

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO RIO
GRANDE DO SUL

RICARDO TROMBETTA

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE GRAFITE NA CONDUTIVIDADE TÉRMICA DO
POLIPROPILENO**

Farroupilha,

2019.

RICARDO TROMBETTA

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE GRAFITE NA CONDUTIVIDADE TÉRMICA DO
POLIPROPILENO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologia e Engenharia de Materiais para a obtenção do grau de Mestre Profissional em Tecnologia e Engenharia de Materiais.

Área de Concentração: Tecnologia e Engenharia de Materiais

Linha de Pesquisa: Propriedades do Polipropileno

Orientador: Edson Luiz Francisquetti

FARROUPILHA,
2019.

CIP - Catalogação na Publicação

T849i

Trombetta, Ricardo, 1982-

Influência da adição de grafite e grafeno na condutividade térmica do polipropileno / Ricardo Trombetta. -- 2019.

62 f.

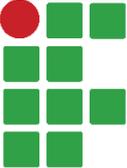
Orientador: Edson Luis Francisquetti.

Dissertação (Mestrado) -- (Mestrado profissional em Tecnologia e Engenharia de Materiais) - Instituto Federal de Educação, Ciência e tecnologia do Rio Grande do Sul, Campus Farroupilha, 2019.

1. Polímeros. 2. Polipropileno. 3. Grafeno. 4. Grafite. 5. Condutividade térmica. I. Francisquetti, Edson Luis, orient. II. Título.

CDU 2. ed.: 678.7

Ficha catalográfica elaborada pela bibliotecária
Rejane Cristina Job CRB 10/1639

	Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul.	
	Programa de Pós-Graduação em Tecnologia e Engenharia de Materiais.	

Dissertação intitulada **INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE GRAFITE NA CONDUTIVIDADE TÉRMICA DO POLIPROPILENO** de autoria de Ricardo Trombetta, aprovada pela banca examinadora constituída pelos seguintes membros:

Prof. Dr. Andre Luiz Catto
Universidade do Vale do Taquari _ UNIVATTES

Prof. Dr Cristian Oliveira
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul

Prof^a Dr^a Ana Maria Coulon Grisa
Universidade de Caxias do Sul -UCS

Prof. Dr. Edson Luiz Francisquetti - orientador
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul

Prof. Dr. Douglas Alexandre Simon
Coordenador(a) do PPG-TEM Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia
do Rio Grande do Sul

Data de aprovação: de junho de 2019.

Avenida São Vicente, 785 | Bairro Cinquentenário | CEP: 95180-000 |
Farroupilha/RS

DEDICATÓRIA

A Deus que proporcionou a oportunidade e saúde para desenvolver este mestrado.

A minha esposa Minéia, por ter me ajudado durante esta caminhada.

A meus pais por me prepararem para a vida, ensinando-me a ser uma pessoa correta e nunca desistir dos objetivos.

AGRADECIMENTOS

A Deus por dar saúde e persistência.

Ao professor Dr. Edson Luiz Francisquetti pela orientação, colaboração, ensinamento, e por aceitar o desafio de conduzir este trabalho,

Ao professor Dr. Douglas Alexandre Simon, por ter cedido o grafeno para realização dos experimentos, e também pela orientação de como proceder nos testes.

Ao professor Dr. André Zimmer, pelo apoio para realização dos testes de condutividade térmica.

Ao Instituto Federal do Rio Grande do Sul, Campus Farroupilha, Campus Caxias do sul, Campus Feliz por ceder os Laboratórios de Tecnologia e Pesquisa para a realização dos ensaios térmicos e mecânicos.

A todos os professores que fizeram parte desta caminhada, desde a pré-escola, até a finalização do Mestrado, vocês são os grandes responsáveis.

Aos técnicos de laboratório por auxiliarem na execução dos testes de caracterização dos materiais.

Ao Márcio por ter auxiliado na confecção das amostras injetadas para a realização da caracterização mecânica das amostras.

Aos colegas do mestrado pela parceira e companheirismo durante as aulas.

EPIGRAFE

A imaginação é mais importante que a ciência, porque a ciência é limitada, ao passo que a imaginação abrange o mundo inteiro. "Albert Einstein".

RESUMO

Nas ultimas décadas vem crescendo o interesse por polímeros condutores, onde, se faz necessário o estudo das propriedades térmicas e elétricas dos polímeros, uma maneira de melhorar estas propriedades é através da adição de cargas condutoras. O presente trabalho visa obter uma melhora na condutividade térmica do polipropileno através da adição grafite, onde foram preparadas as amostras com uma variação de 2% a 10% de grafite variando de 2% em 2% ate chegar ao limite máximo analisado.

A avaliação da condutividade térmica foi medida segundo a Norma ASTM E 1225, também foram medidas, as propriedades mecânicas de dureza, tração, Impacto, propriedades térmicas, e morfológicas. Os resultados obtidos mostraram que a adição de grafite melhorou a condutividade térmica porem, apresentou uma perda nas propriedades mecânicas para teores acima de 6% de grafite. Os espectros de infravermelho apresentaram interferência, na transmitância com a adição do Grafite, não sendo uma técnica recomendada, para caracterizar a morfologia deste composto. Nas análises térmicas se observou, a interferência da adição das cargas, na cristalização do polipropileno o aumento nas propriedades mecânicas, entretanto, a um limite máximo de 6% de grafite em que o polipropileno passou a apresentar perda nas suas propriedades de resistência mecânica.

Palavras-chave: *Grafite, Grafeno, Condutividade térmica, Polipropileno.*

ABSTRACT

Interest in conductive polymers has been growing in recent decades, where it is necessary to study the thermal and electrical properties of polymers. One way to improve these properties is by the addition of conductive charges. The present work aims to obtain an improvement in the thermal conductivity of polypropylene by adding graphite, where samples were prepared with a variation of 2% to 10% of graphite ranging from 2% to 2% until reaching the maximum limit analyzed.

The thermal conductivity evaluation was measured according to ASTM E 1225 Standard, the mechanical properties of hardness, tensile, Impact, thermal, and morphological properties were also measured. The results showed that the addition of graphite improved the thermal conductivity but showed a loss in mechanical properties for contents above 6% of graphite. Infrared spectra showed interference in the transmittance with the addition of graphite, not being a recommended technique to characterize the morphology of this compound. In the thermal analysis, the interference of the addition of the charges, in the crystallization of the polypropylene, the increase in the mechanical properties was observed, however, to a maximum limit of 6% of graphite in which the polypropylene began to lose its properties of mechanical strength.

Keywords: *Graphite, Graphene, Thermal Conductivity, Polypropylene*

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema funcional de uma injetora de polímeros	25
Figura 2 - Forno para ensaio de condutividade térmica simulando análise.....	36
Figura 3: Esquema do Ensaio de Condutividade Térmica ASTM E 1125.	37
Figura 4: Análise de banda através do método de FTIR-ATR para as composições	39

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades Térmicas de Polipropileno.....	21
Tabela 2 - Propriedades físicas e térmicas do grafite natural em pó.....	23
Tabela 3 - Comparação das propriedades físicas de materiais utilizados em projetos que envolvam condutividade térmica	26
Tabela 4 – Propriedades físicas e térmicas do PP copolímero CP 741	26
Tabela 5 - Propriedades do Polipropileno CP 741 da Braskem	27
Tabela 6 – Composição das amostras em análise.....	29
Tabela 7: Tempo de homogeneização das amostras.....	30
Tabela 15 – Análise residual do grafite através de TGA	41
Tabela 16 - Temperaturas de transição identificadas na análise de DSC	42
Tabela 17 - Índice de fluidez	43
Tabela 18 - Análise de condutividade térmica das amostras	44
Tabela 19 - Propriedades mecânicas de dureza e resistência ao impacto	45
Tabela 20 - Propriedade mecânica de alongamento das amostras em análise	46
Tabela 21 - Propriedade mecânica de resistência à tração das amostras em análise	47

SIGLAS, TERMOS E ABREVIações

ASTM -	American Society for Testing and Materials
PP-	Polipropileno
PE-	Polietileno
CP -	Copolimero
IFRS -	Instituto Federal do Rio Grande do Sul
FTIR-ATR-	Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier com refletância total atenuada
DSC-	Calorimetria Diferencial de Varredura
TGA -	Termogravimetria
Xc-	Fração de Cristalinidade
T _m	Temperatura de Fusão
T _c -	Temperatura de Cristalização
MPa-	Mega Pascal
Gr-	Gramas
p-	Página
mm-	Milímetros
kgf-	Quilograma Força
mg-	Miligramas
LTDA-	Limitada
g/cm ³ -	Densidade
R-	Dureza Rockwell
g/10min-	Índice de Fluidez
GPa-	Giga pascal
J/m-	Joules por metro
N-	Newton
λ _S (T)-	Condutividade térmica da amostra corrigida para troca de calor
λ'S (T)-	Condutividade térmica da amostra calculada ignorando a correção da troca de calor
λI (T)-	Condutividade térmica do isolamento como função de temperatura
T-	Temperatura absoluta (K),
Z-	Posição medida a partir da extremidade superior do coluna (m)

l-	Comprimento da amostra
T _i -	Temperatura em Z _i
q '-	Fluxo de calor por unidade de área.
Δλ-	Incerteza em λ
δT-	Incerteza em T
rA-	Raio do espécime, (m)
rB-	Raio interno do cilindro de guarda.
T _g (z)-	Temperatura de proteção em função da posição, z, (K)
cm -	Centímetros
W/m.k-	Condutividade térmica à 23 °C
PPi-	Polipirrol
PTf -	Politiofeno
PAni-	Polianilina
DIN-	Deutsches Institut für Normung
ISO-	Organização Internacional de Normalização
UL-	Underwriters Laboratories
X _c -	Represente o teor de cristalinidade
ΔH _f -	E o calor de Fusão da amostra.
ΔH _f ^o -	E o calor de Fusão da amostra 100% cristalino
In-situ-	Na mistura de reação

LISTA DE SÍMBOLOS

% -	Porcentagem
°C -	Graus Célsius
C -	Carbono
H -	Hidrogênio
ΔH -	Valor teórico 100% Cristalino
%T -	Percentual de Transmitância
W -	Watts
m -	Metro
K -	Kelvin
ΔH_m -	Entalpia de fusão durante o aquecimento
$\lambda_M (T)$ -	Condutividade térmica
J/K.g -	Calor Especifico

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
1.1	JUSTIFICATIVA E RELEVÂNCIA	18
1.2	OBJETIVOS	19
1.2.1	Objetivo Geral	19
1.2.2	Objetivos específicos	19
2	REVISÃO DA LITERATURA	20
2.1	POLÍMEROS	20
2.2	POLIPROPILENO	20
2.2.1	Polipropileno Homopolímero	21
2.2.2	Polipropileno Copolímero	21
2.2.3	Polímeros Condutores	22
2.2.4	Grafite	23
2.2.4.1	Tipos de Grafite	23
2.3	INCORPORAÇÃO DE CARGAS	24
2.4	INJEÇÃO DE POLÍMEROS.....	25
2.5	CONDUTIVIDADE TÉRMICA.....	26
3	MATERIAIS E MÉTODOS	26
3.1	MATERIAIS	26
3.1.1	Polipropileno copolímero CP741	26
3.1.2	Grafite natural Dipil	27
3.2	MÉTODOS	27
3.2.1	Equipamentos Utilizados	27
3.2.2	Desenvolvimento experimental	28
3.2.2.1	Preparação da Amostra.....	28
3.2.2.2	Homogeneização das Amostras.....	29
3.2.2.3	Injeção das amostras	30
3.2.3	Caracterização das Amostras	31
3.2.3.1	Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	31
3.2.3.2	Espectrometria de infravermelho com transformada de Fourier.....	32
3.2.3.3	Termogravimetria TGA.....	32
3.2.3.4	Ensaio de tração.....	32
3.2.3.5	Ensaio de impacto IZOD	32
3.2.3.6	Ensaio dureza Shore D	33

3.2.3.7	Ensaio de condutividade térmica.....	33
3.2.3.8	Ensaio de fluidez	38
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	39
4.1	ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER ATENUADA.....	39
4.2	TERMOGRAVIMETRIA TGA.....	41
4.3	CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA DSC	42
4.4	INDICE DE FLUIDEZ	43
4.5	CONDUTIVIDADE TÉRMICA.....	44
4.6	PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	45
4.6.1	Dureza e resistência ao impacto	45
4.6.2	Tração e alongamento	46
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	49
6	TRABALHOS FUTUROS.....	51
	REFERÊNCIAS.....	52
	ANEXOS A - ATRIBUIÇÃO DAS BANDAS FTIR-ATR DA AMOSTRA 100% PP CP 741	58
	ANEXOS B - ATRIBUIÇÃO DAS BANDAS FTIR-ATR DA AMOSTRA 90% PP CP 741 + 10% GRAFITE	59
	ANEXOS C - ATRIBUIÇÃO DAS BANDAS FTIR-ATR DA AMOSTRA 92% PP CP 741 + 8% GRAFITE	60
	ANEXOS D - ATRIBUIÇÃO DAS BANDAS FTIR-ATR DA AMOSTRA 94% PP CP 741 + 6% GRAFITE	61
	ANEXOS E - ATRIBUIÇÃO DAS BANDAS FTIR-ATR DA AMOSTRA 96% PP CP 741 + 4% GRAFITE	62
	ANEXOS F - ATRIBUIÇÃO DAS BANDAS FTIR-ATR DA AMOSTRA 98% PP CP 741 + 2% GRAFITE	63

1 INTRODUÇÃO

Os polímeros são os materiais mais utilizados após o aço, aproximadamente 5×10^7 toneladas de materiais poliméricos são consumidos anualmente pela humanidade. Hidrocarbonetos poliméricos como o polietileno, polipropileno, poliestireno somam a maioria dos polímeros industriais (HUMMEL, 2002). O polipropileno por ter custo acessível, boa resistência química e a solventes, torna-se atrativo para o uso industrial, mas tem o limitante de ser isolante. Contudo, para a utilização desse polímero como condutor térmico ou elétrico é necessário aditivá-lo. Esses aditivos devem ser capazes de prolongar a vida útil do polímero e conferir uma melhor condutividade térmica. A condução térmica é definida como a capacidade de um material transferir energia de uma partícula para outra. Quando uma partícula é energizada aumenta-se o seu estado vibratório, transferindo o calor para as demais partículas que estão em contato com suas extremidades (MENDES; BARRETO; CUNHA, 2016).

