

RELATÓRIO

ERALDO EUDES

ENGO MATERIAIS

RIO - DEZ. 1984.



Biblioteca Setorial do CDSA. Abril de 2021.

Sumé - PB

UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA

RELATÓRIO FINAL

ESTÁGIO SUPERVISIONADO

TRABALHO APRESENTADO POR:

ERALDO EUDES DA NÓBREGA DANTAS

LOCAL DO ESTÁGIO

INSTITUTO FR MACROMOLÉCULAS - IMA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
UFPb

ORIENTADORES:

LUIZ CARLOS O. DA CUNHA LIMA
PROFESSOR DO INSTITUTO DE MACROMOLÉCULAS

MARCOS L. DIAS

ALUNO (M. Sc) - IMA

RIO DE JANEIRO DEZEMBRO DE 1984

UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PROFESSOR DE INSTRUÇÃO UNIVERSITÁRIA-IMPRESSA

CAMPINA GRANDE, 30 de Janeiro de 1985.

AVALIAÇÃO DO ESTÁGIO SUPERVISADO

ALUNO (a) : HERALDO EUDES DA NOBREGA DANTAS.

EMPRESA : INSTITUTO DE MACROMOLECULAS - IMA : UERJ

ÁREA DE ESTÁGIO : PROCESSAMENTO DE POLIMEROS

PERÍODO : DE 21/11/1984 a 24/12/1984 .

TÍTULO DA PESQUISA" : "INFLUENCIA DE CARGAS NAS PROPRIEDADES DOS ELASTÔMEROS".

Tendo em vista os pareceres do Supervisor do (a) estágio -
rio (a) na Empresa e da comissão composta pelos professores abaixo
que avaliou o Relatório Final, apresentado pelo (a), o conceito fi-
nal atribuído é 9.5 NOVE E CINCO (ÓTIMO) .

COMISSÃO :

THOMPSON MARIZ

FERNANDO ANTÔNIO CAMPOS

MARIA DO SOCORRO DE LACERDA

PARECER FINAL : Tendo em vista o conceito atribuído ao (a) aluno (a)
pelo estágio realizado conforme autorização deste Departamento de
Engenharia Química, Área Engenharia de Materiais, e tendo em vista
as normas que regulam o ESTÁGIO SUPERVISADO em tempo 80 horas
o aluno (a) cedido (a) tem direito a 02 CRÉDITOS.

UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
UFPA / CTI
Coordenação do Curso de Engenharia de Materiais
Av. Presidente Vargas, 513 Tel. (083) 321-8647
CEP: 58.100 - Campina Grande - PB

COORDENADOR DO CURSO DE E.M. DE MATERIAIS.

Maria do Socorro de Lacerda

APRESENTAÇÃO

O Instituto de Macromoléculas da Universidade Federal do Rio de Janeiro, localiza-se na Ilha da Cida de Universitária, contando com 2500 m² de área construída.

Com 15 anos de atividades o Instituto de Macromoléculas desenvolve trabalhos de teses a nível de mestrado e doutorado, cursos de aperfeiçoamento e especialização, lança também no mercado diversos estagiários, além de realizar pesquisas e prestar serviços , para atender às solicitações da Indústria Nacional.

Os trabalhos que desenvolvem nas dependências deste Instituto se enquadram no contexto de processamento dos materiais poliméricos, dando ênfase aos plásticos e elastomeras, a saber:

- Relação torque e vazão mássica no processo de extrusão do PEBD.
- Influência do tipo e quantidade de cargas nas propriedades de composições elastoméricas.
- Identificação de Borracha por Método de Análise Química (reação).

ÍNDICE

APRESENTAÇÃO

AGRADECIMENTOS

TRABALHOS

RELAÇÃO TORQUE X VAZÃO MASSICA NO PROCESSO DE EXTRUÇÃO DO PEBD.....	01
Objetivo.....	02
Introdução Téorica.....	02
Materiais e Métodos.....	05
Resultados Obtidos.....	06
Conclusões e Comentários.....	06
Referências Bibliográficas.....	07
Anexos	.

INFLUÊNCIA DO TIPO E QUANTIDADE DE CARGAS NAS PROPRIEDADES DAS COMPOSIÇÕES ELASTÔMERICAS.....	08
Objetivo.....	09
Introdução Téorica.....	09
Materiais e Métodos.....	11
Resultados Obtidos.....	13
Conclusões e Comentários.....	13
Sugestões.....	15
Referências Bibliográficas.....	16
Anexos	

IDENTIFICAÇÃO DE BORRACHAS;;;;;	18
Introdução Téorica.....	18
Materiais e Métodos.....	20
Resultados Obtidos.....	21
Conclusões e Comentários.....	22
Referências Bibliográficas.....	23
Anexos	

RELAÇÃO TORQUE , VAZÃO MÁSSICA
NO PROCESSO DE EXTRUSÃO DO PEBD.

1-0 OBJETIVO

Averiguar a relação torque versus variação massica no processo de Extrusão da Polietileno de baixa densidade.

2-0 INTRODUÇÃO

A extrusão é o processo de Moldagem de polímeros, no qual o material passa continuamente por uma fenda que lhe dá o perfil desejado.

O processo de extrusão foi utilizado primeiramente na moldagem de perfilados termoplásticos e elastômeras, porém, agora já é utilizado na obtenção de peças de materiais termorígidos. Mangueiras, sacos, canos e peças para vedação com perfil podem ser obtidos por extrusão (1).

