

UNIVERSIDADE FEDERAL PARAÍBA  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS  
CURSO DE MESTRADO EM ENGENHARIA QUÍMICA

*AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS ABSÍMICA  
E DOS EFEITOS DE TRATAMENTOS QUÍMICOS NA CARGA*

SHEYLA MARIA DIAS DE ARAÚJO

CAMPINA GRANDE-PARAÍBA  
NOVEMBRO - 1993

**SHEYLA MARIA DIAS DE ARAÚJO**

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS ABSIMICA E DOS  
EFEITOS DE TRATAMENTOS QUÍMICOS NA CARGA**

*Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado em  
Engenharia Química da Universidade Federal da  
Paraíba, em cumprimento às exigências para obtenção  
do Grau de Mestre.*

---

**ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: TECNOLOGIA DOS MATERIAIS NÃO METÁLICO**

**ORIENTADOR: Profª. LAURA HECKER DE CARVALHO (Ph.D)**

**CO-ORIENTADOR: Msc. ESTEVÃO FREIRE**

**Campina Grande - Paraíba**

**Novembro - 1993**



A659a Araújo, Sheyla Maria Dias de.  
Avaliação das propriedades de compósitos absímic e dos efeitos de tratamentos químicos na carga / Sheyla Maria Dias de Araújo. - Campina Grande, 1993.  
77 f.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal da Paraíba, Centro de Ciências e Tecnologia, 1993.  
Referências.  
"Orientação : Profa. Dra. Laura Hecker de Carvalho, Prof. M.Sc. Estêvão Freire".

1. Polipropileno - Compósitos. 2. Compósitos - ABS/Mica. 3. Tratamento Químico - Carga. 4. Dissertação - Engenharia Química. I. Carvalho, Laura Hecker de. II. Freire, Estêvão. III. Universidade Federal de Campina Grande - Campina Grande (PB). IV. Título

CDU 678.742.3(043)

**AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS ABSIMICA E DOS  
EFEITOS DE TRATAMENTOS QUÍMICOS NA CARGA**

**SHEYLA MARIA DIAS ARAÚJO**

**DISSERTAÇÃO APROVADA EM 30 / Novembro / 1993**



.....  
**Laura Hecker de Carvalho**

**ORIENTADORA**



.....  
**Estevão Freire**

**CO-ORIENTADOR (na universidade)**



.....  
**ROMULO FEITOSA NAVARRO**

**Examinador**



.....  
**LUIS RENATO PONTES**

**Examinador**

**Campina Grande, Novembro de 1993**

## DEDICATÓRIA

A meus pais e minha avó  
"A Ádila"

## AGRADECIMENTOS

\_ Ao apoio recebido do RHAE que colaborou para a realização desta pesquisa, dando-me a oportunidade de ampliar os meus conhecimentos.

\_ Ao engenheiro Ariel Elder Zanini que foi o meu co-orientador junto a indústria Central de Polímeros da Bahia (CPB), sem o qual não seria possível a realização deste trabalho.

\_ Em especial a orientadora Dra. Laura Hecker de Carvalho que me incentivou para o desenvolvimento desta pesquisa, e pela contribuição dada na interpretação dos resultados e orientação na confecção deste relatório.

\_ Ao co-orientador, Professor Estevão Freire, pela colaboração no desenvolvimento e revisão final do texto.

\_ A CPB, pela concessão do material plástico utilizado.

\_ A Bentonit União, pela concessão da mica moscovita utilizada.

\_ Ao Professor da Medicina, Gerson Bragagnoli, pelo auxílio na realização do trabalho fotográfico.

\_ A Polibrasil - Camaçari BA- pela realização dos ensaios de tração, flexão e módulo de young.

\_ A Proquigel - São Paulo SP - pela realização do ensaio de brilho.

## ABSTRACT

In this work, properties of ABS/mica composites were studied. The influence of filler size and the chemical treatment was evaluated. The physical, thermal, mechanical and electrical behaviour were analysed, and properties like impact strength, hardness, melt flow index, tensile and flexural modulus, elongation, dielectric strength, loss tangent and dielectrical constant were evaluated.

The results showed that the mica incorporated to the matrix gave to composites good flowability and dimensional stability, but bad dispersion, (at low levels of filler). The microstructure showed interstitial holes, that gave a smaller area of matrix-filler interface, giving as consequence poor mechanical properties.

# ÍNDICE

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>1</b>
<b>2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS</b> .....	<b>4</b>
2.1. POLÍMEROS TERMOPLÁSTICOS-ABS .....	4
2.2. CARGAS MINERAIS - MICA .....	7
2.3. COMPÓSITOS .....	9
2.4 PROPRIEDADES DOS COMPÓSITOS .....	10
2.4.1. Propriedades físicas .....	11
2.4.1.1. Dureza .....	11
2.4.2. Propriedades Mecânicas .....	12
2.4.2.1. Ensaio de tração .....	12
2.4.2.2. Ensaio de Flexão .....	13
2.4.2.3. Ensaio de Impacto .....	13
2.4.3. Propriedades térmicas .....	15
2.4.3.1. Temperatura de amolecimento Vicat .....	15
2.4.3.2. Índice de fluidez .....	15
2.4.4. Propriedades elétricas .....	17
2.4.4.1. Constante dielétrica .....	18
2.4.4.2. Tangente de perda .....	18
2.4.4.3. Rigidez dielétrica .....	19
2.5 PROCESSAMENTO DOS COMPÓSITOS .....	21
2.5.1. Extrusão .....	21
2.5.2. Injeção .....	23
2.5.3. Compressão .....	24

<b>3. REVISÃO DA LITERATURA</b> .....	<b>25</b>
<b>4. MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>33</b>
4.1. EQUIPAMENTOS UTILIZADOS .....	33
4.2 PRODUTOS QUÍMICOS UTILIZADOS .....	35
4.2 PRODUTOS QUÍMICOS UTILIZADOS .....	35
4.3. MÉTODOS EXPERIMENTAIS UTILIZADOS .....	36
4.3.1. Preparação e tratamento da carga .....	36
4.3.1.1. Separação granulométrica da carga .....	36
4.3.1.2. Tratamento na carga .....	37
4.3.2. Preparação e moldagem dos compósitos .....	38
4.3.3. Caracterização dos materiais .....	39
4.3.3.1. Caracterização física .....	39
4.3.3.2. Caracterização térmica .....	39
4.3.3.3. Caracterização mecânica .....	40
4.4.3.4. Caracterização elétrica .....	41
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>42</b>
5.1. CARACTERIZAÇÃO FÍSICA .....	43
5.1.1. Dureza .....	43
5.1.2. Brilho .....	44
5.2. CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA .....	47
5.2.1. Tração .....	47
5.2.2. Flexão .....	48
5.2.3. Módulo de Young .....	52
5.2.4. Impacto .....	53
5.3. CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA .....	55
5.3.1. índice de fluidez .....	55
5.3.2. Temperatura de amolecimento Vicat ( TAV ) .....	57
5.4. CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA .....	58

5.4.1. Constante dielétrica .....	58
5.4.2. Tangente de perdas .....	60
5.4.3. Rigidez dielétrica .....	60
<b>6. CONCLUSÕES .....</b>	<b>63</b>
<b>7. SUGESTÕES : .....</b>	<b>65</b>
<b>8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>66</b>

## 1. INTRODUÇÃO

Em todo o mundo, a utilização de peças moldadas em termoplásticos reforçados tem crescido a velocidades elevadas. Este rápido crescimento tem sido registrado também no Brasil, onde cada vez mais a produção de peças de engenharia são feitas de materiais compósitos, para as quais são requisitos importantes, dentre outros, excelente estabilidade dimensional e boas propriedades mecânicas e térmicas.

Uma das razões de se utilizar compósitos é a substituição de materiais de engenharia tradicionais por produtos sintéticos, visando obter benefícios em termos de custo e ao mesmo tempo manter a confiabilidade em termos de propriedades finais do produto (Mano, 1991). Uma outra vantagem no uso de compósitos é a produção de materiais com propriedades conforme se deseja.

De uma forma geral, os compósitos podem ser definidos como sendo uma classe de materiais heterogêneos, multifásicos, podendo ou não ser poliméricos, onde um dos componentes, descontínuo (carga), confere a principal resistência ao reforço e o outro, contínuo (matriz), é o meio de transferência desse esforço. Esses componentes não se dissolvem nem perdem suas características completamente (Mano, 1991).

A matriz é o componente responsável pela integridade física do compósito, permitindo uma distribuição eficiente da carga. A matriz também protege a carga de corrosão química ou oxidação, o que pode ocasionar a falha prematura (Lawrence, 1987). A carga ou reforço, que fica dispersa no polímero, pode ser classificada de diversas formas: quanto às características químicas, em inorgânicas e orgânicas, quanto à forma geométrica, em particuladas, laminares e fibrosas.

A utilização de materiais conjugados não é recente, mas um estudo científico sistemático envolvendo estes materiais praticamente só começou na década de 50 e se constitui hoje em um dos mais promissores campos de pesquisa.

É comum a modificação da interface matriz-carga através de tratamento químico no componente estrutural com um agente de acoplamento para melhorar a compatibilidade com o polímero, tendo em vista que a adesão superficial é um dos fatores essenciais para um bom desempenho mecânico.

A adição de cargas a polímeros altera profundamente suas propriedades, notadamente o comportamento mecânico. Além de aumentar a viscosidade do material fundido, dificultando sua processabilidade, as cargas geralmente diminuem a resistência ao impacto e muitas vezes contribuem para uma maior propagação de trincas, diminuindo a resistência à fadiga (Richardson, 1977). Por outro lado, melhoram a estabilidade dimensional, conferem boa estabilidade térmica e, no caso das cargas serem ativas, possibilitam maior resistência à tração. Além disso, podem conferir propriedades específicas como retardamento de chama, coloração, tixotropia e nucleação cristalina (Gachter & Muller, 1985). As cargas minerais têm ganhado competitividade em relação a fibra de vidro em algumas aplicações, com significativas vantagens na relação custo/benefício.

A eficiência da atuação das cargas é tanto maior quanto melhor for a dispersão das partículas na matriz e quanto maior for a afinidade com a mesma. Esta afinidade depende de vários fatores, como por exemplo a natureza química de ambos os materiais, razão de forma ("aspect ratio"), geometria e natureza físico-química da superfície da partícula (Manrich & Manrich, 1988).

As propriedades dos compósitos dependem basicamente dos seguintes fatores: propriedades dos componentes individuais e composição, grau de homogeneização e mistura entre os componentes (Rabello & Carvalho, 1990).

O ABS é um terpolímero de acrilonitrila-butadieno-estireno, que exibe excelente rigidez e boa estabilidade dimensional, enquanto que a mica é um mineral de ocorrência

natural com alta resistência mecânica, boa estabilidade térmica e boa resistência a corrosão (Garton, 1982).

O objetivo desta Tese foi investigar a influência de diferentes teores de mica com granulometrias variadas nas propriedades físicas, térmicas, mecânicas e elétricas de compósitos utilizando como matriz o ABS. Estudou-se também o efeito de alguns tratamentos químicos efetuados na carga nestas propriedades.

## 2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

### 2.1. POLÍMEROS TERMOPLÁSTICOS-ABS

As características de fusibilidade, que impõem diferentes processos tecnológicos, são a base da classificação dos polímeros em termoplásticos e termorrígidos. Os polímeros lineares ou ramificados, que permitem fusão por aquecimento e solidificação por resfriamento, são chamados termoplásticos. Os termorrígidos, ao contrário, uma vez moldados não mais fundem ou dissolvem, pois desenvolvem uma estrutura tridimensional, com ligações cruzadas entre as cadeias. De acordo com as aplicações tecnológicas, os polímeros podem ser classificados como plásticos, fibras ou borrachas.

O ABS (acrilonitrila-butadieno-estireno) é um terpolímero termoplástico elastomérico que exibe excelente rigidez e boa estabilidade dimensional. O componente elastomérico, usualmente polibutadieno ou copolímero de butadieno, existe como uma fase discreta dispersa no componente termoplástico, um copolímero estireno-acrilonitrila (SAN). A flexibilidade oferecida por este sistema de três monômeros é conseguida através de variação do peso molecular, grau de enxertia ("grafting"), tamanho de partículas da borracha e da morfologia do polímero, o que permite a obtenção de propriedades adequadas para satisfazer as necessidades do usuário final. Essa versatilidade pode ser igualmente acentuada através da substituição do estireno pelo  $\alpha$ -metil estireno, produzindo um produto com elevada temperatura de deflexão térmica e mais transparente, através da redução do tamanho de partícula da fase dispersa. O ABS pode ser misturado a outros polímeros como o policarbonato e o poli(cloreto de vinila), permitindo a obtenção de produtos com características especiais.

As propriedades do ABS podem ser determinadas a partir do conhecimento da composição, peso molecular, distribuição de peso molecular, percentual de enxertia e estrutura do enxerto. O ABS exibe comportamento viscoelástico no estado fundido bem como no estado sólido. O ABS exibe comportamento não newtoniano, pois a diminuição na viscosidade resulta no aumento do índice de fluidez, o que mostra a dependência da viscosidade com a temperatura.

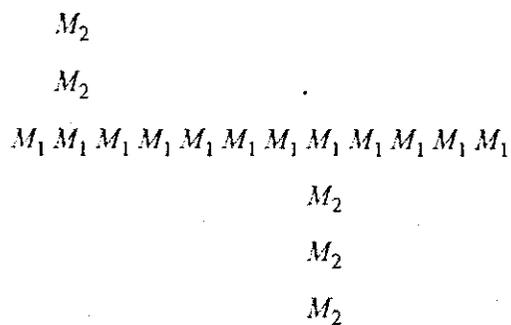
A propriedade mecânica mais significativa para as aplicações do ABS é a resistência ao impacto, que pode variar de 440 a 105 J/m. O ABS pode sofrer deformação dúctil em uma larga faixa de temperatura a altas taxas de deformação. As propriedades elétricas, são mais ou menos constantes em uma larga faixa de frequência, como mostra a Tabela 1 abaixo, não sendo afetadas pela variação de temperatura ou umidade.

**Tabela 1. Propriedades Elétricas do ABS**

PROPRIEDADES	VALOR
Intensidade Diéletrica	16 - 18 mV/m
Resistência ao Arco	50 - 90 s
Constante Diéletrica	2,2 - 3,3
Frequência	60 - 106 Hz

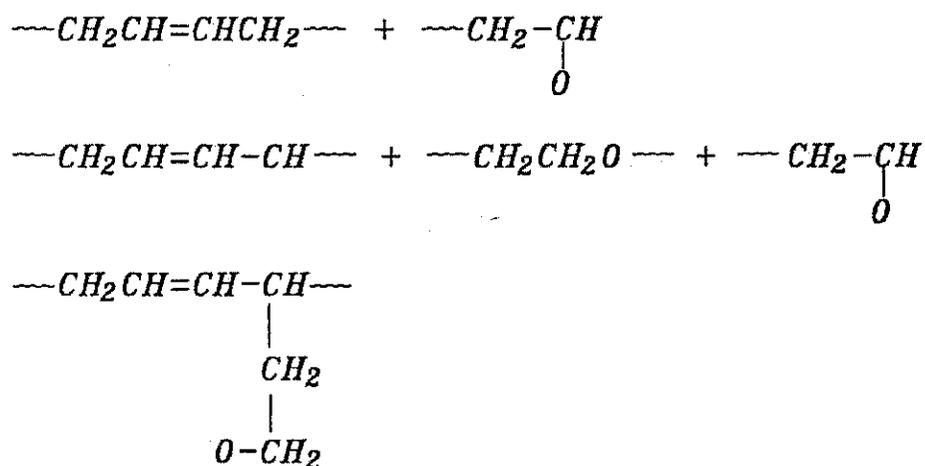
O desenvolvimento do ABS baseou-se, inicialmente, na mistura física da borracha com o copolímero estireno - acrilonitrila. A posterior reação de enxertia destes monômeros em partículas de borracha produziu ótimas propriedades de impacto, em detrimento da temperatura de deflexão térmica, da rigidez e da resistência a tração.

Um copolímero de enxertia é um copolímero ramificado com "esqueleto" ou cadeia principal, formado por um dos monômeros e "ramos" formados a partir de outro(s) monômero(s).

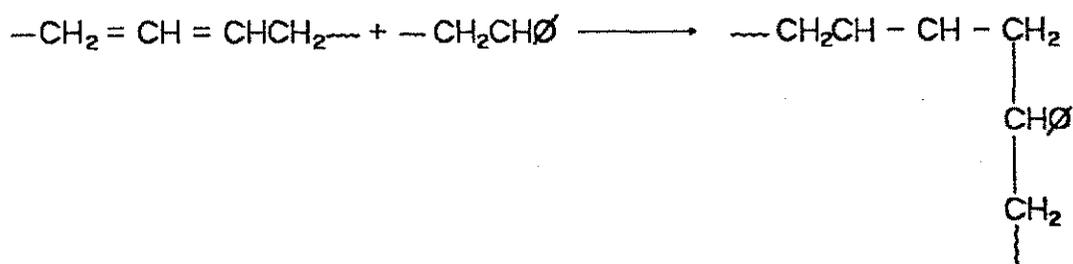


O tamanho e distribuição (frequência) destes "ramos" é aleatório (Odian, 1981).

As reações de enxertia, envolvem reações de transferência e/ou reações de abstração de hidrogênio, gerando radicais livres na cadeia polimérica e estes radicais podem dar início à polimerização. Um exemplo é a reação de enxertia de estireno em 1,4-polibutadieno:



No caso das polimerizações de enxertia em polímeros contendo ligações duplas na cadeia principal, além do mecanismo anterior há a copolimerização direta entre o monômero e o polímero.



No caso do ABS, copolimeriza-se estireno e acrilonitrila na presença de polibutadieno, ou seja, os "ramos" são um copolímero de composição praticamente bem determinada de estireno/acrilonitrila ( $r_1 = 0,4$ ;  $r_2 = 0,04$ ) (O'dian, 1981).

O ABS pode ser moldado por injeção, extrusão por sopro e calandragem. Sua utilização destina-se às indústrias eletro-eletrônica, de embalagem, automobilística, aeronáutica, de utilidades domésticas e brinquedos. Algumas aplicações do ABS são: painéis de automóveis e de eletrodomésticos, carcaças de calculadoras, microcomputadores, malas, tubulações, artigos hospitalares, material escolar, capacetes e embalagens cosméticas (Blass, 1985).

## 2.2. CARGAS MINERAIS - MICA

Cada tipo de reforço oferece uma propriedade única. Microesferas de vidro, por exemplo, melhoram o isolamento térmico e a resistência à compressão; já as fibras são usadas como agente de reforço quando são desejadas propriedades anisotrópicas (Lawrence, 1986).

Os termoplásticos podem ser misturados com cargas particuladas ou fibrosas, as quais são usualmente de origem mineral inorgânica. As cargas particuladas são extensivamente utilizadas e podem ser adicionadas mesmo em quantidades acima de 40% em volume. Talco, mica, sílica, vidro em forma de camada ou "ballotini" (pequenas partículas esféricas) e negro de fumo (usado principalmente como pigmento em termoplásticos, agindo como carga em borrachas) são as mais comumente utilizadas. O efeito da adição de cargas particuladas é complexo e depende da natureza da carga, do tamanho e forma da partícula, e da natureza da interface formada entre a partícula e a matriz polimérica. As cargas fibrosas são usadas principalmente para aumentar a dureza e a resistência mecânica, além de conferir melhor estabilidade dimensional e temperatura de serviço mais elevada aos compósitos poliméricos (Bader, 1977).

Termoplásticos reforçados por mica são bastante utilizados devido a inúmeras vantagens, principalmente baixo custo, propriedades de reforço planar (Xavier & Sharma, 1986), isotropia (o que não ocorre com cargas fibrosas) (Trotignon, 1983) e

boas propriedades elétricas; mas apresenta dificuldades de molhamento pelas resinas, gerando produtos moldados não uniformes (Miles).

A mica é um mineral em abundância, que oferece alta resistência mecânica, boa estabilidade térmica e boa resistência à corrosão (Garton et al, 1982). Pertence a classe dos filossilicatos cuja estrutura compreende uma camada de gibsita  $Al_2(OH)_3$  entre duas camadas de silicatos com substituições isomórficas ricas em K e Al na família da moscovita e os que possuem Mg ou Fe da família da biotita ou micas negras (Santos,1975). Sua composição é essencialmente  $Al_4K_2(Si_6Al_2)O_{20}(OH)_4$  e, frequentemente, contém pequenas quantidades de íons ferroso e férrico, magnésio, cálcio, sódio, lítio, flúor e titânio. É caracterizada por clivagem extremamente perfeita, permitindo o desdobramento do mineral em folhas muitíssimo finas. Possui dureza entre 2 e 2.5 e densidade entre 2.76 e 3.1g/cm<sup>3</sup>. É transparente e incolor sob a forma de folhas delgadas, e translúcida com matizes claros do amarelo, castanho, verde e vermelho em blocos espessos. É característica das rochas ígneas silicosas, dos diques de pegmatito, das rochas metamórficas. Nos pegmatitos graníticos, a moscovita ocorre associada com o quartzo, feldspato, turmalina, berilo, granada, apatita e a fluorita. A moscovita origina-se também como produto de alteração de diversos outros minerais: topázio, cianita, espodumênio, andaluzita, escapolita.