Os polímeros por apresentam propriedades térmicas limitadas que comprometem seu desempenho e suas aplicações quando a transferência de calor é desejada, mas a aditivação pode ser uma alternativa para melhorar o seu desempenho, pois os aditivos são substâncias adicionadas com a finalidade de melhorar suas funções técnicas e/ou reduzir os custos de fabricação dos produtos. A incorporação de cargas combinada a matrizes poliméricas pode provocar modificações na cadeia polimérica resultando em melhorias das propriedades, esta incorporação está sendo amplamente utilizada na indústria metalúrgica, aeronáutica espacial entre outras (FIM et. al, 2014; NETO, 2007). Aditivos como o grafite e por possuir uma estrutura planar, apresentando altíssimo índice de resistência à tração e uma excelente mobilidade dos elétrons, tornam-se atrativos quando se deseja melhorar as propriedades de condução térmica (INTC 2010).

O setor de fabricação de bebidas é distribuído em diversos segmentos do agronegócio e vislumbra desenvolver produtos para atender aos mais variados gostos e necessidades dos consumidores. O mercado de cervejas artesanais é um dos segmentos de bebidas que tem se destacado nos últimos anos. Com início no Brasil no final dos anos 80, este mercado foi movido por uma onda já existente nos Estados Unidos e na Europa (KALNIN, J. L., FILHO, N. C.; CASTRO, J. E. E, 2002).

Neste sentido, o intuito deste trabalho é avaliar a incorporação de grafite em um copolímero de polipropileno buscando melhores propriedades de condutividade térmica. Para isso avaliaram-se as características físicas e mecânicas do polipropileno e de compostos produzidos com diferentes teores de grafite, através das análises de calorimetria exploratória diferencial (DSC), espectrometria de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR), índice de fluidez, resistência a impacto, resistência a tração, dureza e análise da condutividade térmica.

1.1 JUSTIFICATIVA E RELEVÂNCIA

A facilidade de processamento e o baixo custo das matérias-primas tornaram os polímeros presentes em nossa vida cotidiana. No início os materiais poliméricos foram introduzidos na indústria elétrica como substitutos de papel isolante, mas com o passar do tempo novos materiais poliméricos foram desenvolvidos com aplicações especiais, tais como as pesquisas na área de polímeros condutores em que os estudos verificaram que a resistência elétrica dos polímeros seguia a Lei de Ohm e tornava-se menor quando cargas condutoras eram adicionadas a sua matriz, materiais estes tais como, fibras metálicas ou negro de fumo, eram incorporadas à matriz polimérica, (PAOLI, 1992).

Este trabalho visa estudar a utilização de polipropileno com adição de grafite possibilitando transformar o PP em um polímero com maior dissipação térmica, ampliando assim a sua área de aplicação nos diferentes segmentos da indústria.

A indústria mundial demanda cada vez mais materiais inovadores, materiais que tenham características físicas, mecânicas, e reológicas para atuação aos extremos, tanto a altas temperaturas, quanto a baixas temperaturas, e para os polímeros nos dias atuais existem limitações, pois na maioria das suas composições possui propriedades isolantes térmicas, e desenvolver um composto polimérico com características condutivas, disponibilizando para a indústria, um novo material que amplie a possibilidade de aplicação na indústria, alimentícia, automobilística, química, e de bens de consumo em geral.

1.2 OBJETIVOS

Avaliar a adição compostos condutores junto a matriz polimérica do polipropileno visando aumentar a condutividade térmica, ampliando a sua possibilidade no campo da indústria.

1.2.1 Objetivo Geral

- Avaliar a influência da adição de grafite junto a matriz polimérica do polipropileno, através da análise das propriedades, térmicas, mecânicas, e reológicas avaliando assim a interferências dos materiais adicionados junto ao polímero, em específico o aumento da condutividade térmica do novo composto desenvolvido.

1.2.2 Objetivos específicos

- Desenvolver e testar combinações do polipropileno, mais a adição de percentuais de grafite, apresentando os resultados das combinações entre si e com os resultados pré-estabelecidas pelo fabricante da matriz polimérica.
- Analisar todas as amostras formuladas de acordo com as normas de ensaio, para obter os resultados de acordo com todos os testes necessários avaliando as propriedades no material desejado desde propriedades químicas, mecânicas e térmicas.
- Comparar as propriedades alcançadas com o polímero em seu estado natural.
- Manipular as combinações com quantidades de grafite oscilando entre 2 % a 10%, avaliando suas propriedades térmicas e mecânicas com os devidos testes necessários para chegar as tal resultado de modo a se ter um polímero que tenha maior condutividade térmica que os polímeros comercialmente existentes nos dias de hoje, não perdendo as propriedades de assepsia do polipropileno virgem.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 POLÍMEROS

O uso de materiais compostos de resina é conhecido desde os primórdios da antiguidade, onde os povos egípcios e os romanos começaram a desenvolver carimbos para registrar seus documentos e utilizando estes materiais para lacrar seus vasilhames com alimentos e demais produtos. No século XVI, na época do início das navegações, os portugueses e espanhóis chegaram à América. Neste século descobriu-se a árvore *Havea brasiliensis*, na qual foi extraído o látex. No início o látex foi usado na fabricação de lápis e borrachas para apagar e somente em meados de 1839, descobre-se acidentalmente a vulcanização a qual possibilitou elaborar a borracha com as características de elasticidade que conhecemos atualmente. Anos mais tarde, foi desenvolvido o primeiro polímero sintético, o baquelite, e somente em 1957, o polímero polipropileno foi produzido em escala industrial (CANEVAROLO, 2006) ; (HAGE), 1998).

2.2 POLIPROPILENO

O PP é um dos polímeros mais utilizados na indústria automobilística, linha branca, eletrodomésticos e de bens de consumo, sendo disponibilizado pela indústria petroquímica nas formulações: PP homopolímero e PP copolímero (ALEXANDRE; TIMOTEO; RABELLO, 2013; NASCIMENTO et al., 2013).

O polipropileno tem custo acessível, boa resistência química a solventes, boa moldabilidade, boa coloração, excelentes propriedade na resistência a flexão e fratura ou até mesmo a fadiga. Apresenta boa resistência ao impacto em temperatura superior a 10°C, comportamento térmico estável e uma maior sensibilidade quando exposto a raios ultravioletas, fazendo com que o polímero se degrade facilmente. Na Tabela 1 apresentam-se as propriedades térmicas do polipropileno que devem ser levadas em consideração ao avaliar a sua aplicação (GORNI, 2003). O PP no seu estado virgem possui características térmicas isolantes, estudos estão sendo desenvolvidos com o intuito de melhora-las, ou seja, desenvolvendo composições do material cada vez mais resistente ao calor (MARCAS, 2016).

Tabela 1 - Propriedades Térmicas de Polipropileno

Propriedades Térmicas	Unidades	Normas	Valores
Calor específico à 23 °C	J/K.g	—	1,7
Condutividade térmica à 23 °C	W.(m.K) ⁻¹	DIN 52612	0,25
Coeficiente linear de expansão térmica à 23°C	10 ⁻⁶ /K	—	150
Temperatura máxima de uso em curto período	°C	—	120
Ponto de fusão	°C	DIN 53736	165
Temperatura de transição vítrea	°C	DIN 53736 DIN 53461	-18
Temp. distorção sob ISO-R75 método A	°C	ASTM D648 ISO R 75	65
Inflamabilidade	—	UL94	HB

Fonte: Incomplast (2017).

2.2.1 Polipropileno Homopolímero

O PP homopolímero possui o monômero propeno na sua estrutura molecular com uma configuração isotática, podendo atingir um grau de cristalinidade de no máximo 60%. É amplamente utilizado na indústria automobilística por apresentar baixo custo, boa processabilidade nos mais diversos processos de fabricação, dentre eles a injeção e a extrusão, possibilidade de manipulação na orientação e modificação nas suas propriedades moleculares dando-lhe boa estabilidade ao envelhecimento térmico e melhora nas propriedades mecânicas (MARK, 1998, P.780; NASCIMENTO et al., 2013).

2.2.2 Polipropileno Copolímero

O PP é um polímero comercial com boas propriedades de resistência a impacto, devido à adição de elastômeros, como etileno-propileno, butadieno – estireno que possibilitam a melhora nas propriedades de tração e resistência ao impacto (HONGJUN et al, 1999).

Nos dias atuais existem diversos tipos de PP copolímero dentre eles:

- (a) Elastomérico: possui boas propriedades elásticas e excelente resistência a agentes químicos e com uma densidade de massa razoável (MARK, 1998).
- (b) Atático: Baixo peso molecular permite ser utilizado em larga escala na

fabricação de adesivos vedantes termo fusíveis (MARK, 1998).

- (c) Randômico: obtido com da adição aleatória de etileno (C2) na cadeia do copolímero, dando-lhe melhores propriedades mecânicas relacionadas ao impacto e acrescentando-lhe propriedades óticas quando comparado com o polipropileno homopolímero (WASCHBURGER, 2006).
- (d) Heterofásico: Desenvolvido para aplicações em que se exige ainda uma elevada rigidez, mas em que a resistência ao impacto a baixa temperatura é um requisito essencial, é, um material copolimerizado com etileno através de um processo que permite obter um óptimo compromisso entre rigidez, resistência ao impacto a uma gama de temperaturas de utilização, ao contrário do que acontece com os materiais amorfos, nos materiais semicristalinos, nomeadamente nos polipropilenos, a temperatura mínima de utilização pode ser um requisito importante, uma vez que estes materiais podem tornar-se frágeis a temperaturas baixas. (WASCHBURGER, 2006).

2.2.3 Polímeros Condutores

Nos anos 50 estudos foram realizados para adicionar propriedades elétricas aos polímeros, primeiramente utilizou a adição de agentes capazes de conduzir eletricidade, tais como negro de fumo, fibras metálicas, grafite. Estes polímeros foram denominados condutores extrínsecos, mudando o entendimento de que os polímeros eram excelentes isolantes térmicos e elétricos (FAEZ et al., 2000).

Na década de 70, com os estudos de Shirakawa, Alan Heeger e Alan MacDiarmid foi possível reproduzir em laboratório um polímero com propriedades semicondutoras, o poliacetileno (ZARBIN, 2000; FRANÇA, DALL'ANTONIA, 2007; MAIA et al., 2000).

O poliacetileno foi o primeiro polímero condutor a ser sintetizado, entretanto outros polímeros heterocíclicos dentre eles o polipirrol (PPI) o politiofeno (PTf) e a polianilina (PAni) com os derivados da anilina foram desenvolvidos. A anilina é um material tóxico, podendo conter componentes na sua estrutura química que causam câncer, não sendo aconselhável a utilização deste material para aplicações em produtos alimentícios (JEN .et. al, 1991; FAEZ et al., 2000), a dopagem dos polímeros com cargas condutoras também foi utilizada para aumentar as cargas condutivas em novos compósitos (HAN et al, 1993).

Há também polímeros considerados isolantes que oferecem um taxa de

condutividade elétrica na faixa 10^{-15} a 10^{-5} S.cm⁻¹, dentre eles o PP, o PE, o nylon, entre outros. A condução térmica em materiais isolantes ocorre de acordo com a proliferação de ondas elásticas harmônicas por um meio contínuo ou principalmente pela interação entre a energia térmica do material, (RODRIGUES, 2004). É possível obter polímeros condutores através da dopagem com negro de fumo, por exemplo, no entanto a adição de grande quantidade de aditivos como o negro de fumo pode ocasionar a fragilidade dos polímeros, fazendo com que sejam reduzidas as propriedades mecânicas dos polímeros. (SANTOS; SOUZA; GREGORIO. 2013), (AMERICAN SOCIETY).