A extrusão é feita com equipamentos denominados de extrusoras. Uma extrusora é formada por três componentes principais: Componente de plastificação, de acionamento e de conformação. O componente de plastificação consiste de um cilindro tendo no seu interior um parafuso. Esta devidida em várias seções com funções específicas. O polímero em pó ou em forma granular é admitido ao interior do cilindro, por uma caixa com válvula. Na zona de alimentação o cilindro é refrigerado para evitar aglomeração do material, caso este seja plastificado nesta

Com uma visão bem matemática, podemos escrever a produção de uma extrusora como sendo:

$$F_{\text{total}} = F_{\text{arrasto}} - F_{\text{pressão}} - F_{\text{perda}}$$

A pressão no cabegote é aumentada por uma restrição ou pela ferramenta, a produção diminui conforme a redução do fluxo de arraste, devido o aumento do fluxo de pressão (2).

O parafuso da extrusora é acionado por um motor elétrico, provido com sistema de engrenagens, capaz de fornecer velocidades variáveis de rotação. A extrusão é normalmente iniciada por um aquecimento do parafuso, antes desse ser acionado. Dessa forma, todo material polimérico residual em estado sólido é plastificado, evitando-se problemas de quebra do parafuso, por excesso de esforço.

A corrente contínua de material que sai do parafuso de plastificação passa por um orifício (possuidor de sistema de refrigeração), de forma determinada, fazendo com que o material fundido adquira o perfil desejado. Através de um puxador, o extrudado é direcionado até o sistema de resfriamento, que pode ser um banho com água, ocorrendo solidificação.

Modernas extrusoras podem possuir 2 ou mais parafusos, o que melhora a homogeneização. Em algumas, um orifício aberto em um ponto ao longo do cilindro, munido de vácuo, retira o material volátil do interior do polímero plastificado (extrusora com ventagem) (2).

3.º MATERIAL E MÉTODO

- Reômetro de torque Brabender - Plasticorder V - 151 (Extrusora tipo 25 D)
- Ar comprimido
- Balança
- Polietileno de baixa densidade (PRBD)

A prática foi realizada em reômetro da torque Brabender - Plasticorder V - 151 (extrusora tipo 25 D), utilizando polietileno. O aparelho foi posto em funcionamento, ligando-se o sistema de aquecimento do cilindro da plastificação por 50 minutos. Esse sistema é constituido de 4 zonas de aquecimento: zonas 1, 2, 3 e 4; enumeradas na direção. Zona de alimentação - bico extrusor que foram ajustados para 150, 155, 155, 165°C, respectivamente. Verificou-se o sistema de refrigeração¹ da zona de alimentação, e em seguida abasteceu-se essa zona com termoplástico já em forma de grânulos.

A velocidade do parafuso² foi ajustada para 35 RPM e o torque exercido lido no mostrador do aparelho. Como este valor varia numa certa faixa:

1 - Aquecimento desta zona, pode causar plastificação inicial do material, que aglomera sobre o parafuso, não sendo impulsionado para frente impedindo abastecimento com material não plastificado.

2 - Parafuso com diâmetro de 19 mm ($L/D = 20$) determinar o valor médio a partir do registro gráfico obtido numa carta, cuja velocidade do papel tenha sido previamente ajustada para 10 mm/min. Recolheu-se o material em forma de monofilamentos com

cerca de 05 cm de diâmetro, que foi extrudado no tempo de 5 minutos, determinado com cronômetro. O material foi seco concorrente de ar comprimido e pesado em balanço.

Variou-se em seguida a velocidade do parafuso, medindo-se o torque correspondente e a massa extrudada em 5 minutos. Usou-se velocidade de 45.60 e 80 RPM.

4.0 RESULTADOS OBTIDOS

No anexo I encontram-se os dados relativos ao torque e a vazão mássica correspondente.

5.0 CONCLUSÕES E COMENTÁRIOS

Foi possível verificar um aumento linear da vazão mássica com aumentos do torque para o sistema analisado, resultado que era esperado. Os dados obtidos poderiam levar a conclusão de que industrialmente a velocidade máxima do parafuso deve ser usada. Isso porém, não ocorre, pois a medida que se aumenta a velocidade do parafuso, aumenta-se o atrito mecânico e a liberação de calor proveniente desse atrito, podendo haver problemas de degradação do material, que está sendo processado. A velocidade ótima do parafuso deve ser ajustada em função da estabilidade do polímero e da programação de temperatura da seção de plastificação.

6.0 SUGESTÕES

Foi sugerido avaliar o efeito da visco-

sidade a níveis diferentes de temperaturas no comportamento da vazão.

Relacionar também o atrito da profundidade do filete com respeito a vazão.

Analizar o comprimento da seção de dosagem da rosca, da viscosidade no material na pressão para uma dada vazão.