A moscovita recebeu esta denominação por causa do nome popular do mineral - vidro da Moscóvia - dado seu uso como substituto do vidro na Antiga Rússia (Moscóvia). A palavra mica derivou, provavelmente, do latim "micare", que significa brilhar (Dana,1969).

Encontram-se nos Alpes diversas localidades onde há grande ocorrência da moscovita; igualmente em Mourne Mountains, na Irlanda; em Cornwall, na Inglaterra; na Noruega e na Suécia. Na Índia e Estados Unidos, existem depósitos grandes e de importância comercial, principalmente na região dos Montes Apalaches e das Montanhas Rochosas. Os depósitos nos estados de Alabama, Colorado e Virgínia (EUA) são de importância menor. Em Mattawan Township, na província de Ontário, Canadá, extraíram-se cristais entre 2 e 3 metros de largura (Dana, 1969).

A moscovita é empregada principalmente como material de isolamento na fabricação de aparelhos elétricos, por possuir baixa condutividade, por resistir a altas temperaturas e choques térmicos e por seu baixo valor de coeficiente de dilatação (Leprovoost,1978). É também usada como material transparente, nas portas de fornos, lanternas, etc. Os resíduos gerados a partir do beneficiamento de mica, ou seja, as folhas de mica, são usados na manufatura de papéis de parede para lhes dar brilho reluzente; misturados com óleos é usado para fins de lubrificação; no isolamento do calor e na fabricação de material incombustível.

### 2.3. COMPÓSITOS

Um compósito pode ser definido como um material que é o resultado da combinação física de dois ou mais materiais, que produz um sistema multifásico com propriedades diferentes dos iniciais, mas no qual os constituintes retêm suas identidades (Feldman, 1990). Os compósitos poliméricos são constituídos por uma fase contínua, a matriz, e uma fase dispersa, a carga, sob a forma de cilindros, esferas ou plaquetas, embebidas na matriz (Flinn & Trojan, 1981). Esses componentes não se dissolvem nem perdem suas características individuais completamente (Castellanos, 1987).

Os componentes, dependendo de suas próprias características, exercem funções específicas. As fibras, embora possuam alta resistência, não podem ser utilizadas isoladamente, pois precisam de um meio para mantê-las juntas. Por isso, embebe-se as fibras em uma matriz suficientemente rígida para manter a forma, prevenir distorção e colapso das mesmas e também para transmitir tensões de fibra para fibra (Rosato, 1970). Atribui-se também à matriz ter boas propriedades como resistência ao impacto, resistência ao fissuramento sob tensões ambientais, facilidade de usinagem e estabilidade dimensional (Utracki, 1987).

O componente estrutural - a carga - deve ter um alto ponto de fusão, baixa densidade específica e mínima solubilidade na matriz, bem como alta estabilidade química, ausência de transformação de fase e não apresentar toxidez durante a fabricação e uso (Rabello, 1989).

Infelizmente, nenhuma carga satisfaz a todos os requisitos necessários de uma carga ideal. Dentre os principais requisitos, podem ser citados: baixo custo, estabilidade térmica, facilidade de obtenção e manuseio, bom molhamento pela matriz, baixa absorção de umidade e ausência de odor (Miles). Em alguns casos, as cargas oferecem outras propriedades como estabilidade dimensional, coloração, bom acabamento superficial, etc (Richardson, 1977).

Dentre os principais fatores que afetam as propriedades dos compósitos pode-se citar (Rosato, 1970): a forma geométrica da carga; o diâmetro, que afeta a flexibilidade e deformação na ruptura; textura superficial, que afeta as propriedades da interface matriz-fibra e determina a capacidade da matriz transferir esforços mecânicos para as fibras.

Além dos compósitos poliméricos comuns, é possível fazer a seguinte classificação (Fasth & Eckert, 1988):

- *compósitos poliméricos avançados - constituídos por uma matriz termoplástica ou termorrígida, reforçada com fibras de alta resistência ( carbono, aramida, vidro e outras);*
- *compósitos cerâmica-cerâmica - possuem alta resistência ao calor e boa tenacidade. Os reforços podem ser constituídos por fibras curtas ou longas, fibras de materiais monocristalino ("whiskers") ou partículas;*
- *compósitos carbono-carbono - são mantas de fibras de carbono impregnadas com piche ou resina fenólica;*
- *compósitos de matriz metálica - formados por fibras de cerâmica, metal ou grafite, numa matriz constituída por alumínio, titânio ou ligas metálicas.*

## 2.4 PROPRIEDADES DOS COMPÓSITOS

De um modo geral, e para efeito de uma primeira aproximação, as propriedades dos compósitos podem ser determinadas pela chamada regra das misturas (Hillig, 1980):

$$P = P_1V_1 + P_2V_2 + \dots + P_iV_i \quad (1)$$

Infelizmente, nenhuma carga satisfaz a todos os requisitos necessários de uma carga ideal. Dentre os principais requisitos, podem ser citados: baixo custo, estabilidade térmica, facilidade de obtenção e manuseio, bom molhamento pela matriz, baixa absorção de umidade e ausência de odor (Miles). Em alguns casos, as cargas oferecem outras propriedades como estabilidade dimensional, coloração, bom acabamento superficial, etc (Richardson, 1977).

Dentre os principais fatores que afetam as propriedades dos compósitos pode-se citar (Rosato, 1970): a forma geométrica da carga; o diâmetro, que afeta a flexibilidade e deformação na ruptura; textura superficial, que afeta as propriedades da interface matriz-fibra e determina a capacidade da matriz transferir esforços mecânicos para as fibras.

Além dos compósitos poliméricos comuns, é possível fazer a seguinte classificação (Fasth & Eckert, 1988):

- *compósitos poliméricos avançados - constituídos por uma matriz termoplástica ou termorrígida, reforçada com fibras de alta resistência ( carbono, aramida, vidro e outras);*
- *compósitos cerâmica-cerâmica - possuem alta resistência ao calor e boa tenacidade. Os reforços podem ser constituídos por fibras curtas ou longas, fibras de materiais monocristalino ("whiskers") ou partículas;*
- *compósitos carbono-carbono - são mantas de fibras de carbono impregnadas com piche ou resina fenólica;*
- *compósitos de matriz metálica - formados por fibras de cerâmica, metal ou grafite, numa matriz constituída por alumínio, titânio ou ligas metálicas.*

## 2.4 PROPRIEDADES DOS COMPÓSITOS

De um modo geral, e para efeito de uma primeira aproximação, as propriedades dos compósitos podem ser determinadas pela chamada regra das misturas (Hillig, 1980):

$$P = P_1V_1 + P_2V_2 + \dots + P_iV_i \quad (1)$$

onde  $P$  é a propriedade do compósito,  $P_i$  e  $V_i$  são valores das propriedades e da fração volumétrica, respectivamente, para a  $i$ -ésima fase.

As propriedades dos compósitos dependem basicamente dos seguintes fatores (Richardson, 1977 ; Busigin et al, 1983):

- natureza dos componentes;
- grau de interação entre as fases - características da interface/mesofase;
- razão de forma (relação comprimento - diâmetro) fibra e porosidade da carga;
- grau de homogeneização e mistura entre os componentes.

As propriedades dos compósitos são determinadas através de ensaios físicos, mecânicos e térmicos, obtendo-se assim valores para propriedades como dureza, densidade, resistência à tração, resistência à compressão, resistência à flexão, coeficiente de Poisson em tração e compressão, conteúdo em fibras e de vazios, resistência ao impacto e propriedades térmicas (Lacosta, 1985).

## **2.4.1. Propriedades físicas**

### **2.4.1.1. Dureza**

Este ensaio mede a resistência à penetração ou ao risco. A presença de plastificantes diminui a dureza, enquanto que a presença de ligações cruzadas aumentam-na (Mano, 1985).

A dureza dos materiais é significativamente afetada pela adição de cargas, pois mesmo não agindo como reforço ativo, elas limitam a mobilidade das cadeias, impossibilitando a flexibilidade do polímero.

Para compósitos reforçados com fibras longas existem soluções matemáticas na determinação da dureza, especialmente quando a resistência não é aplicada ao longo do eixo da fibra. Quando o reforço ocorre com fibras curtas, a dureza dependerá do comprimento e/ou distribuição da fibra, da eficiência da transferência de tensões, da interface e da orientação da fibra (Folkes, 1987).

assemelham-se a uma transição de fase: possuem duas regiões com propriedades diferentes e bem definidas.

Dentre os fatores que afetam os ensaios de tração estão a orientação molecular, a velocidade de deformação e a temperatura (Turner, 1988).

#### 2.4.2.2. Ensaio de Flexão

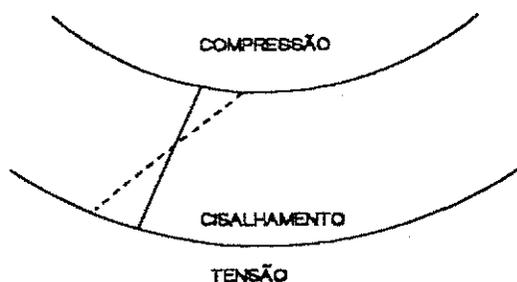
Nos ensaios de flexão, que são mais usados para controle de qualidade e especificação de materiais, são feitas as seguintes considerações (Martin, 1985; Loveless, 1966):

- *inexistência de concentração de tensão nos contatos do corpo de prova com os apoios;*
- *a distância entre os pontos de apoio não varia durante o ensaio;*
- *não há forças horizontais nos suportes;*
- *os efeitos das tensões de cisalhamento são desprezíveis, ou seja, as planas permanecem planas ap'os a aplicação das forças;*

No ensaio de flexão, ocorrem esforços combinados de tração e compressão, como mostra a Figura 1.

Figura 1

Esforços mecânicos sofridos pelo corpo de prova em flexão (Freire, 1992).



#### 2.4.2.3. Ensaio de Impacto

O teste de resistência ao impacto é um ensaio de fratura a alta velocidade, que

mede a capacidade que um material tem de absorver energia de deformação (Shah, 1984).

É o ensaio mais indicado para avaliar os fatores que afetam as propriedades mecânicas dos produtos moldados por injeção (Murphy et al, 1988; Morales & White, 1988) pois as cadeias poliméricas são orientadas perpendicularmente ao plano da fratura, aumentando a resistência do material ao impacto, devido a sua forte dependência com as condições de moldagem e orientação molecular.

As fibras curtas diminuem a resistência ao impacto, reduzindo o alongamento na ruptura e concentrando tensões nas suas extremidades, em áreas de adesão fibra-matriz fraca e em regiões onde elas se tocam (Mills, 1986; McMichael & Fisher, 1989).

Os ensaios de impacto são úteis na comparação entre as energias de impacto relativa de diferentes materiais e no estudo do efeito do tratamento térmico e do processamento (se moldado por injeção ou por compressão). Estas comparações dependem da geometria do material, das dimensões do entalhe e da velocidade do impactador (Cantwell & Monton, 1991).

O processo de absorção de energia por um material pode ser dividido em três estágios (O\Toole, 1990):

1. Estágio inicial, elástico, que conduz à fratura inicial;
2. Propagação da fratura, possivelmente acompanhada por mecanismos secundários, tais como formação de estrição, escoamento, estiramento e retorcimento;
3. Estágio final, envolvendo quebra das fibras.

A ductilidade da amostra é afetada pelas dimensões do entalhe, por este produzir componentes triaxiais de tensão, impossibilitando a presença de tensões de cisalhamento que provocam fluxo e deformação plástica, dando origem, a fratura frágil (Korowitz, 1982). O tipo de fratura é caracterizado através da superfície fraturada (Hunston, 1984) da seguinte forma:

*- fratura frágil - apresenta baixo consumo de energia de impacto, pouca deformação plástica;*

- *fratura dúctil* - apresenta alto consumo de energia de impacto e variações na forma.

A resistência ao impacto é melhorada pela incorporação de plastificantes (Bradshaw et al, 1972); partículas de borracha (Hunston, 1984) e redução na densidade de ligações cruzadas, no caso de polímeros termorrígidos, como a resina epoxi (Sykes & Stoakley, 1980).

### **2.4.3. Propriedades térmicas**

As propriedades térmicas dos materiais plásticos são tão importantes quanto as propriedades mecânicas. São propriedades extremamente sensíveis às mudanças de temperatura: a cristalinidade, a orientação molecular, e outras.

#### **2.4.3.1. Temperatura de amolecimento Vicat**

Este teste mede a temperatura na qual uma agulha plana de  $1\text{mm}^2$  e seção transversal circular penetra uma amostra termoplástica até uma profundidade de 1 mm sob um peso específico a uma elevação de temperatura uniforme.

O método consiste em colocar a amostra em um suporte, baixar a agulha sobre a mesma e mergulhar em banho de óleo de silicone com velocidade de aquecimento uniforme de  $50\text{ }^\circ\text{C/h}$  ou  $120\text{ }^\circ\text{C/h}$ . Através de um termômetro, anota-se a temperatura na qual a agulha penetra 1 mm de profundidade na amostra. O aparelho utilizado para este ensaio está mostrado na Figura 2.

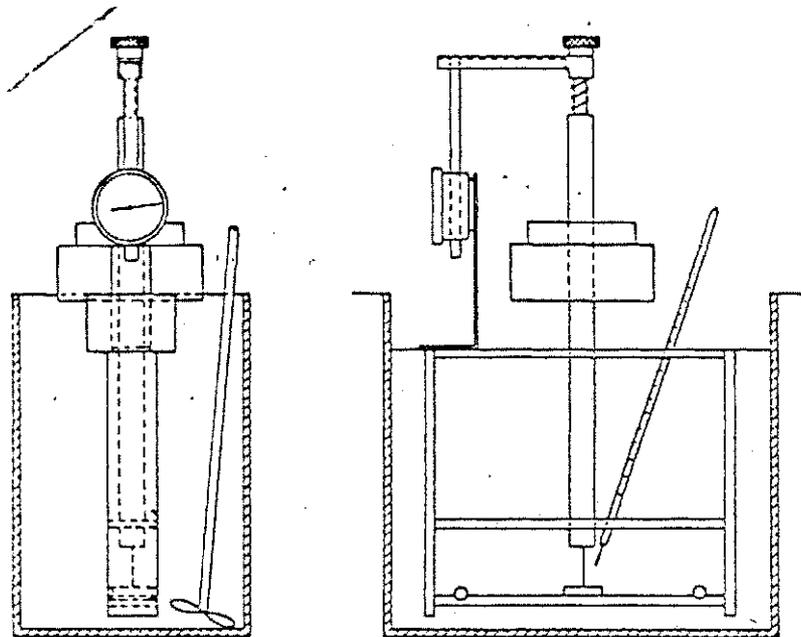
Este método não é recomendado para etil celulose, PVC, ou outros materiais com uma larga faixa de temperatura de amolecimento Vicat, entretanto, é muito utilizado em controle de qualidade, desenvolvimento e caracterização de materiais.

#### **2.4.3.2. Índice de fluidez**

Este método determina a velocidade de extrusão de resinas termoplásticas fundidas através de uma matriz com o comprimento e diâmetro do orifício especificados sob condições previstas de temperatura e pressão. Este ensaio é de grande importância na caracterização, especificação e controle de qualidade de termoplásticos que exibem viscosidade baixa no estado fundido (Felicelli, 1976).

Figura 2

Desenho de um aparelho utilizado para determinação da temperatura de amolecimento vicat (ASTM D 1525).



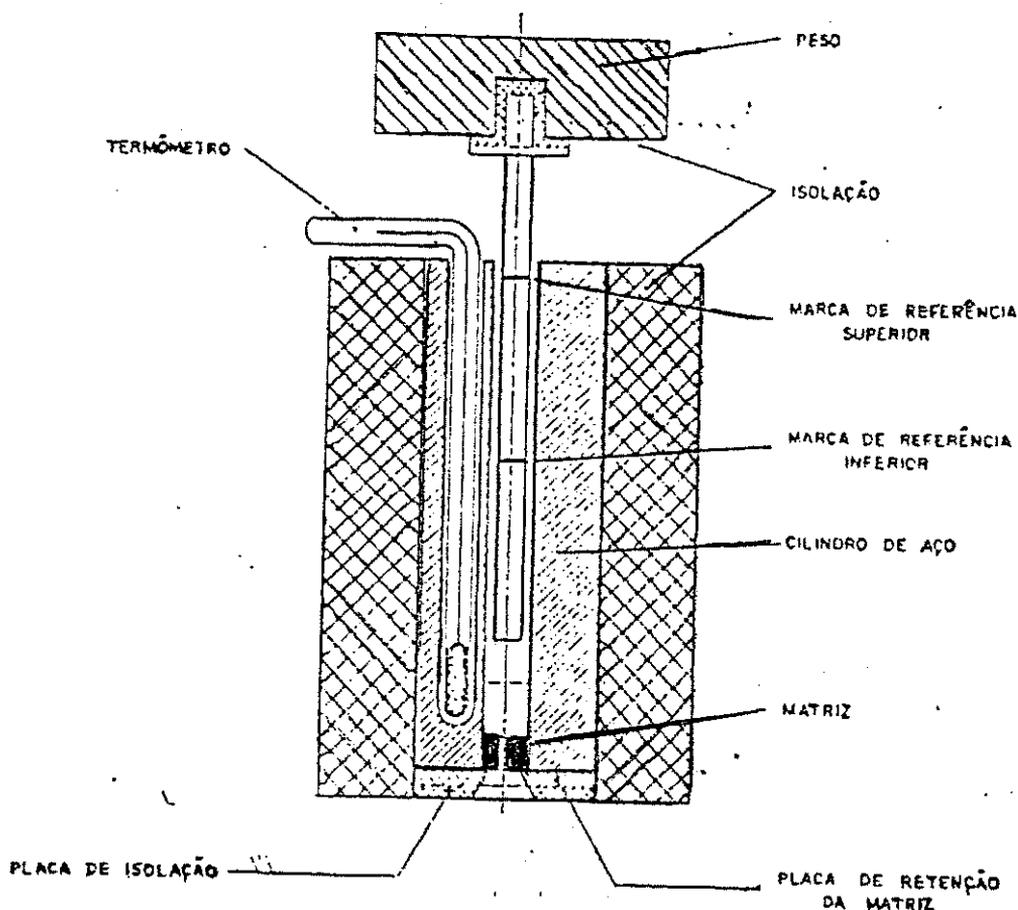
O índice de fluidez é inversamente proporcional a viscosidade, ou seja, quanto mais viscoso, menos material fluirá; por sua vez, como a viscosidade é diretamente proporcional ao peso molecular médio do polímero, o índice de fluidez será inversamente proporcional ao peso molecular.

O aparelho é essencialmente um plastômero de extrusão operando a uma determinada temperatura, consistindo de um cilindro de aço aquecido e controlado termostaticamente, com uma matriz na extremidade inferior e um pistão dotado de pesos determinados operando dentro do cilindro (Iso Recommendation, 1968). A Figura 3 mostra o esquema de um plastômero.

O corpo de prova pode ter qualquer forma geométrica, desde que seu tamanho permita sua introdução no orifício do cilindro, ou seja: pó, granulos, tiras de filmes ou tarugos moldados. Caso o material contenha componentes voláteis, há a necessidade de haver um condicionamento prévio, pois a presença de umidade não somente afeta a reprodutibilidade do teste como também, acelera a degradação de alguns materiais a altas temperaturas.

Figura 3

Aparelho utilizado na determinação do índice de fluidez (Felicelli, 1976).



#### 2.4.4. Propriedades elétricas

As principais funções dos materiais plásticos no campo da eletricidade e da eletrônica são de isolamento elétrico, tendo como principal aplicação dielétricos de condensadores (Lacosta, 1992 1). Essa propriedade originou-se do controle de sua estrutura química, textura, morfologia e de alguns resíduos como impurezas e aditivos. As aplicações como isolante não são afetadas a baixas tensões elétricas, mas a altas tensões afeta o desempenho e a vida útil do material (Buckingham).