2.2.4 Grafite

O grafite possui excelente condutividade térmica e elétrica, a um custo acessível. É composto por átomos de carbono em uma estrutura hexagonal, na qual as ligações covalentes entre os átomos de carbono possuem orientação planar (FERREIRA, 2008). O grafite é um material anisotrópico por apresentar variações na resistividade elétrica entre os planos. É considerado semicondutor no sentido perpendicular ao plano e condutor metálico no sentido paralelo ao plano (GHENO, 2010). Na Tabela 02, são apresentadas algumas propriedades do grafite, dentre elas, destaca-se a condutividade térmica de $400 \text{ W} \cdot (\text{m} \cdot \text{K})^{-1}$, no eixo X e Y, e uma condutividade de $2,2 \text{ W} \cdot (\text{m} \cdot \text{K})^{-1}$ no eixo Z.

Tabela 2 - Propriedades físicas e térmicas do grafite natural em pó

Material	Condutividade térmica eixo X, Y ($\text{W} \cdot (\text{m} \cdot \text{K})^{-1}$)	Condutividade térmica eixo Z, 25°C ($\text{W} \cdot (\text{m} \cdot \text{K})^{-1}$)	Massa específica ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)
Grafite natural em pó	400	2,2	2,26

Fonte: PRADO et. al. (2010).

2.2.4.1 Tipos de Grafite

O grafite pode ser encontrado de três formas, sendo elas:

- (a) grafite natural: é um minério no seu estado *in-natura* que pode ser encontrado na natureza com índices de pureza de 5% a 40%, sem alterações químicas ou até mesmo físicas, podendo ser encontrado ainda na forma micro cristalino que possui baixa pureza e condutividade ou pode ser encontrado na forma macro cristalina, que possui características físicas

- contrárias ao grafite micro cristalino (FERREIRA, 2008);
- (b) grafite intercalado: é originário do grafite natural. Alcança-se este tipo de produto através de processos químicos ou adição de solução intercalante. Este material é utilizado na fabricação de retardantes de chama (FERREIRA, 2008);
 - (c) grafite expandido: é obtido a partir de um processo de choque térmico aplicado do grafite intercalado, mantendo as propriedades existentes no grafite natural, porém com uma expansão de 300 vezes em seu volume e possibilitado de sua aplicação em nanocompósitos (FERREIRA, 2008).

2.3 INCORPORAÇÃO DE CARGAS

As cargas são substâncias adicionadas a outros materiais com a finalidade de melhorar a suas funções técnicas e/ou reduzir os custos de fabricação dos produtos. A incorporação de cargas combinada a matrizes poliméricas adiciona leveza e flexibilidade ou rigidez ao material modificando o desempenho da nova cadeia formada, de acordo com a necessidade do produto a ser desenvolvido. Um dos métodos utilizados para a incorporação de cargas em compósitos poliméricos se dá com o auxílio de extrusoras dupla rosca, preferencialmente de modelo corrotante, em virtude de suas características de cisalhamento e homogeneização do material que permite uma mistura com melhores índices de incorporação de aditivos (PREVEDELLO, 2014).

O polipropileno é um dos materiais com maior versatilidade de processos de fabricação, possibilitando a adição de cargas e sendo empregado cada vez mais em compósitos que necessitam de uma matriz polimérica com propriedades diferenciadas (CAVALCANTE, 2011). A aditivação é utilizada para alterar as propriedades dos polímeros, e principalmente para reduzir os custos de fabricação dos produtos (VELASCO *et al.*, 2002).

(BERÇOT e ROCHA, 2016), avaliaram a adição de nióbio na matriz de PP, encontrando resultados em todas as concentrações de carga adicionadas ao PP, onde a deformação foi muito superior a apresentada polímero puro, em que o nióbio se comportou como um agente promotor de ductilidade, e o mesmo comportamento no modo de fratura, em que o PP puro obteve uma fratura frágil, ao passo que que PP com cargas sofreu uma fratura dúctil.

(DAMIN *et. al*, 2016) analisaram a adição de caule de *Zea mays* numa matriz

de PP, obtendo boa estabilidade reduzindo a deformação, aumentando o módulo de elasticidade, porém aumentou a absorção de água, o que pode fragilizar o material, dificultando a aplicação em determinadas peças que exijam estas características.

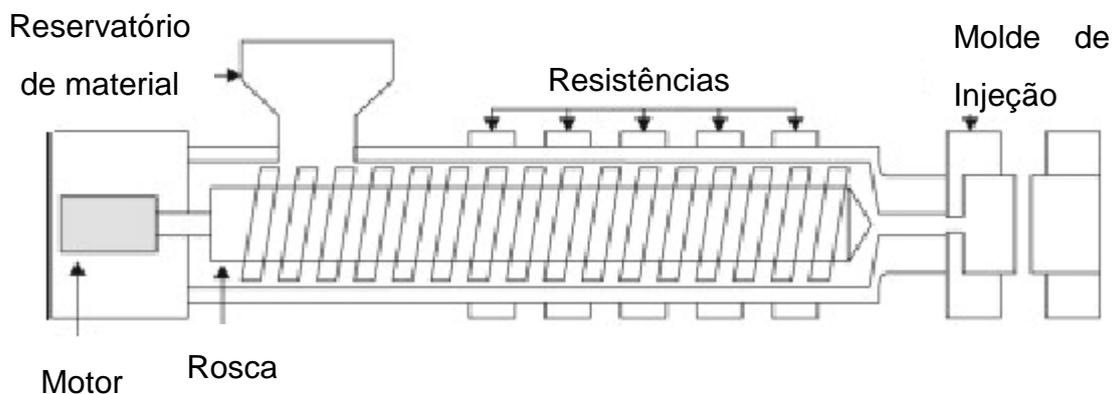
Em todos os estudos, com o PP, a adição de cargas, independente da qual seja inserida juntamente a matriz polimérica, o intuito é alcançar propriedades vantajosas, e a carga a ser adicionada esta de acordo com a necessidade do produto, seja para melhora das propriedades ou para redução de custo, uma vez que não interfira na integridade do produto.

2.4 INJEÇÃO DE POLÍMEROS.

O processo de injeção de polímeros é amplamente utilizado. Apresenta baixo tempo de ciclo, baixo índice de retrabalho, boa repetitividade do processo, índices de consumo de energia reduzido, fácil processamento de peças com geometria complexa e não há necessidade de mão de obra qualificada (SASSI E AFFONSO, 2012). É considerado um processo com destaque quando se trata de produção em massa, pois além da possibilidade de produzir peças com acabamento complexo, o processo de injeção possibilita a fabricação de peças já prontas com um excelente acabamento final e versatilidade durante o processo de fabricação, auxiliado por equipamentos com alta tecnologia (DAI E FAN, 2014).

Na Figura 1 pode ser verificado o funcionamento de uma injetora universal de polímeros, e seus principais componentes.

Figura 1 - Esquema funcional de uma injetora de polímeros



Fonte: Adaptado de Dai, Fan (2014).

2.5 CONDUTIVIDADE TÉRMICA

Estudar a condução térmica é avaliar a transferências de energia nos materiais de uma partícula para outra. Quando uma partícula é energizada aumenta-se o seu estado vibratório, transferindo o calor para as demais partículas que estão em contato com suas extremidades (MENDES; BARRETO; CUNHA, 2016).

As propriedades térmicas apresentam um importante papel no desempenho dos materiais em suas aplicações. Ao desenvolver um produto polimérico, deve-se levar em consideração a sua aplicação, para então escolher o material e o processo adequado e assim, estabelecer os níveis de temperatura de trabalho para o material escolhido (GALVÃO, 2014). A Tabela 03 apresenta as propriedades físicas de alguns materiais comumente utilizados em projetos que envolvem calor, onde se podem comparar as propriedades dos diferentes materiais com o polipropileno.

Tabela 3 - Comparação das propriedades físicas de materiais utilizados em projetos que envolvam condutividade térmica

Item	Alongamento (%)	Resistência à tração (MPa)	Condutividade térmica (W/(m.K) ⁻¹)
Aço inox austenítico 304	50 / 65	530 / 770	13,82
Polipropileno CP741	17	25	0,25
Cobre eletrolítico	20	274,5x10 ⁻⁶	393,60
Alumínio ASTM 1050	22	55 / 95	209,3

Fonte: Shockmetais (2017); Irestal (2017).

É perceptível que o polipropileno apresenta um valor de condutividade térmica menor que os materiais altamente condutivos, que são comumente aplicados na indústria, sendo metal mecânico ou de bens e consumo, o que estimula a utilização de um agente que promova a condutividade neste material, o grafite além de ter boas propriedades térmicas é também financeiramente acessível, viabilizando a sua aplicação em escala industrial.

Um dos métodos utilizados, para a avaliação da condutividade térmica dos materiais, é embasado na norma *American Society for Testing and Materials* (ASTM) E 1225, a qual apresenta caminhos para avaliar a condutividade térmica dos materiais sendo amostras metálicas ou não metálicas.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

Os materiais escolhidos para desenvolvimento deste trabalho foram:

- Polipropileno copolímero CP741, da Braskem;
- Grafite natural em pó, da Dipil indústria química;

3.1.1 Polipropileno copolímero CP741

O material utilizado como base para a formulação das amostras foi o PP CP 741. De acordo com boletim técnico da Braskem (2017), é um copolímero heterofásico de propeno e eteno, com baixo índice de fluidez. Possui distribuição ampla de peso molecular devido a este ser aditivado para uso geral. O CP 741 é um produto que possui baixa transferência de odor e sabor, apresenta elevada resistência do fundido, boa processabilidade e excelente resistência ao impacto. As propriedades físicas e térmicas do CP 741 estão descritas na Tabela 4.

Tabela 4 – Propriedades físicas e térmicas do PP copolímero CP 741

Descrição do material	Fornecedor	Condutividade térmica em X, Y (W.(m.K) ⁻¹)	Condutividade térmica em Z, 25° (W.(m.K) ⁻¹)	Massa específica (g.cm ⁻³)
PP copolímero CP 741	Braskem	A analisar	A analisar	0,895

Fonte: O autor (2018).

A Tabela 5 apresenta informações relacionadas a propriedades da matriz polimérica do polipropileno utilizado no projeto de pesquisa.

Tabela 5 - Propriedades do Polipropileno CP 741 da Braskem

Propriedades	Valor		Referência
Densidade	0,9	g.cm ⁻³	ASTM D 792
Índice de fluidez (230°C/2,16kg)	0,8	g/10min	ASTM D 1238
Dureza Rockwell	57	R	ASTM D 785
Resistência à tração no escoamento	26	Mpa	ASTM D 638
Alongamento no escoamento	17	%	ASTM D 638
Módulo de flexão secante a 1%	1,3	GPa	ASTM D 790
Resistência ao impacto Izod à -20°C	36	J/m	ASTM D 256
Resistência ao impacto Izod à 23°C	NB	-	ASTM D 256
Temperatura deflexão térmica (0,455 MPa)	79	°C	ASTM D 648
Temperatura deflexão térmica (1,820 MPa)	50	°C	ASTM D 648
Temperatura de amolecimento Vicat a 10N	147	°C	ASTM D 1525

Fonte: Braskem (2017).

3.1.2 Grafite natural Dipil

O grafite em pó possui camada planar formada por átomos de carbono que estão ligados a três átomos vizinhos, que lhe dá uma característica de uma molecular bidimensional infinita. O grafite em pó que foi utilizado é do fabricante Dipil Indústria Química, composto de 72% de carbono e 28% de cinza, insolúvel em água e possui ponto de fusão em 3338 °C, é um material inodoro possui granulometria padrão ASTM com tamanho de 75µm a 200 µm, este produto é utilizado basicamente como lubrificante em canaletas, vidros de automóveis, fechaduras, entre outras aplicações, principalmente como lubrificante para o plantio agrícola (DIPIL,2019).

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Equipamentos Utilizados

Os equipamentos utilizados na metodologia deste trabalho foram:

- Balança Explorer de precisão escala 0,001 miligramas, da Ohaus Corporation;
- Misturador intensivo alta rotação denominado *Draising*, da MH Industria Mecânica LTDA;

- Calorimetria Exploratória Diferencial DSC 6000, da Perkin Elmer - ASTM D 3418;
- FTIR- ATR Espectroscopia de infravermelho, da Perkin Elmer - ASTM E1252;
- Condutímetro acoplado ao *software Field Logger*, da Sanchis Fornos Industriais – ASTM D1225;
- Durômetro *Shore D* - ASTM – D638 – 14;
- Equipamento ensaio de Impacto (IZOD)- ASTM – D256 – 10;
- Equipamento de ensaio de tração – ASTM – D638 – 14;
- Plastômetro para ensaio de fluidez, ASTM D 1238.

3.2.2 Desenvolvimento experimental

Nesta etapa serão detalhados os procedimentos utilizados durante o projeto de pesquisa para confeccionar as amostras e executar os ensaios mecânicos, físicos e de caracterização.

Todas as análises físicas e mecânicas executadas durante projeto de pesquisa seguem de acordo normas internacionais desde a confecção dos corpos de prova até a realização das análises das amostras, permitindo que se tenham resultados com excelente caráter de confiabilidade.

3.2.2.1 Preparação da Amostra

Composições de PP CP 741 com adição de grafite podem ser verificadas na Tabela 06 com o auxílio da balança de precisão Explorer, com escala 0,001mg, da Ohaus Corporation.