7.0 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

(1) Billmeyer, F.W.Jr "Textbook of Polymer Science" John Wiley and sons, Inc, 2 nd, ed, N.Y, (1971)

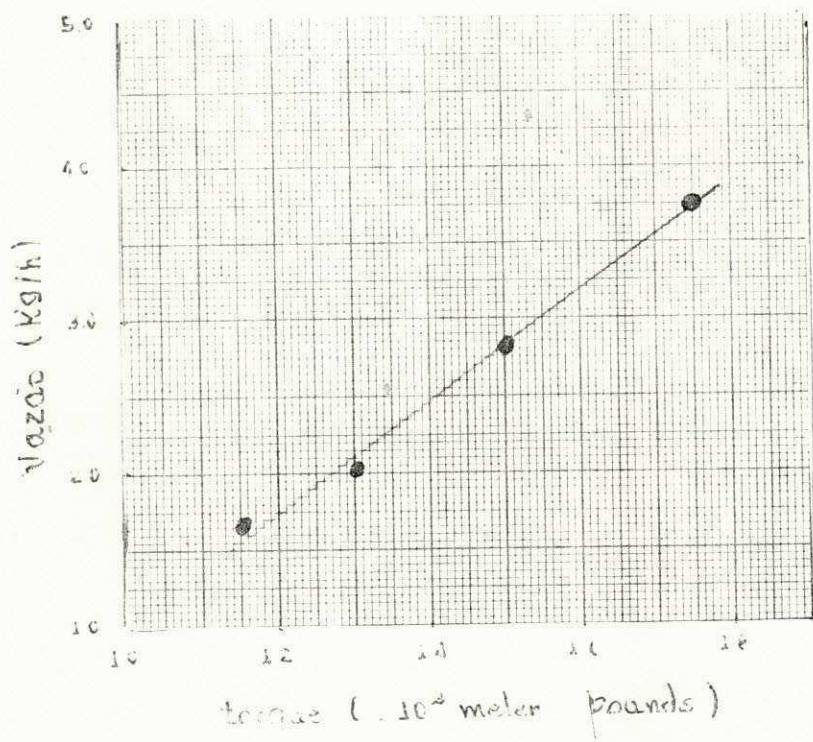
(2) Kaufman, H.S e Falcetta, JJ. eds, "Introduction of Polymer Science and technology. An SPE text book, Jonh Wiley and Sons, Inc, 1st , ed, N.Y, (1911)

Anexo I

Relação entre a vazão massica e o torque na extrusão do Polietileno baixa densidade

Velocidade (RPM)	Torque (pounds-meter)	Vazão Massica (kg/h)
35	1.150	1.020
45	1.300	2.014
60	1.500	2.820
80	1.750	3.720

Gráfico da Vazão Massica Versus torque



INFLUÊNCIA DO TIPO E QUANTIDADE DE CARGAS NAS PROPRIEDADES DE COMPOSIÇÕES ELASTOMÉRICAS.

1.0 - OBJETIVO

Influência da adição de cargas, tipo negro de fumo e caolim na densidade da composição elastomérica e em propriedades como resistência atração, rasgamento e dureza. Além de uma análise da modificação do módulo elástico e da resistência ao impacto.

2.0 - INTRODUÇÃO TEÓRICA

O termo carga é comumente utilizado para designar um material que é usado para uma finalidade específica, como atingir determinados característicos físicos-mecânicos nos artefatos; baixar o custo do artefato e facilitar o processamento; porém não como um componente essencial ou reativo e cuja função prioritária é modificar as propriedades e/ou processamento de uma composição. De uma forma bem geral, as cargas mudam as características do produto manufaturado, mas permanece inalterada durante o processamento e/ou uso.

As cargas são classificadas , tendo em vista a finalidade principal de utilização, em ativas ou reforçantes inertes ou de enchimento. Os requisitos para carga de reforço é que as partículas sejam pequenas - grande superfície

específica e atividade superficial. A literatura evidencia que o esforço conferido pelas cargas aos elastomeros é explicado pela formação de redes alveolares de borrachas em torno das partículas de cargas, estabelecendo-se fortes interações físicas e mesmo algumas ligações químicas entre as partículas de cargas e as cadeias dos polímeros. As principais cargas de reforço são os negros de fumo e as silícias:

A natureza do reforço obtida pela adição de fumo, não é ainda completamente atendida, porém acredita-se que ocorre fortes ligações cruzadas de caráter covalente da carga com o elastómero (2). composição de borracha, principalmente na calandragem e extrusão. Os tipos mais comuns de cargas inertes são: caolino, carbonato de cálcio etc. Para muitos usos, porém, mesmo elastomeras vulcanizados não apresentam propriedades como dureza, resistência a tração e abrasão, satisfatória. Essas propriedades podem ser alteradas pela a adição de carga ao elastomero antes da vulcanização. De um modo geral uma carga pode variar as seguintes propriedades de materiais polímericos: Resistência a tração; resistência a compressão; alongamento, rigidez; dureza; resistência ao impacto; es-

tabilidade dimensional; temperatura de digestão térmica, absorção de água, propriedade de escoamento, propriedade elétrica e propriedade óticas. O que para tanto, uma boa carga, deve atender aos seguintes requisitos: baixo custo, baixo peso específico; estabilidade ao calor, obtenção fácil e pronta; fácil de manusear; baixa absorção de água e óleo, fácil de ser incorporada ao polímero; não deve absorver o polímero e não deve impedir o fluxo normal do polímero.

É portanto, um largo espectro de propriedades pode ser obtido em função da morfologia e características de adesão das diversas cargas disponíveis comercialmente.