Uma característica dos materiais dielétricos é a ausência de elétrons livres em sua estrutura, eliminando a possibilidade de uma corrente elétrica contínua quando se encontram sob a ação de um campo elétrico. O campo elétrico pode produzir em certos materiais somente pequenos deslizamentos reversíveis de partículas carregadas dentro

dos limites de sua molécula, sem alterar as ligações dos átomos na molécula (Lacosta,1992 I).

A capacidade de um isolante "resistir" a passagem de uma corrente contínua não é necessariamente sinônimo de sua capacidade para resistir a corrente alternada. No primeiro caso a resistividade do material é de principal importância e no segundo caso o fator de dissipação e a permissividade são as propriedades mais importantes, onde se determina o fator de perdas produzido em campos alternados. Estas duas propriedades juntas são conhecidas como propriedades dielétricas (Lacosta, 1992 III).

Os materiais se classificam de acordo com a sua resistividade elétrica em:

*-material isolante, onde:  $\rho = 10^{22}$  a  $10^{12}$  Ohm/cm*

*-material semicondutor, onde:  $\rho = 10^{12}$  a  $10^3$  Ohm/cm*

*-material condutor, onde:  $\rho < 10^3$  Ohm/cm*

Os materiais não polares são pouco influenciados pela temperatura e frequência de teste, enquanto que, nos materiais polares são grandes estes efeitos. A baixas frequências, o efeito da umidade pode ser grande nos materiais polares, com um aumento de 30 vezes no índice de perdas, e um aumento de 20% da permissividade produzida com uma absorção de 0.5% de água.

#### **2.4.4.1. Constante dielétrica**

A constante dielétrica, também conhecida como permissividade relativa, é dada pela relação entre a capacidade de um condensador, onde o espaço entre os eletrodos está inteiramente cheio com o material isolante em questão, com a capacidade de outro condensador da mesma configuração, onde os eletrodos se encontram vazios conforme mostrado na Figura 4 .

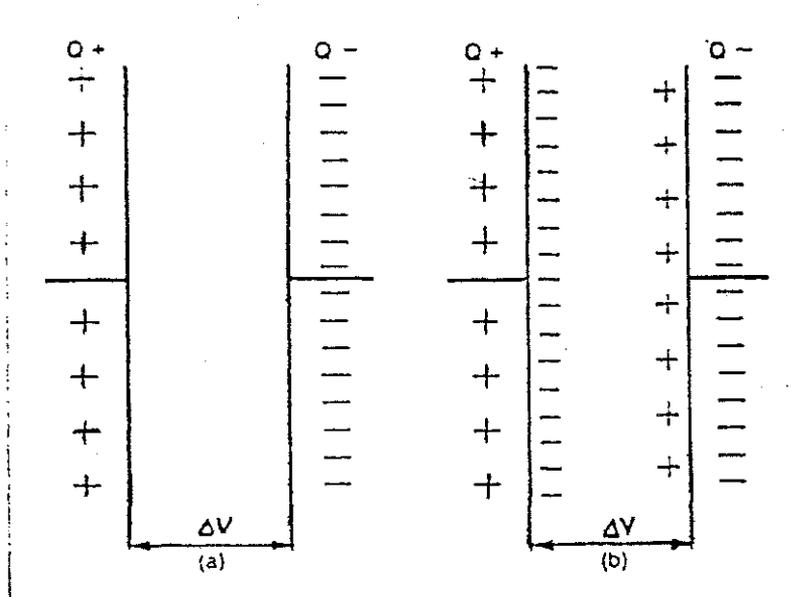
Os materiais poliméricos possuem baixa constante dielétrica.

#### **2.4.4.2. Tangente de perda**

Também conhecido como fator de perdas, é dado pela tangente do ângulo de perdas. O ângulo de perdas (como mostra a Figura 5) de um material isolante é o ângulo em que a fase diferencial entre a tensão aplicada e a corrente resultante se desvia 90 °,

Figura 4

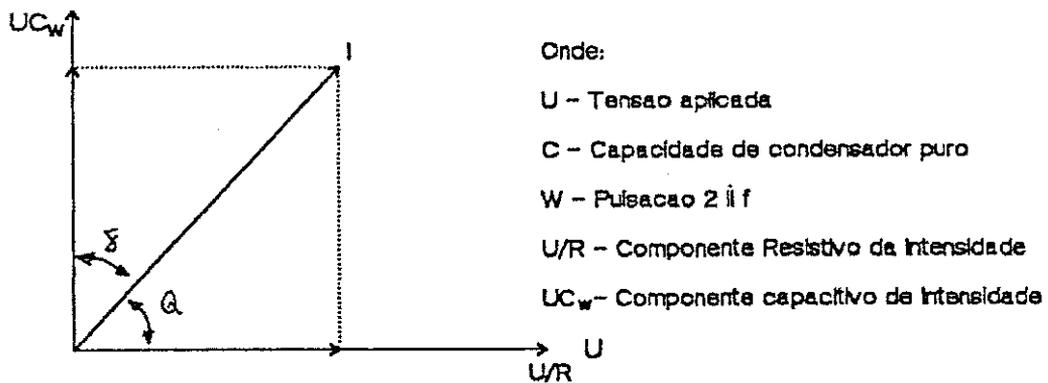
Relação entre as capacidades de um condensador de placas paralelas com vácuo (a) e um plástico (b) com um dielétrico entre suas placas (Lacosta Berna, 1992).



quando o dielétrico do condensador consiste exclusivamente em um material dielétrico. O resultado é expresso em raios.

Figura 5

Representação vetorial dos fenômenos elétricos em um condensador



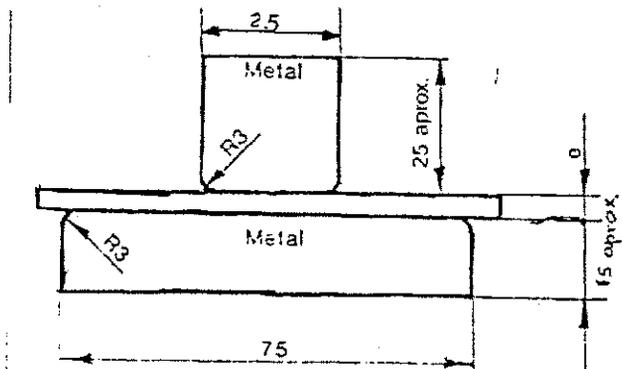
#### 2.4.4.3. Rigidez dielétrica

A rigidez dielétrica indica a capacidade isolante do material. É medida pela tensão elétrica que o material pode suportar antes da ocorrência da perda das propriedades isolantes. A falha do material é revelado pela excessiva passagem de corrente elétrica,

com a destruição parcial da peça. É acompanhado de efeitos luminosos, ruídos, interferências em transmissões de rádio e televisão. O polietileno se destaca como o material que possui rigidez dielétrica mais elevada. Não é uma propriedade usado em metais, pois estes são bons condutores de eletricidade (Mano,1991). O esquema do aparelho é mostrado na Figura 6.

Figura 6

Dispositivo para medir a rigidez dielétrica de materiais isolantes sólidos.



A ruptura é muito dependente tanto da estrutura macroscópica como da microscópica do isolante. Pode ocorrer que, por meio de um aquecimento dielétrico se produza uma elevação da temperatura e o esforço produzido pela tensão pode ser alto o suficiente para acelerar os elétrons através do material. As zonas vazias no interior do material podem ionizar-se, produzindo um bombardeio do material e conseqüente degradação. O esforço pode ser suficientemente alto para romper as ligações químicas da estrutura do polímero e provocar a degradação no interior de materiais menos resistentes.

A voltagem de ruptura pode variar consideravelmente de acordo com a geometria e a colocação dos eletrodos. Irregularidades na superfície dos eletrodos ou do material a ensaiar afetam os resultados; por isso os eletrodos devem estar limpos e livres de arranhões e as peças a ensaiar lisas e homogêneas.

O teste pode ser feito a várias temperaturas, e em qualquer meio gasoso ou líquido. A voltagem alternada, a frequências comerciais, é aplicada aumentando-se até que ocorra a falha dielétrica. Existem três métodos para aplicação da voltagem:

*A - "Short time test" (tempo curto)*

*B - "Step-by-step test" (passo a passo)*

*C - "Slow rate of rise test" (taxa lenta de aumento de voltagem).*

## 2.5 PROCESSAMENTO DOS COMPÓSITOS

Os métodos de processamento de plásticos reforçados mais utilizados são injeção, compressão e extrusão (Blass,1985), podendo ser classificados em processos com molde aberto e com molde fechado. As peças feitas em molde aberto exigem pouca ou nenhuma pressão, proporcionando acabamento apenas em uma das faces da peça. Esse processo é usado em compósitos termorrígidos na fabricação de peças grandes e se divide em: moldagem manual ("hand lay-up"), laminação a pistola ("spray-up"), moldagem por bolsa à vácuo por autoclave, vazamento centrífugo e moldagem por bobinagem de filamento (Borsteli, 1988; Anon, 1989).

Os moldes fechados apresentam duas cavidades, "macho" e "fêmea", onde o material é submetido à pressão durante o período de moldagem. Os processos mais utilizados são moldagem por transferência, pultrusão e moldagem por injeção (Mijovic, 1989; Anon, 1987). As peças moldadas por esse processo apresentam acabamento nas duas faces e excelente reprodutibilidade.

### 2.5.1. Extrusão

São dois os processos de extrusão em compósitos termoplásticos (Gerbig, 1988):

- *Extrusão Coaxial - é a técnica mais antiga. O termoplástico fundido reveste as fibras contínuas. O compósito é então resfriado e peletizado, obtendo-se fibras alinhadas longitudinalmente ao longo do grânulo. A desvantagem do processo é a difícil dispersão das fibras (Gwinn & Castagno, 1985);*
- *Processo de Composição - é a técnica mais utilizada. Polímero e fibra são previamente misturados à seco, e extrusados, à seguir. Este processo oferece boa dispersão das fibras, dando ao produto final maior homogeneidade, como também, proporciona a liberação de produtos voláteis (Carvalho Fco, 1979). Neste processo, é possível a obtenção de produtos acabados ou semi-acabados em regime*

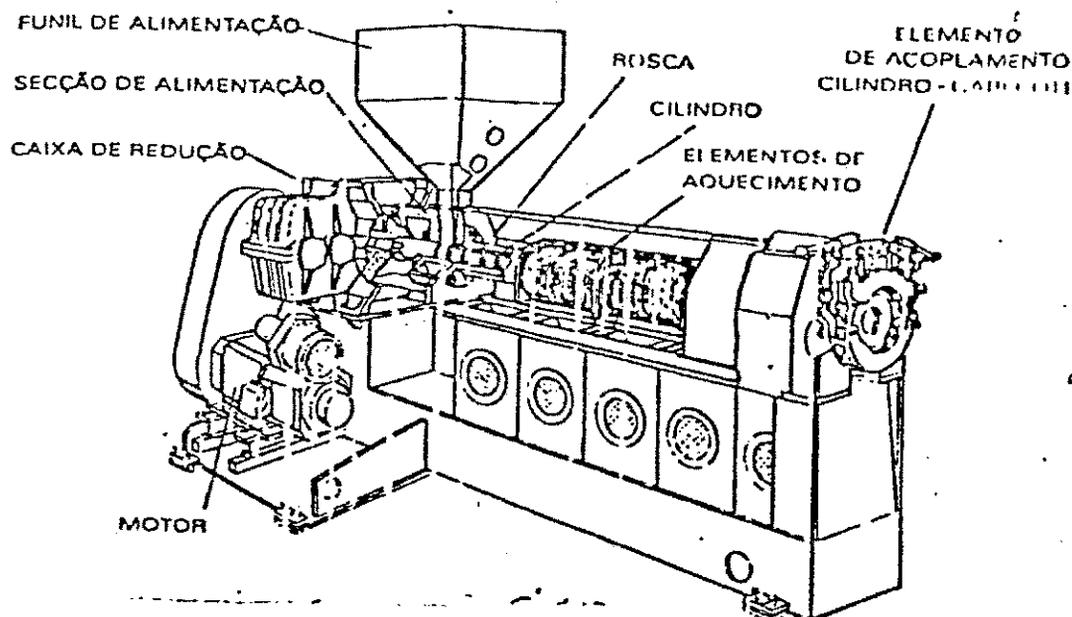
contínuo, onde o material polimérico, puro ou aditivado, em forma de "pellets" regulares, irregulares ou pó, é fundido, homogeneizado e forçado a passar através de matrizes de formato definido.

As extrusoras podem ser classificadas em extrusoras de monorosca (parafuso único) e dupla rosca (dois parafusos). Nas extrusoras de rosca única, a alimentação das fibras, feita separadamente, após a plastificação do polímero, não é usada, tendo em vista a não homogeneização satisfatória das fibras. Ao contrário, a utilização de extrusora de dupla rosca, permite alimentação das fibras após plastificação do polímero (Carvalho, Fco, 1979). A Figura 7 mostra o desenho de uma extrusora de rosca única (Blass,1985).

As extrusoras de rosca dupla apresentam as seguintes características: desgaste menor, roscas auto-limpantes, permite alimentação da carga após plastificação do polímero, necessitam de alto investimento, são de manutenção mais complexa, são apropriadas para grandes produções e permitem a troca dos parafusos.

Figura 7

Desenho de uma extrusora de rosca única (machion & Simielli, 1980).



A quebra das fibras durante o processo de extrusão de um compósito é devido a interações fibra - fibra, fibra - equipamento (cilindro e parafuso) e fibra - polímero (Turkovich, 1983), influenciadas por diversos fatores, como (Richardson, 1983):

- *alto cisalhamento;*
- *velocidade da rosca (quanto maior a rotação, menor o comprimento das fibras);*
- *temperatura (quanto maior, maior o comprimento final da fibra no compósito);*
- *viscosidade;*
- *conteúdo de fibra (quanto maior, maior o contato e fricção entre as mesmas, reduzindo o comprimento final da fibra) e*
- *desenho da máquina (por exemplo, a profundidade do canal de homogeneização).*

### **2.5.2. Injeção**

A injeção é um dos processos mais utilizados para materiais termoplásticos. É um processo descontínuo, cíclico, que proporciona uma rápida e econômica produção de peças de precisão e de elevada qualidade (Kelleher, 1990).

Os tipos de máquinas utilizadas na moldagem por injeção são (Machion, 1980):

a) injetora à pistão - o material é forçado por um pistão a passar por um cilindro aquecido a fim de ser injetado no molde. É pouco utilizada, por apresentar sistema de aquecimento deficiente, má homogeneização no cilindro de plastificação (a força de cisalhamento é insuficiente e a temperatura na "cabeça" do pistão não é homogênea) e ciclos de moldagem irregulares. Estas desvantagens ocorrem pelo fato desse tipo de equipamento ser operado manualmente.

b) injetora do tipo rosca recíprocante - é uma máquina que utiliza uma "rosca sem fim" acionado por motor elétrico, que promove plastificação e homogeneização da resina. Através de um sistema hidráulico, a rosca move-se para frente, injetando a resina no molde e, recua para a posição inicial, girando reversamente, quando mais material alimenta a injetora, reiniciando então, o ciclo de trabalho. Esse tipo de injetora possui as seguintes vantagens:

plastificação do polímero mais rápida; melhor homogeneidade na temperatura da massa fundida; melhor aproveitamento de material recuperado; menor perda de pressão; e limpeza do cilindro mais rápida e eficiente.

As técnicas de moldagem por injeção apresentam as seguintes vantagens (Simielli, 1983):

- aparência e textura superficial desejada;
- baixo nível de perdas;
- máxima exatidão de forma e dimensão da peça injetada;
- possibilidade de formação de orifícios, marcas e inserções de outros materiais, obtendo-se peças para pronta aplicação.

A seleção da temperatura de moldagem, que é função do tipo de material, é afetada pelo nível de orientação e pela temperatura de degradação do polímero, como também depende da geometria do parafuso e da temperatura do cilindro (Freire, 1992).

A baixa condutividade do plástico, faz com que se eleve por mais tempo a temperatura no interior do molde, aumentando a relaxação das moléculas, dificultando sua orientação (Rubin, 1988).

Devido ao resfriamento mais rápido no molde, os ciclos de injeção dos compósitos são menores do que os de polímeros sem carga (Rubin, 1988).

### **2.5.3. Compressão**

A moldagem por compressão é o mais antigo processo utilizado. É usado tanto na moldagem de materiais termorrígidos e termoplásticos (Blass, 1988).

O molde, em duas partes, é montado em uma prensa hidráulica e aquecido até a temperatura específica do material. O material é colocado no molde aberto em forma de pó, flocos, esferas, tabletes, sobre a cavidade inferior. A prensa é acionada, fechando os moldes um contra o outro, aumentando a pressão sobre o material a moldar. Após certo tempo, o molde é aberto e é extraído o material moldado. Essa sequência de operações pode ser manual, automática ou semiautomática.

Na moldagem de peças grandes, a pressão é momentaneamente removida para eliminar gases que levam a formação de bolhas.

Os moldes utilizados por compressão são classificados segundo diferentes critérios. Podem ser inteiriços, para peças simples, ou de corpo fendido, para peças de geometria mais complexa. Os processos de moldagem por compressão apresenta as seguintes características, como mostra a Tabela 2.

Tabela 2

Características de moldagem dos processos de compressão

VANTAGENS	DESVANTAGENS
. menor perda de material	. difícil extração;
. menor tensão interna nos moldados	. facilidade de formar rebarbas
. maior número de cavidades	. paredes espessas tendem a núcleos mal curados
. usado em peças com paredes delgadas	. inviabiliza peças de desenho complexo
. maior economia em ferramentas	

### 3. REVISÃO DA LITERATURA

O uso de cargas para a fabricação de materiais compósitos já foi mencionado na Bíblia, referindo-se à incorporação de palha na fabricação de tijolos (Miles). Por volta de 2500 A.C. no Egito Antigo, foi desenvolvido o processo de mumificação semelhante ao atual bobinamento de filamento ("filament winding") (na fabricação de tubos de plásticos reforçados). Feixes de papiro eram utilizados para reforçar betume na

fabricação de barcos, processo usado até hoje em algumas regiões da Arábia (Richardson, 1977).

O aparecimento dos plásticos reforçados ocorreu há séculos, quando inúmeros pesquisadores utilizando métodos empíricos desenvolveram trabalhos que levaram ao desenvolvimento da série de materiais, tecnicamente valiosos, com base em resinas fenol e uréia formaldeído (Berlin et al, 1985). Em 1899, Smith patenteou a resina fenol-formol, que só foi comercializada em 1909, sob o nome comercial de baquelite (Milewski & Rosato, 1981; Rosato, 1982). Surgiram na década de 30, a fibra de vidro e o processo de cura do poliéster. A combinação de poliéster termorrígido com tecido de fibra de vidro originou um material com boas propriedades termomecânicas, mas que gerou desvantagens em termos de processamento e custo (Deanin, 1981). Na mesma época, foi produzido comercialmente o silicone (Milewski & Rosato, 1981), porém os agentes de acoplamento do tipo silano que melhoraram a ligação entre o polímero e a fibra, só foram usados na década de 50.

A partir da década de 50, apareceram as fibras de alto desempenho usadas hoje em compósitos (Milewski & Rosato, 1981) \_ carbono (1950), boro (1965), vidro tipo S (1967), aramida (1971), e as fibras híbridas (1980).

A primeira aplicação comercial de um termoplástico reforçado começou nos anos 50, com a fabricação de granadas e outros dispositivos da indústria bélica, em poliestireno reforçado com fibra de vidro (Blass, 1988). A partir daí, a tecnologia se expandiu para a poliamida (nylon) e para outros plásticos de engenharia (Gerbig, 1988).

Com a crise do petróleo nos anos 60 e 70, as resinas plásticas atingiram preços muito altos. Para minimizar os custos de fabricação, passou-se a utilizar cargas minerais não fibrosas de baixo custo, como aditivos em plásticos e borrachas, com fins não reforçantes (Rabelo, 1989).

A indústria de compósitos poliméricos é hoje um dos setores de maior crescimento no desenvolvimento de novos materiais (Carriere, 1991). A utilização de compósitos foi o resultado da necessidade de se compensar o aumento dos custos das resinas virgens, bem como, ampliar a disponibilidade de matéria-prima. Atualmente, o desenvolvimento

de novas tecnologias faz com que a necessidade de se obter melhores propriedades seja maior, tais como alta resistência à tração, módulo de elasticidade elevado e baixa expansão térmica, e para atender aos diversos segmentos do mercado, à custos competitivos (Rossi, 1991).

Ao serem dispersas em polímeros, as cargas modificam propriedades físicas e mecânicas do compósito, de acordo com o teor de carga, sendo mais acentuada pelo tipo de material e condições de processamento (Kartz, 1978 & Maurer, 1985). As propriedades dos polímeros carregados diferem em vários aspectos em relação aos sem carga. Para utilização de um determinado compósito, é importante conhecer a estrutura, a morfologia, a granulometria e a distribuição granulométrica das partículas, bem como, a interação da matriz com a carga (Sheldon, 1982 & Manson, 1976).

