

ESTUDO REOLÓGICO DE COMPÓSITOS POLICAPROLACTONA (PCL)/ALUMINA

DE SOUSA, Jokdérlea Correa ^{1D}; LIMA, Juliana Cisneiros ^{1D}, ARRUDA, Salim Abdelnor ^{1D}, CANEDO, Eduardo Luis ¹,
ALMEIDA, Yêda Medeiros Bastos¹

¹ Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, UFPE, Recife, PE, ecanedo2004@yahoo.com, jokderlea@hotmail.com, juli.cisneiros@yahoo.com.br, salimarruda@hotmail.com, yedamba@gmail.com.

RESUMO

Neste trabalho estudou-se as propriedades dos compósitos poliméricos obtidos a partir de um poliéster biodegradável, a policaprolactona (PCL) e o trióxido de alumínio. Foi realizado um teste preliminar por Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC) com a PCL onde foi definida a temperatura de fusão para o processamento no reômetro. Compósitos de PCL e trióxido de alumínio foram preparados com formulações de 1, 3 e 5% em massa de carga em um misturador interno. Foi possível quantificar a dependência do torque com a velocidade de rotação dos rotores pelo índice de pseudoplasticidade pela Lei da Potência. A avaliação reológica dos compósitos obtidos mostrou a dependência do torque e da temperatura com a quantidade de óxido adicionado.

PALAVRAS-CHAVE: Compósito, Poli(caprolactona), Processamento.

1. INTRODUÇÃO

Embora os polímeros biodegradáveis apresentem vantagens ecológicas, algumas aplicações tecnológicas desses polímeros requerem melhorias em suas propriedades, principalmente quando existe a necessidade de melhores propriedades térmicas e mecânicas.¹ Uma das maneiras para melhorar tais propriedades é associá-los com outros tipos de materiais, formando compósitos.

Estudos anteriores sobre o efeito de cargas em relação a degradação de policaprolactona (PCL) e outros poliésteres têm mostrado que a adição dessas cargas pode ter um efeito positivo sobre a taxa de degradação e cristalização do polímero.^{2,3} Compósitos envolvendo a PCL podem ser avaliados para outros setores industriais como revestimentos anticorrosivos e membranas para remoção de metais pesados.^{4,5}

Diante disso, a utilização de cargas de trióxido de alumina (Al_2O_3), óxidos abundantes no território brasileiro, pode ser estudada com a finalidade de ampliar o campo de aplicações e explorar novos direcionamentos para a PCL. A indústria de alumina no Brasil é bastante expressiva, sendo esse material considerado um representante típico da engenharia de cerâmica.

Este trabalho tem como objetivo estudar a influência da alumina sobre o processamento do polímero PCL, através de estudos reológicos.

2. METODOLOGIA

Materiais

Matriz polimérica: a poli(ϵ -caprolactona), adquirida na forma de pellets de aproximadamente 3 mm de diâmetro, sob o nome comercial CAPA 6500, produzido pela Perstorp e comercializado pelo Grupo MCassab. De acordo com o fabricante, o produto CAPA 6500 possui massa molar numérica média de $47,500 \pm 2,000$ g/mol e massa molar ponderal média de $84,500 \pm 1,000$ g/mol, com pureza superior a 99,00%.

Carga: Al_2O_3 em pó foi fornecida por doação pelo Prof. Yogendra Yadava (DEMEC/UFPE) e utilizada como recebida. A alumina apresenta ponto de fusão igual a 1072 °C.⁶

