

5º CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS

7 a 10 de novembro de 1999
Águas de Lindóia - Hotel Vacance

O maior e mais importante encontro técnico-científico em polímeros do Brasil. Mais de 530 apresentações de especialistas da indústria, centros de P&D e universidades.

Principais sessões temáticas:

aditivos
biopolímeros
blendas poliméricas
caracterização/instrumentação
compósitos
desenvolvimento de produto/mercado

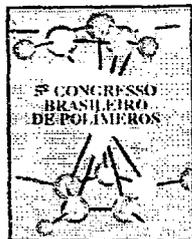
elastômeros
estrutura e propriedades
géis e membranas
polímeros biodegradáveis
polímeros condutores
polímeros naturais

processos de polimerização
processos de transformação
projeto de moldes e equipamentos
reciclagem
síntese
tintas e revestimentos

Exposição industrial paralela ao Congresso

PATROCINADORES:

- ASPENTECH BRASIL S/C LTDA. • BASF S/A • BAYER POLÍMEROS S/A
- CENTRO DE CARACTERIZAÇÃO E DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS/UFSCar/UNESP
- CIBA ESPECIALIDADES QUÍMICAS LTDA • DINATESTES INDÚSTRIA E COMÉRCIO LTDA
- DP INSTRUMENTOS CIENTÍFICOS LTDA. • DP UNION INSTRUMENTAÇÃO ANALÍTICA E CIENTÍFICA LTDA
- DSM SOUTH AMERICA • EMIC EQUIP. E SISTEMAS DE ENSAIO LTDA
- ESCOLA SENAI MARIO AMATO/DUPONT • FUNDAÇÃO CPqD EM TELECOMUNICAÇÕES
- GE PLASTICS SOUTH AMERICA S/A • IMPORT. E EXPORTAÇÃO DE MEDIDORES POLIMATE LTDA
- INSTITUTO DO PVC • IPIRANGA PETROQUÍMICA • IRMÃOS SEMERARO LTDA • MICRONAL S/A
- NETZSCH DO BRASIL IND. E COMÉRCIO LTDA. • NOVANALITICA IMPORT. E EXPORT. LTDA
- NÚCLEO DE REOLOGIA E PROCESSAMENTO DE POLÍMEROS / UFSCar/DEMa
- OPP PETROQUÍMICA S/A • PETROFLEX INDÚSTRIA E COMÉRCIO S.A
- PETROQUÍMICA TRIUNFO S/A • POLITENO INDÚSTRIA E COMÉRCIO S/A
- RADICIPLASTICS COM. E IMPORT. LTDA. • RHODIA STER FIPACK S/A • UNIROYAL QUÍMICA S/A



ACOMPANHAMENTO DA RECICLAGEM SUCESSIVA
DE POLIAMIDA-6 POR DSC

Luci Diva Brocardo Machado¹, Leonardo G. Andrade e Silva¹, Helio Wiebeck²

(1) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares IPEN-CNEN/SP

Travessa R, nº 400 - Cidade Universitária

05508-900 São Paulo - SP, Brasil

e-mail: lmachado@net.ipen.br

(2) Departamento de Engenharia Química - Escola Politécnica - Universidade de São Paulo

Abstract

The aim of this work was to study the cristallinity of polyamide-6 without additives in nineteen successive recycling cycles. The cristallinity of the samples was determined by DSC measurements. It was observed that the shape of DSC curves for all samples are very similar, and the level of cristallinity of the sample did not change significantly even after nineteen successive recycling cycles.

PALAVRAS -CHAVE

poliamida-6; reciclagem, cristalinidade, análise térmica; DSC

INTRODUÇÃO

A reciclagem de materiais tem crescido de forma expressiva nos últimos anos, por razões econômicas e de respeito ao meio-ambiente. No Brasil, é cada vez maior a quantidade de plásticos de engenharia reciclados^[1].

A poliamida-6 é um plástico de engenharia muito utilizado na obtenção de peças que exigem um alto grau de desempenho e cada vez mais vem sendo reciclada. Sua reciclagem exige cuidados especiais^[2-4]. Existe uma preocupação crescente com as alterações que as sucessivas reciclagens promovem nas propriedades dos diferentes materiais submetidos a este processo. Sabe-se que, em geral, ocorrem quebras de estruturas, diminuição de massa molecular, aumento do índice de fluidez e diminuição da resistência mecânica. Tais alterações dependem muito do tipo de resina plástica reciclada, das operações envolvidas, da duração do processo, bem como da temperatura e da tensão de cisalhamento aplicadas^[5].

O presente trabalho tem o objetivo de determinar a cristalinidade de uma amostra de poliamida-6, submetida a reciclagens sucessivas. A cristalinidade de um polímero pode ser calculada comparando-se a entalpia de fusão (ΔH_{fus}) das amostras com valores teóricos referentes à fusão de um polímero hipotético 100% cristalino. Uma das técnicas de determinação de variações de entalpia em função da temperatura é a calorimetria exploratória diferencial (DSC).

EXPERIMENTAL

Material

Poliamida-6 tipo 9200D (resina virgem), fornecida pela Radiciplastics, sem qualquer tipo de aditivação, que apresenta índice de fluidez (g/10 minutos) igual a 17,3.