Praticamente todos os polímeros comerciais já foram utilizados como matrizes em compósitos, destacando-se o poliéster insaturado, o mais versátil dentre os termorrígidos, devido ao custo relativamente baixo e grande facilidade de fabricação na forma de laminados. Resinas fenólicas, epoxi, polipropileno, poliamidas e poli(cloreto de vinila) também tem sido muito utilizados (Baijal, 1982). As fibras mais usadas são as de vidro, as de carbono, as celulósicas e, recentemente, as de poliamidas aromáticas (aramidas) e de polietileno de ultra alto peso molecular. Carbonato de cálcio, talco, mica, negro de fumo e microesferas de vidro são as principais cargas não fibrosas de interesse comercial (Gachter & Muller, 1985).

As propriedades dos compósitos dependem fortemente da natureza da interface, que determina como as energias de impacto e deformação são transferidas da matriz para a fibra. Quanto melhor for a adesão matriz/carga, mais difícil será a penetração de gases, umidade ou outras substâncias químicas (English, 1987). Através da mesofase, que é uma camada de dimensões infinitesimais, ocorre a transferência de tensões (Theocaris, 1987).

Inúmeros estudos têm sido feitos sobre as propriedades da mesofase em compósitos. Leidner e Woodhams (1974a, 1974b) investigaram as propriedades tênsis e de fratura, aplicando correlações empíricas e semiempíricas a compósitos com cargas

particuladas. Gonzales et al. (1977 a-b), vem desenvolvendo trabalhos com sepiolita como carga em elastômeros e com outros termoplásticos, tais como polietileno, polipropileno e outros, obtendo resultados significativos. A sepiolita, assim como outros silicatos, tem sido usado como um catalisador em transformações de compósitos orgânicos desde a década de 70 devido a sua atividade catalítica, atribuída a presença do centro ácido superficial do tipo de Bronsted e Lewis (Corma et al, 1984 & Closs, 1979).

Vários artigos considerando o efeito da camada da mesofase nas propriedades dos compósitos poliméricos têm sido publicado por Theocaris (1984, 1985). O ponto de partida de seus estudos foi a determinação das características da mesofase (tais como espessura, módulo de elasticidade e percentual volumétrico de material) e sua alteração através de tratamentos físicos ou químicos, observando as variações das propriedades mecânicas. Manson (1985) considera a mesofase como um fator bastante crítico nos compósitos devido a sua forte dependência nas interações entre as fases, que podem ser através de forças de dispersão, forças polares ou por pontes de hidrogênio, que definem os níveis de adsorção das moléculas poliméricas pelas partículas de carga.

O uso de agentes de acoplamento do tipo silano em compósitos poliméricos visando melhorar a resistência química através da melhoria da adesão interfacial, foi feita por Inoue & Kohama (1975), que usou agente silano em superfícies de vidros adicionados ao polipropileno e poliestireno, observando que para cada sistema polímero/carga é utilizado um tipo de agente de acoplamento de acordo com as características superficiais dos componentes. Han (1981), estudou o efeito de agentes de acoplamento sobre as propriedades reológicas, processabilidade e propriedades mecânicas de polipropileno carregado com cargas inorgânicas, carbonato de cálcio e esferas de vidro, usando como agente silano, N-octil trietoxi silano e alfa-aminopropil trietoxi silano, e um agente do tipo titanato (isopropil triisostearoil titanato). Foi concluído que houve pouca melhora sobre a viscosidade e módulo de elasticidade quando foi utilizado o agente de acoplamento N-octil trietoxi silano em relação ao alfa-aminopropil trietoxi silano ao sistema polipropileno/carbonato de cálcio (50 % em

peso) e que a resistência tênsil e o alongamento percentual dependia do agente de acoplamento utilizado. Carvalho et al.(1991) investiou as propriedades mecânicas no sistema PEAD/sisal. Foi concluído que a fibra de sisal tratada promoveu melhorias na adesão interfacial entre fases do compósito, evidenciadas pelo aumento na resistência á tração do material. Chiang & Yang (1988) obtiveram resultados semelhantes quando estudaram o sistema polipropileno/mica modificada com agente de acoplamento do tipo silano. Acosta et al. (1986a) pesquisou o efeito da adesão nas propriedades mecânicas de compósitos de polipropileno, contendo sepiolita tratada com diferentes ácidos. A existência da mesofase foi demonstrada através de estudo cinético de cristalização não isotérmica, utilizando um método para determinar a exponencial  $\eta$  na equação de Avrami (Bigg, 1985). Em relação as propriedades mecânicas, o módulo de Young em função da concentração de carga, mostrou-se inalterado em relação a variação na estrutura interfacial de cada compósito com sepiolita tratada e não tratada, tendo-se concluído que ambas apresentaram boas propriedades de adesão e compatibilidade com a matriz polipropileno. Acosta et al (1986b) estudaram compósitos de polipropileno com sepiolita tratada com ácidos orgânicos, obtendo maior área específica na sepiolita, e uma esterificação genuína, do ponto de vista químico.

Em pesquisa realizada por Monte & Sugerman (1978) em sistemas polipropileno/carbonato de cálcio e polipropileno/talco tratados com TTS (triisosteárol isopropil titanato), verificou-se uma diminuição na resistência á tração dos compósitos, tanto com as cargas modificadas como as não tratadas. Um estudo comparativo entre as propriedades mecânicas e a estabilidade dimensional foi feito por Morales et al (1988) em compósitos polipropileno com talco. Os resultados indicaram que estes compósitos apresentaram melhores propriedades mecânicas do que os de polipropileno com sepiolita, evidenciadas através de análises microscópica, onde a orientação das partículas de talco durante o processo de moldagem é mostrada. Devido a sepiolita ser um agente nucleante mais potente do que o talco, a cristalização é terminada imediatamente após a moldagem dos compósitos.

Inúmeros são os estudos realizados sobre as propriedades dos compósitos. Stamhuis (1988a) estudou a resistência ao impacto utilizando fibras de vidro curtas e elastômero ao polipropileno. Na avaliação da resistência à tração e módulo de flexão, Adur et al (1989) utilizou o sistema polipropileno com talco. Em estudos realizados por Zadorecki & Michell (1989), foram avaliados os aspectos de reforço das fibras de celulose como em polímeros orgânicos moldados por RIM ("Reaction Injection Molding"), que é a moldagem do material reforçado por injeção, durante a polimerização. Chacko et al (1983) realizou estudos sobre as propriedades mecânicas de alguns polietilenos carregados com carbonato de cálcio, observando a dependência com o conteúdo da carga, (quanto maior, menor a resistência à tração e alongamento na ruptura), a interface polímero - carga e o peso molecular (quanto maior, maior alongamento na ruptura). O tratamento do carbonato de cálcio com um agente de acoplamento do tipo titanato melhorou o alongamento na ruptura, mas diminuiu a resistência à tração; ambos os efeitos atribuídos ao melhoramento na dispersão da carga no polímero. Carvalho et al (1990) investigou a influência das condições de processamento na resistência à tração, no módulo de flexão e na dureza de compósitos de polietileno de alta densidade com fibra de sisal à várias concentrações de carga. O aumento do teor de carga reduziu a resistência à tração e aumentou o módulo de flexão, havendo pequena diminuição na dureza do compósito. A diminuição da resistência à tração com o aumento do teor de carga foi atribuído à fraca adesão entre a matriz e a carga, enquanto o aumento do módulo ocorreu devido à rigidez das fibras, que causam enrijecimento do compósito. Em relação a diminuição da dureza do material, pode ser considerado que esta propriedade seja insensível ao teor de carga, por ser mais fortemente dependente das propriedades da matriz do que do próprio compósito. Trotignon et al (1987) verificou que compósitos de cargas híbridas mica - fibra de vidro com polipropileno, melhoram a atuação termomecânica (exceto módulo), propriedades de processamento (índice de fluidez, isotropia e concentração) além de causar diminuição do custo.

Raj et al, (1990a) estudaram o sistema PEBD linear reforçado com fibra de madeira, fibra de vidro e mica. Os resultados mostraram que os compósitos contendo fibra de vidro apresentaram os melhores valores em relação a resistência tênsil, alongação e energia de fratura. O PEBD linear carregado com mica mostrou resultados piores em relação aos compósitos com fibras de madeira.

Laranjeira (1992) estudou o efeito do agente de acoplamento (titanato) nos compósitos de polipropileno/atapulgita. Os resultados experimentais mostraram que mesmo com o aumento do teor de carga, o tratamento da carga com titanato diluído não afetou, de modo significativo, a dureza do compósito e a resistência à tração. A adesão polímero-carga se mostrou eficiente nos compósitos com carga tratada com titanato diluído, e com partículas de carga menores. O aumento da concentração de titanato diluído com nujol no tratamento da carga, provocou diminuição no índice de fluidez.

Os benefícios da mica como fibra reforçante são amplamente reconhecidas devido ao seu amplo uso dentro da indústria de plásticos. Essas propriedades tem levado a mica a aplicações onde são requisitos importantes a estabilidade dimensional, dureza, bom desempenho térmico e boa aparência superficial. Na maioria dos casos, as propriedades da mica são intensificadas através do uso de agentes de acoplamento do tipo organossilicone.

Inúmeros têm sido os trabalhos publicados sobre compósitos polipropileno - mica. Busigin et al.(1983) estudaram o efeito do tamanho e da razão de forma das partículas de mica flogopita no polipropileno. Verificou-se um aumento na resistência tênsil e no módulo de elasticidade, que era de se esperar, devido à presença de tamanho de partícula pequenas. Em comparação com o polipropileno puro, a incorporação de mica elevou a temperatura de deflexão térmica e diminuiu a resistência ao impacto, mantendo aproximadamente os mesmos níveis de resistência à tração do polímero sem carga. Xavier et al.(1990) estudaram compósitos de polipropileno isotático com 40% (em peso) de diferentes cargas, (talco, carbonato de cálcio e mica), preparados por moldagem por injeção. No caso dos compósitos

com mica, a análise por microscopia, revelou que as camadas de mica são orientadas paralelamente a superfície do molde e, interiormente há uma distribuição laminar. A incorporação de carbonato de cálcio evitou a falha de polipropileno para fratura a  $-30^{\circ}\text{C}$ , enquanto qualquer uma das cargas pode evitar a falha frágil a  $25^{\circ}\text{C}$ . O desempenho do polipropileno foi significativamente afetado pela incorporação de carga. Xavier (1986) estudou a relação estrutura- propriedade do polipropileno carregado com mica; os resultados mostraram que a resistência à tração do compósito aumentou quando o polímero foi misturado com até 30% de mica em peso e, caiu gradualmente com o aumento da concentração da carga. A resistência ao impacto aumentou com o aumento da concentração de mica em torno de 20% e a resistência à flexão também mostrou aumento acima de 40%. Xavier e Sharma (1986) estudaram compósitos de polipropileno com mica tratada superficialmente com TTS (triisosteaoil isopropil titanato). O tratamento não resultou em melhoria nas propriedades e foi observada queda simultânea na resistência tênil e no grau de cristalinidade da matriz em comparação ao mesmo material com mica não tratada. Chiang & Yang (1988) analisaram o efeito da carga não tratada, tratada com várias concentrações de agente de acoplamento do tipo silano e o efeito da modificação da matriz com ácido acrílico por reação de graftização. Os tratamentos provocaram aumento significativo na resistência tênil com o tratamento dos dois componentes. Faulkner (1988) comparou as propriedades do compósito PP/mica moldados por injeção com e sem mistura prévia em extrusora, concluindo que a extrusão provoca quebra excessiva nas escamas de mica, diminuindo a sua razão de forma, produzindo como consequência propriedades mecânicas inferiores. Resultados semelhantes foram alcançados por Adur et al.(1989) quando estudaram diversos tipos de mica, com e sem tratamento superficial, em compósitos com polipropileno e polipropileno graftizado com ácido acrílico misturados em misturador interno (Banbury) a frio. Poucos foram os trabalhos encontrados sobre ABS/mica e os mesmos não davam maiores informações (Maine, 1974; Gergib, 1988).

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

As técnicas de preparação, moldagem e caracterização dos compósitos, bem como as modificações realizadas na carga estão apresentadas na Figura 8.

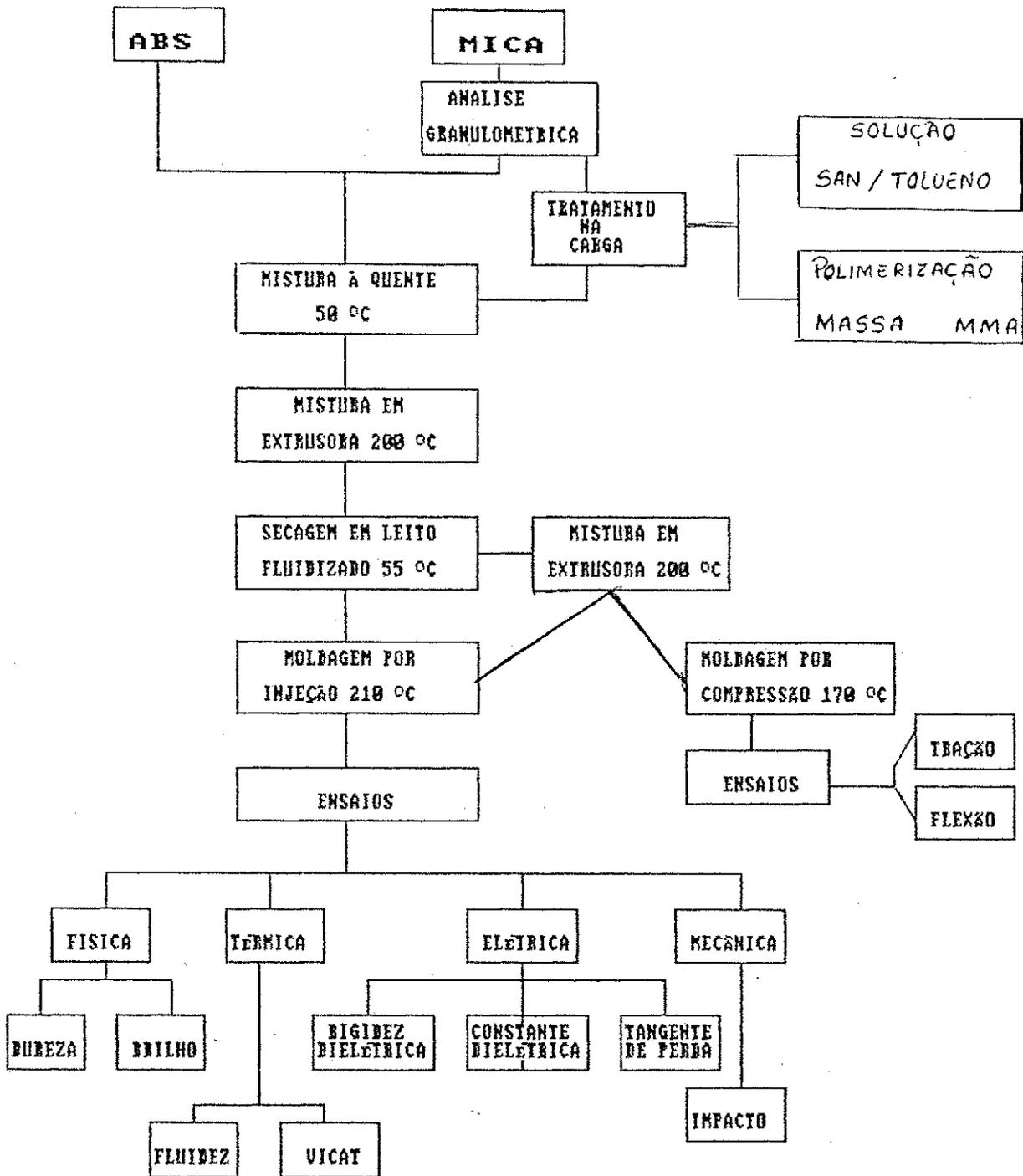
### 4.1. EQUIPAMENTOS UTILIZADOS

Além da aparelhagem comumente encontrada em laboratório, tais como balança analítica, estufa, balão volumétrico e outros tipos de vidraria, foram utilizados os seguintes equipamentos:

- Aparelho para determinação do brilho, DYK - Chemie, modelo 4011 (Alemão);
- Aparelho para determinação da Resistência ao Impacto, TINIUS OLSEN, 66;
- Aparelho para determinação da Temperatura de Amolecimento Vicat, TINIUS OLSEN, MC comprolle;
- Aparelho para medir a Rigidez Dielétrica - OLPRUFGERAT PGO-S BAUR;
- Dielectric Coefficient & Loss Factor Testing Set., modelo TR 9701;
- Durômetro, modelo ACCO, Wilson, 3 JR PL Rockwell R;
- Entalhador, modelo TMI, 2205;
- Extrusora monorosca;
- Injetora, PIC - BOY, modelo PIC;
- Máquina universal de ensaios, Instron, modelo 1122;
- Misturador interno do tipo Henshel, Mecanoplast, modelo ML-9;
- Oscilador Hewlett - Packard, modelo 209A;
- Oscilloscope 15MHz Precision , modelo 1477;
- Paquímetro Mitutoyo, (Stainless Hardened);

Figura 8

Fluxograma de preparação e caracterização dos compo&ag.sitos



- Peneiras ASTM, malhas 50, 100 e 200;

- Plastômetro, DSM, modelo MI - 3;
- Prensa hidráulica - Schulz com capacidade máxima de 15 toneladas adaptada com placas de aquecimento para formagem a quente.

## 4.2 PRODUTOS QUÍMICOS UTILIZADOS

### 4.2 PRODUTOS QUÍMICOS UTILIZADOS

- ABS, tipo X17 - 4514, fornecida pela CPB (Central de polímeros da Bahia) Camaçari (BA) com formulação e propriedades mostradas nas tabelas 3, 4 e 5;
- AZDN - fornecido pela Societe Franciese Dórgano Sinyhese;
- Estearato de magnésio - fornecido pela VERESIT (Brasil);
- Mica moscovita, fornecida pela Bentonit União, Campina Grande (PB), proveniente da mina do Proveito, Picuí - PB.
- SAN - copolímero de estireno e acrilonitrila, tipo SAN B-75, fornecido pela CPB, com peso molecular:  $M_n = 55.110$  e  $M_w = 110.518$ ;
- Tolueno - solvente fornecido pela EDN;
- MMA (Metil metacrilato de metila), monômero fornecido pela CPB.

Tabela 3

Formulação do ABS utilizado

INGREDIENTES	QUANTIDADE (% peso)
COPOLIMERO ACRILONITRILA - ESTIRENO (SAN)	- 66
HRG (*)	- 34

(\*) O HRG (High Rubber Graft) é um elastômero termorrígido obtido pela copolimerização por enxertia de acrilonitrila e estireno em polibutadieno

Tabela 4

Formulação do HRG utilizado

INGREDIENTES	QUANTIDADE (% peso)
POLIBUTADIENO	50
ACRILONITRILA	12.5
ESTIRENO	37.5

Tabela 5

Características do ABS utilizado (experimentais)

PROPRIEDADES	VALOR
INDICE DE FLUIDEZ (g/10 min)	0.43
DUREZA ROCKWELL C	112
TEMPERATURA DE AMOLECIMENTO VICAT (°C)	110
RESISTENCIA A TRAÇÃO (MN/m <sup>2</sup> )	108.3
MODULO DE FLEXÃO (GN/m <sup>2</sup> )	2.22
CONSTANTE DIELETRICA	3.42 - 3.52
TANGENTE DE PERDAS	1.42 - 6.00
RIGIDEZ DIELETRICA (KV/cm)	31.75
RESISTENCIA AO IMPACTO IZOD (J/m)	24.98

### 4.3. MÉTODOS EXPERIMENTAIS UTILIZADOS

#### 4.3.1. Preparação e tratamento da carga

##### 4.3.1.1. Separação granulométrica da carga

A carga (mica) foi triturada num misturador interno do tipo Henshel durante 5 minutos sob alta rotação. Sob estas condições a temperatura no interior do moinho chegou a atingir 50 °C. O material triturado foi então separado granulometricamente por peneiras ABNT de números 50, 100 e 200 sob agitação durante 30 minutos. O material retido

em cada uma destas peneiras (com tamanhos de partícula acima de 300  $\mu\text{m}$ , entre 300 e 150  $\mu\text{m}$  e entre 150 e 75  $\mu\text{m}$  respectivamente) foi então utilizado na preparação dos compósitos.

