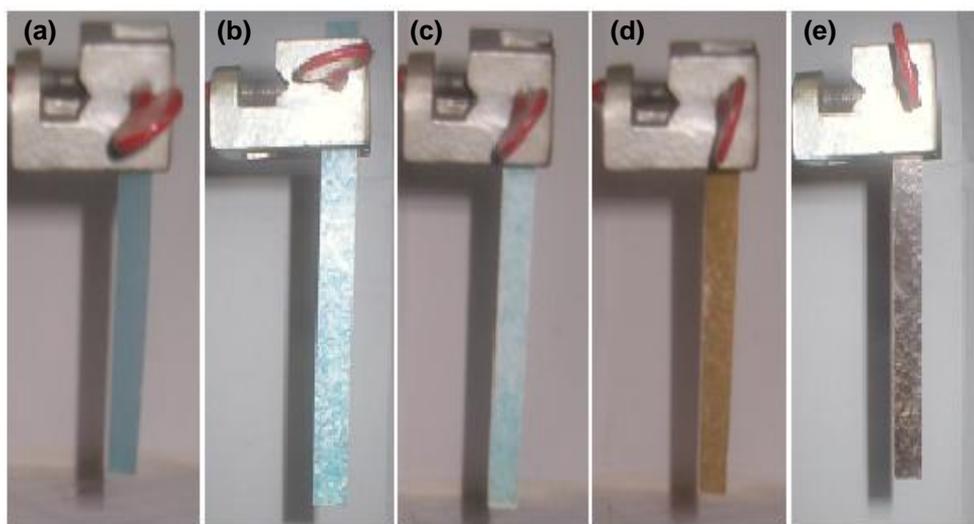


Figura 4.22 – Corpos de prova para o teste UL-94V: (a) PP; (b) PP/ATH; (c) PP/ATH/AM; (d) PP/ATH/B; (e) PP/ATH/F/B



Figura 4.23 – Corpos de prova para o teste UL-94V: (a) PP; (b) PP/ATH; (c) PP/ATH/AM; (d) PP/ATH/B; (e) PP/ATH/F/B

4.8 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DO COMPÓSITO PP/ATH APÓS ENSAIO DE INFLAMABILIDADE

Na Figura 4.24 é mostrada a morfologia do compósito PP/ATH após ensaio de inflamabilidade. Observa-se que as partículas de alumina hidratada estão impregnadas na matriz, conforme (a); e em (b) estão totalmente recobertas por camadas da mesma, proporcionando uma maior interação da atuação do agente antichama durante o processo de queima do compósito.

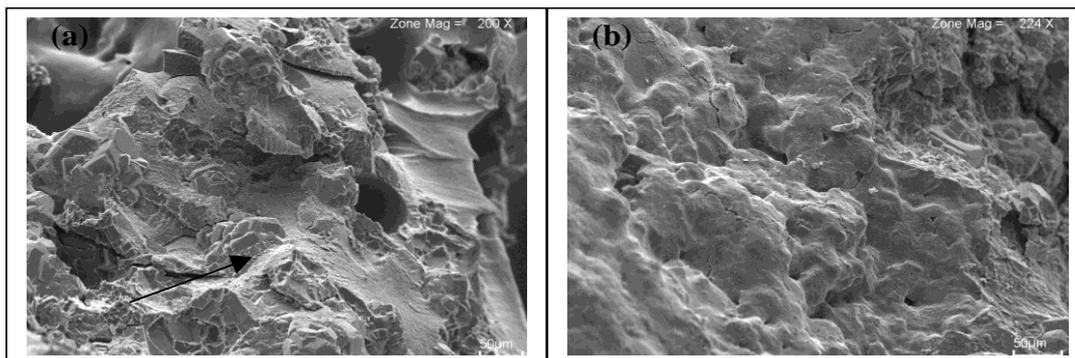


Figura 4.24 – Morfologia das fraturas do compósito PP/ATH após ensaio de inflamabilidade

4.9 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Observa-se na Figura 4.25 o difratograma de raios X do polipropileno. Em $2\theta = 14,8$ e $21,4$ estes picos decorrem do processo de preforma do polipropileno, enquanto que em $2\theta = 17,98$ e $19,01$ a cristalinidade é proveniente da orientação do PP durante a moldagem por sopro, decorrente da origem das garrafas. Sob estes picos existe um grande halo oriundo da fração amorfa, de acordo com Canevarolo Jr. (2003).