3.0 - MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 - MATERIAIS

Misturador de cilindros Berstorff

Máquina de prensagem

Moldes

Cronômetros

Darômetro Shore

Termômetro

Máquina de ensaio - Instron TM - M

3.2 - Elastómero e Ingredientes

Borracha de estireno batadieno (SBR 1500)

Ácido esteárico

Óxido de zinco

Santowhite (4,4 batilideno - bis 2 tertbutil - S metal Fenal).

MBTS (dissulfato de benzo tiazéla

Vulcacit L (dimetál ditiocarbonato de zinco.

Negro de fumo

Caolim

Enxofre

3.3 - MÉTODO

Utilizando-se a formulação constante do anexo I com 40 phr negro de fumo , procedeu-se a mastigação do elastomero em misturador de cilindros Berstoff seguindo-se a adição dos outros componentes obedecendo a seguinte ordem de adição: Ácido esteárico, óxido de zinco, Sanpowhite negro de fumo, MBTS, Valkacit L i enxofre. Usou-se um tempo de mistura de aproximadamente 40 minutos e temperatura máxima de cilindro igual a 70°C.

A composição crua obtida foi então, vulcanizada utilizando-se carga de 15000 lbf, temperatura de 150°C e tempo de vulcanização de 10, 20 e 30 minutos . Posterior medida da dureza é revelação do tempo ótimo de vulcanização da formulação (20 minutos)

A densidade da mistura foi também determinada. Utilizou-se o Método ASTM D - 297 - 12, Método hidrostático (4).

Após determinação do tempo ótimo de vulcanização, foram vulcanizados 2 tapetes de 15 x 15 cm, que foi utilizado para preparação de corpos de prova para

preparação de corpos de prova para ensaio de tração e rasgamento. Foram feitos cinco ep para cada tipo de ensaio.

Os ensaios de tração e rasgamento foram executados em aparelhagem INS + RON TM-M, sem condicionamento das amos - tras. Os dados das demais formulações foram extraido de trabalho correlato pa- ra fins de avaliações a conclusões do proposto.

4.0 - RESULTADOS OBTIDOS

Os dados gerais das formulações e ensaios encontram-se no anexo II, os enexos III e IV encontram-se esses resul tados plotado em gráficos. O modelo elás tico para todas formulações no anexo V .

5.0 - CONCLUSÕES E COMENTÁRIOS

Obtve-se valores teóricos e experimentais de densidade, utilizando - se a formulação com 40 phr de negro de fumo, muito próximo, com variação de apenas 0.06% . Este resultado leva à conclusão que o método hidrostático for nece valcores de densidade com precisão na terceira casa decimal. (anexo 1) .

Os resultados de crescão de tração (anexo III) mostraram um cres - cente aumento de resistência atração com aumento da quantidade de negro de fumo . O mesmo resultado não foi observado quando se aumentou o teor de caslim. Os'

resultados de tração de ruptura apresentam-se próximos e sem ordem lógica de crescimento, o que os torna inconclusivos para esse tipo de análise. É possível porém verificar-se a diferença de tração de ruptura entre formulações contendo negro de fumo, que apresentam resistência atração muito superiores em comparação com caolim , evidenciando seu caráter reforçador .

A maior inclinação da reta' obtida no gráfico de dureza versus teor de carga (anexo IV), para formulação com negro de fumo, corresponde ao esperado, devido ao caráter reforçador dessa carga.

A curva de carga de rasgamento versus teor de carga (anexo IVb) observado para negro de fumo, também apresenta maior inclinação que a usando caolim. O mesmo resultado não é observado porém para a curva de densidade (anexo IVc) as formulações contendo negro de fumo apresentam densidade menor do que as de caolim para a mesma quantidade de carga. Isso é explicado pela menor densidade do negro de fumo em relação ao caolim .

Analizando o anexo V é possível verificar um crescente aumento do modelo elástico com adição de car-

ga. A adição de negro de fumo, causa um aumento muito maior do modelo elástico, em comparação com adição de caolim . Essa afirmação pode ser comprovada verificando os modelos das formulações contendo 60 phr de carga. Para o negro de fumo o aumento em relação a goma é de 527%, enquanto que para o caolim é de aproximadamente 55%.

A partir das curvas de tração versus alongamento, pode-se ainda fazer considerações a respeito da resistência ao impacto (3) . Esse parâmetro pode ser avaliado comparativamente observando-se a área sobre cada curva. Verifica-se que a formulação contendo negro de fumo apresentam também, maior resistência ao impacto e maior tenacidade.

6.0 - SUGESTÕES

Foi sugerido a utilização do material Piaçaba (a base de celulose) como carga, em cocomitância com o negro de fumo averiguando as propriedades mecânicas, visto que a piaçaba sendo um material barato e de fácil redução a pó, em caso de dados positivos poderia se tornar fonte para possível substituição do negro de fumo, que é importado e portanto oneroso.

7.0 - REFERÉNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

(1) Billmeyer, F.W.JR, Textbook of polymer Science,

John Wiley and Sons, inc, 2 hd ed. pág. 533 - 539, ny, (1971)

(2) Blanchard, A.F, "Theoretycal and bazic principles of Reinforcemeant". Em Naunton W.J.S., ed, the Applied Science of Rubber, Edward Arnold Publishers Ltd, 1st ed, pág. 414 - 471, London,(1961).