#### 4.3.1.2. Tratamento na carga

Visando melhorar a compatibilidade entre a carga e a matriz foram feitas algumas modificações na superfície da mica. As cargas modificadas foram incorporadas ao ABS com teores de 1, 3 e 5%, em peso, e as suas propriedades determinadas e comparadas com as dos compósitos de mesma composição cujas cargas não foram modificadas. As cargas foram submetidas a dois tipos de tratamentos químicos, a saber:

- a) Recobrimento superficial da carga por solução de SAN (copolímero estireno-acrilonitrila) em tolueno;
- b) Polimerização em massa de metacrilato de metila (MMA) na presença da carga.

##### A - Tratamento com a solução SAN-tolueno

Preparou-se uma solução a 20% de SAN em tolueno, adicionando-se 6% em peso desta solução a uma quantidade pré-determinada de mica. A carga (entre 300 e 150  $\mu\text{m}$ ) e a solução foram misturados manualmente de modo que a mica ficasse completamente umedecida pela solução. A carga assim recoberta foi deixada em repouso por 12 horas para evaporação do solvente e seca por 2 horas em estufa a 80 °C antes de ser utilizada na obtenção dos compósitos.

##### B - Tratamento com polimerização em massa de metacrilato de metila

Num reator de vidro (500 ml), equipado com agitação mecânica e condensador, foram adicionados 60g de mica (entre 300 e 150  $\mu\text{m}$ ); 150 g de metacrilato de metila e 0,225 g de azo-bis-isobutironitrila. A mistura foi mantida sob agitação por 12 horas a temperatura ambiente, antes do metacrilato de metila ser polimerizado em banho termostaticado. O banho foi aquecido a uma taxa de 2 °C/min

até 80 °C, e mantido nesta temperatura por 10 minutos. A reação foi estancada por resfriamento rápido, e o produto removido foi espalhado em bandejas de alumínio e exposto ao ar por 24 horas para eliminar os monômeros residuais.

#### 4.3.2. Preparação e moldagem dos compósitos

O ABS, juntamente com a carga não tratada, em concentrações de 5, 15 e 30%, em peso, foram adicionados a um misturador interno do tipo Henshel com capacidade para 5 kg e misturados em baixa rotação durante 1 minuto, e em alta rotação durante 3 minutos. Em cada uma das concentrações de carga utilizadas, foram usados os três tipos de granulometria. Este procedimento foi utilizado também para os compósitos com carga tratada. Os compósitos foram extrusados em extrusora monorosca, e o perfil de temperatura usado está mostrado na Tabela 6.

Tabela 6

Condições de operação da extrusora

velocidade da rosca	76 rpm
Temperatura da Zona 1	170 °C;
Temperatura da Zona 2	180 °C;
Temperatura da Zona 3	215 °C

Após ser extrusado, o material foi resfriado por imersão em água, granulado e seco em sistema de leito fluidizado operando a 55 °C durante 2 horas. Posteriormente as amostras foram injetadas em injetora operando a 210 °C, sendo obtidos corpos de prova para determinação de dureza Rockwell C, resistência ao impacto Izod, ponto de amolecimento Vicat, rigidez dielétrica, constante dielétrica e tangente de perdas, segundo as dimensões dadas pelos respectivos métodos ASTM.

O método de moldagem utilizado para os testes de tração e flexão foi o de compressão em prensa hidráulica aquecida. Usou-se moldes vazados isolados por folhas finas de alumínio, recobertas com desmoldante a base de silicone. O tempo de pré-aquecimento foi de 5 minutos a 170 °C e o tempo de compressão (100 kgf/cm<sup>2</sup>)

de 5 minutos. Em seguida os moldes foram retirados e resfriados a temperatura ambiente.

Inicialmente, foi feito um estudo sobre a influência da granulometria da mica (acima de 300  $\mu\text{m}$ , entre 300 e 150  $\mu\text{m}$  e entre 150 e 75  $\mu\text{m}$ ) nas propriedades de compósitos com teores de carga de 0, 5, 15 e 30 %. Devido aos resultados preliminares indicarem a ocorrência de degradação do material a teores mais elevados de carga, decidiu-se investigar o efeito de adição de baixos teores de mica (0 a 5 %) de granulometria entre 300 e 150  $\mu\text{m}$  nestas mesmas propriedades. Neste caso foi necessário fazer nova extrusão dos compósitos após terem passado pelo leito fluidizado para que a sua homogeneização fosse adequada.

### **4.3.3. Caracterização dos materiais**

#### **4.3.3.1. Caracterização física**

##### **- Dureza Rockwell C**

Este ensaio mede a profundidade de penetração de uma pequena esfera, sob aplicação de uma carga. O ensaio consta da aplicação de uma pré-carga por 15 segundos e uma carga por mais 15 segundos, sendo a leitura feita no mostrador da máquina de dureza. Foi feita uma média de 6 pontos em três corpos de prova de 12.6 mm de largura por 6.2 mm de espessura com erro médio de 3%. O ensaio seguiu o método ASTM D 785.

##### **- Brilho**

O teste seguiu o método ASTM D 523. Foram feitas medidas de passagem de luz através de cinco corpos de prova, com três diferentes ângulos de incidência.

#### **4.3.3.2. Caracterização térmica**

##### **- Índice de fluidez**

O objetivo deste ensaio é medir a quantidade de massa em gramas que flui através de uma matriz específica sob condições determinadas de pressão e temperatura em 10 minutos. O teste seguiu o método ASTM D 1238, condição G. A massa da

amostra e o tempo de ensaio foi de 2.5 g e 360 s respectivamente. Os compósitos extrusados, usados para este teste, foram secos previamente em estufa a 60 °C por 30 minutos.

- Temperatura de amolecimento Vicat.

Foi utilizado o método ASTM D 1525, de onde se obtém a temperatura na qual uma agulha de 1 mm<sup>2</sup> de secção transversal, penetra em um corpo de prova numa profundidade de 1 mm, sob carga. Utilizou-se duas amostras com 12.6 mm de largura e 6.2 mm de espessura. A velocidade de aquecimento utilizada foi de 2 °C por minuto. A temperatura é monitorada através de um termômetro mergulhado no fluido (óleo de silicone).

#### **4.3.3.3. Caracterização mecânica**

- Ensaio de Tração

Seguiu-se a método ASTM D 638 com corpos de prova do tipo I. As condições do ensaio estão mostradas na Tabela 7. Foram usados quatro corpos de prova para o teste e as médias de espessura e largura foram obtidas a partir de quatro pontos diferentes de cada corpo de prova. A distância entre as garras era de 70 mm.

- Ensaio de Módulo de Flexão

Seguiu-se o método ASTM D 790 com corpos de prova do tipo I e condições mostradas na Tabela 7. Foram usados dois corpos de prova. As médias de espessura e largura foram obtidas da mesma forma que citado anteriormente. A distância entre as barras de apoio do corpo de prova era de 43.1 mm (mínimo possível para o equipamento). Mesmo assim, o comprimento dos corpos de prova não foi suficiente, já que segundo o método, deve haver para cada lado das barras 10% da distância entre elas. O comprimento mínimo que o equipamento aceita para teste é de 51.72 mm.

- Resistência ao impacto

Para este, foi utilizado o método ASTM D 256. Os corpos de prova do tipo IZOD, foram entalhados com profundidade de 2.54 mm a 3.15 cm de espessura.

Tabela 7

Condições de máquina para os ensaios de tração e flexão

CONDIÇÕES	TRAÇÃO	FLEXÃO
velocidade da máquina	50 mm/min	10 mm/min
velocidade do papel	500 mm/min	50 mm/min
força	500 Kg	20 Kg
distância das garras	70 mm	43.1 mm
polaridade	A	B

Os resultados foram obtidos a partir de uma média dos resultados de três corpos de prova, cujas dimensões são: largura de 12.6 mm e espessura de 6.2 mm. O resultado foi expresso em energia absorvida por unidade de largura do corpo de prova.

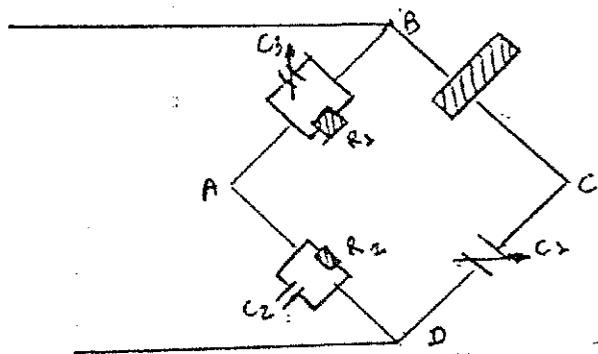
#### 4.4.3.4. Caracterização elétrica

- Constante dielétrica e tangente de perda

Este teste seguiu o método ASTM D 150. Estas medições foram realizadas através de uma ponte Schering de baixa tensão (Figura 8), nas frequências de 1, 10 e 100 KHz. A ponte foi alimentada por um gerador de tensão com frequência variável. Neste caso, utilizou-se um gerador (oscilador) que permite variar a frequência de alimentação da ponte, possibilitando maior flexibilidade nas medições das grandezas.

Figura 8

Circuito básico da Ponte Schering



- Rigidez dielétrica

O teste seguiu a método ASTM D 149, onde foi utilizado um eletrodo do tipo 2, imerso em óleo de transformador parafínico, sob aplicação de uma voltagem alternada à frequência de 60 KHz e velocidade de 1 KV/s a um corpo de prova até que ocorresse a falha dielétrica. O procedimento utilizado foi o tipo A. As amostras foram levadas ao torno para que se obtivesse uma circunferência de 1 polegada de diâmetro com 1 mm de profundidade. Obs.: O formato do eletrodo indicado na norma ASTM D 149 não permite que o campo elétrico seja totalmente uniforme entre os eletrodos. Foi observado que a ruptura nas amostras ocorria nas bordas onde o eletrodo apresentava uma leve curvatura, tornando o campo mais intenso e sujeito às influências dos materiais. Esta justificativa é mostrada por DE TOURREIL.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste trabalho, foi investigado a influência do teor e da granulometria da carga nas propriedades mecânicas de compósitos de ABS / mica. Foi realizado um estudo sobre o efeito de dois tipos de tratamentos superficiais da carga nas propriedades dos compósitos. Os resultados foram tabulados e estão apresentados e discutidos a seguir.

A influência da granulometria da carga não tratada com teores de 5, 15 e 30% em peso, nas propriedades dos compósitos foi analisada, tendo sido utilizados três diferentes faixas de tamanhos de partículas de mica: maiores que 300  $\mu\text{m}$ , entre 300 e 150  $\mu\text{m}$  e entre 150 e 75  $\mu\text{m}$ .

Devido ao fato de teores elevados de carga terem causado degradação (gerando aspecto visual pobre e cor caramelo) além da diminuição acentuada de algumas propriedades mecânicas dos compósitos, principalmente da

resistência ao impacto, que é a principal característica do ABS, decidiu-se investigar a influência da adição de baixos teores de carga (de 1 a 5% em peso), a esta matriz. Nesta concentração as propriedades mecânicas mantiveram-se adequadas e, além disto com aparência fosca, ou seja menos brilhosa, o que é interessante do ponto de vista industrial, já que este material (ABS) é utilizado em carcaças de computadores onde o brilho excessivo interfere negativamente no conforto do usuário. Também foram feitos ensaios com carga tratada com 1, 3 e 5% em peso. A faixa de granulometria utilizada, para esses casos, foi correspondente a faixa de 300 a 150  $\mu\text{m}$ .

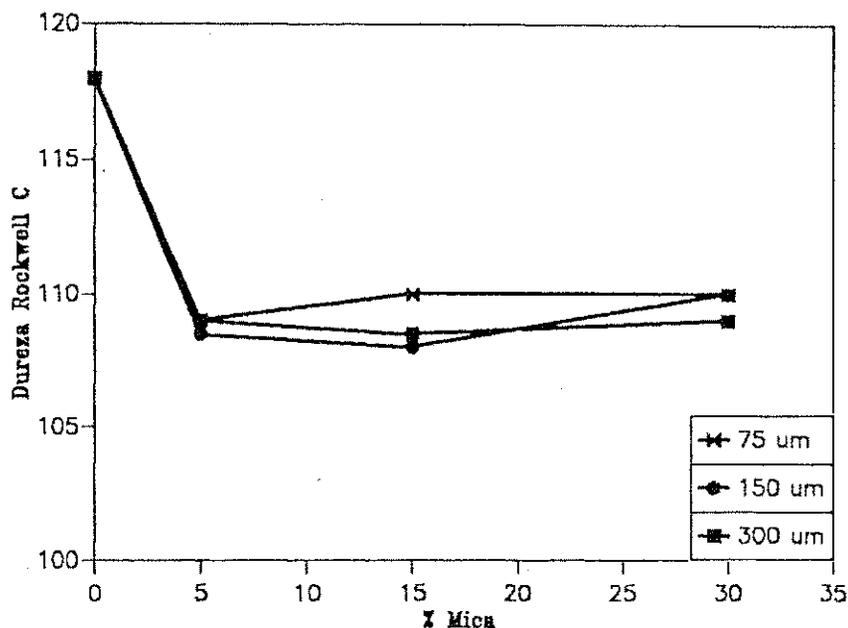
## 5.1. CARACTERIZAÇÃO FÍSICA

### 5.1.1. Dureza

A Figura 10 mostra a influência da granulometria e da concentração da carga na dureza dos compósitos. Foi observada uma diminuição significativa desta propriedade com a presença de 5% de mica, ficando praticamente inalterada com a variação do teor e da granulometria da carga. Em geral a adição de carga a polímeros aumenta a dureza do material, devido a sua orientação paralela a superfície do corpo de prova, principalmente quando injetados, dificultando a penetração do indentador do durômetro no mesmo. A diminuição da dureza dos compósitos com 5% de carga, apesar de inusitada, pode ser atribuída a ocorrência de grande número de vazios com a incorporação de carga, facilitando assim a penetração.

A presença de vazios foi confirmada por microscopia ótica, conforme mostra a Figura 11. Vale salientar que Rabello (1989) observou este mesmo fenômeno estudando compósitos de polipropileno/mica sem tratamento superficial. Aparentemente a adição de carga a teores mais elevados não alterou a concentração de vazios visto que não houve diminuição subsequente da dureza. A granulometria da carga teve pouca influência nesta propriedade.

Figura 10–Influencia do Tamanho de Particula na Dureza do Composito ABS / Mica.



A Figura 12 mostra o efeito da reextrusão dos compósitos na dureza, com tamanho de partícula de 150 a baixos teores de carga. Ficou evidenciado a melhor homogeneização do produto e diminuição de vazios, visto que, neste caso a dureza do compósito tende a aumentar com o aumento do teor de carga, ao contrário do que ocorreu com os compósitos extrusados apenas uma vez.

A Tabela 8 mostra que não houve aumento na dureza dos compósitos com a adição de carga tratada, comparado com os compósitos de mesma concentração de carga não tratada. Isto não surpreende, uma vez que a dureza reflete a rigidez de um material e os tratamentos efetuados visavam unicamente a melhoria da interface carga/matriz o que não implica, necessariamente, num enrijecimento da matriz.

### 5.1.2. Brilho

A Figura 13 mostra a influência da mica no compósito ABS / mica na propriedade do brilho. Fica evidente que a incorporação da mica ao ABS causa

Figura 11

Microscópia ótica do compósito contendo 5% de mica, com tamanho de partícula correspondente a faixa de 300 a 150 micra, e com aumento de dez vezes.

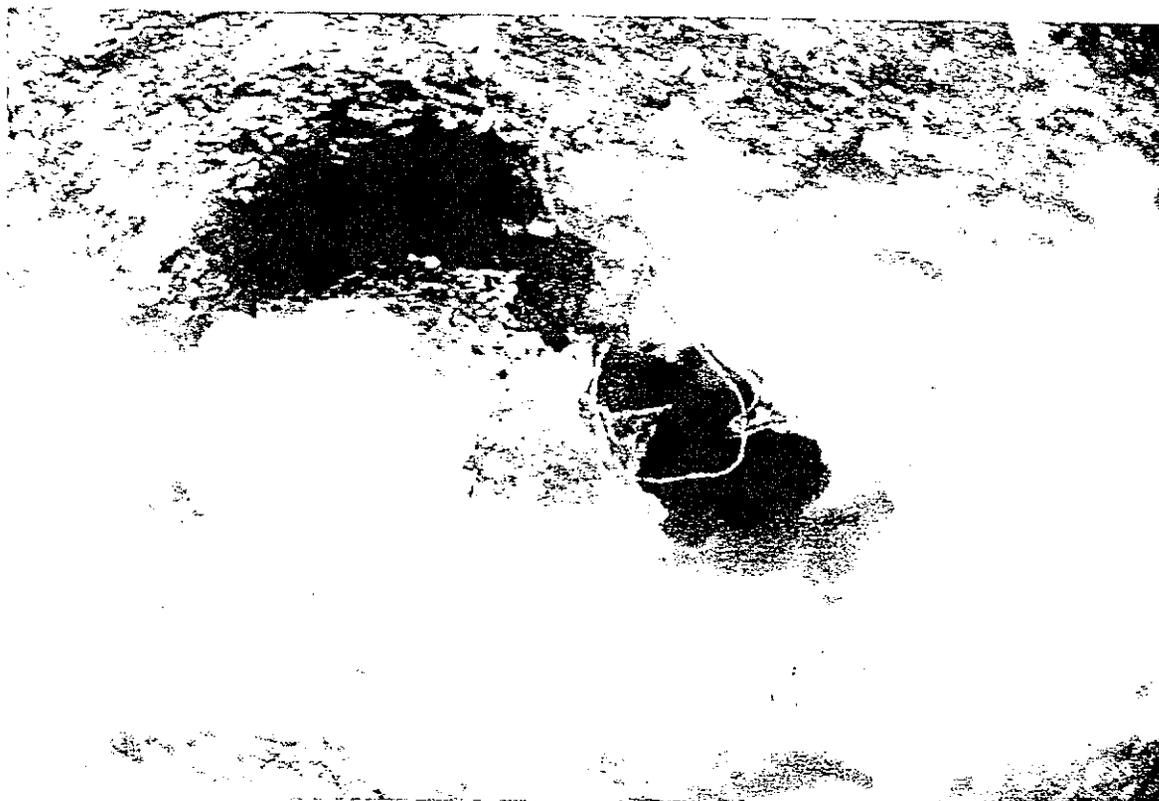


Tabela 8

Influência do tratamento da carga na dureza dos compósitos ABS/mica

PROPRIEDADE	DUREZA ROCKWELL C		
	1%	3%	5%
TRATAMENTO			
SAN/TOLUENO	120	123	122
MMA	-	-	120
NAO TRATADA	121.5	122	122

uma diminuição no brilho do compósito, observando os ângulos de 20, 60 e 85 graus tornando o material com aparência fosca. Esta característica é importante, pois é uma propriedade que oferece uma aplicação de amplo uso comercial, principalmente em carcaças de computadores que não requerem brilho.

Figura 12-Influencia da Concentracao de carga na Dureza dos Compositos ABS / Mica.