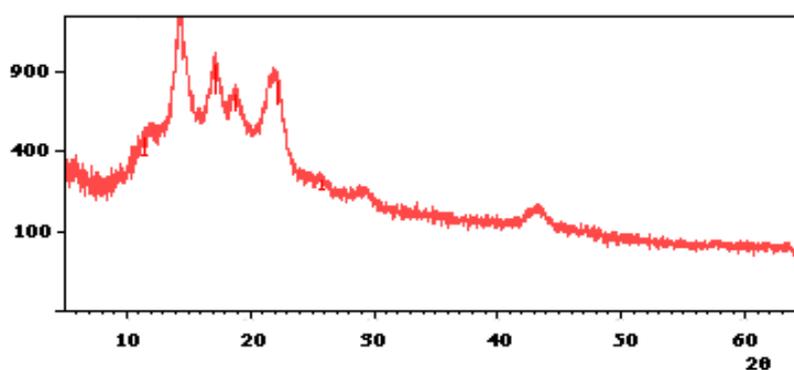


Figura 4.25 – Difratograma de polipropileno

Na Figura 4.26 são apresentados os difratogramas de raios X do PP reciclado, da ATH e do compósito PP/ATH. Cargas particuladas em geral apresentam energia livre superficial maior do que a do polímero e em alguns casos

podem auxiliar na cristalização deste. A fase mais lenta do processo de cristalização é geralmente a nucleação, e estes sólidos inorgânicos podem acelerar este processo atuando como nucleadores (CANEVAROLO Jr, 2003). Seu efeito sobre as características cristalinas da matriz polimérica pode ser visto no difratograma do compósito, em que houve uma grande diminuição da fração amorfa e aumento da fração cristalina. A matriz se apresenta como um sólido semicristalino, que segundo Maia (2000) a cristalinidade do polipropileno fica em torno de 55-65%.

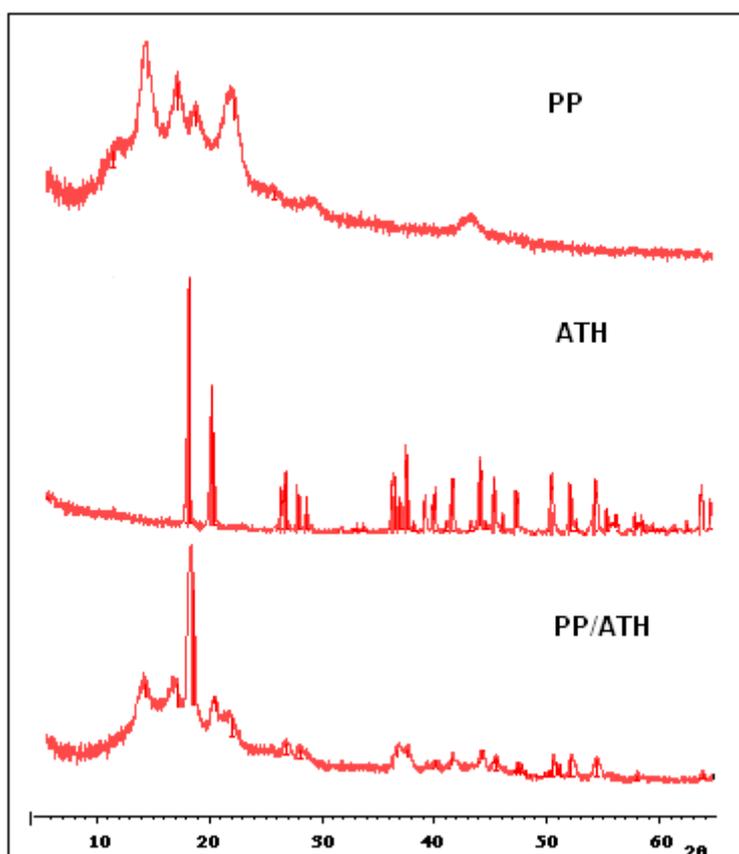


Figura 4.26 – Difratogramas de raios X do PP, ATH e do compósito PP/ATH

Nos difratogramas da Figura 4.27 observa-se que não houve nenhuma mudança na estrutura do compósito PP/ATH com a incorporação dos agentes de acoplagem. Isto pode ser atribuído a não reatividade das moléculas de agente de

acoplagem na cadeia do polipropileno no estado fundido pela técnica de processamento (temperatura-pressão) adotada neste trabalho, pois segundo Maia (2000) o meio reacional é fortemente influenciado pelo tipo de misturador, que atua como um reator químico induzindo o cisalhamento entre as partículas e assim promovendo o graft na cadeia polimérica da matriz.

