

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

Engenharia e Ciência dos Materiais II

SMM 0194

1ª Aula Prática: Identificação de Polímeros

São Carlos, 1º semestre de 2012

Prática: Identificação de Polímeros

Objetivo:

- Identificar amostras de materiais poliméricos através do uso de técnicas laboratoriais simples.

Introdução:

Os polímeros podem ser identificados por meio de diversas técnicas, desde testes mais simples como teste de chama e mesmo análise visual e sensitiva como por meio de técnicas mais sofisticadas como por espectroscopia de infravermelho e de ressonância magnética nuclear e por meio de difração de raio-X. Na presente prática faremos a identificação de polímeros comuns por meio de técnicas muito simples e amplamente acessíveis.

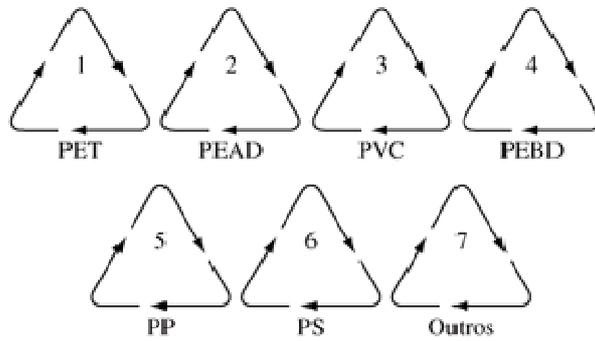
Técnicas Preliminares Simples para Identificação:

A maioria dos polímeros de maior utilização pode ser identificada por meio de códigos. Na Figura 1 são apresentados os respectivos códigos para classificação de polímeros comerciais de ampla utilização. Esses códigos foram criados com o objetivo de facilitar a reciclagem. Contudo, quando a informação de que tipo de polímero se trata não é fornecida, é necessário identificar o material por meio de testes laboratoriais ou mesmo por meio de testes simples. Exemplos de materiais e aplicações são as garrafas para refrigerantes produzidas em tereftalato de polietileno ou poli(etileno tereftalato) (PET); plásticos utilizados para recipientes, tais como embalagens de leite são geralmente polietilenos de alta densidade (HDPE); Garrafas utilizadas para shampoos ou materiais de limpeza são normalmente feitas a partir do cloreto de polivinila (PVC); Sacos plásticos e alguns envoltórios de plástico são geralmente em polietileno de baixa densidade (LDPE).

Na presente prática iremos identificar alguns materiais fornecidos por meio de técnicas simples disponíveis em qualquer laboratório. Para auxiliar na identificação preliminar a observação e a realização de alguns testes simples serão realizados, conforme apresentado na tabela 1.

Em seguida são apresentados os principais testes simples que podem ser utilizados na identificação de polímeros.

Código para classificação de polímeros segundo ABNT NBR 13230.



- 1- PET - Polietileno tereftalato
- 2 - PEAD - Polietileno de alta densidade
- 3 - PVC - Policloreto de vinila
- 4 - PEBD - Polietileno de baixa densidade
- 5 - PP - Polipropileno
- 6 - PS - Poliestireno
- 7 - Outros

Figura 1. Códigos empregados na identificação de polímeros, visando a sua reciclagem, segundo norma ABNT NBR 13239. Extraído de Leda Coltro; Bruno F. Gasparino; Guilherme de C. Queiroz, Revista Polímeros, V. 18, 119, 2008.

Tabela 1 - Tabela para Identificações Preliminares de Plásticos:

Polímero	Aparência	Rigidez	Superfície	Teste de Chama	Observações	Odor	PF (°C)	Densidade
PELD	Transparente/ translúcido	Flexível	ceroso	Azul, vértice amarelo	Goteja como vela	Odor de vela	105	0,89-0,93
PEHD	Transparente/ translúcido	Flexível	ceroso	Azul, vértice amarelo	Goteja como vela	Odor de vela	130	0,94-0,98
PP	Transparente/ translúcido	Semi-rígido	ceroso	amarela,crepita ao queimar,fumaça fuliginosa	Goteja como vela	Odor agressivo	165	0,85-0,92
ABS	Opaco	Semi-rígido	Opaca	amarela,crepita ao queimar,fumaça fuliginosa	Amolece e goteja	Monômero de estireno	230	1,04-1,06
PS	Transparente	Rígido	Vítrea	Amarela com base azul, fumaça neutra	Amolece e goteja, carboniza completamente	Adocicado	-	0,98-1,10
POM	Opaco	Semi-rígido	Vítrea	Azul, sem fumaça com centelha	Amolece e borbulha	Monômero de estireno	130	1,08
PET	Transparente	Semi-rígido	Vítrea	amarela,fumaça mas centelha	-	Manteiga rançosa	180	1,15-1,25
PVC-U	Transparente	Semi-rígido	Vítrea	amarela,vértice verde	Chama auto extingüível	-	127	1,34-1,37
PVC-P	Transparente	Flexível	Vítrea	amarela, vértice verde	Chama auto extingüível	Odor de cloro	150	1,19-1,35
PTFE	Opaco	Flexível	Vítrea	Amarela, deforma-se	Chama auto extingüível	nenhum	205 327	2,15-2,20
PU	Opaco	Flexível/ semi-rígido/ rígido	-	Amarela com base azul	Goteja, fumaça preta	Picante, azedo	-	1,12-1,25
PA66	Translúcido	Semi-rígido	vítrea	azul, vértice amarelo, centelhas,difíceis de queimar	Formam bolas na ponta	Pena ou cabelo queimado	260	1,12-1,16

Testes para Análise de Polímeros:

Densidade: A densidade pode ser determinada por meio do cálculo direto a partir do volume da amostra e de sua massa. Contudo, em geral não é possível determinar a massa com exatidão. Nesses casos se utiliza o método de Archimedes, onde o corpo de prova suspenso por um fio é pesado ao ser imerso em um recipiente com um líquido de densidade inferior a esse. Outro processo bastante útil é utilizar líquidos de densidade conhecida e distinta e realizar o teste de flotação.

A densidade pode ser determinada com precisão por meio da determinação da massa do polímero em ar e imerso em um líquido, como por exemplo água ou etanol anidro. Esse método é o método de Archimedes, cujo enunciado do princípio é: Um objeto imerso em água é empurrado para flutuar com uma força igual ao peso da água que ele desloca. A densidade é dada por:

$$\text{densidade} = \frac{B - A}{B - A - D + C}$$

B = massa da amostra + fio no ar

A = massa do fio no ar

C = massa do fio na água

D = massa da amostra + fio na água

$$d = \frac{\text{dens do objeto}}{\text{densi da água}} = \frac{\text{mas da amostra no ar}}{\text{mass da H}_2\text{O desloc p. obj}} = \frac{(\text{mass. obj. + fio no ar}) - (\text{mas. do fio no ar})}{(\text{mass obj no ar}) - (\text{mass. obj na H}_2\text{O})} = \frac{B - A}{(B - A) - (D - C)}$$

Para polímeros que são menos densos do que a água (poliolefinas) usar um fio rígido que impeça o material de flutuar, ou usar um solvente menos denso do que a água.

Teste do fio de cobre ou teste de Beilstein: É um teste rápido para a identificação de halogênios no polímero, principalmente a presença de cloro. Consiste no aquecimento de um fio de cobre até que se torne “rubro”, tocando imediatamente o material a ser analisado com o fio de cobre e levando novamente à chama do Bico de Bunsen. A formação de uma chama verde, mesmo que momentânea, indicará a presença de cloro (principalmente) ou outros halogênios. Ex: PVC, PVDC, etc.



Teste de chama: Consiste na queima do material polimérico em uma chama, sendo feitas observações sobre o comportamento da chama. Cada tipo de material apresenta comportamento específico quando queimados. Há possibilidade de não ocorrer a queima, ou a combustão é difícil sendo extinta quando retirado da chama, ou ocorre a combustão na chama, mas não fora, ou ainda a combustão é rápida, continuando mesmo fora da chama. Além disso, é possível verificar algumas propriedades da chama, por exemplo, sua coloração, presença ou não de fuligem e o odor emanado. Com base nas características observadas é possível identificar o tipo de material polimérico que está sendo testado.

Teste de Solubilidade: São analisados os polímeros e os solventes em termos dos parâmetros de solubilidade. Tem-se uma idéia da solubilidade do polímero no solvente, se o parâmetro de solubilidade do solvente é próximo ao do polímero. Fazendo-se o teste, têm-se as seguintes situações quanto ao polímero: solúvel a temperatura ambiente; insolúvel a temperatura ambiente, solúvel à temperaturas mais elevadas; ocorre inchamento; insolúvel sem ocorrer inchamento. Os termoplásticos podem ser solúveis, insolúveis ou solúveis a elevada temperatura. Os termorrígidos são insolúveis e não apresentam inchamento, mas passíveis de serem atacados superficialmente por solventes. Em borrachas ocorre o fenômeno de inchamento o qual é inversamente proporcional à densidade de ligações cruzadas.