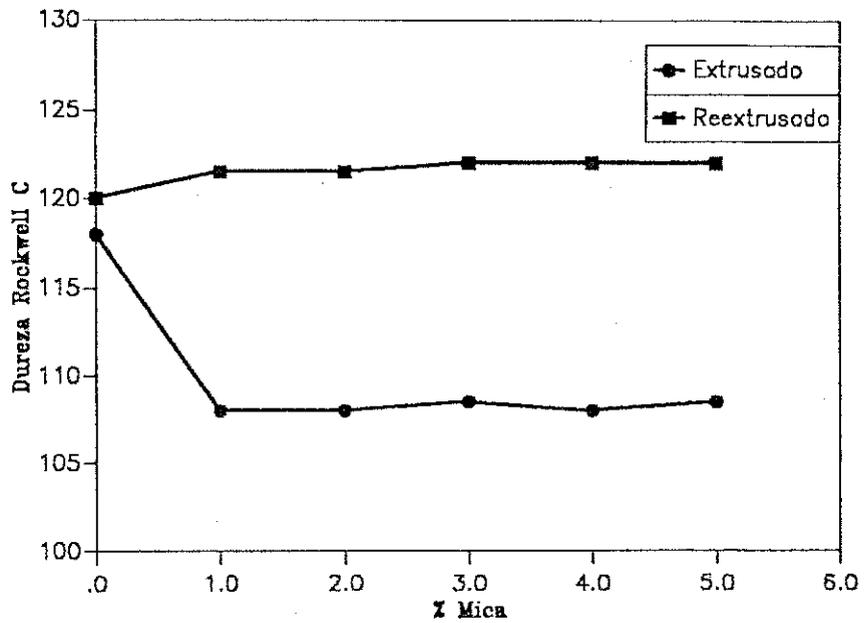
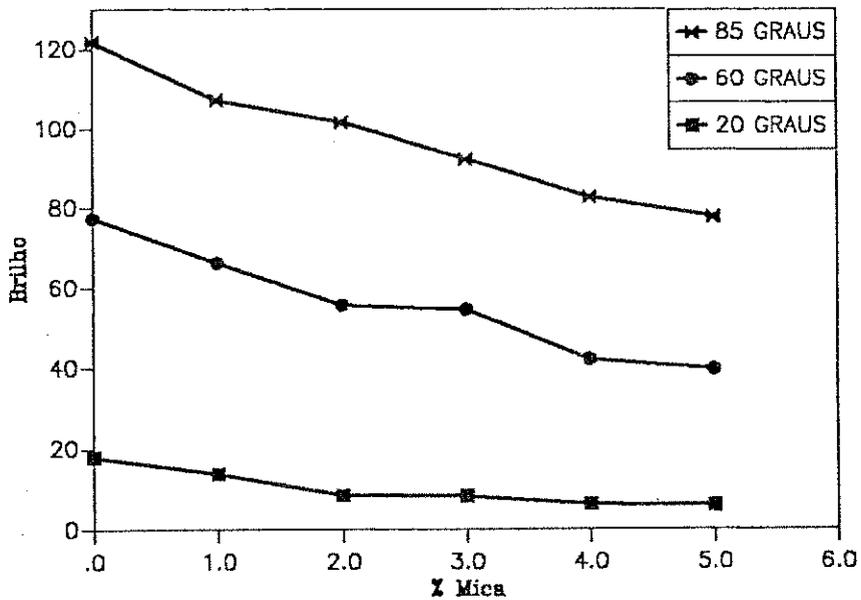


Figura 13 - Influencia da concentracao de carga no brilho dos compositos ABS / Mica.

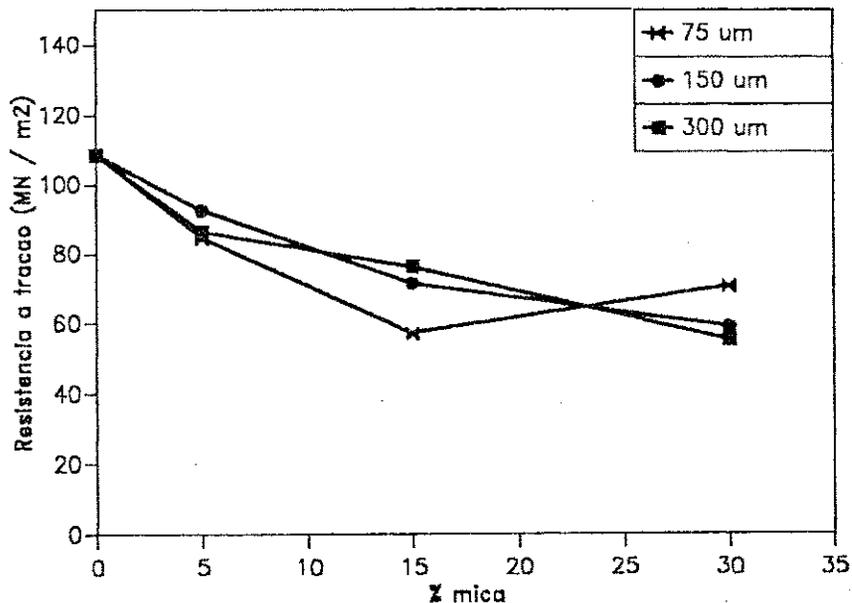


## 5.2. CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

### 5.2.1. Tração

Na Figura 14 foi observada uma diminuição acentuada na resistência tênsil com a incorporação de mica, que pode ser atribuída à: (1) baixa adesão entre os componentes, impossibilitando a transferência de tensões através da interface e (2) existência de vazios na região interfacial. O aumento na concentração de mica provoca um aumento na área total de contato entre a carga e o polímero. No caso de uma adesão deficiente, há um aumento no número de pontos de fragilidade no material, reduzindo sua resistência mecânica. A fraca adesão torna a matriz incapaz de transferir as tensões para a mica, acumulando-se na própria fase polimérica, o que provoca a falha prematura. Estes resultados estão de acordo com os de Busigin et al (1983).

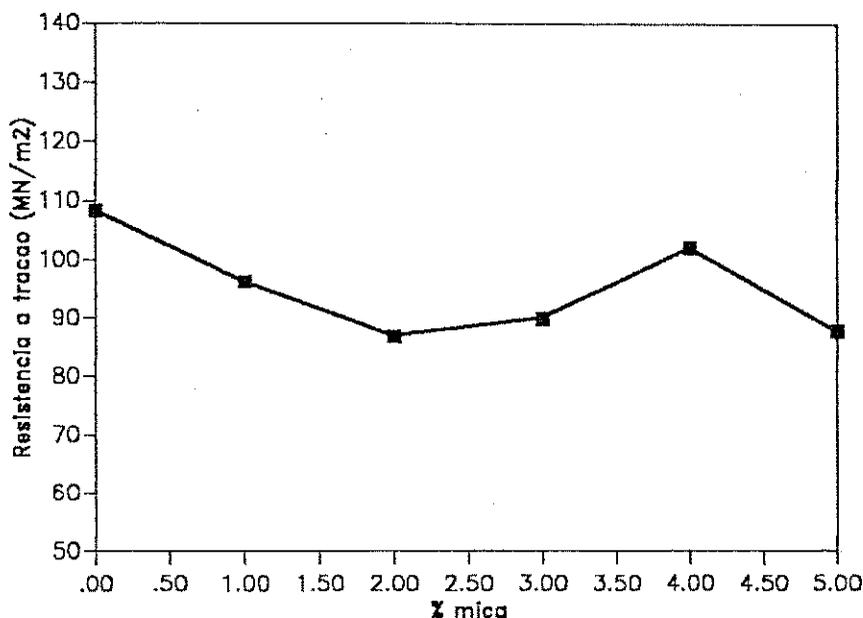
Figura 14 - Influencia da concentracao de carga na resistencia a tracao dos compositos ABS / Mica



A Figura 15 evidencia o efeito da reextrusão nas propriedades tênsis dos compósitos. Apesar de ter havido melhor dispersão, e diminuição do número de vazios no material, não houve melhoria na resistência final do compósito. Além disso,

à fraca adesão entre matriz/carga que persiste é responsável pela diminuição da resistência máxima à tração dos compósitos aqui investigados.

Figura 15 - Influencia da concentracao de carga na resistencia a tracao dos compósitos ABS / Mica



A Figura 16 mostra a persistência de alguns aglomerados mesmo após a reextrusão do material. Estes aglomerados fragilizam compósitos, pois originam trincas quando o material é solicitado mecanicamente.

A Tabela 9 mostra a influência do tratamento da carga nas propriedades mecânicas dos compósitos. Foi observado que por polimerização de MMA provocou aumento da resistência tênsil destes materiais em relação aos compósitos com carga não tratada. Isto pode ser atribuído a melhor adesão matriz/carga aumentando a transferência de tensões através da interface, melhorando a resistência tênsil.

### 5.2.2. Flexão

A Figura 17 mostra a influência da granulometria e concentração de carga no módulo de flexão dos compósitos ABS/mica. Fica evidente a ocorrência de uma discreta diminuição desta propriedade com adição de 5% de carga, seguido por um aumento até 30% de carga. A granulometria pouco influenciou os resultados, apenas

Figura 16

Microscopia ótica do compósito reextruzado, contendo 5% de mica, com tamanho de partícula correspondente a faixa de 300 a 150 micra, sendo aumentada dez vezes.



Tabela 9

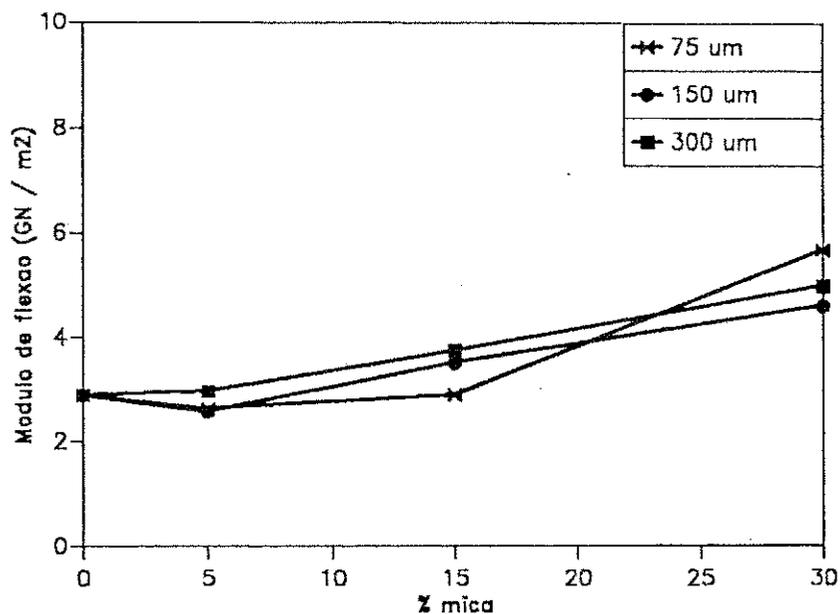
Influência do tratamento superficial na carga nas propriedades mecânicas dos compósitos ABS/mica.

TRATAMENTO	SAN TOLUENO			MMA			NÃO TRATADA		
	1%	3%	5%	1%	3%	5%	1%	3%	5%
TRAÇÃO (MN/m <sup>2</sup> )	72.8	80.3	85.3	-	-	96.8	96.2	98.1	87.8
M. FLEXÃO (GN/m <sup>2</sup> )	2.38	2.68	2.22	-	-	2.80	2.18	2.33	2.47
M. YONG (MN/m <sup>2</sup> )	365	420	482	-	-	495	472	430	453
IMPACTO (Kqcm/cm)	14.68	10.33	9.72	-	-	8.33	13.31	9.72	7.94

com 30% de mica e tamanho de grão de 300 o módulo aumentou significativamente. O módulo elástico em flexão está diretamente relacionado à rigidez

do material (e por consequência, à sua dureza). A adição de cargas rígidas, portanto, deve provocar aumento do módulo. No caso em questão, o pequeno decréscimo a baixos teores de carga pode ser atribuído à má dispersão das mesmas (ver Figura 16) e a limitações do equipamento, já que o mesmo não dispõe de extensômetro e a escala de deslocamento foi traçada em formato reduzido, aumentando assim a margem de erro no cálculo desta propriedade.

Figura 17 - Influencia da granulometria no modulo de flexao dos compositos ABS / Mica



A Figura 18 mostra que, após reextrusados, os compósitos a baixos teores de carga apresentaram módulo de flexão constante, o que é consequência da melhor homogeneização e dispersão da carga, diminuindo o número de vazios. Os problemas de determinação experimental foram idênticos ao caso anterior e portanto, a incerteza na precisão dos dados é a mesma.

Na Tabela 9 estão evidenciados os resultados da influência do tratamento da carga nos valores de módulo de flexão. Pode-se observar que o tratamento na carga melhorou esta propriedade, principalmente com polimerização de MMA, indicando que este foi o tratamento mais eficaz já que provocou melhoria de todas as propriedades mecânicas do compósito.

Figura 18 - Influencia da concentracao de carga no modulo de flexao dos compositos ABS / Mica

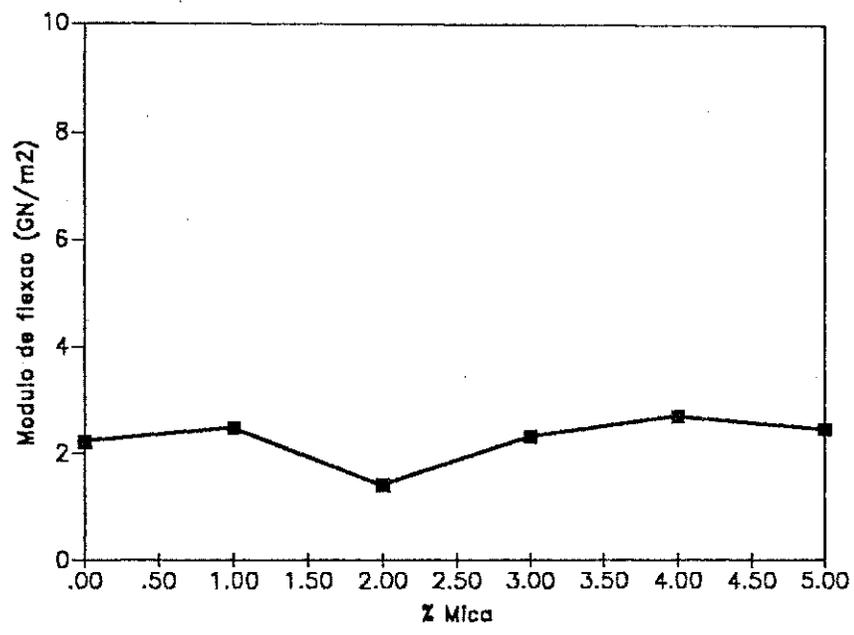
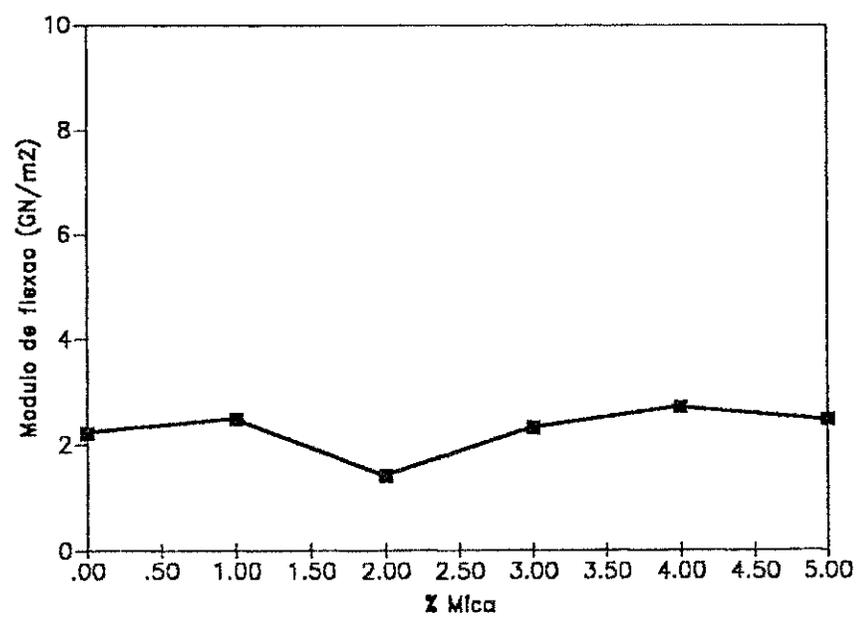


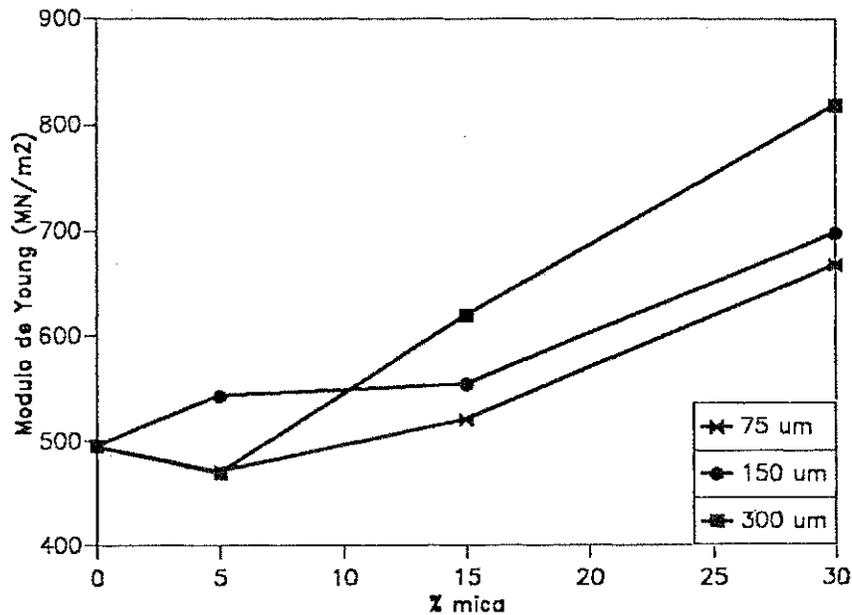
Figura 18 - Influencia da concentracao de carga no modulo de flexao dos compositos ABS / Mica



### 5.2.3. Módulo de Young

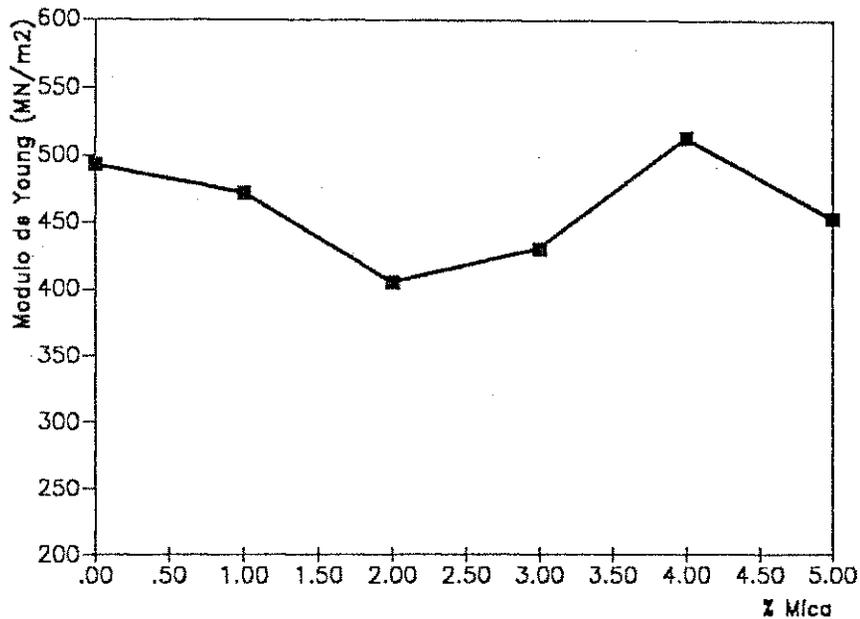
A Figura 19 mostra a influência da granulometria e da concentração de carga no módulo de Young dos compósitos ABS/mica. Como era de se esperar, a adição de carga aumenta o valor do módulo de Young, com exceção de alguns resultados obtidos a 5% de mica, onde houve uma pequena diminuição desta propriedade. Isto pode ser justificado pela ocorrência da má dispersão da carga e presença de vazios ( ver Figuras 11 e 16).

Figura 19 - Influencia da granulometria no modulo de young dos compositos ABS / Mica



A Figura 20 mostra a variação do módulo de Young para compósitos reextrusados a baixos teores de carga, onde pode-se observar uma pequena queda para teores de 2% de carga. Em geral, o módulo situou-se na faixa de 490 - 420 MN/m<sup>2</sup>, o que, dados as limitações do equipamento, pode ser considerado como aproximadamente constante. Estes resultados podem ser atribuídos à presença de vazios, má dispersão da carga e fraca interação entre as fases agindo contrariamente ao esperado já que a adição de cargas rígidas à matrizes dúcteis deve, em princípio, causar um aumento no módulo.

Figura 20 - Influencia da concentracao de carga no modulo de Young dos compositos ABS / Mica



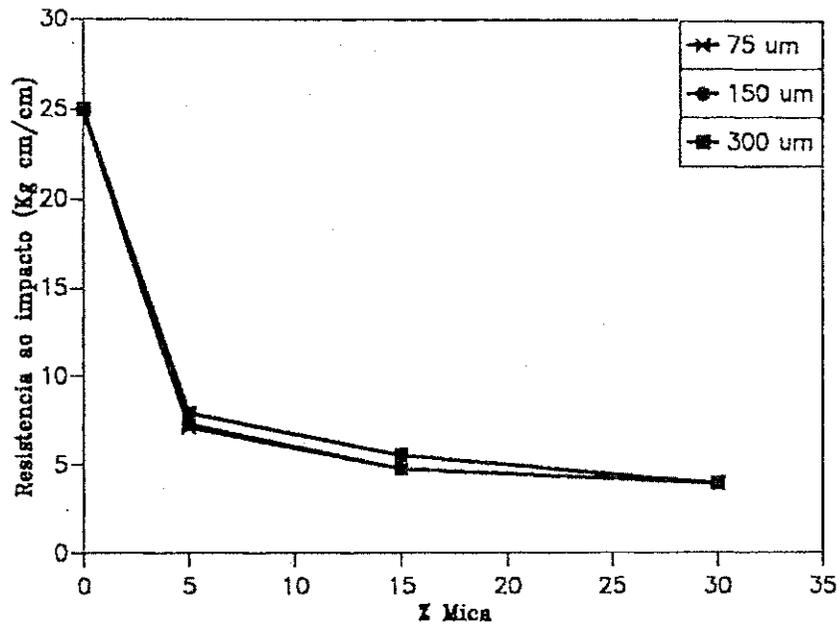
A Tabela 9 mostra o efeito do tratamento da carga no módulo de Young. Fica evidente que o módulo de Young melhorou com tratamento com MMA a 5% de carga tratada, como tem sido observado nas demais propriedades mecânicas.