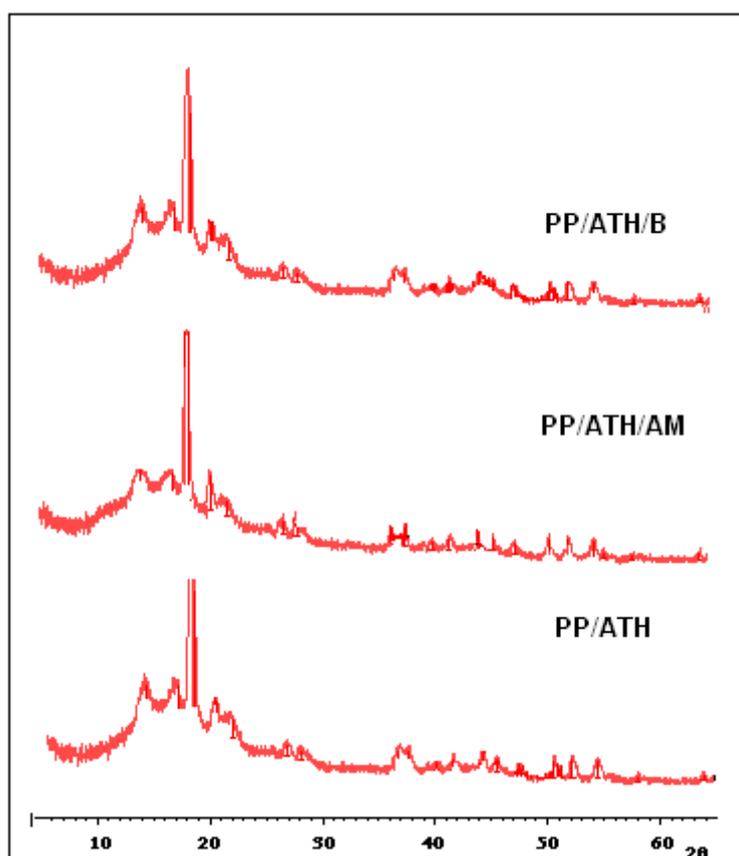


Figura 4.27 – Difratomogramas de raios X do PP/ATH modificado

4.10 ESPECTRO NO INFRAVERMELHO

A Figura 4.28 corresponde ao espectro no infravermelho do polipropileno e do compósito PP/ATH grafitizado com anidrido maleico onde, não foi observada presença de grupos carbonilas na faixa de absorção (1700 a 1750cm^{-1}) a qual corresponde a indícios de degradação do polímero. Certamente, não houve grande incidência de hidroperóxidos comumente formados durante o uso da resina virgem sem aditivo. A decomposição dos hidroperóxidos, esperada durante a reciclagem dos descartes, pode ter sido impedida pela presença de aditivos remanescentes do primeiro processo.

Para se avaliar a influência do anidrido maleico sob a matriz, foram comparadas as faixas de variações dos espectros através da observação do comportamento dos picos e, não se evidenciou nenhuma mudança significativa nos espectros. Evidenciando a não reatividade do agente de acoplagem na cadeia da matriz, tendo como referencial os espectros da Figura 4.29 (DING *et al.*, 2005).

A não reatividade de moléculas de anidrido maleico e a reação dos grupos anidrido enxertados no polipropileno são acompanhadas pelo controle FT-IR, respectivamente, pelo desaparecimento das bandas de absorção a 750 cm^{-1} associada com a deformação plana do anidrido maleico pela eliminação de CH, e pelo desaparecimento da banda de absorção a 1715 cm^{-1} . O aparecimento de uma baixa banda de absorção próximo de 1792 cm^{-1} assegura o estiramento simétrico de C=O da funcionalidade de anidrido grafitizado no polipropileno (SCLAVONS, 2005).

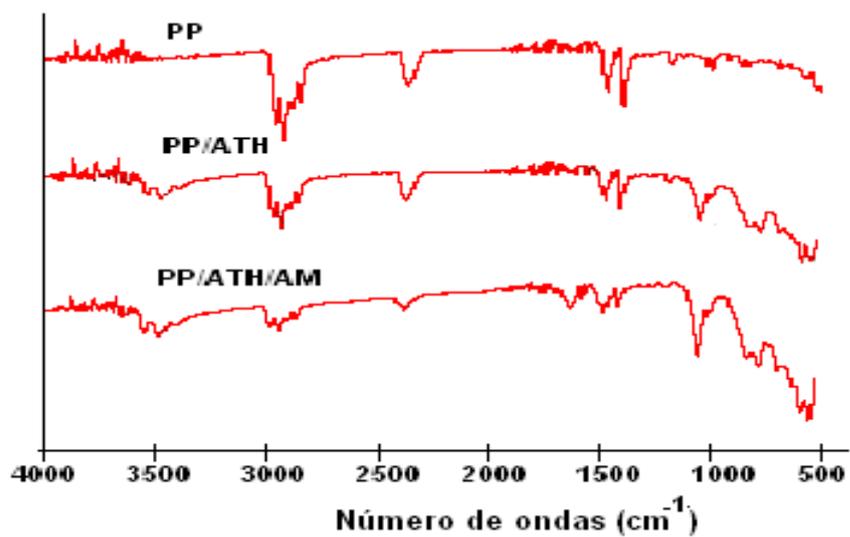


Figura 4.28 - Espectro de FT-IR do PP e dos compósitos PP/ATH e PP/ATH modificada com anidrido maleico