A primeira amostra foi composta unicamente da matriz polimérica, nas demais amostras, adicionou-se grafite, iniciando em um percentual de 2% de grafite e 98% de PP CP 741, até alcançar o percentual de 10 % de grafite e 90% de PP CP 741 aumentando gradativamente a adição de grafite de 2 em 2 %, os percentuais foram definidos através de um pré teste com a adição de 10% de grafite, e posteriormente foi determinado a aplicação com percentuais de 2 %.

Tabela 6 – Composição das amostras em análise

Descrição da amostra	Peso Total (g)	PP CP 741 (g)	Grafite (g)
100% PP CP 741	1000	1000,00	0,00
98% PP CP 741 + 2% Grafite	1000	980,00	20,00
96% PP CP 741 + 4% Grafite	1000	960,00	40,00
94% PP CP 741 + 6% Grafite	1000	940,00	60,00
92% PP CP 741 + 8% Grafite	1000	920,00	80,00
90% PP CP 741 + 10% Grafite	1000	900,00	100,00

Fonte: O autor.

3.2.2.2 Homogeneização das Amostras

Para a dispersão do grafite na matriz polimérica foi utilizado o misturador de facas de alta rotação da empresa MH Indústria Mecânicas LTDA. Este equipamento atua de forma a homogeneizar e fundir o material por cisalhamento, onde se adicionou porções de 100 em 100 gramas de material devido à capacidade do misturador. Ao finalizar a mistura das amostras, os compósitos obtidos foram passados por um rolo, fazendo um filme das amostras obtidas.

Para as amostras verificou-se que não houve a degradação do material quando utilizado o método utilizado para comparação foi à fusão do PP virgem com o misturador intensivo, e posteriormente realizado a análise das amostras sendo verificada a manutenção das propriedades do polímero quando comparado com as propriedades estabelecidas pelo fabricante. Durante o processo de homogeneização, pode ser verificado que quanto aumentado o teor de grafite no compósito, o tempo para homogeneização também aumentou conforme pode ser evidenciados na tabela 07, uma vez o grafite sendo lubrificante, faz com que a fusão tenha interferência em virtude o grafite ser um lubrificante, dificultando a sua interação com a cadeia polimérica.

Tabela 7: Tempo de homogeneização das amostras

Tempo para homogeneização das amostras	
Descrição da amostra	tempo para homogeneização (Segundos)
100% PP CP 741	20
98% PP CP 741 + 2% Grafite	22
96% PP CP 741 + 4% Grafite	25
94% PP CP 741 + 6% Grafite	30
92% PP CP 741 + 8% Grafite	40
90% PP CP 741 + 10% Grafite	59

Fonte: Autor, 2019.

Após, o filme foi triturado com o auxílio de um moinho dotado de peneira com furos de diâmetro de 2 mm, permitindo confeccionar amostras com a granulação similar no tamanho da granulação do material virgem. O material moído foi adicionado junto à amostragem pesada de material PP CP 741, de modo a se ter uma amostragem com 1000 gramas, quantidade mínima necessária para poder efetuar a injeção das amostras.

3.2.2.3 Injeção das amostras

Para o processo de injeção foi utilizado uma injetora da marca Sandreto, serie UNO, ano de fabricação 2003, com rosca de diâmetro 55 mm e com razão 24 L/D para um melhor nível de plastificação, velocidade da rosca em de 120 RPM, tendo como base para injeção das amostras a uma temperatura de 230 °C na 1ª zona, e uma temperatura de 220 °C na 2ª zona, e uma temperatura de 230 °C na 3ª zona, e por fim uma temperatura de 210 °C no bico de injeção. Para confecção dos corpos de prova, foi utilizado o concentrado desenvolvido juntamente com o polímero natural, totalizando uma amostra de 1 kg, onde foram injetados os corpos de prova seguindo a ordem iniciada com o PP puro, passando para o compósito com 2% de grafite, 4% de grafite, 6% de grafite, 8% de grafite, sempre ao final de cada injeção dos corpos de prova, foi realizada a limpeza do canhão da máquina com PP puro, para prosseguir com a injeção de um novo compósito a fim de evitar distorções nos testes realizados.

3.2.3 Caracterização das Amostras

Na etapa da caracterização das amostras, serão realizados os testes necessários para determinar todas as propriedades futuras do material estudado.

3.2.3.1 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

Na análise de DSC se dará através do fluxo de calor das amostras obtido a partir da quantidade de massa locada em uma pequena panela de alumínio que é aquecida ou arrefecida com tempo e temperatura rigorosamente controlada. Esta técnica permite identificar também a temperatura de fusão, temperatura de cristianização, calor de fusão, e outros parâmetros térmicos necessários nas reações químicas dos materiais, (GORDON et al., 2016).

A análise de DSC foi executada através de um analisador térmico DSC 6000, da Perkin Elmer Precisely. A análise foi realizada conforme norma ASTM D 3418 na qual se utilizou uma vasão de gás nitrogênio de 20 ml.min⁻¹, com um programa de aquecimento que iniciou em 30°C, mantendo-se a esta temperatura por um minuto e após elevando a temperatura até 250°C a uma taxa de aquecimento de 10 °C.min⁻¹. Manteve-se em temperatura máxima pelo tempo de um minuto resfriando novamente a uma taxa de 10°C.min⁻¹ até atingir 30°C novamente.

A determinação do percentual de cristalinidade foi realizada após análise em DSC utilizando a equação 6:

Onde :

X_c = percentual de cristalinidade nas amostras

ΔH_f = Entalpia de fusão obtida por DSC

ΔH_f^0 = Entalpia do polímero 100% cristalino

$$X_c = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^0} \times 100 \quad (6)$$

Fonte: Bannach et.al, 2011.

3.2.3.2 Espectrometria de infravermelho com transformada de Fourier

As análises FTIR das amostras foram realizadas em um espectrômetro Perkin Elmer. As amostras foram avaliadas por ATR e seus espectros foram obtidos na faixa de ondas de 4000 a 400 cm^{-1} (OLIANI et al, 2010; GONÇALES et.al, 2000).

3.2.3.3 Termogravimetria TGA

A análise de termogravimétrica TGA foi desenvolvida como o intuito em identificar os percentuais de grafite reais em cada composição desenvolvida durante o experimento. Para a execução do experimento foi utilizado um equipamento Perkin Elmer 4000 a uma temperatura de até 900°C, com uma rampa de temperatura de 30 graus por minuto, com uma vazão de nitrogênio de 16 ml/Min.

3.2.3.4 Ensaio de tração

Para os testes de tração, foi utilizado um equipamento Emic DL2000 com extensômetro, com uma pré - carga de 500 Kgf e uma velocidade de teste de 50 $\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ até o rompimento da amostra. A execução dos testes e confecção dos corpos de prova ocorreram de acordo com a ASTM – D638 – 14, que estabelece os corpos de prova em formato de gravata com as dimensões de 63,5mm x 12,7mm X 3,2 mm, sendo ensaiado 5 amostras de cada formulação, atendendo os requisitos mínimos da norma.

3.2.3.5 Ensaio de impacto IZOD

Os testes de resistência ao impacto IZOD seguiram os parâmetros estabelecidos pela norma ASTM – D256 – 10, com as peças entalhadas de acordo com as especificações da norma. Os testes foram realizados em laboratório com temperatura ambiente controlada de 23°C e com o auxílio do equipamento de teste Swick Q-580. Os corpos de prova utilizados nos ensaios foram preparados nas dimensões 63,5 mm de largura x 12,7 mm de altura, com

o entalhe em na altura de 31,8mm com uma profundidade de 20,54 mm e raio de 0,25mm no final do entalhe, conforme norma.

3.2.3.6 Ensaio dureza *Shore D*

As amostras foram injetadas de acordo com a ASTM D638 com as dimensões de 63,5mm x 12,7mm X 3,2mm. Foram confeccionados 5 corpos de prova para cada amostra e posteriormente foi realizada a coleta de dados com auxílio do durômetro Bareiss e conforme norma ASTM D638, anotando 10 pontos de coleta de dados em cada corpo de prova.

3.2.3.7 Ensaio de condutividade térmica

Para execução da análise de condutividade utilizou se uma adaptação da norma ASTM E 1225, onde se desenvolveu amostras cilíndricas com comprimento de 22 mm e 16 mm de diâmetro, com dois furos com diâmetro de 2 mm e distancia entre centro de 19,5 mm. Todas as amostras foram confeccionadas em torno mecânico e a furação em fresa com comando numérico computadorizado, garantido a igualdade em todas as amostras a serem testadas com o equipamento Sanchiz conforme evidenciado na figura 2 que apresenta o equipamento e a simulação do teste de condutividade térmica em uma peça, usando também como um corpo padrão para o fluxo de calor o cobre eletrolítico o qual será base para medida do fluxo de calor entre as amostras evidenciado na figura 3.

A avaliação dos resultados de condutividade térmica do material é expressa através da equação 1:

$$\lambda_s = \frac{Z_4 - Z_3}{T_4 - T_3} \cdot \frac{\lambda_M}{2} \cdot \left(\frac{T_2 - T_1}{Z_2 - Z_1} + \frac{T_6 - T_5}{Z_6 - Z_5} \right) \quad (1)$$

Fonte: ASTM E1225

Onde:

- $\lambda_M (T)$ = condutividade térmica das barras de medição (materiais de referência) em função da temperatura, expressa em $(W.(m.K)^{-1})$;
- $\lambda_M 1$ = condutividade térmica da barra de medidor superior expressa

em $(W.(m.K)^{-1})$;

- $\lambda_M 2$ = condutividade térmica da barra inferior do medidor expressa em $(W.(m.K)^{-1})$;
- $\lambda_S (T)$ = condutividade térmica da amostra corrigida para troca de calor, quando necessário, expressa em $(W.(m.K)^{-1})$;
- $\lambda'_S (T)$ = condutividade térmica da amostra calculada ignorando a correção da troca de calor, expressa em $(W.(m.K)^{-1})$;
- T = temperatura absoluta (K);
- Z = posição medida a partir da extremidade superior da coluna (m);
- q' = fluxo de calor por unidade de área $(W.m^{-2})$;

As equações 2 e 3 são usadas para o cálculo do fluxo de calor em cada barra do material de referência, no caso do experimento utilizou-se o cobre.

$$q'_T = \lambda_M \cdot \frac{T_2 - T_1}{Z_2 - Z_1} \quad (2)$$

Fonte: ASTM E1225

$$q'_B = \lambda_M \cdot \frac{T_6 - T_5}{Z_6 - Z_5} \quad (3)$$

Fonte: ASTM E1225

Sendo:

- λ_M = condutividade térmica da barra de medidor superior expressa em $(W.(m.K)^{-1})$;
- T = temperatura absoluta (K);
- Z = posição medida a partir da extremidade superior da coluna (m);
- q'_B = fluxo de calor por unidade de área $(W.m^{-2})$;
- q'_t = fluxo de calor por unidade de temperatura $(W.(m.K)^{-1})$;

Para determinar os valores de condutividade térmica aplica-se então a equação 4:

$$\lambda'_S = \frac{(q'_T + q'_B) (Z_4 - Z_3)}{2 (T_4 - T_3)} \quad (4)$$

Fonte: ASTM E1225

Onde:

- $\lambda'_S (T)$ = condutividade térmica da amostra calculada ignorando a correção da troca de calor, expressa em $(W.(m.K)^{-1})$;
- T = temperatura absoluta (K);
- q'_B = fluxo de calor por unidade de área $(W.m^{-2})$;
- q'_t = fluxo de calor por unidade de temperatura $(W.(m.K)^{-1})$;
- T = temperatura absoluta (K);
- Z = posição medida a partir da extremidade superior da coluna (m);

Sendo que para ter uma precisão nos resultados calcula se o erro aproximado dos testes através da equação 5:

$$\left| \frac{\delta \lambda_M}{\lambda_M} \right| = |0.003| \quad (5)$$

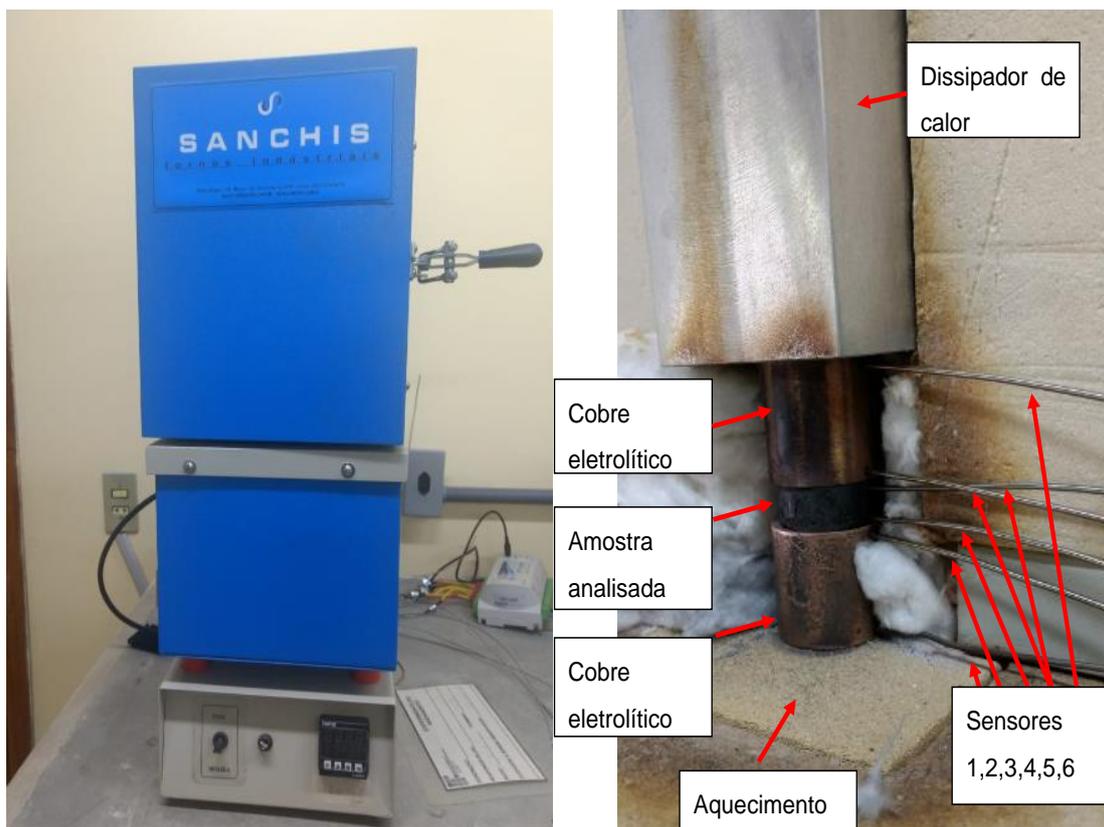
Fonte: ASTM E1225

Onde:

- $\delta \lambda, \delta T$, = incerteza em λ, T .