#### 5.2.4. Impacto

A Figura 21 mostra a influência do teor e da granulometria de carga na resistência ao impacto dos compósitos ABS / mica. Pode-se notar que, independentemente do tamanho de partícula (para a faixa granulométrica estudada), a adição de carga mesmo a baixos teores (5%), acarreta uma grande diminuição na resistência ao impacto do compósito em relação ao ABS puro. Este fato é geralmente observado em todos os compósitos com cargas minerais. No caso do ABS, esta propriedade é afetada de maneira drástica, já que a carga enrijece o ABS que tem natureza elastomérica, diminuindo a resistência ao impacto. O aumento na concentração de mica provoca uma maior área de contato com o

polímero aumentando o número de pontos de fragilização no material, e reduzindo a resistência ao impacto.

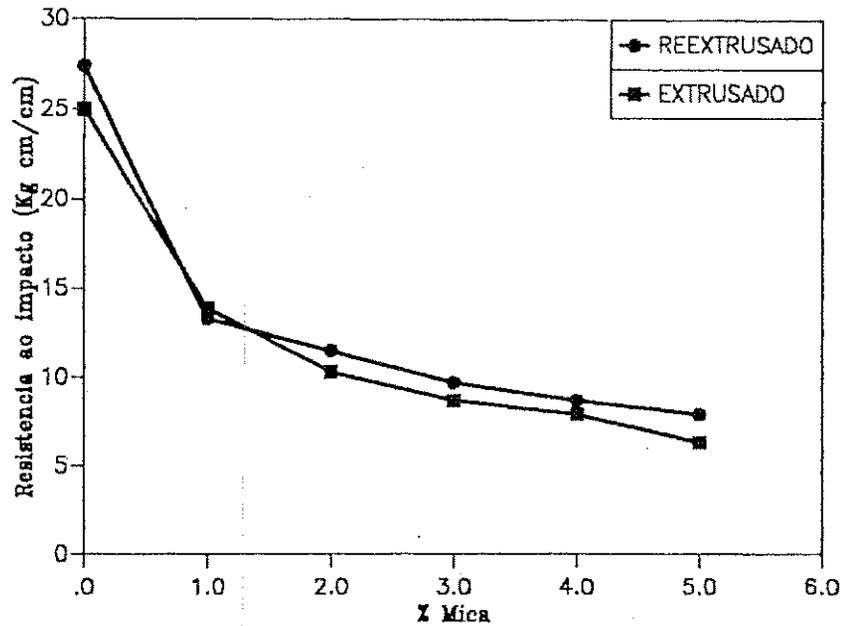
Figura 21 - Influência da granulometria na resistência ao impacto dos compostos ABS / Mica.



O efeito de baixos teores de carga na resistência ao impacto dos compósitos está mostrado na Figura 22. Pode ser observado que os compósitos apresentaram uma diminuição acentuada na resistência ao impacto com a incorporação de mica, fato que pode ser atribuído tanto à baixa adesão entre os componentes, como ao fato da carga rígida, enrijecer os compósitos, diminuindo os seguimentos borrachosos que o ABS possui, tornando-o menos capaz de absorver a energia de impacto. Esta queda brusca já era esperada, pois a mica enrijece o compósito como um todo e conseqüentemente diminui o alongamento antes da ruptura diminuindo a resistência ao impacto.

A Tabela 9 mostra os resultados obtidos nos tratamentos superficiais feitos na mica e sua influência na resistência ao impacto, em compósitos com teor de carga de 5%. Pode ser observado que os tratamentos superficiais feitos na mica elevaram os resultados da resistência ao impacto, fato que pode ser atribuído a uma melhor adesão entre a mica tratada e o ABS, quando comparado com os resultados dos compósitos

Figura 22 - Influencia da concentracao de carga na resistencia ao impacto dos compositos ABS / Mica



feitos com mica não tratada. O tratamento que melhor apresentou resultados, foi o tratamento superficial com solução SAN / tolueno.

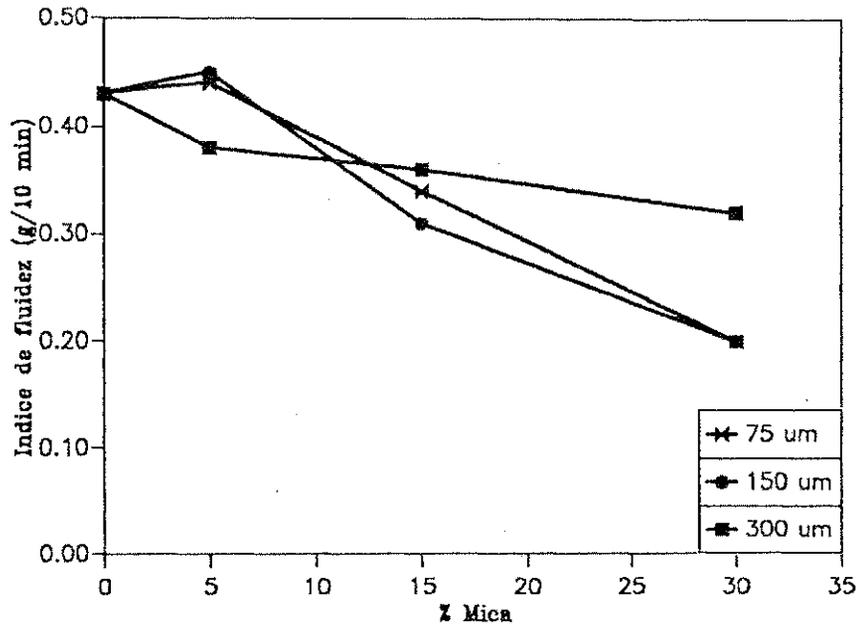
### 5.3. CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA

#### 5.3.1. índice de fluidez

A Figura 23 mostra a influência dos três diferentes tamanhos de partículas de carga no índice de fluidez dos compósitos com carga não tratada. Pode ser observado que, conforme se aumenta o teor de carga, o material se torna mais viscoso, apresentando menor índice de fluidez, sendo que este é mais acentuado pela granulometria de cargas menores, possivelmente devido ao efeito de aglomeração dos mesmos, com pequeno contato carga-matriz.

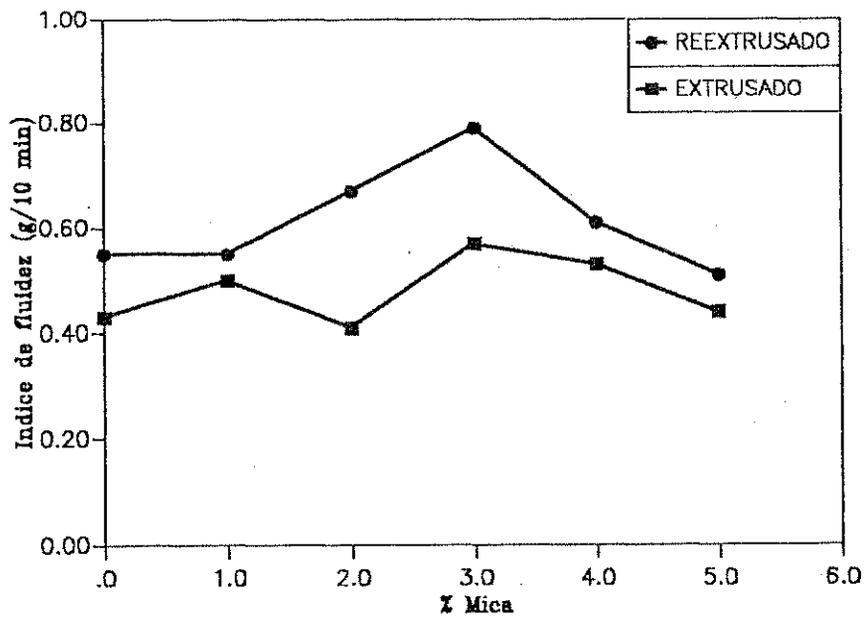
A Figura 24 mostra que a variação do índice de fluidez com a concentração de mica tem o mesmo formato, tanto para os compósitos extrusados quanto para os reextrusados. A única diferença é que o valor do índice de fluidez para os compósitos reextrusados é maior do que o dos extrusados para uma mesma concentração de mica.

Figura 23-Influencia do tamanho de particula na fluidez dos compositos ABS Mica



Isto se deve, provavelmente, a uma melhor dispersão das particulas de mica no polimero.

Figura 24 - Influencia da concentracao de carga no indice de fluidez dos compositos ABS / Mica



A Tabela 10 mostra os resultados do índice de fluidez dos compósitos com carga tratada em função do teor de carga. Os resultados indicaram um leve aumento na fluidez dos compósitos contendo 5% de carga tratados com MMA e que o aumento na concentração de carga tratada diminui a fluidez dos compósitos quando tratados com solução SAN/tolueno.

Tabela 10

Propriedades térmicas com carga tratada

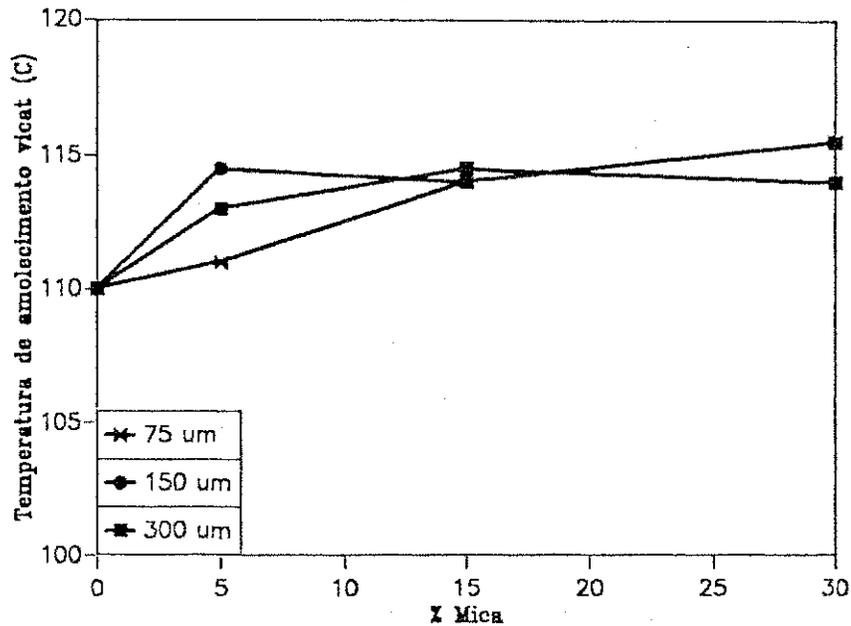
PROPRIEDADES	VICAT			INDICE DE FLUIDEZ		
	1%	3%	5%	1%	3%	5%
TRATAMENTO						
SAN/TOLUENO	111	112	112	0.63	0.55	0.43
MMA	-	-	110	-	-	0.58
NAO TRATADA	111	111	114	0.55	0.79	0.51

### 5.3.2. Temperatura de amolecimento Vicat ( TAV )

A Figura 25 mostra o efeito do tamanho e da concentração de carga na temperatura de amolecimento Vicat dos compósitos ABS/mica. Pode ser observado que os compósitos apresentam um aumento na TAV em relação ao ABS puro, e que o aumento no teor de mica não provocou aumentos consideráveis na TAV. A granulometria da carga praticamente não influenciou na propriedade investigada, uma vez que as diferenças encontravam-se em mais ou menos 1 °C em média.

Já era esperado que teores mais elevados de carga aumentassem a TAV dos compósitos, uma vez que cargas enrijecem a matriz termoplástica. A granulometria da carga pode influir nesta propriedade se houver boa adesão entre as duas fases (polímero- carga ), mas para os tamanhos de carga utilizados, não foi observado melhoria significativa desta propriedade. De acordo com Busigin et al (1983), estes resultados também foram obtidos para sistemas polipropileno / mica quando comparados ao polipropileno puro.

Figura 25--Influencia da granulometria da carga na temperatura de amolecimento vicat dos compositos ABS / Mica



A Figura 26 mostra os valores da temperatura de amolecimento Vicat em função do teor de carga, não tratada. Pode ser observado que os compositos apresentaram um aumento discreto na TAV pois há uma diferença de apenas 2 °C, sendo isto considerado normal para este ensaio. Em relação ao material re-extrusado, pode ser inferido que não houve variação na TVA.

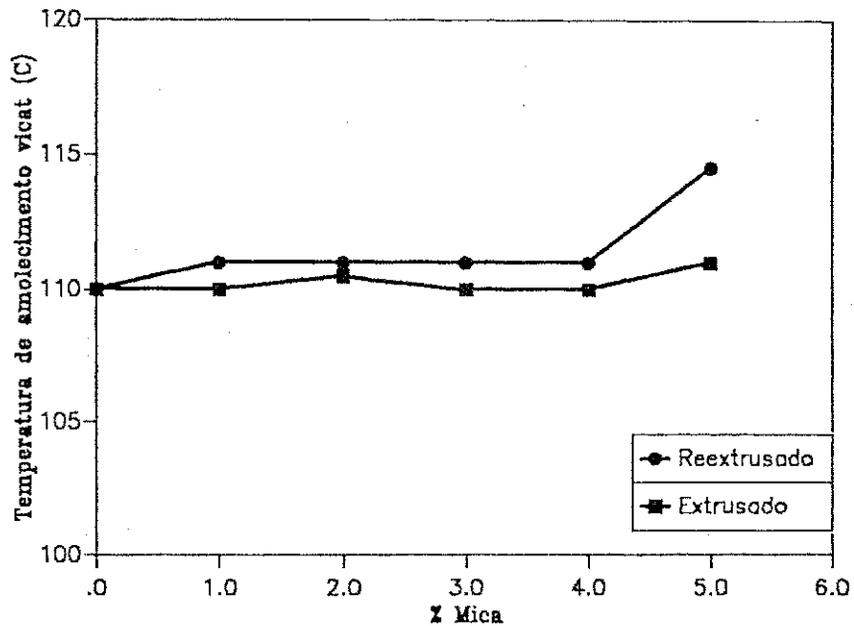
A Tabela 10 mostra os valores da temperatura de amolecimento Vicat dos compositos em relação ao tipo de tratamento e teor de carga. Observa-se que não houve melhoria desta propriedade com os tratamentos superficiais na carga.

## 5.4. CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA

### 5.4.1. Constante dielétrica

Embora a mica apresente constante dielétrica menor do que o ABS (comumente os plásticos polares apresentam constante dielétrica entre 2.5 e 3.5), a Tabela 11 mostra que compositos com 5% de mica apresentaram valores menores do que o ABS puro, o que pode ser justificado pela presença de grande número de

Figura 26—Influencia da concentracao de carga na temperatura de amolecimento vicat dos compositos ABS/Mica



poros. Quando a concentração de mica é aumentada, os valores da constante dielétrica tornam-se superior ao ABS puro. A análise granulométrica não mostra divergência considerável. Com relação á frequência, a sua elevação mostra pequena diminuição na constante dielétrica.

Após serem reextrusados com concentrações abaixo de 5% de carga e tamanho de partícula entre 300 e 150  $\mu\text{m}$ , como mostra a Tabela 12, os valores da constante dielétrica melhoraram e permaneceram praticamente constantes. Isto pode ser atribuído a melhor homogeneização do material, obtendo-se resultados melhores.

A Tabela 13 mostra o efeito do tratamento da carga nas propriedades elétricas dos compósitos ABS/mica. Fica evidente que o tratamento com polimerização de MMA obteve melhores resultados devido a diminuição do número de vazios

Tabela 11

Influência da granulometria nas propriedades elétricas dos compósitos ABS / Mica.

MICA		300 MICA			150 MICA			75 MICA			
PROPRIEDADES		5%	15%	30%	5%	15%	30%	5%	15%	30%	PURO
RIGIDEZ DIELETRICA KV/cm		39.33	38.67	41.00	38.67	40.00	43.66	40.00	41.00	44.33	31.75
TANGENTE DE PERDAS, 10 <sup>-2</sup>	1 KHz	1.64	3.75	4.64	1.48	2.71	4.68	1.30	2.16	3.30	1.89
	10 "	1.70	2.73	4.00	1.90	2.50	3.80	1.37	2.10	2.77	1.42
	100 "	5.00	6.00	6.00	5.00	5.00	6.00	5.00	5.00	5.67	6.00
CONSTANTE DIELETRICA	1 KHz	3.40	3.71	3.97	3.30	3.60	4.19	3.39	3.59	3.81	3.52
	10 "	3.40	3.63	3.71	3.30	3.54	3.98	3.36	3.49	3.70	3.42
	100 "	3.38	3.55	3.71	3.20	3.54	3.87	3.55	3.46	3.63	3.42

#### 5.4.2. Tangente de perdas

A Tabela 11 mostra o efeito da granulometria e concentração de carga na tangente de perdas dos compósitos. Fica evidente que a tangente de perdas cresce com o aumento da frequência e da concentração de carga. O aumento com a frequência é esperado; entretanto, a presença da mica deveria diminuir a tangente de perdas da composição com a concentração de cargas, o que pode ter ocorrido por falta de desidratação da mica ou pela presença de poros.

A Tabela 13 mostra um aumento nesta propriedade com polimerização de MMA, devido a melhor homogeneização do material, diminuindo os vazios.

#### 5.4.3. Rigidez dielétrica

O aumento da concentração de carga aumenta a rigidez dielétrica do compósito e é pouco influenciada pelo tamanho de partícula. A Figura 27 mostra

Tabela 12

Análise das propriedades elétricas dos compósitos a baixas concentrações e granulometria de 150 micra

PROPRIEDADES		% MICA	1	2	3	4	5	PURO
RIGIDEZ DIELETRICA KV/cm			36.25	36.25	36.25	36.25	38.80	31.75
TANGENTE DE PERDAS. 10 <sup>-2</sup>	1 KHz		1.93	2.67	3.23	1.17	1.51	1.89
	10 "		1.72	1.77	1.87	1.32	1.87	1.42
	100 "		5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	6.00
CONSTANTE DIELETRICA	1 KHz		3.55	3.44	3.56	3.52	3.55	3.52
	10 "		3.47	3.35	3.43	3.50	3.43	3.42
	100 "		3.45	3.35	3.41	3.45	3.40	3.42

que a rigidez dielétrica do compósito apresenta uma elevação acentuada com 1% de mica, continuando a subir gradativamente com a concentração de carga. Isto indica que a adição de pequena quantidade de carga ao ABS torna o compósito mais isolante, permitindo que o material suporte uma maior tensão elétrica durante o seu uso.

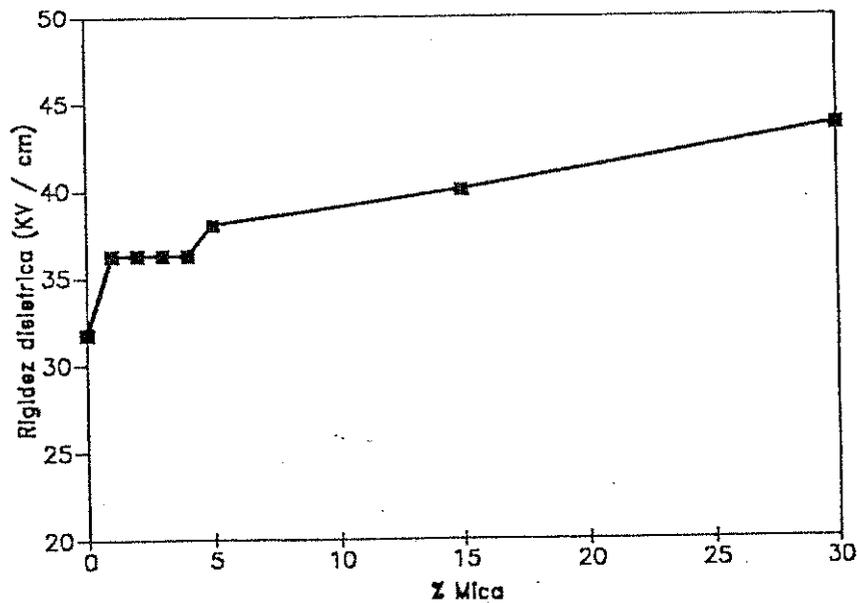
A tabela 13 evidencia que a adição de carga tratada não melhorou a rigidez dielétrica dos compósitos em comparação aos obtidos com carga não tratada.