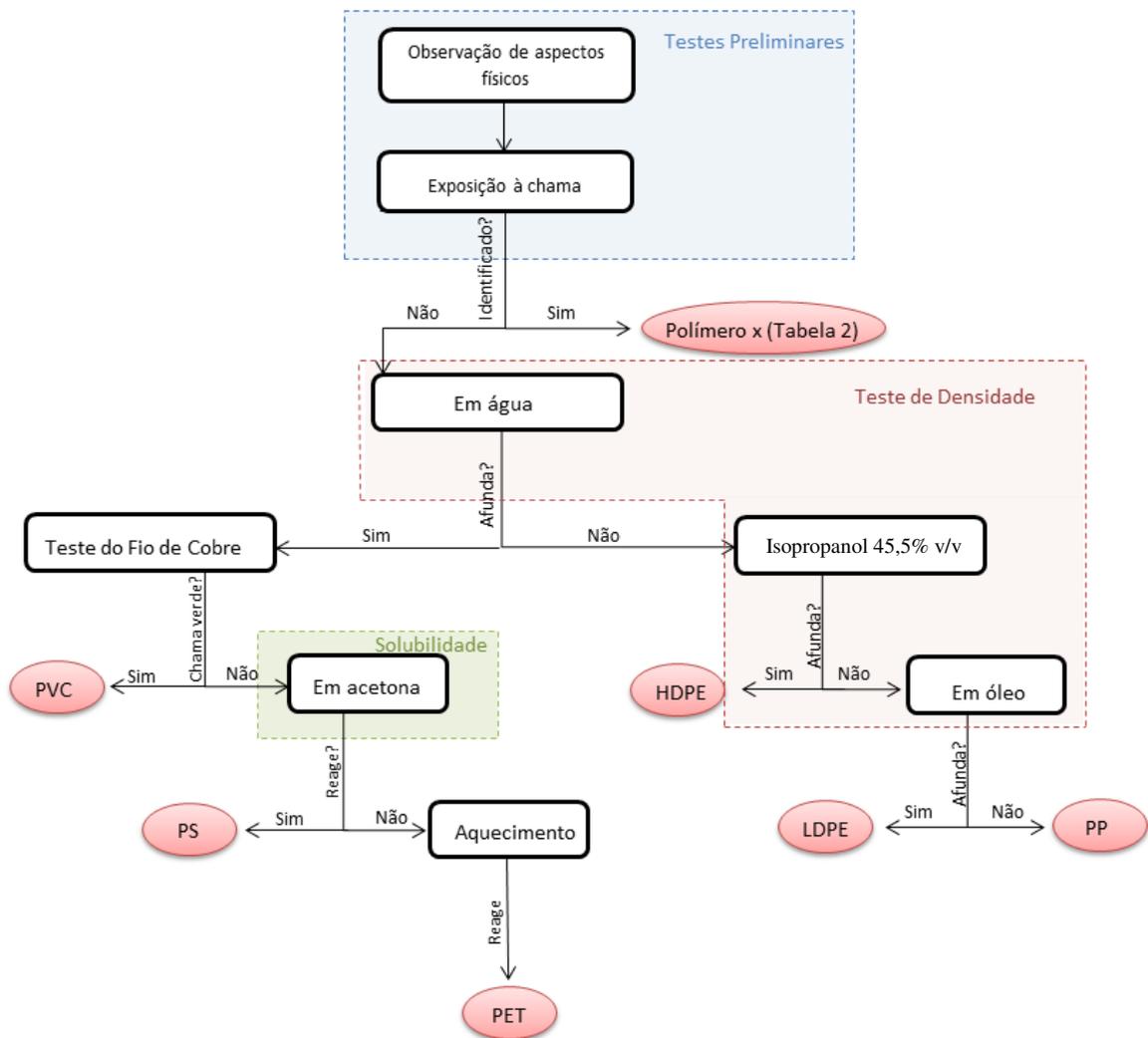
Polímero	Galolina	Tolueno	Acetona	Ciclohexanona
ABS	In	S	S	S
LDPE, HDPE	I	I	I	I
PA (poliamides)	I	I	I	I
PET	I	I	I	I
PMMA	I	In	S	S
PP	I	I	I	I
PPO	I	In	S	S
PS	S	S	S	S
PVC	I	In	In	S

Testes realizados à temperatura ambiente: I = insolúvel In = Inchas S = solúvel.