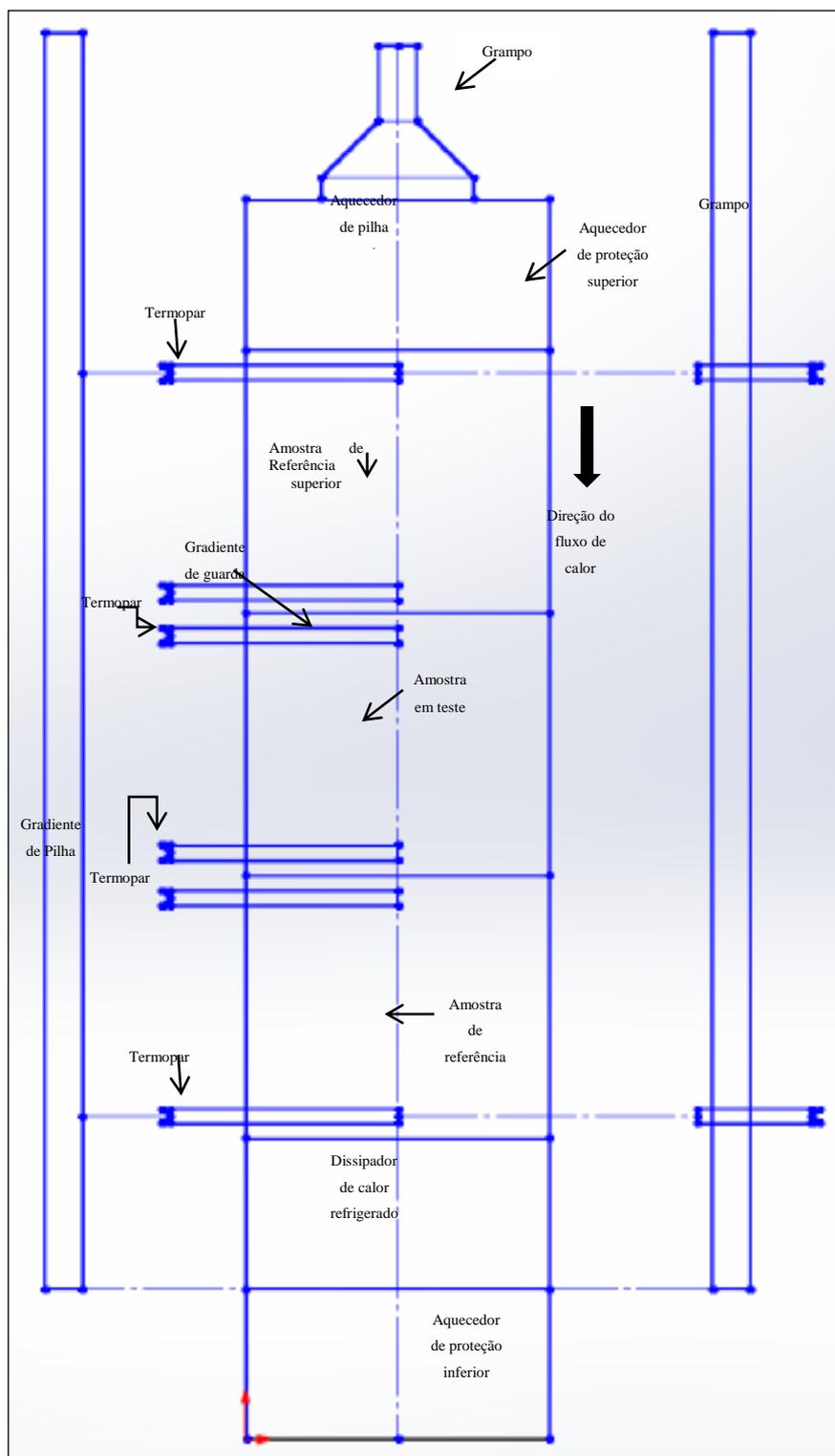
Todos os cálculos e fórmulas utilizadas bem como a simbologia e o desenvolvimento dos cálculos e resultados está ancorado a norma ASTM E 1225, que serviram de base elaboração e execução prática do experimento.

Figura 2 - Forno para ensaio de condutividade térmica simulando análise



Fonte: O autor (2019).

Figura 3: Esquema do Ensaio de Condutividade Térmica ASTM E 1125.



Fonte: Norma ASTM 1125.

3.2.3.8 Ensaio de fluidez

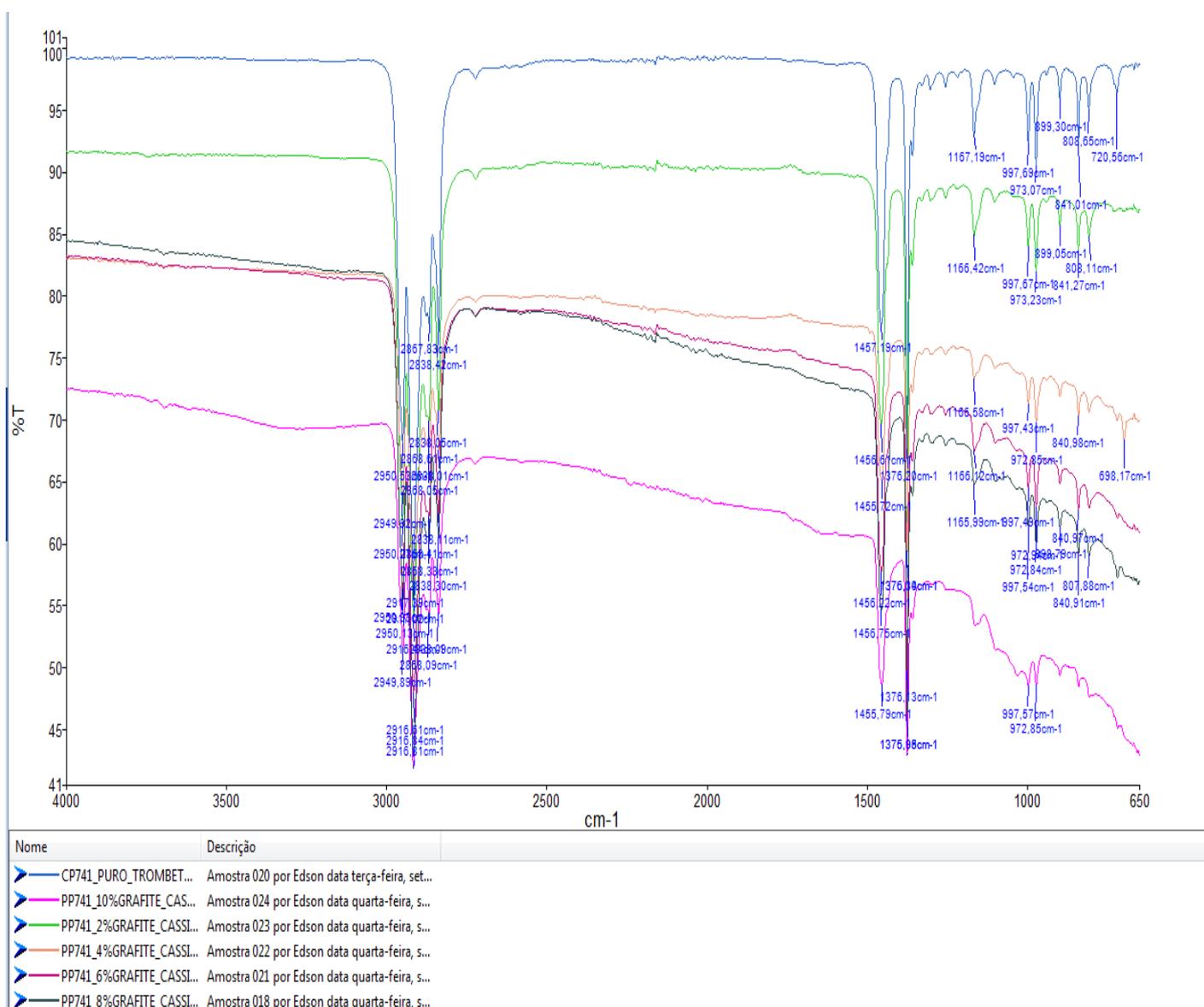
A execução do ensaio de fluidez segue norma ASTM D 1238 com o auxílio de equipamento Plastômetro Instron. Para o experimento, foi elevada a temperatura até 230 °C, aguardado por 4 minutos até estabilizar a temperatura, e após as amostras foram inseridas no equipamento coletando os dados a cada um minuto. Processo foi repetido para todas as amostras desenvolvidas, foram coletadas 10 amostras cada composição avaliada.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER ATENUADA

No Anexo A até o G apresentados descreveu-se as bandas FTIR - ATR obtidas em cada amostra e suas determinações, o resultado dos espectros FTIR - ATR das amostras desenvolvidas foram apresentados na figura 4 descrevendo as bandas FTIR - ATR obtidas em cada amostra e suas determinações.

Figura 4: Análise de banda através do método de FTIR-ATR para as composições



Fonte: Autor ,2019.

Segundo Silverstein, Webster e Kielme (2005) as bandas de absorção características do PP ocorrem em 2900 cm^{-1} com deformação axial CH, 1465 cm^{-1} com deformação angular CH_2 , 1450 cm^{-1} com deformação angular assimétrica CH_3 , 1375 cm^{-1} com deformação angular simétrica do CH_3 , 1167 cm^{-1} com deformação angular do CH_3 e 890 cm^{-1} com estiramento dos grupos C-H. Na figura 4, observa-se as bandas entre 2838 cm^{-1} a 2950 cm^{-1} correspondendo ao estiramento dos grupos C-H, CH_2 , CH_3 . As bandas visualizadas entre 1375 cm^{-1} a 1457 cm^{-1} correspondem à deformação angular do grupo CH_3 . O estiramento das ligações carbono pode ser observado em 1165 cm^{-1} e as deformações observadas em 970 cm^{-1} a 990 cm^{-1} correspondem ao estiramento das duplas ligações do anel aromático.

Em seus estudos, Lima *et. al.* (2011) observam que o polipropileno apresentou bandas de C-H localizadas entre 2850 cm^{-1} e 2980 cm^{-1} e a deformação angular dos grupamentos metilas CH_3 foi encontrada na região de 1354 a 1460 cm^{-1} . A banda situada na região de 1167 cm^{-1} foi referenciada como estiramento das ligações C-C, enquanto a deformação angular dos grupos CH foi identificada em 890 cm^{-1} . A presença de uma estrutura cíclica de 5 carbonos foi considerada responsável pela banda a 850 cm^{-1} e pelo alargamento do pico em 1440 cm^{-1} .

Duarte (2010), apresenta em seu estudo resultados que demonstram a interferência do aumento de carga em um experimento, que o aumento de cargas por sua vez acaba por interferir na transmitância, nesta situação o autor atribui à alteração no espectro de na análise de FTIR - ATR devido à diminuição da cristalinidade do material, . No presente trabalho, foi evidenciada a alteração na cristalinidade através das análises de DSC das amostras, em que quanto maior o percentual de carga adicionado a matriz polimérica menor a cristalinidade, o que corrobora com a afirmação de Duarte (2010). Ao analisar os espectros FTIR - ATR das amostras conforme figura 4 evidenciou-se também a redução dos índices do % de transmitância ao aumentar a concentração de grafite.