(3) Kaufmam, H.S- e Falcetta, J J, eds, "Indroductiom of polymer Science and Technology, An SPE textbook "; John Wiley and Sons, inc, 1st ed, pág. 316- 325, Ny (1911).

(4) ASTM 1974, American Society for Testing and Materialy , 1974 Book of ASTM Standart , Parts 31, 38, - Rubber - Test Metthods. American Society for Testing and Material, Philadel pia.

ANEXO I

FORMULAÇÕES USADA NOS ENSAIOS

Ingredientes	phr	densidade
SBR 1500	100	0.93
Ácido Estearico	2	0.85
Oxido de Zinco	5	5.57
Santowhite (4,4' butilideno bis (2-terbutil 5-metil fenoil II)	1	1.02
MBS (dissulfeto de benzotiazila)	15	1.50
Vulkacit L (dimetil diliocarbonato de zinco)	0.1	1.06
Negro de Fumo	Variável	1.80
Cálcio	Variável	2.60
Enxofre	2	2.07

Calcule teórica da densidade da formulação acima
(40 partes de Negro de fumo)

$$d_t = \sum_{i=1}^n \frac{m_i}{v}$$

$$\sum_{i=1}^n m_i = 151.6 \text{ g} \quad \therefore V = 136.1 \text{ cm}^3 \quad \left\{ d_t = 1.1139 \text{ g/cm}^3 \right\}$$

onde $V = \sum_{i=1}^n \frac{m_i}{d_i}$ (volume total da mistura)

Variação do Valor Experimental em relação ao teórico

$$d_t = 1.1139 \text{ g/cm}^3$$

$$d_{exp} = 1.1146 \text{ g/cm}^3$$

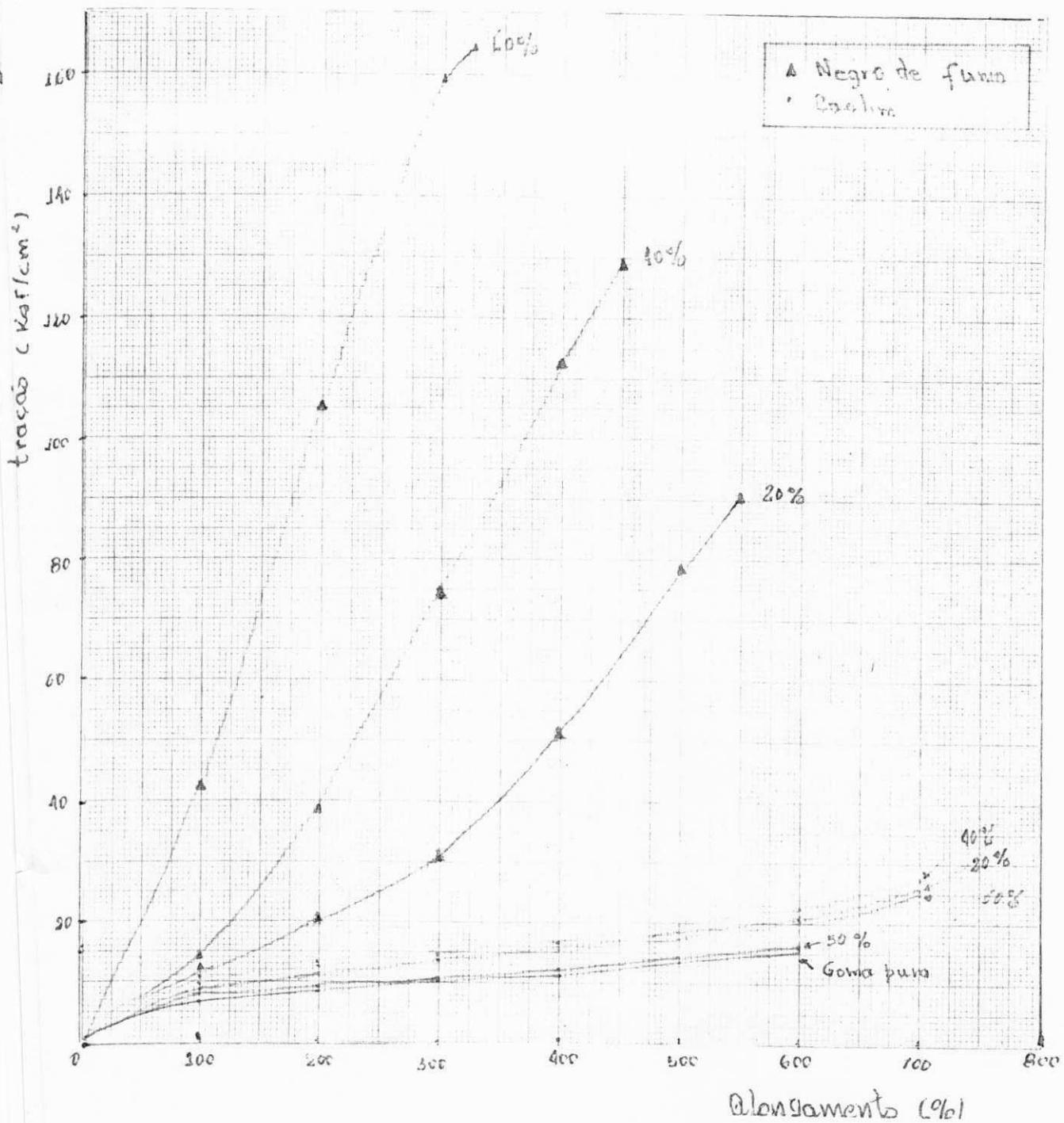
$$\% \frac{d_{exp} - d_t}{d_t} \times 100 = \{ 0.06 \% \}$$

Dados diversos de formulários com diferentes compósitos e tipos de caras.

