

## Caracterização de compostos de EVA por análise térmica após irradiação por feixe de microondas

Edson Ghilardi<sup>1\*</sup>, Renato A. Antunes<sup>1</sup>, Duclerc F. Parra<sup>1</sup>, Adriana N. Geraldês<sup>1</sup>, Liliane Landini<sup>1</sup>, Luiz T. Lima<sup>2</sup>, Ademar B. Lugão<sup>1</sup>, Sumair G. Araújo<sup>1</sup>

*Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/CNEN-SP) – Centro de Química e Meio-Ambiente (CQMA), Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária - 05508-900 – Caixa Postal: 11049-Cep.:05422-970- São Paulo – SP – [eghilhar@ipen.br](mailto:eghilhar@ipen.br); 2 Plastiviva Aplicações e Reciclagem de Polímeros Ltda. – CIETEC - Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária - 05508-900 – São Paulo – SP – [diretoria@plastiviva.com.br](mailto:diretoria@plastiviva.com.br)*

### Characterization of EVA compounds by thermal analysis after irradiation with a microwave beam

In this work the thermal behavior of EVA samples after exposure to a microwave beam has been evaluated. Three different EVA samples were used: 1) non-crosslinked pellets; 2) crosslinked and finely ground particles; and 3) type 2 particles mixed with non-crosslinked pellets. The samples were irradiated using microwave to modify their degree of crosslinking. The thermal behavior of the samples was studied by thermogravimetric analysis (TGA). TGA results indicated qualitatively that the degree of crosslinking varied after irradiating the samples with the microwave beam.

### Introdução

O uso do copolímero etileno co-acetato de vinila (EVA) é bastante intenso na indústria calçadista, como solados. A quantidade de resíduos gerados deste material é vultosa. As atuais preocupações com a preservação do meio-ambiente trazem um grande problema para este setor, em relação ao destino que deve ser dado aos resíduos de EVA. A reciclagem deste material torna-se progressivamente necessária e alguns métodos podem ser encontrados na literatura voltados a esta finalidade (1,2). A irradiação dos resíduos de borracha com microondas é uma alternativa que pode ser explorada (1).

Análise térmica dos materiais pode ser uma ferramenta muito útil para fornecer informações de maneira rápida para caracterização e identificação de uma composição polimérica. A análise termogravimétrica (TGA), especificamente, dá indicações do nível de degradação a que o material analisado foi submetido durante seu processamento. Vários autores utilizaram esta técnica para o estudo de compostos elastoméricos (3-6).

Neste trabalho, três diferentes composições de EVA foram irradiadas com um feixe de microondas e após a irradiação, foi feita análise termogravimétrica. O objetivo principal foi avaliar como a irradiação influenciou no processo de degradação das composições estudadas. Com estas informações foi possível analisar a possibilidade de sua utilização como

método de de-reticulação dos compostos de EVA em atividades de reciclagem.

### Experimental

#### 1. Materiais

As composições de EVA utilizadas para a análise termogravimétrica são descritas na tabela 1. Três diferentes tipos de amostras foram preparados: material virgem (não vulcanizado); material refinado (EVA vulcanizado, extrudado e moído em partículas finas); 70% de material refinado misturado com 30% de material virgem.

#### 2. Métodos

##### 2.1 Irradiação com Feixe de Microondas

As amostras foram irradiadas com um feixe de microondas, numa montagem desenvolvida no IPEN. O aquecimento por microondas oferece vantagens sobre o aquecimento convencional. As vantagens são as seguintes: aquecimento sem contato, rápido, seletivo, volumétrico; início e parada rápidos; maior nível de segurança e automação.

##### 2.2 Análise Termogravimétrica (TGA)

Foi utilizado o equipamento Mettler Toledo modelo TGA/SDTA 851, operando com software Star System. Foram feitas análises de quatro amostras distintas, as quais estão descritas na tabela 1. Utilizou-se o método de análise indicado por Wyden e Widmann (7), específico para compostos elastoméricos. O

aquecimento foi de 25°C a 750°C, a uma taxa de 30°C/min. As análises foram feitas sob atmosfera de nitrogênio até 550°C e oxigênio até o final.