4.2 TERMOGRAVIMETRIA TGA

A Tabela 15 a apresenta os resultados de TGA realizados para determinar o percentual de grafite incorporados em cada composição formulada, uma vez se tratando de uma incorporação mecânica pode haver eventuais perdas durante o processo devido a falta de controle durante o processo de homogeneização do polímero do o grafite. Método utilizado também por (PREVEDELO, 2014) que utilizou o método de TGA, para determinar o % residual adicionado a matriz, polimérica, encontrando também divergências nos percentuais adicionados ao polímero, porem este atribui esta variação devido a realização de apenas uma queima cada amostragem, e não coletando uma media, o que reduziria a variação segundo o autor.

Tabela 8 – Analise residual do grafite através de TGA

Analise de TGA

Descrição da amostra	Peso da amostra (Gr)	Peso residual da amostra (Gr)
100% PP CP 741	8,189	0,00
98% PP CP 741 + 2% Grafite	4,735	0,10
96% PP CP 741 + 4% Grafite	4,801	0,20
94% PP CP 741 + 6% Grafite	4,584	0,27
92% PP CP 741 + 8% Grafite	6,242	0,48
90% PP CP 741 + 10% Grafite	7,808	0,73

Fonte: Autor, 2019.

Para as amostragens experimentadas, pode ser observado que o método de homogeneização apresentou um índice para a incorporação do grafite próximo dos percentuais pré-estabelecidos para os experimentos. No percentual de 2 % de grafite houve um aglomerado de 2,05%, 4 % de grafite houve um aglomerado de 4,19%, 6 % de grafite houve um aglomerado de 5,79%, 8 % de grafite houve um aglomerado de 7,69 %, 10 % de grafite houve um aglomerado de 9,40%. Pode ser observado que para os percentuais estipulados e adicionado ao PP apresentaram uma pequena variação do percentual estipulado para o percentual incorporado na matriz polimérica, porem quanto maior a quantidade de grafite adicionada ao PP, o Percentual incorporado apresenta uma maior variação, corroborando que o grafite atuou

como lubrificante dificultando a homogeneização do composto desenvolvido.

4.3 CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA DSC

A Tabela 16 apresenta os resultados de temperaturas de transição e calor de reação (ΔH) obtida em cada amostra.

Avaliando os resultados da Tabela 15 observa-se que a amostra 100% PP CP 741 apresentou temperatura de fusão (T_m) de 167,43°C, temperatura de cristalização (T_c) de 118,65°C e percentual de cristalização (x_c) de 42,3 %. Melo et. al. (2013, p. 5) encontraram resultados similares aos observados na análise.

Tabela 9 - Temperaturas de transição identificadas na análise de DSC

Descrição da amostra	Temperatura de fusão (T_m) (°C)	Temperatura de cristalização (T_c) (°C)	Entalpia (ΔH)	Fração de cristalinidade (x_c) (%)
100% PP CP 741	167,43	118,62	87,52	42,3
98% PP CP 741 + 2% Grafite	165,73	119,62	77,98	37,7
96% PP CP 741 + 4% Grafite	157,21	121,32	74,19	35,8
94% PP CP 741 + 6% Grafite	165,90	126,74	14,79	7,1
92% PP CP 741 + 8% Grafite	165,91	126,69	12,56	6,1
90% PP CP 741 + 10% Grafite	166,36	127,09	14,90	7,2

Fonte: O autor.

A adição de grafite em todas as suas variações, apresentaram resultados crescentes de T_m (157,21°C a 166,36°C) e T_c (119,62°C a 127,09, °C), já a cristalinidade apresentou resultados decrescente com o aumento da concentração de grafite, mas observa-se que a amostra com 4% de grafite não apresentou o comportamento esperado, resultados semelhantes foram obtidos por (MILANI et al, 2015), onde atribuíram que as variações devem ocorrer, pois quando o grafite entra em contato com as imperfeições presentes na matriz, favorecem a formação de cristais menores.

No que se refere à cristalinidade, esta apresentou resultados decrescentes ao aumentar a concentração de grafite. Observa-se que a adição de 2% e 4% de grafite resultaram em uma variação média de aproximadamente 12% em relação a amostra 100% PP CP 741, também mesmo encontrado por Montagna (2010), que atribui esta redução a presença

de pequenas quantidades de carga as quais contribuem para reorganização morfológica do polímero. Para os percentuais de 6%, 8% e 10% de grafite houve uma redução drástica do percentual de cristalização que segundo Montagna (2010), este feito ocorre devido à presença de proporções de grafite maiores do que o usual, o que provoca um maior grau de agregação entre as partículas de grafite impedindo a mobilidade das cadeias poliméricas e consequentemente desfavorecendo sua organização.

4.4 INDICE DE FLUIDEZ

A Tabela 17 apresenta os valores de índice de fluidez das amostras em análise.

Tabela 10 - Índice de fluidez

Descrição da amostra	Índice de Fluidez médio (g.10 min ⁻¹)	Índice de fluidez Amostra / fabricante diferença (%)	Desvio padrão
100% PP CP 741 dados fabricante	0,8	0%	
100% PP CP 741 testado	0,75	-6%	0,001
98% PP CP 741 + 2 % grafite	1,29	61%	0,004
96% PP CP 741 + 4 % grafite	2,60	225%	0,010
94% PP CP 741+ 6 % grafite	3,27	308%	0,012
92% PP CP 741 + 8 % grafite	2,52	215%	0,005
90% PP CP 741 +10 % grafite	1,39	74%	0,002

Fonte: O autor.

Na Tabela 17 observa-se um pequeno aumento na fluidez ao adicionar 2% de grafite foi considerada insignificante. Nas amostras onde o grafite foi adicionado, também se observa o aumento do índice de fluidez, porém em percentuais significativos, que variam de 61% a 308%. Conforme relatado por Silva (2017), o grafite tem propriedades lubrificantes influenciando diretamente na fluidez do composto polimérico.

Os valores do Índice de Fluidez (MFI) aumentam para as amostras com até 6% de adição de grafite. Ao adicionar 8% e 10% de grafite observou-se um decréscimo nos resultados obtidos, isso ocorre possivelmente devido ao se atingir o índice de saturação de grafite em polipropileno. O mesmo comportamento foi observado por (Machado et. al. 2009), o qual relata que a

adição crescente de cargas nas matrizes poliméricas diminui o índice de fluidez consideravelmente, pois quanto maior a carga adicionada maior a viscosidade do material necessitando mais força para a execução da conformação de peças durante os processos de fabricação.

4.5 CONDUTIVIDADE TÉRMICA

A Tabela 18 apresenta os valores resultantes de condutividade térmica das amostras em análise utilizando o método termopar para coleta de dados.

Tabela 11 - Análise de condutividade térmica das amostras

TABELA DE ANALISE DA CONDUTIVIDADE TÉRMICA			
AMOSTRA	RESULTADOS		
	(W/(m.K) ⁻¹)	Incremento do aumentado de condutividade (%)	Desvio padrão
100% PP CP 741	0,29	0%	0,03
98% PP CP 741, 2 % grafite	1,74	500%	0,02
96% PP CP 741, 4 % grafite	2,36	714%	0,02
94% PP CP 741, 6 % grafite	3,26	1024%	0,04
92% PP CP 741, 8 % grafite	3,75	1193%	0,04
90% PP CP 741, 10 % grafite	4,59	1483%	0,03

Fonte: O autor.

O polipropileno utilizado na pesquisa, tem com referencia teórica o valor de condutividade de 0,25 W.(m.K)⁻¹, no entanto o valor medido foi de 0,29 W.(m.K)⁻¹. A diferença de 14% se deve, possivelmente, pela presença de algum aditivo ou umidade.

Na Tabela 18 observa-se o aumento da condutividade térmica de forma proporcional ao aumentar o percentual de grafite, com valores de 1,74 W. (m.K)⁻¹ até 4,59 W.(m.K)⁻¹. Tekce (2007) atribui o aumento da condutividade térmica à adição de material particulado condutor ao polímero modificando a sua condutividade térmica final, mesmo que para outros polímeros tais com o polietileno entre outros mais.

Prevedello (2014) utilizou o polipropileno CP141, com a adição de 10% de grafite e obteve um aumento de 47% na condutividade térmica ligando a condutividade térmica com a adição de um compósito condutor junto a matriz poliméricas, no seu caso o autor atribui também que quanto maior a partícula

condutiva, maior a possibilidade de aproximação favorecendo também a condutividade térmica do material formulado . Marinho (2014), estudou a adição de nanografite juto a uma matriz polimérica de epóxi, onde obteve um aumento na condutividade térmica na casa dos 57% em relação ao polímero, atribuindo este comportamento ao nanografite, pois ao adicionar uma carga condutora acaba se por aumentar a condutividade térmica de acordo com o material adicionado, fato corroborado por Ferreira (2007) que estudou a adução de alumina em polietileno de alta densidade, onde este atribui, que ao adicionar um material condutor, a uma matriz polimérica, modifica se o volume e também a condutividade da matriz analisada, condutividade que estará relacionada a capacidade de dissipação térmica do material adicionado para formação do novo compósito.

4.6 PROPRIEDADES MECÂNICAS

As propriedades mecânicas das amostras em análise foram avaliadas com o objetivo de identificar se apresentaram comportamento mecânico fundamental para um bom desempenho na aplicação.

4.6.1 Dureza e resistência ao impacto

Os resultados das propriedades de dureza e resistência ao impacto estão descritas na Tabela 19.

Tabela 12 - Propriedades mecânicas de dureza e resistência ao impacto

<i>Descrição da amostra</i>	<i>Dureza (shore d) médio</i>	<i>Desvio padrão Dureza (shore D)</i>	<i>Aumento dureza (Shore D) (%)</i>	<i>Impacto medio (J)</i>	<i>Desvio padrão (impacto)</i>	<i>Aumento Impacto (%)</i>
100% PP CP 741	71,0	0,19	0%	3,14	0,02	0%
98% PP CP 741, 2 % GRAFITE	77,3	0,19	9%	3,19	0,03	2%
96% PP CP 741, 4 % GRAFITE	77,8	0,15	10%	3,24	0,03	3%
94% PP CP 741, 6 % GRAFITE	78,5	0,14	11%	3,26	0,02	4%
92% PP CP 741, 8 % GRAFITE	85,6	0,13	21%	3,39	0,02	8%
90% PP CP 741, 10 % GRAFITE	80,4	0,14	13%	2,98	0,07	-5%

Fonte: O autor.

A resistência ao impacto nas amostras com adição de grafite aumentou gradativamente, com exceção da amostra com adição de 10% de grafite, tornando - se menos resistente que a amostra de referência 100% PP CP 741. Alves (2018), ao estudar misturas de polipropileno com adição de alumina, observou que suas amostras apresentavam um aumento de resistência ao impacto até um percentual de 4,8% de alumina, após este percentual as propriedades apresentaram perdas, associando o fenômeno a formação de aglomerados que atuam como concentradores de tensão, fragilizando o material.

Os testes de dureza apresentaram um comportamento similar ao ensaio impacto, onde o aumento da dureza é proporcional ao aumento da concentração de grafite até um percentual de 8%, onde com 10 % ocorre redução da dureza, provavelmente devido a saturação, conforme relatado por Kumar e Singh (2013) e Alves (2018)

Milani et. al. (2015), avaliou o grafite em nano placas, concluindo que quanto maior a adição de grafite se obtém maior dureza no material, aumentado conseqüentemente a resistência a tração do polipropileno. No caso da amostra 90% PP CP 741 + 10% Grafite ter apresentado uma redução na dureza, este fator está atribuído a saturação de grafite na amostra (KUMAR; SINGH (2013).

4.6.2 Tração e alongamento

Os resultados da propriedade mecânica de alongamento estão apresentados na Tabela 20.

Tabela 13 - Propriedade mecânica de alongamento das amostras em análise

<i>Descrição da amostra</i>	<i>Alongamento médio (%)</i>	<i>Desvio padrão alongamento</i>	<i>Aumento no alongamento em relação a amostra 100% PP CP 741 (%)</i>
100% PP CP 741	133	1,67	0%
98% PP CP 741, 2 % GRAFITE	160,482	2,84	21%
96% PP CP 741, 4 % GRAFITE	248,45	0,43	87%
94% PP CP 741, 6 % GRAFITE	278,26	0,63	109%
92% PP CP 741, 8 % GRAFITE	126,96	1,41	-5%
90% PP CP 741, 10 % GRAFITE	82,444	1,75	-38%

Fonte: O autor.

Pode ser observado que existe uma variação crescente na propriedade de alongamento para as amostras de polipropileno com até 6% de grafite adicionado, após as propriedades de alongamento decaem. Milani (2015) em seu experimento com adição de grafite ao polipropileno obteve resultados satisfatórios na propriedade de alongamento, até uma concentração de 4,8% de grafite após, as propriedades decaíram. O autor atribui a redução desta propriedade ao aumento da rigidez do polímero ao aumentar o percentual de carga.

Os resultados da propriedade mecânica de resistência à tração estão apresentados na Tabela 21.