Preparação dos compósitos

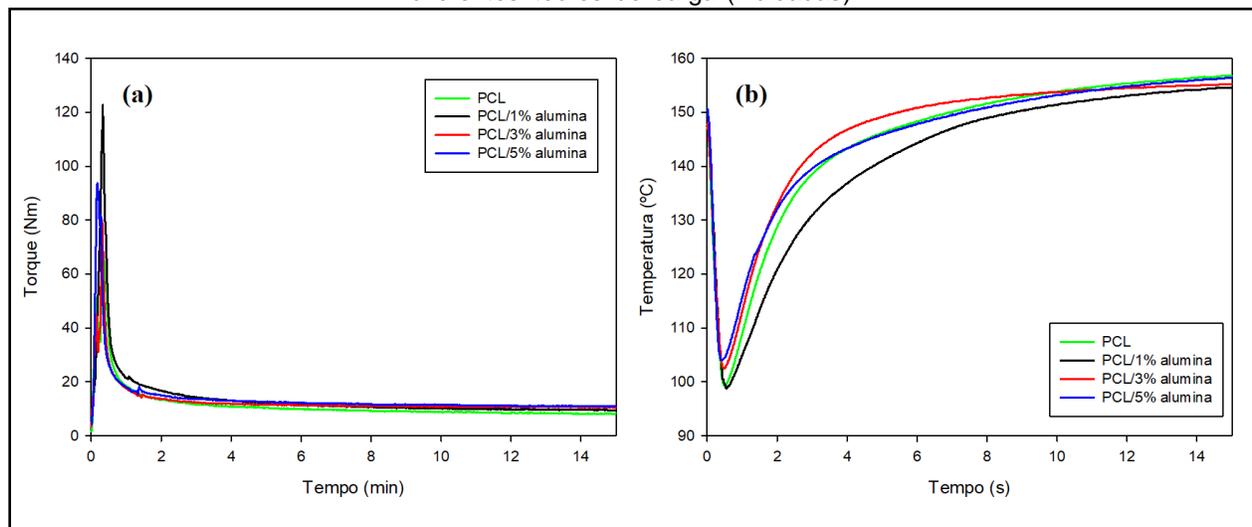
A poli (ϵ -caprolactona) (PCL) e compósitos de PCL com 1, 3 e 5% (em massa) de óxido de alumina foram preparados por mistura no estado fundido no Laboratório de Processamento de Polímeros da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (UAEMA/UFCG) em um misturador interno de laboratório Haake Rheomix 3000 com rotores tipo “roller”. O material foi processado à velocidade nominal de rotação dos rotores (N) de 60 rpm, com a parede da câmara mantida a 150 ± 1 °C e um fator de preenchimento de aproximadamente 70% nas condições de processamento do fundido. Todos os testes tiveram uma duração de 15 min.

Durante o processo de mistura, o equipamento registra a temperatura no interior da câmara e o torque ao longo do tempo, dados estes necessários para se analisar o comportamento reológico do material. Além das misturas, foram feitos também testes da PCL pura a diferentes rotações e diferentes temperaturas de parede da câmara para determinação de parâmetros reológicos do polímero puro.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O resultado preliminar de DSC indicou que a 70°C o polímero estava totalmente fundido. No entanto, a fim de diminuir a viscosidade do material e facilitar a limpeza do reômetro, o polímero foi processado a 150 °C. A Figura 1 apresenta os gráficos de torque *versus* tempo (Figura 1a) e temperatura *versus* tempo (Figura 1b) para a PCL pura e os compósitos PCL/alumina, com 1, 3 e 5% de carga processados a 60 rpm. Na preparação dos compósitos, o polímero foi introduzido no início, mas a alumina foi alimentada após o primeiro minuto de processamento. Este procedimento foi adotado para facilitar a incorporação da carga no polímero fundido.

Figura 1 - Torque (a) e temperatura (b) versus tempo para amostras de PCL e compósitos PCL/alumina com diferentes teores de carga (indicadas).



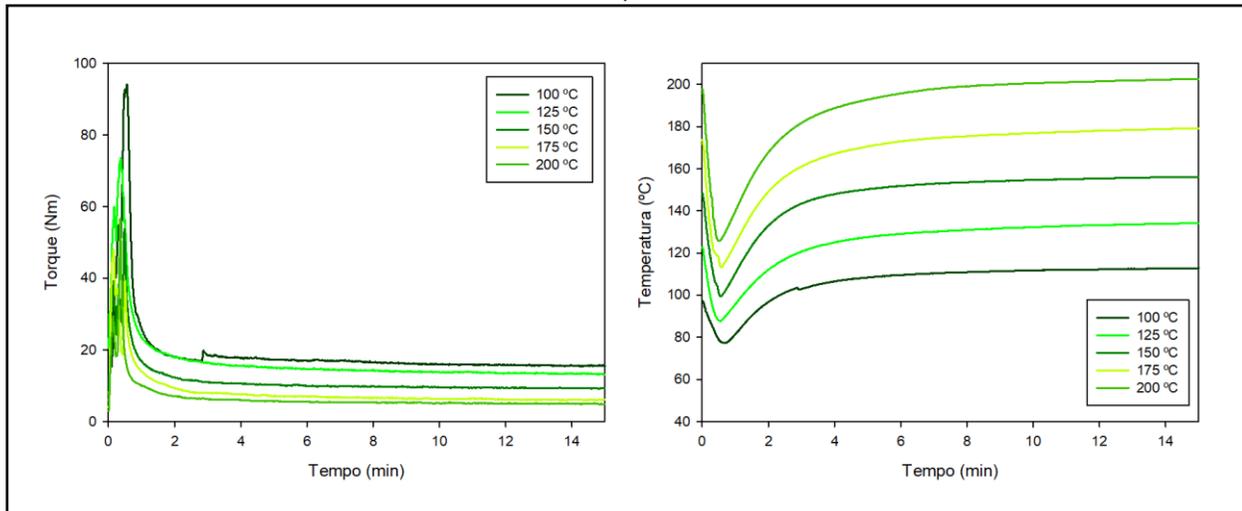
A partir da Figura 1a, foi possível observar que todos os perfis de torque apresentaram um pico, no início do ensaio, cujo fenômeno de formação é devido ao atrito das partículas entre si e com as paredes da câmara e também deformação plástica das partículas poliméricas, de forma que, para manter a mesma velocidade de rotação, foi necessário o fornecimento de maior energia mecânica, se traduzindo num aumento do torque. Conforme o polímero começa a escoar e as partículas de carga são envolvidas pelo polímero, a dissipação de energia passa a ser predominada pelo atrito viscoso entre camadas de fluido, provocando a queda do torque até se estabilizar.