### Resultados e Discussão

As curvas térmicas das amostras analisadas são mostradas na figura 1. A curva referente à amostra de material virgem (curva V1), por ser de um composto não vulcanizado, sem adição de cargas ou aditivos, foi tomada como referência para o nível mínimo de reticulação. A curva R1 (material vulcanizado, com carga e aditivos, e não irradiado com microondas) foi tomada como base para o nível máximo de reticulação. Pode-se observar, na figura 1, que, por volta de 350°C, as amostras de materiais reticulados (R1, R2 e RM2) começam a apresentar uma perda de massa. Esta perda é referente aos aditivos e plastificantes voláteis contidos na matriz polimérica (7). Na curva referente ao material virgem (V1), a perda de massa se inicia em uma temperatura mais elevada (aproximadamente 400 °C). A partir desta temperatura, começa a ocorrer a perda de elastômero para todas as amostras. Para a amostra V1, a perda de massa ocorre em uma faixa de temperatura mais estreita do que para as demais amostras. Este fato era esperado, visto que a amostra V1 é a única não reticulada.

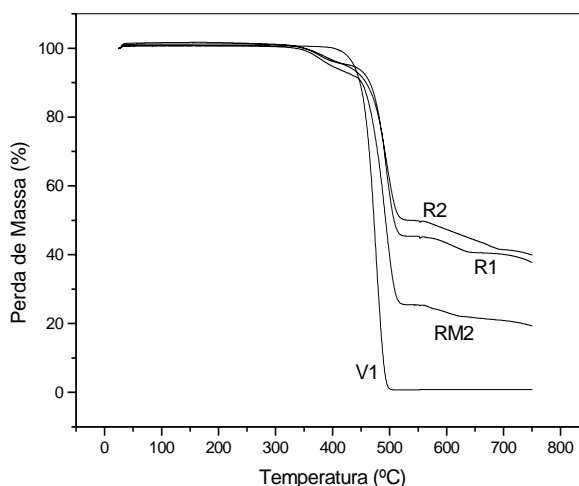
É interessante que, após reprocessados, os materiais reticulados tenham um comportamento semelhante ao material virgem. Este comportamento pode ser observado pela inclinação da curva térmica (faixa de temperatura em que ocorre a perda de massa). Uma inclinação semelhante à do material virgem indicaria uma maior capacidade de de-reticulação por parte do método de reciclagem utilizado (irradiação por microondas, no caso). Assim, a amostra RM2 foi a que apresentou melhores características de perda de massa, se aproximando do desempenho do material virgem.

A curva da amostra R2 apresentou uma inclinação semelhante à R1. A perda de elastômero, por sua vez, foi mais elevada para o material irradiado (R2). Isto indica que a irradiação com microondas teve influência na perda de massa da amostra R2, mas não modificou significativamente seu grau de reticulação em relação à amostra R1. Do ponto de vista da reciclagem do EVA, o comportamento da amostra R2 não é satisfatório.

O desempenho superior da amostra RM2 em relação à amostra R2 pode ser atribuído à adição de material virgem (não reticulado). Estudos adicionais estão em andamento para verificar se este fato é devido apenas à mistura do material virgem na matriz polimérica ou se a irradiação com microondas promoveu de-reticulação. Estes resultados serão publicados em trabalhos posteriores.

**Tabela 1** – Descrição das amostras de EVA analisadas.

Amostra	Descrição
R1	Material refinado - não irradiado
R2	Material refinado - irradiado
RM2	70% refinado + 30% virgem - irradiado
V1	Material virgem - não irradiado



**Figura 1** – Análise termogravimétrica das amostras: RM2 (EVA refinado misturado com EVA virgem e irradiado), R2 (EVA refinado e irradiado), R1(EVA refinado não irradiado) e V1 (EVA virgem não irradiado).

### Conclusões

A análise termogravimétrica foi importante para indicar qual tipo de amostra teve o comportamento mais próximo ao do material virgem.

A irradiação dos compostos de EVA com microondas foi positiva no caso da amostra RM2, mas não teve um efeito significativo para a amostra R2.

Novos estudos são necessários para comprovar a eficiência da irradiação com microondas no processo de reciclagem do EVA.

### Agradecimentos

Os autores agradecem ao IPEN pelo uso dos equipamentos e instalações e à FAPESP (Projeto PIPE nº 01/13405-1) pelo suporte financeiro.

### Referências Bibliográficas

1. G. G. Wicks, U. S. Patent 6 420 457, 2002.
2. V. X. Moreira, B. G. Soares, Polímeros: Ciência e Tecnologia, 2003, *XIII*, 54.
3. B. Adhikari, D. De, S. Maiti, Prog. Polym. Sci., 2000, 25, 909.
4. M. Ginic-Markovic, N. R. Choudhury, M. Dimopoulos, D. R. G. Williams, J. Matison, Thermochemica Acta, 1998, 316, 87.
5. E. Bilgili, H. Arastoopour, B. Bernstein, Powder Technology, 2001, 115, 277.
6. S. Ahmed, A. A. Basfar, M. M. A. Aziz, Polymer Degradation and Stability, 2000, 67, 319.
7. Mettler Toledo, User Com, 1996, 3, 7.