Processamento do material

O material foi processado em extrusora de 90mm de diâmetro. Uma parcela do material extrudado foi utilizada na injeção de corpos de prova em Semeraro/S-100. O restante da amostra extrudada foi submetido a um novo processo de extrusão. Parte da amostra extrudada pela segunda vez foi empregada na obtenção de corpos de prova e o restante foi submetido a um terceiro processo de extrusão e obtenção de corpo de prova. A seqüência de processos de extrusão e injeção de corpos de prova foi repetida até perfazer um total de dezenove (19) ciclos de reprocessamento. As amostras foram identificadas com o número correspondente ao ciclo de reprocessamento, sendo que a amostra original, não processada, foi designada por índice zero (0).

Obtenção das curvas DSC

Foi empregado um calorímetro DSC-50 da Shimadzu, com fluxo de nitrogênio de 30 mL/min. Massas de amostras da ordem de 7mg foram pesadas com precisão de centésimos de miligrama e transferidas, em cápsulas de alumínio, para dentro da célula do DSC. Cada amostra foi submetida a três experimentos com uma programação de

TC
480
separata

temperatura que constou de: aquecimento a uma taxa de 10°C/min da temperatura ambiente até 270°C, manutenção nesta temperatura por cinco minutos, resfriamento até 90°C e reaquecimento a 10°C/min até 270°C.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os dados de DSC de algumas amostras encontram-se na Figura 1, juntamente com a representação das variações de temperatura programadas. Na curva de temperatura, é possível observar que o segmento referente ao resfriamento não é linear, porém as condições foram rigorosamente reproduzidas, assegurando o mesmo tratamento térmico a todas as amostras. As curvas DSC mostram que o comportamento térmico das amostras é idêntico e independe do número de ciclos de reprocessamento a que foi submetida a amostra. O pequeno pico exotérmico localizado imediatamente antes do início do pico endotérmico de fusão (A) é indicativo de *cristalização pré-fusão* que está relacionada com a história térmica da amostra. A presença deste pico dificulta o cálculo da área do pico de fusão (B). Assim, para se determinar a cristalinidade do polímero, a amostra deve ser fundida, resfriada até temperatura abaixo de sua cristalização (pico C) e novamente aquecida até sofrer segunda fusão (D). O cálculo da entalpia deve ser feito com dados do segundo pico de fusão (D).

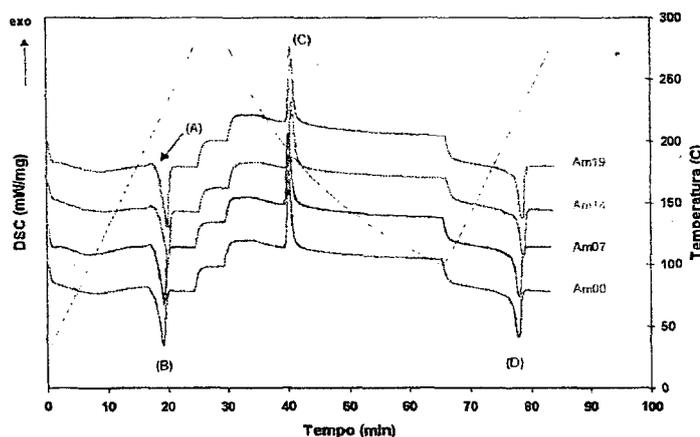


Figura 1. Curvas DSC da amostra: original (00) e após 07, 14 e 19 reciclagens sucessivas.

A análise dos dados das curvas DSC, obtidas em triplicata para as diferentes amostras, permite observar uma marcante coincidência nas temperaturas correspondentes ao máximo do pico de fusão (D), igual a $221,0 \pm 0,5^\circ\text{C}$, e valores muito próximos de entalpia de fusão, entre 73 e 77 J/g. A cristalinidade foi, então, calculada com base no valor de ΔH_{fus} de 190 J/g para a poliamida-6 100% cristalina [6]. Os valores de cristalinidade das amostras variam entre 38,4 e 40,5%, independente do número de reciclagens.

CONCLUSÃO

A cristalinidade da poliamida-6 sem aditivação não foi afetada pelo processo de reciclagem empregado no presente trabalho, apesar do amarelecimento progressivo do material provocado pelo reciclo.

REFERÊNCIA:

- [1] Agnelli, J.A. - Polímeros – Ciência e Tecnologia, Ano VI, Nº 4, p.9 (1996).
- [2] Mustafa, N. - "Plastic Waste Management-Disposal, Recycling and Reuse", Marcel Dekker, New York (1993).
- [3] Ehrig, R.J. - "Plastic Recycling: Products and Processes", Hanser, New York (1992).
- [4] Wiebeck, H. et al. - "Reciclagem da poliamida-6 para aplicação em peças técnicas de alto desempenho", in: Anais do 4º Congresso Brasileiro de Polímeros, p.823, Salvador – BA, set/out (1997).
- [5] Wiebeck, H.; Bernardo, A.; Martini, A.M.; Ascitti, S.A.; Oliveira, M.G. & Yai, C.H. - "Modificações das propriedades mecânicas da poliamida-6 em reciclagens sucessivas", in: Anais do VI Simposio Latinoamericano de Polímeros, p.329, Viña del Mar – Chile, out (1998).
- [6] Kaisersberg, K.; Knappe, S.; Möhler, H. & Rahner, S. - "TA for Polymer Engineering" in: Netzsch Annual for Science and Industry, Vol. 3, Selb-Würzburg (1994).

AGRADECIMENTO:

À Radiciplastics, pelas amostras; à FAPESP pelo apoio financeiro.