Na Figura 1b, foi possível observar que a temperatura do polímero ou compósito dentro da câmara passa por uma queda no início do ensaio, relativa à adição dos materiais à temperatura ambiente, e depois este volta a se elevar e tende a estabilidade. Por volta dos 8 minutos de processamento, a temperatura dos materiais ultrapassa a da parede da câmara devido à dissipação de energia mecânica através do atrito viscoso.

Para encontrar as propriedades reológicas para a PCL pura, foi necessário realizar o processamento deste polímero em duas fases distintas: no primeiro processamento, diferentes temperaturas da parede da câmara (100, 125, 150, 175 e 200°C) com rotação de 60 rpm; no segundo processamento, diferentes rotações (30, 60 e 120 rpm) mantendo-se a temperatura da parede da câmara a 150 °C.

Na Figura 2 são apresentados os resultados dos perfis de torque (Figura 2a) e temperatura (Figura 2b) para a PCL com a variação de temperatura. A figura contendo a variação de velocidade de rotação foi omitida, mas com o aumento da velocidade de rotação, ocorre também o aumento do torque final e da temperatura final.

Figura 2- Processamento da PCL pura a diferentes temperaturas de parede da câmara. (a) Perfis de torque; (b) Perfis de temperatura do material.



Os resultados obtidos, assim como os encontrados por Lima (2017)⁷, mostraram que nos cinco minutos finais, momento considerado como o processamento do fundido, o torque e a temperatura estão estabilizados para cada ensaio. Foi observado também que o aumento da temperatura da câmara influencia diretamente na temperatura final do polímero. O aumento da temperatura diminui a viscosidade do polímero, diminuindo assim o torque no estágio final. O índice de pseudoplasticidade encontrado foi 0,95, confirmando que o polímero é um pseudoplástico que se assemelha ao comportamento de um fluido newtoniano. Resultados posteriores de microscopia óptica indicaram uma boa distribuição da carga na matriz polimérica.

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Foi possível caracterizar reologicamente a PCL e compósitos com alumina. Os resultados reológicos indicaram que a carga foi bem misturada na matriz, com baixa degradação polimérica.

Agradecimentos

A CAPES pela bolsa concedida à doutoranda Jokderléa Correa de Sousa e ao CNPq pela bolsa de produtividade concedida à orientadora (Proc. 306875/2015-2).

5. REFERÊNCIAS

1. S. M. M. Franchetti, J. C. Marconato *Química Nova*, 2006, 29, 811.
2. D.N. Bikiaris *Polymer Degradation and Stability*, 2013, 98, 1908.
3. K. Fukushima, C. Abbate, D. Tabuani, M. Gennari, P. Rizzarelli, G. Camino *Materials Science and Engineering: C*, 2010, 30, 566.
4. H.R. Bakhsheshi-Rad, E. Hamzah, A.F. Ismail; M. Daroonparvar, M.A.M. Yajid; M. Medraj *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 658, 440.
5. G. Hota, B. Kumar, W. Ramakrishna *Journal of Materials Science*, 2008, 43, 212.
6. P. Patnaik, *Handbook of Inorganic Chemicals*, McGraw-Hill, 2002.
7. J. C. LIMA, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Pernambuco, 2017.