Comprissão	Tipo	Goma pura	Caulim			Nátreo de fárm.
Cargas	partes	0	20	40	50	60
	Alargamento (%)					
100	6.13	8.11	9.70	8.00	10.48	12.30
200	8.42	11.35	12.93	8.80	12.50	16.06
300	10.10	13.78	14.55	10.10	14.11	18.86
400	11.36	16.26	16.17	12.00	15.73	20.32
500	13.47	18.25	19.40	14.00	17.34	23.10
600	15.99	21.09	22.63	16.00	20.26	27.05
700	-	25.95	27.49	-	25.00	-
	Carga de Ressingamento (kg/cm)	11.41	14.14	16.08	18.85	21.61
	Densidade (g/cm³)	0.9116	1.0838	1.1916	0.9824	1.1752
	Duração	37	42	53	53	63
						75
	1. Ruptura a 550 Kgf/cm²					
	2. Ruptura a 450 Kgf/cm²					
	3. Ruptura a 325 Kgf/cm²					

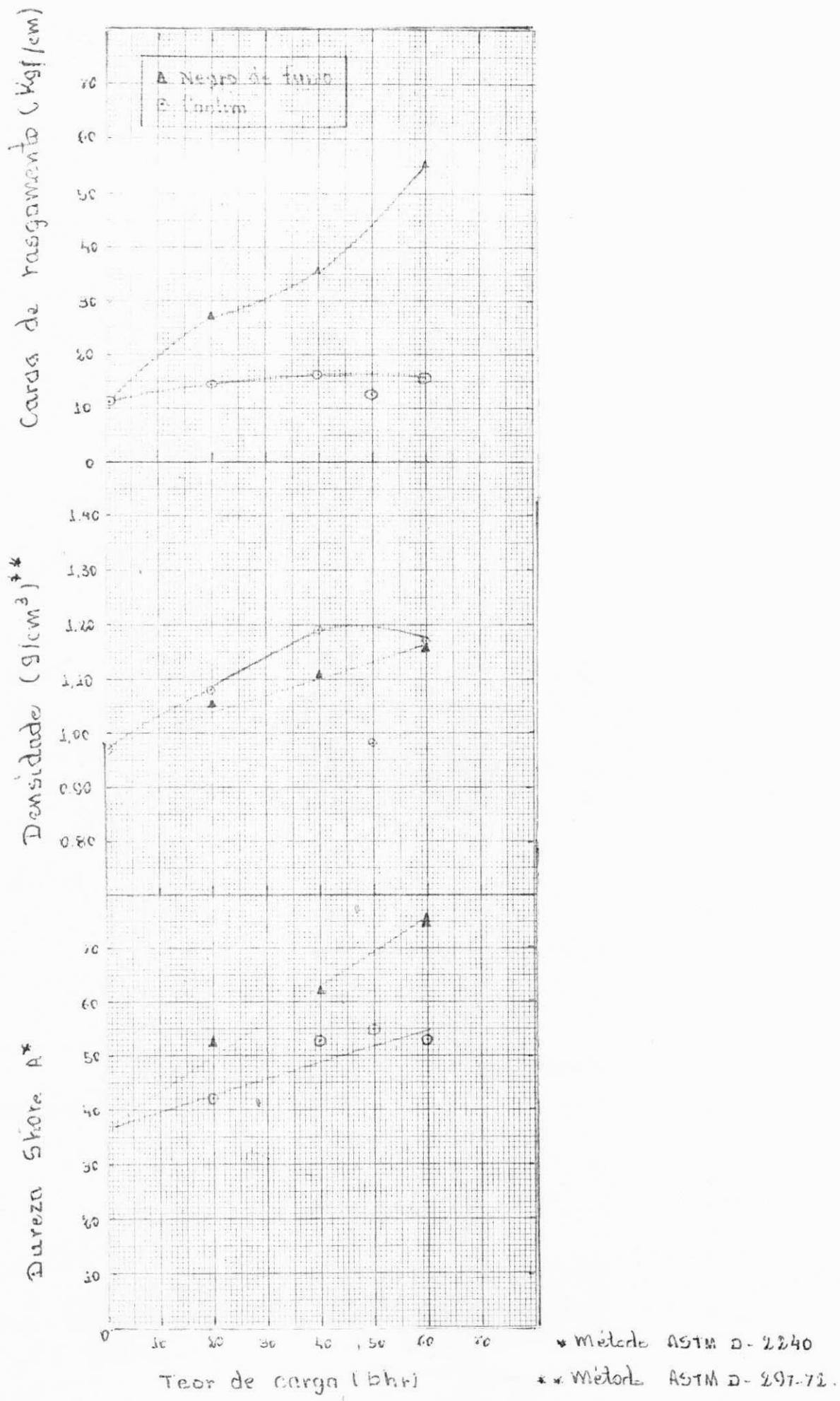
Anexo III

Gráfico de tração versus alongamento de diversas formulações contendo composição variada de Caolim e Negro de fumo.