Tabela 14 - Propriedade mecânica de resistência à tração das amostras em análise

Descrição da amostra	Resistência à tração média (MPa)	Desvio padrão resistência a tração	Aumento da resistência à tração em relação a amostra 100% PP CP 741 (%)
100% PP CP 741	24,00	0,32	0%
98% PP CP 741, 2 % GRAFITE	27,00	0,32	12%
96% PP CP 741, 4 % GRAFITE	28,45	0,33	19%
94% PP CP 741, 6 % GRAFITE	28,72	0,11	20%
92% PP CP 741, 8 % GRAFITE	25,95	0,11	8%
90% PP CP 741, 10 % GRAFITE	25,04	0,13	4%

Fonte: O autor.

No ensaio de tração obtiveram-se resultados similares às propriedades de alongamento, com aumento da resistência à tração ao aumentar o % de carga, porém, obtiveram-se resultados com um comportamento similar as propriedades de alongamento para as composições com grafite, o que pode ser observado ainda e que para a resistência mecânica deste material, em todos os casos foram alcançados resultados acima das propriedades do polímero em seu estado natural. (MILANI et al, 2013),

(MILANI et al, 2015), avaliou que conforme aumenta a quantidade de adição de grafite em nano placas, obtém se uma dureza maior, aumentando consequentemente resistência a tração do polipropileno copolímero.

Para (ROSEHR et. al, 2017), o aumento considerável das propriedades mecânicas do polímero se dá pela compatibilidade da matriz polimérica para

com os compostos adicionado a ela, fazendo com que eleve suas propriedades, e explica ainda que a queda das propriedades, se da com o aumento da rigidez do polímero, ocasionado pelo o aumento da carga adicionada a matriz polimérica fundamentada por (KUMAR e SINGH, (2013), sobre a saturação do polímero afeta significativamente as propriedades dos polímeros.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

As técnicas de ensaios utilizadas para analisar o experimento, proporcionaram mapear algumas das propriedades desejadas para avaliar as novas composições sugeridas com a adição de Grafite natural em pó junto ao PP CP 741, obedecendo a testes que proporcionara evidenciar a evolução dos resultados de acordo com os testes sugeridos.

Os resultados encontrados para as propriedades mecânicas apresentaram um comportamento similar, em todos os testes realizados, em que nas amostras com o grafite natural, obtém-se um aumento das propriedades. Para o grafite observou-se que a concentração de 6% e o limite de adição ao polipropileno, acima deste percentual os resultados apresentam um comportamento decrescente.

Nos ensaios de FTIR-ATR, foi possível evidenciar a interferência do grafite nos resultados da Transmitância, pois com o aumento da concentração ocorria à distorção da resolução, logo esta análise não é conclusiva.

O índice de fluidez mostrou uma evolução similar ao comportamento das propriedades mecânicas de dureza, impacto, Alongamento e resistência a tração, onde percebe-se a adição de grafite de 2% a 8% ocorre um aumento linear, já para a amostra de 10% ocorre uma redução das propriedades e do índice de Fluidez sugerindo que se atingiu o ponto de saturação de grafite no polipropileno.

A temperatura de cristalização das amostras analisadas em DSC apresentou uma tendência de crescimento para todas as composições de grafite, possivelmente este comportamento se deve a boa dispersão do grafite na matriz polimérica. A cristalinidade das amostras foi reduzida ao aumentar o teor de carga, possivelmente porque o grafite apresentou características lubrificantes, dificultando a formação dos cristais na cadeia.

A análise de condutividade térmica apresentou uma tendência ao crescimento conforme aumentado a concentração de grafite, devido ao grafite ser considerado um material condutor o que era esperado.

O objetivo inicial do estudo foi o de obter-se um polímero com característica de condução térmica proporcionando uma maior possibilidade de

aplicação na indústria sendo ela, metal mecânico, química ou até mesmo alimentícia, porém mesmo resultados promissores apresentando um aumento na condutividade térmica a pesquisa evidenciou algumas deficiências, para as propriedades mecânicas do compósito desenvolvido fazendo que com estes resultados, não seja viável a sua aplicação prática na indústria, entretanto, o estudo foi de importância, por que pode abrir espaço para mais estudos e para a utilização do polipropileno com grafite outros segmentos industriais que desejam um polímero com características de condutividade térmica e não somente isolante térmico que é o caso dos polímeros usados na indústria.

6 TRABALHOS FUTUROS

Estudar a interferência da condutividade térmica do grafite num percentual de 6% pois verificou-se que acima deste percentual o polímero começa a perder propriedades mecânicas sendo necessário encontrar o ponto de equilíbrio para a saturação do compósito. Identificou-se a necessidade da realização de um ensaio de microscopia eletrônica para avaliar a dispersão das cargas. Outro ponto a ser analisado é a adição de grafite esfoliado ao PP, com o objetivo de reduzir o percentual de grafite possibilitando alcançar índices melhores para a suas propriedades mecânicas e térmicas.

A indústria automobilística é uma das áreas de grande potencial para aplicação, onde o PP é um dos polímeros mais utilizados na fabricação de peças do interior dos veículos, adequando às composições estudadas para aplicação em componentes expostos ao calor, podendo atuar como dissipadores de calor.

Avaliar a toxicidade do material desenvolvido, possibilitado a sua disponibilidade também para a indústria alimentícia, atendendo a uma das expectativas desta pesquisa.

REFERÊNCIAS

ADLOO, A. et al. High performance polymeric bipolar plate based on polypropylene/ graphite/graphene/nano-carbon black composites for PEM fuel cells, **Renewable Energy**, 2016.

AFFONSO, C. O.; SASSI, R. J. Aplicação de redes Neuro Fuzzy ao processamento de peças automotivas por meio de injeção de polímeros, **Production**, São Paulo: 2012.

ALEXANDRE, U.; TIMÓTEO, G. A. V.; RABELLO, M. S. Efeito de Plastificantes à base de Poliisobutenos nas Propriedades Físicas e Mecânicas do Polipropileno. **Polímeros**, p.1-5, 2013.

ALVES, A. M. et al. Influência da alumina sintetizada por reação de combustão nas propriedades de compósitos com matriz de polipropileno, **Revista matéria**, ISSN 1517-7076, Campina Grande: 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard Test Method for Transition Temperatures of Polymers By Differential Scanning Calorimetry** : D 3418 – 99 1. 1995.

_____. **Standard Test Method for Thermal Conductivity of Solids by Means of the Guarded- Comparative-Longitudinal Heat Flow Technique**: E 1225 – 04. 2004.

_____. **Standard test methods for determining the Izod pendulum impact resistance of plastics –method A**: D256-97. 2000.

_____. **Standard Test Methods for Vulcanized Rubber and Thermoplastic Elastomers-Tension**: ASTM D412 – 97. 1995.

_____. **Standard test method for tensile properties of plastics**: D638-99. v. 08.01. 2000.

_____. **Standard Test Method for Melt Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion Plastometer**: D-1238-10. 2010.

BANNACH. et. al, Efeitos da história térmica nas propriedades do polímero pet: um experimento para ensino de análise térmica, **Revista Química nova**, Vol. 34, 2011.

BRASKEM. **Boletim técnico**. Produto: Polipropileno CP 741. Disponível em: www.braskem.com.br/cms/Principal/produto/download?id...folhadados. Acesso em: 20/04/2017.

BUENO, M. J. **Propriedades eletrônicas de Grafeno Com Defeitos**. Tese (Doutorado). Departamento de Física, Centro de Ciências Exatas e da Natureza da Universidade Federal da Paraíba , João Pessoa: 2011.

CANEVAROLO, J. S. V. **Ciencia dos Polimeros, um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. 2. ed., São Paulo: Artliber, 2006.

DAI, D.; FAN, M. Wood fibres as reinforcements in natural fibre composites: structure, properties, processing and applications, **Science direct**, 2014.

DIETRICH O. Hummel, Atlas of Plastics Additives - Analysis by Spectrometric Methods, ISBN 3-540-42414-8, **Springer-Verlag Berlin Heidelberg**, New York, 2002.

DUARTE, A. C. P. **Síntese do zeólito VS-1 através de aquecimento em estufa convencional e micro-ondas**. Tese (Mestrado), Faculdade de Ciências Químicas, Universidade Complutense de Madrid, Espanha: 2010.

FAEZ, R. et al. A descoberta da propriedade. **Química Nova**, p.01, 2000.

FERREIRA, Paulo Sérgio Almeida, **Homogeneização de Propriedades Termoelásticas de Materiais Compósitos**. Dissertação, Mestre em Engenharia Mecânica, Universidade de Aveiro, 2007.

FERREIRA, C. I. **Nanocompósitos para Grafite: Obtenção e Propriedades**. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre: 2008.

FERREIRA, C. I. **Preparação e Caracterização de Nanocompósitos PP / Grafite Esfoliado**. 2012. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre: 2012.

FIM, F. C. et al. Comparação entre Nanocompósitos de Polietileno/ Nanotubos de Carbono e Polietileno/Nanolâminas de Grafeno Obtidos por Polimerização *In Situ*, **Polímeros**, v. 24, n. 3, 2014.

FRANÇA, E.; DALL'ANTONIA, L. H., Novos compósitos de polianilina e exopolissacarídeos com aplicações em biomateriais. **Seminário: Ciências Exatas E Tecnológicas**, 2007.

FU, S. et al. Fabrication of exfoliated graphene-based polypropylene nanocomposites with enhanced mechanical and thermal properties. **Polymer**, 2011.

GALVÃO, A. C. P. **Obtenção e caracterização de um compósito de poliuretano de mamona e pó de vidro para aplicações em isolantes térmicos**. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Norte. 2014.

GHENO, G. **Preparação de nanolâminas de grafite e síntese de nanocompósitos de polianilina**. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-

Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais, .Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre: 2010.

GORDON, S. M. et al. Identification of a novel lipid binding motif in apolipoprotein B by the analysis of hydrophobic cluster domains. **Biochimica et Biophysica Acta (BBA) – Biomembranes**, 2016.

GORNI, A. Introdução aos plásticos. **Revista Plástico Industrial**. 2003.

GUIMARÃES, M. J. O. C, JESUS, K. A., FREIRE, E. Análise da Cadeia Produtiva do Grafeno. **Revista Espacios**. v. 35, nº 12. 2014.

GUO, Z. et al. Poly(propylene) / Graphene nanoplatelet nanocomposites: Melt rheological behavior and thermal, electrical, and electronic properties. **Macromolecula. Chemistry Physics**. 2011.

HAGE, J. E., Aspectos Históricos sobre o Desenvolvimento da Ciência e da Tecnologia de Polímeros. **Polímeros: Ciência E Tecnologia**. 1998.

HAN et al., Assistant Examine-Alan, conductive polymers formed from conjugated backbone polymers other publications Doped with non-oxidizing protonic acids. **Patent**, nº 5,185,100, Units States: 1993.

HONGJUN, C. et al. Structure and Properties of Impact Copolymer Polypropylene. II. Phase Structure and Crystalline Morphology. **Journal of Applied Polymer Science**, vol. 71, p103–113. 1999

INCOMPLAST. **Polipropileno PP**. Disponível em: <http://www.incomplast.com.br/polipropilenopp>. Acesso em 20/07/2017.

INSTITUTO NACIONAL DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA EM MATERIAIS DE CARBONO (INTC). **Nano carbono**. 2010.

IRESTAL. **Ficha Técnicas**. Produto: aço inoxidável. Disponível em: <http://www.irestal.com/services/technical-tables>. Acesso em: 25/08/2017.

KALNIN, J. L., FILHO, N. C.; CASTRO, J. E. E. Análise estratégica para implantação de empresas de pequeno porte: cervejarias artesanais, **Revista produção Online**, ISSN 1676 – 1901, v. 2, nº 1, 2002.

KUMAR ,V.; SINGH, A. Polypropylene Clay Nanocomposites, **Polymer Composites**, 2013.

LIMA, A. F. et al. Síntese e Caracterização de Copolímeros de Propeno com 1-Hexeno e 1,5-Hexadieno, **Revista Polímeros**, 2011.

MACHADO M. L. C. et al. Estudo das Propriedades Mecânicas e Térmicas do Polímero Poli-3-Hidroxibutirato (PHB) e de Compósitos PHB/Pó de Madeira, **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, Departamento de Engenharia de Materiais,

Mackenzie: 2009.

MARCAS, P. Y. **Método para producir material de polipropileno, y material de polipropileno**, 2016.

MARGOLIN A. et al. Effects of graphene on thermal oxidation of isotactic polypropylene, **Polymer Degradation and Stability**. 2018.

MARK, J. E. **Polymer Data Handbook**. University OF Cincinnati:1998.

MARINHO, ANTONIO CALMON DE ARAÚJO, Efeito da adição de grafite expandido por microondas nas propriedades térmicas, elétricas e mecânicas de nanocompósitos de matriz epóxi, Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Norte. 2014.

MELO, T. J. A. et al. Blendas de PP/PA6: efeito da concentração de PA6 e compatibilizantes reativos nas propriedades mecânicas, térmicas e morfológicas, **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, 2013.

MENDES, J. U. L.; BARRETO F. M.; CUNHA, R. A. D. Análise térmica de um eco compósito de poliuretano de mamona com rejeito de madeira. **Holos**, Ano 32, v. 7. 2016.

MILANI, M. A. et al. Polypropylene/graphene nanosheet nanocomposites by in situ polymerization: Synthesis, characterization and fundamental properties, **Composites Science and Technology**, 2016.