Tabela 13

Influência do tratamento da carga nas propriedades elétricas dos compósitos

TRATAMENTO		SAM / TOLUENO			MMA	MICA NAO TRATADA		
PROPRIEDADES		1%	3%	5%	5%	1%	3%	5%
RIGIDEZ DIELETRICA KV/cm		34.00	36.33	36.67	36.00	36.25	36.25	38.00
TANGENTE DE PERDAS. 10 <sup>-2</sup>	1 KHz	1.02	0.99	1.11	2.28	1.93	3.23	1.51
	10 "	1.20	1.43	1.43	1.95	1.72	1.87	1.87
	100 "	5.00	5.00	4.33	5.25	5.00	5.00	5.00
CONSTANTE DIELETRICA	1 KHz	3.40	3.60	3.55	3.55	3.55	3.56	3.52
	10 "	3.38	3.53	3.55	3.46	3.47	3.43	3.43
	100 "	3.38	3.53	3.55	3.42	3.45	3.41	3.40

Figura 27 - Influencia da concentracao de carga na rigidez dieletricas dos compositos ABS / Mica



## 6. CONCLUSÕES

- 1 - A incorporação de mica diminuiu a resistência á tração dos compósitos, devido à baixa adesão carga-matriz e a existência de vazios, fragilizando o material e diminuiu a dureza, devido à presença de uma carga rígida, incorporada em uma matriz dúctil.
- 2 - A microscopia ótica mostrou má dispersão de carga na matriz, a fraca adesão e a presença de vazios.
- 3- Os compósitos, após terem sido reextrusados, apresentaram melhor homogeneização e conseqüentemente menor número de vazios.
- 4 - Após terem sido reextrusados, o índice de fluidez dos compósitos aumentou com o aumento da concentração de carga, ate 3% de mica, diminuindo a viscosidade, devido a melhor orientação das partículas, facilitando a moldagem do produto final.
- 5- O aumento da concentração de carga diminuiu o brilho dos compósitos, que é de ótima aceitação comercial, pois o mesmo, em alguns produtos como carcaças de computadores, interferem no conforto do usuário.
- 6 - A rigidez dielétrica, aumentou com o aumento da concentração de carga, originando um material com características mais isolantes.
- 7 - A tangente de perdas diminuiu com o aumento da concentração de carga, devido a presença de vazios.
- 8- O tratamento superficial com polimerização de MMA, melhorou as propriedades mecânicas com aplicação de força estática, possivelmente devido o aumento da área específica da carga, melhorando a adesão matriz/carga.

- 9 - O tratamento superficial com solução SAN/tolueno melhorou a resistência ao impacto e diminuiu a tangente de perdas, devido a diminuição de vazios na interface matriz-carga.
- 10 - Os tratamentos superficiais feitos na mica não influenciaram os resultados da dureza e da temperatura de amolecimento Vicat, pois as mesmas só melhoravam a adesão matriz/carga e estas propriedades estão relacionadas com a rigidez dielétrica do material.

## 7. SUGESTÕES :

1. Melhorar a adesão polímero / carga, através da adição de um agente de acoplamento ao sistema e verificar através de ensaios mecânicos a ocorrência de transferência de tensões.
2. Processar os compósitos por injeção, e avaliar as propriedades mecânicas de tração e flexão.
3. Otimizar os processos por extrusão, melhorando a dispersão da mica, já que neste trabalho foram utilizadas as condições de operação da indústria.
4. Fazer microscopia eletrônica de varredura para avaliar melhor o grau de ligação polímero - carga.

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACOSTA, J. L.; MORALES, E.; OJEDA, M. C. & LINARES, A.- "The effect of interfacial adhesion and morphology on the mechanical properties of composites containing different acid surface treated Sepiolites" - Journal of Applied Polymer Science 21, 725-728(1986b).

ABS - "Acrylonitrile - Butadiene - Styrene Polymers" - Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, John Wiley, New York, vol.1, 1988, 388 - 426.

ADUR, A.; CONSTABLE, R. & HUMENIK, J. - "Performance Enhancement in Mica Filler Polypropylene" - Plastics Compounding, Jan./Fev., 153-159(1989).

ANON - "Fillers and Reinforcements" - Plastics Compounding, 1989/ 90 Redbook, 74-102(1989).

ANUAL BOOK OF ASTM STANDARDS - Plastics - General Test methods, Nomenclature, 1979- part, 35 - p.95, 468, 549.

BAIJAL, M. - Plastics Polymer Science and Technology John Wiley & Sons, New York, 1982.

BERNA, J. M. L. - "Ensayos Mecánicos de Materiales Compuesto" - Revista de Plásticos 397, Julho (1989).

- .....- "Ensayos Mecanicos de Materiales Compuesto" - Revista Plásticos Modernos 58, 73-82(1989).
- .....- "Características y Ensaiois Electricos de los Materi- ales Plasticos I - Revista de Plásticos Modernos 427, Jan.(1992).
- BIGG, G. M. - "Effect of Compounding on the properties of short fiber reinforced injection moldable thermoplastic composites" - Polymer Composites 6, Jan.(1985).
- BLASS, A. - Processamento de Polímeros - Editora da UFSC Florianópolis, 1988.
- BORSTELI, N. J. - Hand Lay-up, Spray-up, and Prepreg Molding in Engineered Materials Handbook, Engineering Plastics - vol.2, 338-343, Int I., 1988.
- BRADSHAW, F. J.; DOREY, G. & SIDEY, G. R. - Impact Resistance of Carbon Reinforced Plastics - RAE TR 72240 (1972).
- BUCKINGHAM, K. A. - "Electrical Properties" cap.7, p.109-143
- BUSIGIN, C.; MARTINEZ, G.; WOODHAMS, T. & LAHTINEN, R. - Faced Polypropylene - Polymer Engineering and Science 23, 766-770(1983).
- CANTWELL, W. & MORTON, J. - "The Impact Resistance of Composite Materials" - A Review - Composites 22, 347-362 (1991).
- CARRIERE, J. - Perspective de Development des Charges Minerales Pour les Polymers - Mineral and Organic Functional Fillers in Polymer - International Symposium, Le Mans, 231-235(1991).

CARVALHO FCO, A. - "Termoplásticos Reforçados com fibras de vidro" - Plásticos Reforçados, 31-35(1979).

CARVALHO, L.; RABELLO, M.; SOBRINHO, A.; NASCIMENTO, U. & OLIVEIRA, C. - Compósitos PEAD/Sisal - Anais do 1 ° Congresso Brasileiro de Polimeros, São Paulo, SP, 430-432 (1991).

....., RABELLO, M.; COSTA, R.; NASCIMENTO, U. & SOARES, C. - "Modificação de PEAD através da incorporação de Sisal" - Anais do 9o CBECIMAT, Aguas de São Pedro, SP, p. 187-189 (1990).

CASTELLANOS, O. L. - "Materiales Compuesto Termoplasticos, Matrices, Partículas y Fibras Curtas" - Revista de Plásticos Modernos 377, novembro(1987).

CHIANG, W. & YANG, W. - "Polypropylene Composites I. Studies of the effect of grafting of Acrylic Acid and Silane coupling Agent on the Performance of Polypropylene-Mica Composites" - Journal of Polymer Science 35, 807-823 (1988).

CHACKO, V. D.; FARRIS, R. J. & KARASZ, F. E. - "Tensile properties of CaCO<sub>2</sub> - Filled Polyethylenes" - Journal of Applied Polymer Science 28, 2701-2713(1983).

CORMA, A.; PÉREZ, J.; FONER, V. & MIFUD, A. - Clay min. 19, 673(1984).

CUNNINGHAN, G. E. - Guia do Plástico Reforçado, 1989.

DANA, J. D. - Manual de mineralogia, vol.2, Editora da USP- Rio de Janeiro, 514-517(1969).

DEANIN, R. D. - "History of engineering Thermoplastics" - Journal Macromol. Sci. Chem., A15, 6, 1201-1209(1981).

DE TOURREIL, C. & MAILHIOT, C. - "Effect of Electric Profile on the Breakdown Voltage of Polymer Sheet Materials" 79CH1510 - EI, p.133-136.

ENGLISH, L. K. - "Fabrication the Future with Composite Materials - Part I: the Basic - p.29-35(1986).

.....- "Fabrication the Future with Composite Materials - Part III: Matrix Resins" - Materials Engineering 104, 33-37(1987).

.....- "Fabrication the Future with Composite Materials - Part IV: The Interface" - Mater. eng. 104, 4-45(1987).

FACHTER, R. & MULLER - Plastics Additives Handbook - Hanser Publishers, Munich, 1985.

FASTH, R. ECKERT, C. H. - "Advanced Materials Markets" - Chemtech 18, 408-412(1988).

FAULKNER, D. - "Toughened Mica Filled Polypropylene Systems - Journal of Applied Polymer Science 36, 467-480(1988).

FELDMAN, D. - "Some Consideration on Thermoseting Polymer as Matrices for Composites" - Prog. Polym. Sci. 15, 603-628 (1990).

FELICELLI, F. M. - Apóstila do Senai - Controle de Qualidade São Paulo, SP., 1976.

FLINN, R. & TROJAN, P. - "Engineering Materials and their Application" - Houghton Mifflin Company, Boston(1981).

FONT, M.; ALTABA - Atlas de mineralogia - Ediciones Jover SA 1980.

FOLKES, M. J. - "Short fiber Reinforced Thermoplastics - Brunel University, Uxbridge, England, 1977.

FREIRE, E. - "Caracterização e Análise Estrutural de polipropileno Reforçado com Fibra de Vidro através do método de Elementos Finitos" - Dissertação de Mestrado, IMA/ UFRJ Rio de Janeiro, 1992.

GACHTER, R. & MULLER - Plastics Additives Handbook - Hander Publishers, London, 1977.

GARTON, A. et al. - Chlorinated Hydrocarbon Coupling Agents for Mica-Polypropylene Composites - Journal of Applied Polymer Science 27, 4179-4189(1982).

GERGIB, S. - "Reinforced Plastics - Thermoplastics" - Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, vol.14, John Wiley & Sons, Inc., New York, 377-350(1988).

GONZÁLES, L.; RODRIGUEZ, A. & IBARRA, L. - "Reinforcing Effect of Magnesium Silicate Treated with a 4-AminoMethyl Piridine in Ephiichlorhydrin Rubber (ECO) Vulcanizetes"

- Journal of Appl. Polym. Sci. 43, 1327-1333(1991).
- GWINN, R. & CASTAGNO, J. - "Fillers/Reinforcements: Growing Market Segment"  
- *Plastics Engineering*, Dec., 1985.
- HAN, C.D.; SHETE, P. & HAW, J. R. - "Effects of Coupling Agent on the Rheological Properties, Processability, and Mechanical Properties of Filled Polypropylene" - *Polymer Engineering and Science* 21, March 1981.
- HILLIG, W. B. - "Composite Materials" em Kirk - Othemer - *Encyclopedia of Chemical Technology* 6, 683-700(1980).
- HUNSTON, D. L. - "Composites Interlaminar Fracture: Effect of Matrix Fracture Energy" - *Composites Tech Review* 6, 176-180(1984).
- INOUE, H. & KOHAMA, S. - "Effect of Polymeric Silane Coupling Agents on Adhesion of Polypropylene and Polystyrene to Glass" - *Journal of Applied Polymer Sci.* 19, 1939-1954 *Sci.* 19, 1939-1954(1975).
- KARTZ, S. & MILEWSKI, I. - *Handbook of Fillers and Reinforcements for Plastics*  
- Reinhold, New York, 1978.
- HELLEHER, P. G. - "Report on the State of the Art: Injection Molding of Fibers Reinforced Thermoplastics. Part I" - *Materials and Processes Advanced in Polymer Technology*, vol.10 (3), 219-230(1990).
- KONOWITZ, E. - "Plastics Testing, em Kirk-Othemer" - *Encyclopedia of Chemical Technology* 18, 1982.

LARANJEIRA, E. - " Avaliação dos Efeitos de Agentes de Acoplamento (Titanato) no Sistema Polipropileno/Atapulgita - Dissertação de Mestrado - Campina Grande PB, 1992.

LEIDNER, J. & WOODHAMS, R. - "Strain Behavior of Particulate - Filled Composites" - Journal of Appl. Polym. Sci. 18, 2637-2651(1974a).

...."The Sthength of Polymeric Composites Contaning Spherical Fillers" - Journal of Appl. Polym. Sci. 18, 1639- 1654(1974b).

LEPROVOST, A. - Minerais para Indústria - Livros Técnicos e Científicos SA. -Rio de Janeiro, p.121 (1978).

LOVELESS, H. S. - "Testing of Polymer", vol.2 cap.10, Int., 1966, 321-348.

MACHION, P. & SIMIELLI, E. - "Informações gerais sobre Polipropileno" - Apostila interna da Polibrasil S/A, (1980).

MAINE, F. W. & SHEPHERD, P. D. - "Mica reinforced Plastics: a Review" - Composites, september 1984, p.193-200.

MANO, E. B. - Polímeros como Materiais de Engenharia - Ed. Edgard Blucher Ltda - São Paulo - SP, 1991.

.....- Introdução à polímeros - Ed. Edgard Blucher Ltda - São Paulo - SP, 1985.

MANRICH, S.; MANRICH, S.; ROSALINI, A.C. & PEREIRA, W. - Comportamento Físico de Compósitos Poliméricos Polipropileno/Escama de Vidro

- Anais do 8o Congresso Brasileiro de Engenharia de Materiais, Campinas, SP, p.475-478 (1988).
- "Efeito da terra Diatomácea nas Propriedades do PEBD" - Anais do 5 ° Congresso Brasileiro de Engenharia de Materiais, Porto Alegre - RS, (1982a).
- .....- "Efeito do tratamento do Diatomito com Poli(acido acrilico) e Silano nos Compósitos de PEBD" - Anais do 5o Congresso Brasileiro de Engenharia de Materiais, Porto Alegre - RS, (1982b).
- MANSON, J. - Interfacial Effects in Composites - Pure and Applied Chemistry 57, 1667-1678(1985).
- ....., J. & SPERLING - Polymer Blends and Composites - Plenum Press, New York, 1976.
- MARTIN, S. S. - "Capitulo VII: Propriedades Mecânicas Estáticas Y Dinâmicas (I) - Rev. Plast. Mod. 50, 51-56(1985)
- MAURER, F. H. J.; KOSFELD, R. & UHLENBROICH, Th. - Polymer Science 263(8), 624(1985).
- MCMICHAEL, S.; FISCHER. - "Understanding Materials with Instrumented Impact" - Materials Engineer, 47-50(1989).
- MIJOVIC, J. - "Thermoplastic Matrices for Advanced Composites - Polymer News 14, 171-186(1989).

- MILES, D. C.; BRISTON, I. H. - Tecnologia de Polímeros, vol. II, ed. Polígono S/A - São Paulo, 427-434.
- MILEWSKI, J. V.; ROSATO, D. V. - "History of Reinforced Plastics" - Journal Macromol. Sci. Chem. A15, 7, 1303-1343 (1981).
- MILLS, N. J. - "Plastics - Microstructure, Properties and Applications, Edward Arnold, London, 1986.
- MONTE, S. & SUGERMAN, G. - "Titanate Coupling Agents in Filler Reinforced Thermoplastics" - 33rd Annual Technical Conference, Reinforced Plastics/Composites Institute the Society of the Plastics Industry, Inc. Boyonne, New York 1978, p. 1-5.
- MORALES, E. & WHITE, J. - "Injection-Molded Sepiolite - Filled Polypropylene: Mechanical Properties and Dimensional Stability" - Journal of Materials Science 23, 4525-4533 (1988).
- MURPHY, M.; THOMAS, K.; BEVI, M. - "Relationships between Injection Molding Conditions, Micromorphology and Impact Properties of Polypropylene: I. A Typical Commercial Grade" - Plastics Rubber Process. Appl. 9, 3-16(1988).
- ODIAN, D. - Principles of Polymerization Wiley - Int., 2nd ed. 1981.
- O'TOOLE, J. L. - "Selecting Plastics for Impact Resistance" - Mod. Plast. Mid-oct. Encicl. Issue, 438-440(1990).

- PUKANSZKY, B. - "Influence of Interface Interaction on the Ultimate Tensile Properties of Polymer Composites" - Composites 221, 255-262(1990).
- RABELLO, M. - "Comportamento Físico de Compósitos Polipropileno/Atapulgita um estudo comparativo" - Dissertação de Mestrado, UFPB, Campina Grande, 1989.
- RAJ. R. KOKTA, B. V. & DANEULT, C. - "A Comparative Study on the Effect of Aging on Mechanical Properties of LLDPE - Glass Fiber, Mica, and Fiber Composites" - Journal of Appl. Pol. Sci. 40, 645-655(1990a).
- RICHARDSON, M. O. - "Polymer Engineering Composites" - Applied Science Publishers, London, 1977.
- ....., P. N. - "Plastics Processing" em Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology 18, 184-206(1983).
- ROARK, R. J.; YOUNG, W. C. - "Formulas for Stress and Strain 5nd ed., Mcgraw-Hill, London, 1984.
- ROSATO, D. - "Reinforced Thermosetting Plastics" - Encyclopedia of Polym. Sci. and Technol. - John Wiley & Sons, New York, 1970.
- .....- "An Overview of Composites" em Lubin, G., "Handbook of Composites", cap. 1, Van Nostrand Reinhold Co. New York, 1982, 1-14.
- ROSSI, R. A. - "O Desempenho de Espécies Minerais em Promover Características de Reforço em Termoplásticos - Anais do 1o Congresso Brasileiro de Polímeros, S. Paulo, SP., 454-459(1991).

RUBIN, I. I. - "Injection Molding, em Mark, I. F.; Bikales, N.; Overberger, C.; Menges, C." - *Encycl. of Polym. Sci. and Eng.* 8, John Wiley & Sons, Inc., New York, cap. 10, 102-138(1988).

SANTOS, P. S. - *Tecnologia de Argilas I* - Ed. Edgard Blucher Ltda e Ed. da USP, São Paulo, 1975.

SHAH, V. - "Handbook of Plastics Testing Technology" - John Wiley, New York, 1984.

SIMIELLI, E. R. - A Escolha do Reforço certo - *Revista Plásticos Modernos*, 24-29(1983).

STAMHUIS, J. E. - "Mechanical Properties and Morphology of Polypropylene Composites III. Short Glass Fiber Reinforced Elastomer Modified Polypropylene" - *Polymer Composites* 9, 280-284(1988a).

SYKES, G. & STOAKLEY, D. - "Impact Penetration Studies of Graphite/Epoxy Laminates - Proc 2th Nat SAMPE Tech Conf. 482-493(1980).

THEOCARIS, P. S. - "The Mesophase Concept on Composites" - Springer - Verlac, 1987.

.....- "The Adesion Quality and the Extent of the Mesophase in Particulates" - *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 3, 204-231(1984).

.....- "The Unfolding Model for the Representation of the Mesophase Layer in Composites" - *Journal of Appl. polym. Sci.* 30, 621-645(1985).

TROTIGNON, J. P. & VERDU, J. - "Polypropylene/Mica Composites" - Plast. Moder., Elastomeros, P.103, (1983).

....., BROISSARDT, R.; VALLOIST, A. - "Silane and Mica: an ideal Partnership for Reinforced Thermoplastics" - Reinforced Plastics, Jan. 1987.

TURKOVICH, R.; ERWIN, L. - "Fiber Fracture in Reinforced Thermoplastics Processing" - Polym. Eng. Sci. 23, 743- 749(1983).

TURNER, S. - "Mechanical Testing and Engineered Materials Handbook" - Eng. Plast. 2. AST Int.1 (1988).

UTRACKI, L. - "Thermoplastics vs Thermosets in Advanced Composites (Panel Discussion)" - Polym. Comp. 6, 437-440 (1987).

XAVIER, S. F. & SHARMA, Y. M. - "Structure - Properties Relations in Polypropylene Mica Composites" - Polymer Composites 7, 42-49(1986).

....., SCHULTZ, J. M. & FRIEDRICH, K. - "Fracture Propagation in Particulate Filled Polypropylene Composites Part I. influence of Filler Nature" - Journal of Materials Science 25, 2411-2420(1990).

ZADORECKI, P. & MICHELL, A. - " Future Prospects for Wood Cellulose as Reinforcement in Organic Polymer Composites" - Polymer Composites 10, 69-77(1989).