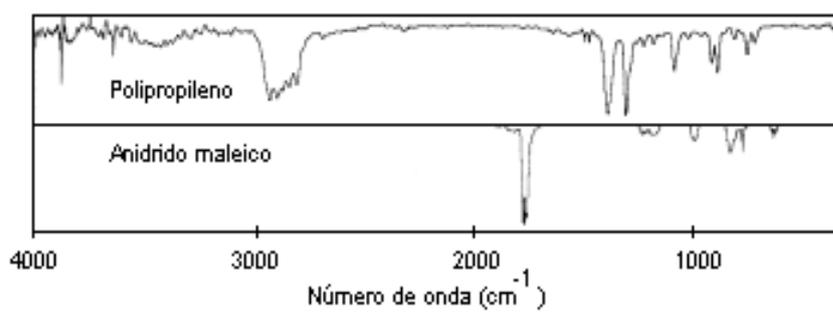


Figura 4.29 - Espectro de FT-IR do PP e do anidrido maleico (DING *et al.*, 2005)

5 CONCLUSÕES

1. A adição de carga mineral (ATH) à matriz polimérica produziu um material compósito com valores de módulo de elasticidade significativo. Indicando que material obtido se apresenta com maior rigidez em relação ao polipropileno.
2. As diferentes granulometrias dos materiais constituintes dos compósitos produziram materiais com diferentes dispersões de partículas dentro da matriz polimérica, gerando diferentes forças de adesão e cisalhamento entre as superfícies das partículas e a estrutura do polímero analisado.
3. A distribuição das partículas de ATH ao longo da matriz polimérica ocorreu de forma bem dispersa e mal distribuída, enquanto que a distribuição das fibras de coco não apresentou nenhum indício de aglomerados de fibras, promovendo assim aumento na resistência mecânica do material.
4. Como as análises dos resultados no FT-IR e DRX comprovaram a não reatividade do agente de acoplamento anidrido maleico à matriz, provavelmente devido ao tipo de processo de conformação adotado neste trabalho, pois se sabe que a reação é induzida por forças de cisalhamento entre as partículas promovendo assim o graft na cadeia do polipropileno, fato este observado com frequência em moldagem por extrusão.
5. Foi evidenciando regiões de aglomeração de partículas na matriz polimérica, as quais provavelmente geraram concentração de tensões, ocasionando redução nas propriedades mecânicas do compósito.
6. Observou-se que com a adição de binder o efeito da interação entre o agente de acoplamento e a carga mineral promoveu certo aumento na resistência ao impacto do compósito PP/ATH/F.
7. A presença de fibras de coco modificada com binder no compósito de PP/ATH funciona como carga de reforço, podendo diminuir o custo final do compósito.

8. A incorporação de fibra natural como reforço do polipropileno pode representar uma alternativa significativa de recuperação de resíduos ecologicamente corretos.
9. Os ensaios de inflamabilidade apresentaram classificação V-0 para o compósito PP/ATH, indicando que o mesmo apresenta viabilidade quanto a materiais com índice de inflamabilidade aceitável. Isto comprova a eficácia da ATH como agente antichama.
10. A contribuição de fibras de coco ao sistema antichama reduziu o tempo de combustão do polipropileno classificando o compósito como V-2, porém não é classificatória quanto ao padrão UL-94V, quando incorporado somente a matriz (PP/F).

SUGESTÕES

1. Avaliar as propriedades mecânicas do compósito PP/F em proporção maior que 5% de fibras com tratamento químico adequado.
2. Investigar a influência de ATH em proporções menores que 50% em peso em relação a matriz polimérica observando assim, possíveis aumentos na resistência mecânica dos compósitos.
3. Analisar o comportamento da flamabilidade dos compósitos em ambiente fechado (câmara de ensaio).
4. Utilizar um outro processo de moldagem para averiguação do graft do agente de acoplagem na cadeia polimérica do polipropileno, observando a relação da adesão interfacial com as propriedades mecânicas dos materiais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARBELAIZ, A.; FERNANDEZ, B.; RAMOS, J.A; RETEGI, A.; LLANO-PONTE, R. Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling. **Composites Science and Technology**. v. 65, p. 1582-1592, 2005.

ARBELAIZ, A.; FERNANDEZ, B.; RAMOS, J.A.; MONDRAGON, I. Thermal and crystallization studies of short flax fibre reinforced polypropylene matrix composites: Effect of treatments. **Thermochimica Acta**. v. 440, p. 111-121, 2006.

ALCÂNTARA, R. L.; CARVALHO, L. H.; RAMOS, S. M. S. Propriedades mecânicas de resíduos plásticos urbanos da região nordeste.I: Influência das condições de processamento. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. São Paulo, p. 42-47, jul./set., 1995.

ASMANI, M.; KERMEL, C.; LERICHE, A. Influence of porosity on Young`s modulus and Poisson`s ratio in alumina ceramics. **Journal of the European Society**. v. 21, p. 1081-1086, 2001.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA - ABC. Cerâmica Avançada. V. 36, n. 246, nov/dez, 1990.