MILANI, M. A. et al. Synthesis, characterization and properties of poly(propylene-1-octene)/graphite nanosheet nanocomposites obtained by in situ polymerization. **Polymer**, 2015.

MONTAGNA, L. S. et al. Síntese de Nanocompósitos de Polipropileno/Grafite obtidos por meio da Polimerização *in situ*. **19º Congresso brasileiro de Engenharia e Ciências do Materiais CBECmat**, Campos do Jordão: 2010.

NASCIMENTO, U. A. et al. Efeito de Plastificantes à base de Poliisobutenos nas Propriedades Físicas e Mecânicas do Polipropileno. **Elsevier**, 2013.

OLIANI, W.L. et al. Estudo da formação de géis em polipropileno modificado por irradiação gama, **19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECIMAT**, Campos do Jordão: 2010.

PAOLI, Marco – A de., ZOPPI, Rita Aparecida. Aplicações Técnicas de Polímeros Intrincadamente Condutores: Perspectivas Atuais, **Química Nova**, Instituto de Química – UNICAMP, Campinas 1993.

PRADO, A.C. et al. Caracterização Térmica de Materiais Obtidos por Compactação de Grafite Expandida, **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v. 29 - nº2, São José do Campos: 2010.

PREVEDELLO, A. L. A. **Estudo das Propriedades Térmicas e da Cinética de Cristalização de Compósitos de Polipropileno com Grafite e Negro de fumo**. Dissertação (Mestrado). Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre: 2014.

RODRIGUES, P. C. **Síntese, caracterização, e correlações Estrutura / Propriedades de redes mistas de polianilina / poliuretano com arquitetura molecular pré-desenhada**. Tese (Doutorado). Setor de Ciências Exatas – Programa de Pós-Graduação em Química do Departamento de Química, Universidade Federal do Paraná, Curitiba: 2004.

ROSEHR, A.; GRIEBE, D.; LUINSTRA, G. A. Graphite nanosheets - polypropylene composites from in toluene delaminated graphite using atactic polypropylene as dispersant, **Elsevier**, 2017.

SANTOS, W. N.; SOUSA, J. A.; GREGORIO, R. Thermal conductivity behaviour of polymers around glass transition and crystalline melting temperatures. **Elsevier**, 2013.

SILVA, R. I. S. **Influência do teor de grafeno nas propriedades do polipropileno isotático**, Dissertação (Mestrado). Engenharia do Ambiente, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Coimbra: 2017.

SILVERSTEIN, R. M., WEBSTER, F. X., KIEMLE, D. J. **Spectrometric Identification of Organic Compounds**. 7. ed., São Paulo: 2005.

SHOCKMETAIS. **Propriedades Físicas do Cobre**. Disponível em: <http://www.shockmetais.com.br/especificacoes/cobre/pfis>. Acesso em: 25/08/2017.

SHOCKMETAIS. **Propriedades Físicas do Alumínio**. Disponível em: <http://www.shockmetais.com.br/especificacoes/aluminio/pfis>. Acesso em: 25/08/2017.

TEKCE, H. S.; KUMLUTAS, D.; TAVMAN, I. H. Effect of Particle Shape on Thermal Conductivity of Copper Reinforced Polymer Composites. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, v. 26, n. 1, 2007.

VELASCO, J.J. et al. The effect of filler type, morphology and coating on the anisotropy and microstructure heterogeneity of injection-moulded discs of polypropylene filled with aluminium and magnesium hydroxides. Part 2. A wideangleX-ray diffraction study. **Polymer**. v. 43, 2002.

WASCHBURGER, M. R. **Compósito de Polipropileno com Nanocarga** Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre: 2006.

ZARBIN, A. J. G. A obtenção dos polímeros condutores, com exceção do poliacetileno, é bastante simples, sendo o método eletroquímico, **Elsevier**, 2000.

ZHANG, Xi, ALLOUL, Ouassima, HE, Qingliang, ZHU, Jiahua, VERDE, Michael Joseph, LI, Yutong, WEI, Suying, GOO, Zhanhu, Strengthened magnetic epoxy nanocomposites with protruding nanoparticles on the graphene nanosheets, **Polymer**, 2013.

ANEXOS A - ATRIBUIÇÃO DAS BANDAS FTIR-ATR DA AMOSTRA 100% PP CP 741

Número de onda (cm^{-1})	Composição da banda	Causa do evento
2950,19	$\text{CH}_2, \text{CH}_3 - 2960 - 2850 \text{ cm}^{-1}$	Deformação axial CH_2, CH_3
2917,63	$\text{CH}_2, \text{CH}_3 - 2960 - 2850 \text{ cm}^{-1}$	Deformação axial CH_2, CH_3
2868,19	C-H	Deformação axial de C-H
2838,51	C-H	Deformação axial de C-H
1457,75	CH_3	Bandas fortes devido a deformação axial assimétrica e simétrica respectivamente
1376,24	CH_3	Bandas fortes devido a deformação axial assimétrica e simétrica respectivamente
1167,2	C-H – 1150 cm^{-1}	C-O (deformação axial) de alcoóis e fenóis. Formação de álcool terciário
997,84	C-H	Deformação angular de C=C-H
973,23	$\text{RCH}=\text{CH}_2, \text{C-H}$	$\text{RCH}=\text{CH}_2, \text{C-H}$ deformação angular fora do plano (bandas fortes). A deformação angular C=C aparece a 1655 cm^{-1}
899,64	C-H	Para as bandas fortes. A deformação axial da ligação C=C aparece a 1655 cm^{-1}
808,85	CH_2	CH_2 adjacentes. Normalmente aparece na faixa de 820 a 800 cm^{-1} contínua
720,15	CH_2	Deformação angular

Fonte: O autor.

ANEXOS B - ATRIBUIÇÃO DAS BANDAS FTIR-ATR DA AMOSTRA 90% PP CP 741 + 10% GRAFITE

Número de onda (cm ⁻¹)	Composição da banda	Causa do evento
2949,89	CH ₂ , CH ₃ 2960 – 2850 cm ⁻¹	Deformação axial CH ₂ , CH ₃
2916,81	CH ₂ , CH ₃ 2960 – 2850 cm ⁻¹	Deformação axial CH ₂ , CH ₃
2868,09	C-H	Deformação axial de C-H
2838,09	C-H	Deformação axial de C-H
1455,79	CH ₃	Bandas fortes devido a deformação axial assimétrica e simétrica respectivamente
1375,98	CH ₃	Bandas fortes devido a deformação axial assimétrica e simétrica respectivamente
1162,8	C-H – 1150 cm ⁻¹	C-O (deformação axial) de alcoóis e fenóis. Formação de álcool terciário
972,85	RCH=CH ₂ , C-H	RCH=CH ₂ , C-H deformação angular fora do plano (para bandas fortes). A deformação angular C=C aparece a 1655 cm ⁻¹
901,92	C-H	Apenas para as bandas fortes.
808,94	CH ₂	CH ₂ adjacentes. Normalmente aparece na faixa de 820 a 800 cm ⁻¹ contínua
718,98	CH ₂	Deformação angular

Fonte: O autor.

ANEXOS C - ATRIBUIÇÃO DAS BANDAS FTIR-ATR DA AMOSTRA 92% PP CP 741 + 8% GRAFITE

Número de onda (cm^{-1})	Composição da banda	Causa do evento
2950,13	CH_2, CH_3 2960 – 2850 cm^{-1}	Deformação axial CH_2, CH_3
2916,84	CH_2, CH_3 : 2960 – 2850 cm^{-1}	Deformação axial CH_2, CH_3
2868,33	C-H	Deformação axial de C-H
2838,30	C-H	Deformação axial de C-H
1455,75	CH_3	Bandas fortes devido a deformação axial assimétrica e simétrica respectivamente
1376,05	CH_3	Bandas fortes devido a deformação axial assimétrica e simétrica respectivamente
1165,99	C-H – 1150 cm^{-1}	C-O (deformação axial) de alcoóis e fenóis. Formação de álcool terciário
997,54	C-H	Deformação angular C=C-H
972,84	$\text{RCH}=\text{CH}_2, \text{C-H}$	$\text{RCH}=\text{CH}_2, \text{C-H}$ deformação angular fora do plano (para bandas fortes). A deformação angular C=C aparece a 1655 cm^{-1}
898,79	CH_2	Apenas para as bandas fortes.
807,88	CH_2	CH_2 adjacentes. Normalmente aparecem na faixa de 800 cm^{-1} contínua

Fonte: O autor.

ANEXOS D - ATRIBUIÇÃO DAS BANDAS FTIR-ATR DA AMOSTRA 94% PP CP 741 + 6% GRAFITE

Número de onda (cm ⁻¹)	Composição da banda	Causa do evento
2905,33	CH ₂ , CH ₃ – 2960 – 2850 cm ⁻¹	Deformação axial CH ₂ , CH ₃
2916,61	CH ₂ , CH ₃ – 2960 – 2850 cm ⁻¹	Deformação axial CH ₂ , CH ₃
2875,00	CH ₂ , CH ₃ – 2960 – 2850 cm ⁻¹	Deformação axial CH ₂ , CH ₃
2868,411	C-H	Deformação axial de C-H
2838,11	C-H	Deformação axial de C-H
1456,22	CH ₃	Bandas fortes devido a deformação axial assimétrica e simétrica respectivamente
1376,13	CH ₃	Bandas fortes devido a deformação axial assimétrica e simétrica respectivamente
1166,12	C-H – 1150 cm ⁻¹	C-O (deformação axial) de alcoóis e fenóis. Formação de álcool terciário
997,94	C-H	Deformação angular C=C-H
972,94	RCH=CH ₂ , C-H	RCH=CH ₂ , C-H deformação angular fora do plano (apenas para bandas fortes). A deformação angular C=C aparece a 1655 cm ⁻¹
898,93	C-H	Apenas para as bandas fortes.
805,94	CH ₂	CH ₂ adjacentes. Normalmente aparecem na faixa de 800 cm ⁻¹ contínua
718,98	CH ₂	Deformação angular

Fonte: O autor.

ANEXOS E - ATRIBUIÇÃO DAS BANDAS FTIR-ATR DA AMOSTRA 96% PP CP 741 + 4% GRAFITE

Número de onda (cm ⁻¹)	Composição da banda	Causa do evento
2949,92	CH ₂ , CH ₃ – 2960 – 2850 cm ⁻¹	Deformação axial CH ₂ , CH ₃
2917,07	CH ₂ , CH ₃ – 2960 – 2850 cm ⁻¹	Deformação axial CH ₂ , CH ₃
2868,05	C-H	Deformação axial de C-H
2838,01	C-H	Deformação axial de C-H
1455,72	CH ₃	Bandas fortes devido a deformação axial assimétrica e simétrica respectivamente
1376,14	CH ₃	Bandas fortes devido a deformação axial assimétrica e simétrica respectivamente
1300,80	C-H	Bandas associadas com a região cristalina.
1166,58	C-H	C-O (deformação axial) de alcoóis e fenóis. Formação de álcool terciário
997,43	C-H	Deformação angular C=C-H
972,85	RCH=CH ₂ , C-H	RCH=CH ₂ , C-H deformação angular fora do plano (apenas para bandas fortes). A deformação angular C=C aparece a 1655 cm ⁻¹
899,93	CH	Apenas para as bandas fortes.
805,95	CH ₂	CH ₂ adjacentes. Normalmente aparecem na faixa de 800 cm ⁻¹ contínua
718,88	CH ₂	Deformação angular

Fonte: O autor.

ANEXOS F - ATRIBUIÇÃO DAS BANDAS FTIR-ATR DA AMOSTRA 98% PP CP 741 + 2% GRAFITE

Número de onda (cm^{-1})	Composição da banda	Causa do evento
2950,27	$\text{CH}_2, \text{CH}_3 - 2960 - 2850 \text{ cm}^{-1}$	Deformação axial CH_2, CH_3
2916,44	$\text{CH}_2, \text{CH}_3 - 2960 - 2850 \text{ cm}^{-1}$	Deformação axial CH_2, CH_3
2868,61	C-H	Deformação axial de C-H
2838,05	C-H	Deformação axial de C-H
1456,61	C-H	Bandas fortes devido a deformação axial assimétrica e simétrica respectivamente
1376,30	CH_3	Bandas fortes devido a deformação axial assimétrica e simétrica respectivamente
1330,80	CH_3	Deformação axial.
1303,60	C-H	Bandas associadas com a região cristalina
1166,42	$\text{C-H} - 1150 \text{ cm}^{-1}$	C-O (deformação axial) de alcoóis e fenóis. Formação de álcool terciário
997,67	C-H	Deformação angular de $\text{C}=\text{C-H}$
972,85	$\text{RCH}=\text{CH}_2, \text{C-H}$	$\text{RCH}=\text{CH}_2, \text{C-H}$ deformação angular fora do plano (apenas para bandas fortes). A deformação angular $\text{C}=\text{C}$ aparece a 1655 cm^{-1}
899,05	CH	Apenas para as bandas fortes.
808,11	CH_2	CH_2 adjacentes. Normalmente aparecem na faixa de 800 cm^{-1} contínua
724,88	CH_2	Deformação angular.

Fonte: O autor.