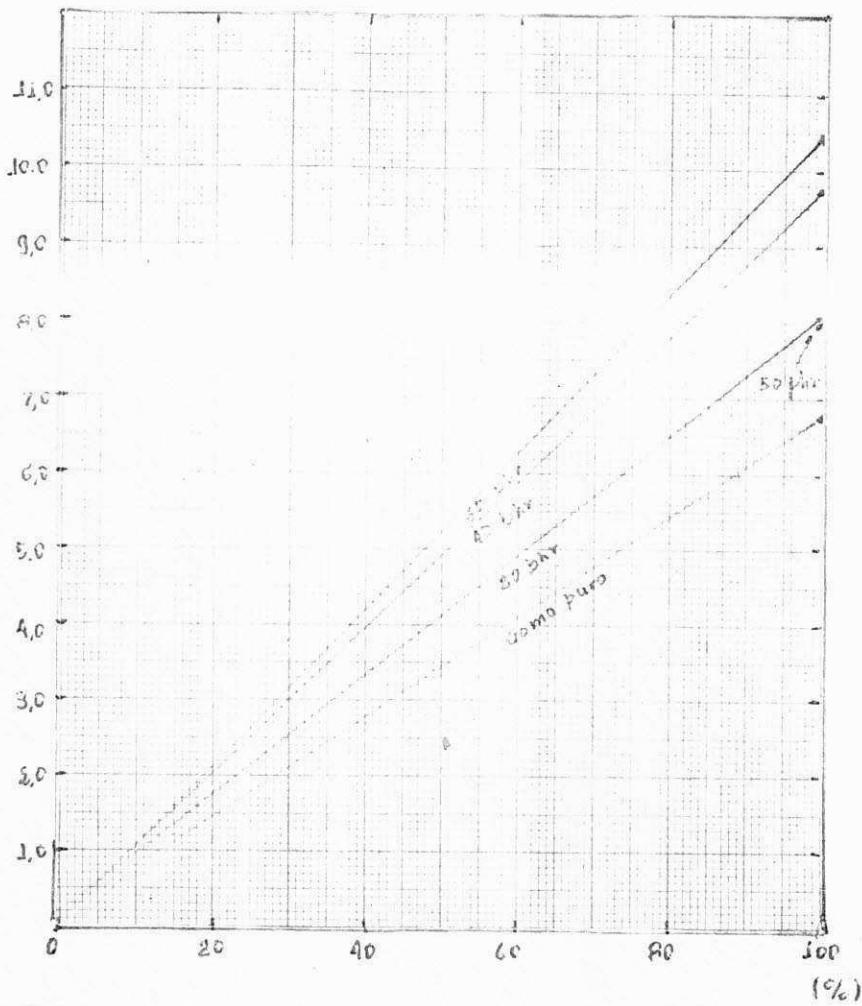
Anexo IV

Carga de rasgamento, densidade e dureza
versus teor de carga das formulações da
SBR - 1500.



Anexo V

Grafico tração versus alongamento (na faixa de 100%) das formulações contendo Caolim



Módulo de Young (EI⁽¹⁾) de formulações contendo composições variadas de Caolim e Negro de fumo

Carga tipo	Módulo Elástico (EI)	
	phr	(kgf/cm ²)
Caolim	0	0.067
	20	0.075
	40	0.097
	50	(2)
	60	0.104
Negro de fumo	20	0.107
	40	0.115
	60	0.420

Observações

- (1) Coeficiente angular da curva no intervalo de deformação (0-100%)
- (2) Apresentou desvio e não foi considerado para fins de análise

IDENTIFICAÇÃO DE BORRACHA

1.0 - INTRODUÇÃO TEÓRICA

A necessidade muitas vezes da substituição de uma determinada peça de borracha gera a necessidade de se caracterizar tanto quanto possível a composição original desta, para que se possa fabricar uma outra da qual se deva esperar comportamento semelhante nas condições de serviços a que vai ser submetida.

Os métodos físicos como espectrometria no infra vermelho e ultravioleta, calorimetria diferencial de varredura (DSC); frequentemente usados em análises laboratoriais de caracterização de moléculas pequenas e polímeros termoplásticos, não podem ser usados em artefatos vulcanizados de borracha devido a insolubilização em solventes e excessiva quantidades de cargas e aditivos que dificultam a interpretação dos resultados.

A identificação dos componentes elastoméricos presentes num determinado artefato vulcanizado ou em amostra de borracha crua pode porém, ser feita por reações químicas características e específicas de grupos funcionais, presente em cada tipo de elastomero.

A observação das características de perolise, resistência a mistura sulfonétrica e diferenças de inchamento em solventes também constituem testes importantes na caracterização. Os testes que utilizam reações químicas específicas de grupos funcionais presentes no elástómeros estão relacionados na tabela (1) e podem ser feitos sem prévio tratamento da amostra, com exceção da pesquisa de isobutileno.