BLEDZKI, A. K.; FARUK, O. Creep and impact properties of wood fibre-polypropylene composites: influence of temperature and moisture content. **Composites Science and Technology**. v. 64, p. 693-700, 2004

BOSCHI, A .O Tecnologia de cerâmica avançada aplicada a revestimentos cerâmicos. Cerâmica Industrial. v. 01 (02), maio/junho, 1996.

BITTMAN, E. Uma análise do segmento de plásticos reforçados. **Plástico Industrial**. out, 2004.

CALLISTER JR, W. D. **Ciência de Engenharia de Materiais**: uma introdução. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC Editora, 2002.

CANTERO, G. et al. Effects of fibre treatment on wettability and mechanical behaviour of flax/polypropylene composites. **Composites Science and Technology**. v. 63, p. 1247-1254, 2003.

CANAUD, C.; VISCONTE, L. L.Y.; NUNES, R. C. R.. Propriedades Mecânicas e de Inflamabilidade de Composições de Borracha EPDM Carregadas com Negro de Fumo e Hidróxido de Alumínio. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. v. 11, p. 35-40, 2001.

CHIANG, E. Y.; HU, C. H. Approaches of interfacial modification for flame retardant polymeric materials. **Composite Parte A**. v. 32, p. 517-524, 2001.

CORREA, C. A. et al. Compósitos termoplásticos com madeira. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. v. 13, n.3, p. 154-165, 2003.

COSTA, A. C. F. M.; SANTANA, L. N. L.; MEDEIROS, V. M. M.; COSTA, R. V.. Influência de alguns ligantes sobre a porosidade de corpos de alumina compactados por prensagem à seco. **Cerâmica**, v. 42, n. 278, p. 829-832, nov/dez. 1996.

DEMIR, H.; BALKÖSE, D.; ÜLKÜ, S. Influence of surface modification of fillers and polymer on flammability and tensile behaviour of polypropylene-composites. **Polymer Degradation and Stability**. p. 1-7, 2005.

DUALIBI FILHO, J.; ROCHA, J. C.. Cerâmicas de alta alumina. **Informativo INT**, Rio de Janeiro, v. 20, n. 41, jan/abr. 1988.

DING, C. et al. How organo montmorillonite truly affects the structure and properties of polypropylene. **Polymer Testing**. v. 24, p. 94-100, 2005.

DARRAGH, K. V.. Aluminum compounds, In: KIRK - OTHMER'S ENCYCLOPEDIA OF TECHNOLOGY. 2nd ed. New York: Wiley-Interscience, v. 2, 1982.

DENG, Y.; WANG, Y.Z.; BAN, D.M.; LIU, X.H.; ZHOU, Q.. Burning behavior and pyrolysis products of flame-retardant PET containing sulfur-containing aryl polyphosphonate. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**. v. 25, p. 1-5, 2006.

ELSEBROCK, R. et al. Structures oxide ceramics by a sodium chloride moulding technique. **Materials Letters**. v. 58, p. 3348-3349, 2004.

FAGURY, R. V. G. Avaliação de Fibras Naturais para a Fabricação de Compósitos: Açai, Coco e Juta. 2005. **Dissertação de Mestrado do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPA**. 2005.

FRANCO, P.J.H.; VALADEZ-GONZÁLEZ-VALADEZ, A. Mechanical properties of continuous natural fibre-reinforced polymer composites. **Composites Part A: applied science and manufacturing**, v. 35, p. 339-345, 2004.

FOUST, A.S.; WENZEL, L.A.; CLUMP, C.W. Princípios das Operações Unitárias. 2 ed., Ed. Guanabara Dois, 1982.

FU, M.; QU, B. Synergistic flame retardant mechanism of fumed silica in ethylene-vinyl acetate/magnesium hydroxide blends. **Polymer Degradation and Stability**. v. 85, p. 633-639, 2004.

GALLO, J.B.; AGNELLI, J.A.M. Aspectos do comportamento de polímeros em condições de incêndios. **Polímeros Ciências e Tecnologia**. v. 8, p. 23-37, 1998.

GACHTER, R.; MÜLLER, H. *Plastics Additives Handbook*. 3 ed, Ed. Hanser Publisher, Munich Vienna, New York, 2001.

HALVORSON, R. H., ERICKSON, R. L.; DAVIDSON, C. L. The effect of filler and silane content on conversion of resin-based composite. **Dental Materials**. v. 19, p. 327-333, 2003.

HU, N. S.; ZHANG, L. C. Some observations in grinding unidirectional carbon fibre-reinforced plastics. **Materials Processing Technology**. v. 152, p. 333-338, 2004.

JOSE, S. et al. Phase morphology, crystallisation behaviour and mechanical properties of isotactic polypropylene high density polyethylene blends. **European Polymer Journal**. v. 40, p. 2105-2115, 2004.

JANG, J.; LEE, E.. Improvement of the flame retardancy of paper-sludge / polypropylene composite. **Polymer Testing**. v. 20, p. 7-13, 2001.

JANG, J. et al. The effect of flame retardants on the flammability and mechanical properties of paper-sludge/phenolic composite. **Polymer Testing**. v. 10, p. 269-279, 2000.

JONNA, S.; LYONS, J. Processing and properties of cryogenically milled post-consumer mixed plastic waste. **Polymer Testing**. v. 24, p. 428-434, 2005.

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. dos. **Ensaio dos Materiais. LTC: Rio de Janeiro, 2000.**

GACHTER, R.; MÜLLER, H. **Plastics Additives Handbook**, 3 ed., Ed. Hanser Publishers, Munich Vienna, New York, 2001.

HE, Z.; MA, J. Densification and grain growth during interface reaction controlled sintering of alumina ceramics. **Ceramics International**. v. 27, p. 261-264, 2001.

HERGENROTHER, P. M. et al. Flame retardant aircraft epoxy resins containing phosphorus. **Polymer**. v. 46, p. 5012-5024, 2005.

HELMBOLDT, O. Aluminum compounds, inorganic. In: ULLMANN'S ENCYCLOPEDIA OF INDUSTRIAL CHEMISTRY. 5th ed. New York: [s. n]. v. A1, p. 527-541, 1985.

HERGENROTHER, P. M. et al. Flame retardant aircraft epoxy resins containing phosphorus. **Polymer**. v. 46, p. 5012-5024, 2005.

HOHENBERGER, W. Compatibilidade ambiental e fácil manipulação: tendências para os modificadores de resinas plásticas. **Plástico Industrial**. p. 40-42, dez, 2004.

HUSIC, S.; JAVNI, I.; PETROVIC, Z.S. Thermal and mechanical properties of glass reinforced soy-based polyurethane composites. **Composites Science and Technology**. v. 65, p. 19-25, 2005.

KOTEK, J. et al. Chlorosulfonated polypropylene: preparation and its application as a coupling agent in polypropylene-clay nanocomposites. **Polymer**. v. 46, p. 4876-4881, 2005.

KHALIKOV, D. KH.; MUKHIDDINOV, Z.K.. Physicochemical, Principles of Plant-cell Protopectin decomposition by acid catalysts. **Chemistry of Natural Compounds**.v. 40, p. 101-113, 2004.

LI, Z.; QU, B. Flammability characterization and synergistic effects of expandable graphite with magnesium hydroxide in halogen-free flame-retardant EVA blends. **Polymer Degradation and Stability**. v. 81, p. 401-408, 2003.

LIU, Y. TANAKA, Y. In situ characterization of tensile damage behavior of a plain-woven fiber-reinforced polymer-derived ceramic composite. **Materials Letters**. v. 57, p. 1571-1578, 2003.

LABOUR, T. et al. Influence of the β crystalline phase on the mechanical properties of unfilled and CaCO_3 -filler polypropylene. I Structural and mechanical characterisation. **Polymer**. v. 42, p. 7127-7135, 2001.

LEAO, A . L., ROWELL, R., TAVARES, N.. Applications of natural fibers in automotive industry in Brazil-thermoforming process. **Science and Tecnology of Polymers and advanced Materials**. 755-761. 1998

MAROSFÖI, B.; MALKO, Sz.; MAROSI, P.A.G. Fire retarded polymer nanocomposites. **Current Applied Physics**. v. 6, p. 259-261, 2006.

MASSON, T. J.; DE MIRANDA, L. F.; AGNELLI, J. A. M. **Plástico Industrial**. p. 110-121, 2003.

MAIA, D. R. J. Embranquecimento de peças injetadas de polipropileno isostático contendo TiO_2 . Dissertação de Mestrado da Universidade Estadual de Campinas, São Paulo. 2000.

MÂHLMANN, C. M.; LAWISCH, A.A.; MORAES, L.M. Análise da qualidade do polipropileno reciclado por termo-prensagem. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS. Porto Alegre, Rio Grande do Sul, dez., 2004.

MARCELINO, A.C.B.; FARIAS, M.A.; BRITO, W.O.; NÓBREGA, M.M.S.; FONSECA, V.M.; CARVALHO, L.H. Avaliação do teor de retardante de chama na inflamabilidade e nas propriedades mecânicas da matriz poliéster. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, nov, 2004.

MARERI, P. et al. Mechanical behaviour of polypropylene composites

containing fine mineral filler: effect of filler surface treatment. **Composites Science and Technology**. v. 58, p. 747-752, 1998.

MALAININE, M. E.; MAHROUZ, M.; DUFRESNE, A.. Termoplastic nanocomposites based on cellulose microfibrils from *Opuntia ficus-indica* parenchyma cell. **Composites Science and Technology**. v. 65, 1520 – 1526, 2005.

METIN, D. et al. The effect of interactions on the mechanical properties of polypropylene/natural zeolite composites. **Composites**. v. 35, p. 23-32, 2004.