ENSAIO	INDICAÇÃO QUANDO POSITIVO
Pesquisa de Halogênio	Presença de policloropreno (CR) ou polichlorossalfoetileno.
Pesquisa de áci do Ciarídrico.	Presença de Copolímero de butadienico Acrelokinotreta (NBR).
Pesquisa de áci do Acético.	Presença de polício-usopreno surtático (IR) ou borracha Natural (NR).
Pesquisa de Isobutileno	Presença de Copolímero de isobutileno e isopreno (IIR)

As razões de inchamento heptano / anilina, benzeno/ heptano e benzeno / anilina são também, potentes instrumento servindo a caracterização de NBR, IIR, NR I SBR. Da mesma forma o tempo de decomposição em mistura de aço é nítrico de aço sulfúrico pode fornecer dados sobre presença de IIR, IR, SR I SBR e policloro-

ro sulfoetileno. É importante comentar, digo, salientar que os resultados observados em um determinado teste deve ser confirmado por outros, a fim de evitar se conclusões erradas.

2.0 - MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 - Materiais

Fio de cobre
Bico de bunsen
Estufa
Faca
Micrômetro
Tubos de ensaio
Cuba com água a 70°C 40°C
Cronômetro

2.2 - Reagentes

Acetona
Epitano
Benzêno
Anilina
Ácido sulfúrico
Ácido nítrico

2.3 - Método

2.3.1- Pesquisa de halogênio - As superfícies de amostras integrais foram tocadas com fio de cobre aquecido ao rubro, verificando-se em caso tomada de material. O fio de cobre ou material foi então retornado a chama, observando-se sua coloração. O teste é positivo para forte coloração verde.

2.3.2 - Inchamento diferencial - As amostras 1, 2, 3 e 4 foram cortadas em formatos diversos, para facilitar identificação em seguida imersas em acetona por 30 minutos e secas em estufas. Determinou-se a espessura de cada peça, utilizando um micrometro. As amostras foram então imersas em heptano, benzeno e anilina, ficando em contato com estes solventes por 1 semana no fim da qual determinou-se as novas espesuras.

2.3.3 - Ácido resistência - Fragmentos das amostras 1, 2, 3 e 4, previamente atraídas com acetona foram colocadas em tubos de ensaio contendo mistura de aço sulfúrico e ácido nítrico na proporção de 1.1 em volume, colocado poucos minutos antes em um banho a 70°C. Mediú-se com cronômetro o tempo necessário à visível degradação do material. Repetiu-se os ensaios, utilizando-se temperatura de 40°C.

3.0 - Resultado Obtido - Vide anexo I.

4.0 - CONCLUSÕES E COMENTÁRIOS

O teste de cloro para amostra 2, indica possibilidade de tratar-se de policloropreno, já que a borracha clorosulfonada deveria apresentar odores sulfanosos durante a queima, que não foram observadas.

A amostra 1 com razão de inchamento de 10,2, 1,7 e 17,1 cm/ heptano/ anilina, benzeno/ heptano e benzeno/ anilina, respectivamente, indica que composições com tais razões poderá conter SBR ou IR.

A amostra 4 tendo apresentado faixa semelhante (11,6; 1,3 e 15,6), porém apresentou coloração branca, sendo provavelmente IR, pois peças de coloração branca não podem ser obtidas de SBR.

A amostra 1 contém possivelmente SBR.

Os dados de amostra 3 foram inconclusivos.

Todas as amostras apresentaram tempo de degradação inferiores a 15 minutos a 70°C, no ensaio de ácido resistência o que equivale dizer nenhuma das amostras contém IIR, ou poli-clorosulfoetileno.

Tempo de degradação próximo a 10 minutos para amostra 1 confirma presença de SBR.

O ensaio de ácido resistência também foram inconclusivos para amostra 3

5.0 ~ Referência Bibliográfica

Mano, E.B. "Identificação de Borrachas Natural - Sintética" - Revista de Química Industrial - Pág 13 - 17, nº 354 - (1961).

Anexo I

Pesquisa do cloro.

Amostra	Resultado
1	-
2	+
3	-
4	-

Inchamento diferencial

Amostras	Espessura (mm)										Razões Inchamento		
	Anilina			Benzene			Heptano			Heptano	3.Álcool	2.Álcool	
	Início	Final	Δ	Início	Final	Δ	Início	Final	Δ	Anilina	Heptano	Benzene	
I	2.315	2.425	0.05	1.95	2.71	0.76	2.305	2.760	0.475				
II	2.42	2.470	0.05	2.31	3.20	0.95	2.39	2.930	0.54	10.2	3.7	17.1	
	Δ médio = 0.050			Δ médio = 0.855			Δ médio = 0.508						
III	1.905	3.555	1.65	2.52	4.28	1.76	1.90	3.225	1.325				
IV	1.940	3.600	1.66	2.59	4.38	1.79	1.94	3.265	1.325	0.8	1.3	1.1	
	Δ médio = 1.655			Δ médio = 1.715			Δ médio = 1.325						
V	1.97	2.415	0.445	1.965	2.72	0.755	1.96	2.98	1.02				
VI	1.94	2.420	0.48	1.940	2.70	0.760	1.93	2.95	1.02	8.8	0.7	16	
	Δ médio = 0.468			Δ médio = 0.758			Δ médio = 1.08						
VII	1.05	2.10	0.05	2.04	3.055	1.595	2.10	3.36	1.26				
VIII	2.10	3.24	0.14	2.05	3.710	1.68	2.04	3.21	1.19	11.6	3.3	19.6	
	Δ médio = 0.105			Δ médio = 1.638			Δ médio = 1.225						

Acido Resistência

Amostra	tempo (min)	
	70°C	40°C
I	3.0	9.50
II	3.0	0.75
III	3.5	30.0
IV	imediato	5.5