MUELLER, D.H.; KROBJILOWSKI, A. New discovery in the properties of composites reinforced with natural fibers. **Journal of Industrial Textiles**. v. 33, p. 112-127, 2003.

MOREIRA, J. C. DE G.; CUNHA, A.L.; NORONHA, R.T.T.; AGNELLI, J.A.M. Compostos de polipropileno com alumina trihidratada (ATH) - Influências de tratamentos superficiais da ATH nas propriedades reológicas, mecânicas, estruturais e de inflamabilidade. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS, São Paulo, p. 433-438, 1991.

MOUZHENG, F.; QU, B. Synergistic flame retardant mechanism of fumed sílica in ethylene-vinil acetate/magnesium hydroxide blends. **Polymer Degradation and Stability**. v. 85, p. 633-639, 2004.

MOURAD, A..H.I. *et al.* The effect of process parameters on the mechanical properties of die drawn polypropylene. **Polymer Testing**. v. 24, p. 169-180, 2005.

MOURA, W. R. Anteprojeto de industrialização. **POEMA tropic – Programa Pobreza e Meio Ambiente na Amazônia**. 1-10, 2001.

MODESTI, M.; LORENZETTI, A.; BON, D.; BESCO, S. Effect of processing conditions on morphology and mechanical properties of compatibilized polypropylene nanocomposites. **Polymer**. v. 46, p. 10237-10245, 2005.

MARTELLI, M. C. Obtenção de alumina para cerâmica avançada através da síntese de alúmen de amônio. **Dissertação de Mestrado da Universidade Federal do Pará**. Belém, 106 p. 1997.

NEVES, O.N.E. Elaboração compósitos biodegradáveis a base de pectina/EVA reforçado com fibras coco. **Dissertação de Mestrado do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPA**. 2006.

NOGUEIRA, C. L.; MARLET, J. M. F.; RESENDE, M. C. Processo de obtenção de pré-impregnados poliméricos termoplásticos via moldagem por compressão a quente. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. p. 18-27, 1999.

OLINEK, J.; ANAND, C.; BELLEHUMEUR, C.T. Estudo descreve o comportamento da resina em pó na rotomoldagem. **Plástico Industrial**. abr, p.

110-121, 2005.

FERRREIRA, R.A.N.; MIRANDA, O.; REIS, S. C. desenvolvimento de um equipamento para medição de área específica de pós. **Cerâmica**. v. 36, p. 139-142, 1990.

PLACKETT, D.; ANDERSEN, T. L.; PEDERSEN, W. B.; NIELSEN, L.. Biodegradable composites based on L – polylactide and jute fibres. **Composites Science and Technology**. v. 63, p. 1287 – 1296. 2003.

RAMULU, M.; STICKLER, P.B., MCDEVITT, N.S. Influence of processing methods on the tensile and flexure properties of high temperature composite. **Composites Science and Technology**. v. 64, p. 1763 – 1772. 2004.

SANTOS, N.S.S., Estudo da Utilização de Trançados Vegetais na Elaboração de Compósitos laminados. **Dissertação de Mestrado do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPA**. 2006.

SANTOS, P.; PEZZIN, S.S. Mechanical properties of polypropylene reinforced with recycled-pet fibres. **Materials Processing Technology**. v. 144, p. 517-520, 2003.

SALVADOR, M.D.; AMIGÓ, V.; VIDAL, M.J.; RIBES, A.; CONTAT, L. Evaluation of chemical degradation of commercial polypropylene. **Materials Processing Technology**. v. 143, p. 693-697, 2003.

SCLAVONS, M.; LAURENT, M.; CARLIER, V. Maleic anhydride-grafted polypropylene: FT-IR study of a model polymer grafted by ene-reaction. **Polymer**. v. 46, p. 8062-8067, 2005.

SILVA, S. R.; MERCADANTE, A. Z.. Carotenoid composition of fresh yellow passion fruit (*passiflora edulis*). **Ciência e Tecnologia Alimentos**. v. 22, nº3, Set/Dez., 2002.

SILVA, R. V.; SPINELLI, D.; BOSE FILHO, W. W.; CLARO NETO, S.; CHIERICE, G. O. Poliuretano Derivado do Óleo de Mamona Reforçado com Fibras de Sisal e Coco - Ensaio de Tração e Absorção de Água. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS. Porto Alegre, Rio Grande do Sul, dez., 2004.

SILVA, V. L. D. Propriedades cerâmicas de uma alumina proveniente da pirólise do sulfato de alumínio. **Dissertação de Mestrado do Departamento de Engenharia Química da UFPA**. Belém, Pará, abr, 2005.

SIQUEIRA, B. G. et al. Propriedades mecânicas e resistência à chama de composições SBR/negro de fumo/ hidróxido de alumínio. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. v. 11, n. 2, p. 89-93, 2001.

SAIN, M. et al. Flame retardant and mechanical properties of natural fibre-PP composites containing magnesium hydroxide. **Polymer Degradation and**

Stability. v. 83, p. 363-367, 2004.

SRIVASTAVA, V. K.; KAWADA, H. Fatigue behaviour of alumina fibre-reinforced epoxy resin composite pipes under tensile and compressive loading conditions. **Composites Science and Technology**. v. 61, p. 2393-2403, 2001.

SUAREZ, J. C. M.; COUTINHO, F. M. B.; SYDENSTRICKER, T. H.. SEM studies of tensile fracture surfaces of polypropylene – sawdust composites. **Polymer testing**. v. 22, 819 – 824, 2003.

TIDJANI, A. Polypropylene graft-maleic anhydride-nanocomposites: II – fire behaviour of nanocomposites produced under nitrogen and in air. **Polymer Degradation and Stability**. v. 87, p. 43-49, 2005.

TITA, S. P. S.; PAIVA, J. M. F. de; Frollini, E.; Impact Strength and Other Properties of Lignocellulosic Composites: Phenolic Thermoset Matrices Reinforced with Sugarcane Bagasse Fibers. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. v. 12, nº 4, p. 228-239, 2002.

THOMADON, J. L. The influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre reinforced polypropylene. 6. The properties of injection moulded long fibre PP at high fibre content. **Composites: Part A**. p. 1-9, 2004.

ZANIN, M.. Comportamento Elétrico do EPDM carregado com Cargas Inorgânicas. CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS, São Paulo, p. 849-852, 1991.

ZHANG, X. et al. Investigation of interfacial modification for flame retardant ethylene vinyl acetate copolymer/alumina trihydrate nanocomposites. **Polymer Degradation and Stability**. v. 87, p. 411-418, 2005.

Wang, K. et al. Mechanical properties and toughening mechanisms of polypropylene/barium sulfate composites. **Composites part A**. v. 34, p. 1199-1205, 2003.

UOTILA, R. et al. Compatibilization of PP / elastomer / microsilica composites with functionalized polyolefins: Effect on microstructure and mechanical properties. **Polymer**. v. 46, p. 7923-7930, 2005.

ULLOA, M.E.P.; MIRANDA, L.F.; MASSON, T.J. Reciclagem de polipropileno com adição de pó de madeira utilizando titanato de bário como agente de acoplamento. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS. Porto Alegre, Rio Grande do Sul, dez., 2004.

WEIDENFELLER, B.; HÖFER, M.; SCHILLING, F. R. Cooling behaviour of particle filler polypropylene during injection moulding process. **Composites: Part A**. v. 36, p. 345-351, 2005.

ZHAO, S. et al. Effect of inorganic-organic interface adhesion on mechanical properties of Al₂O₃/ polymer laminate composites. **Composites Science and**

Technology. v. 63, p. 1009-1014, 2003.

ZATTERA, A. J. ; BIANCHI, O.; ZENI, M.; FERREIRA, C. A.. Characterization of Ethylene – Vinyl Acetate Copolymer (EVA) Residues. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, 15, Nº 1.73 – 78. 2005.

RUAN, H. D, et al. Far-infrared spectroscopy of alumina phases. *Spectrochimical*. v. 58, p. 265-272, 2002.

RODRIGO, A.M.; MARTÍNEZ, M.E.; SALDAÑA, L.; VALLÉS, G.; et al. Effects of polyethylene and α -alumina particles on IL-6 expression and secretion in primary cultures of human osteoblastic cells. **Biomaterials**, n.23, p. 901-908, 2002.

UNAL, H. Morphology and mechanical properties of composites based on polyamide 6 and mineral additives. **Materials & Design**. v. 25, p. 483-487, 2004.

VELASCO, J.J. *et al.* The effect of filler type, morphology and coating on the anisotropy and microstructure heterogeneity of injection-moulded discs of polypropylene filled with aluminium and magnesium hydroxides. Part 2. A wide-angle X-ray diffraction study. **Polymer**. v. 43, p. 6813-6819, 2002.

TROITZSCH, J. *Plastics Flammability Handbook: Principles, Regulations, Testing and Approval*, ed. 3, 750 p., 2004.

_____ Fire safety of E&E equipment standards, tests and studies. *Plastics Flammability Handbook: Principles, Regulations, Testing and Approval*, ed. 3, 750 p., 2004. **Polymer Degradation and Stability**. v. 64, p. 557-560, 1999.

WANG, W.; TANG, L.; QU, B. Mechanical properties and morphological structures of short glass fiber reinforced PP/EPDM composite. **European Polymer Journal**. v. 39, p. 2129-2134, 2003.

WOOD, A.S. Will toxicity concerns doom workhorse flame retardant systems. **Modern Plastics International**. p. 28-32, 1990.

WU, P.K.; BILL Jr., R.G. Laboratory tests for flammability using enhanced oxygen. **Fire Safety Journal**. v. 38, p. 203-217, 2003.