Teste de aquecimento em água. Este método de identificação nos fornece apenas uma idéia do material analisado, mas não uma análise perfeita. Consiste no aquecimento do material em água fervente. Caso haja um amolecimento do material, trata-se do de Poli (etileno tereftalato).

Pirólise. A análise dos produtos de pirólise pode dar uma indicação da natureza química do polímero. Um procedimento interessante é medir o pH dos gases evoluídos da pirólise.

Fluxograma Simplificado para Identificação de Polímeros:



Roteiro da Prática:

1. Testes Preliminares

- Selecionar a amostra a ser identificada
- Verificar seu aspecto superficial
- Observar seu nível de transparência e compará-lo com os dados da Tabela 2
- Observar sua rigidez aplicando força (Tabela 2)
- Com uma tesoura dividir a amostra em três amostras menores
- Segurar uma das amostras com pinça, dentro de uma capela, e expô-la à chama até sua inflamação.
- Observar as características da chama, como cor, presença de fumaça, cor da fumaça e gotejamento. Os resultados devem ser comparados aos dados da Tabela 2
- Se não identificado o material, prosseguir com o teste de densidade.

2. Teste de densidade

Em água:

- Colocar 100ml de água em um béquer de 250ml

- (b) Colocar a amostra no líquido
- (c) Certifique-se que não haja bolhas na interface polímero-líquido. Se houver bolhas, mexa o polímero para retirar as bolhas de ar que se aderirem à superfície.
- (d) Se flutuar realize o teste do fio de cobre 3
- (e) Se não flutuar proceda com o teste de densidade em solução de álcoolisopropílico
- (f) Seque a amostra antes de proceder com os ensaios

Em álcool isopropílico:

- (a) Preparar solução de álcool isopropílico diluindo 45,5 mL de álcool isopropílico puro para 100 mL com água. (Solução 45,5% V/V).
- (b) Colocar a amostra que flutuou no teste de água
- (c) Certifique-se que não haja bolhas na interface polímero-líquido. Se houver bolhas, mexa o polímero para retirar as bolhas de ar que se aderirem à superfície.
- (d) Note se a amostra flutua ou afunda e seque-a caso for usar no teste de densidade em óleo

Em óleo:

- (a) Colocar 50ml de óleo vegetal em um béquer de 250ml
- (b) Colocar a amostra que flutuou no teste em álcool
- (c) Certifique-se que não haja bolhas na interface polímero-líquido. Se houver bolhas, mexa o polímero para retirar as bolhas de ar que se aderirem à superfície.
- (d) Verifique se o polímero afunda ou flutua

3. *Teste do fio de cobre*

- (a) Aquecer o fio de cobre no Bico de Bunsen
- (b) Tocar o material com o fio aquecido
- (c) Retornar o fio novamente à chama do Bico de Bunsen
- (d) Observar a coloração da chama
- (e) Se não identificado o material, seguir com o teste 4.

4. *Teste de Solubilidade*

- (a) Verificar se a amostra é solúvel em acetona, colocando-a em um béquer (150ml) com 50ml de acetona
- (b) Caso não reaja, realizar o teste 5.

5. *Teste de Aquecimento*

- (a) Colocar o material em água fervente
- (b) Retirar o material e observar se houve ou não amolecimento do mesmo

6. *Discussão e exposição dos Resultados*

A discussão deve conter as características relevantes relacionadas aos resultados

de cada teste, com base nas informações dispostas nas aulas, análise crítica citando os exemplos prováveis de polímeros dos quais podem ser constituída a amostra e os argumentos, de acordo com o resultado de cada ensaio. Se não for possível identificar o polímero correspondente, apontar as possíveis possibilidades e apresentar um resultado conclusivo.

Referências Bibliográficas:

Harper, A., and Nickels, K. 2008. Identifying Polymers. Queensland University of Technology.

Canevarolo, V., Sebastião, J.R., 2003. Técnicas De Caracterização De Polímeros. Editora Artliber, 1ª ED.

Carvalho, A.JF., Notas de aula – Arquivo: A5-Poli-I-identificaçãoPolímeros-v01.pdf, Departamento de Engenharia de Materiais, Escola de Engenharia de São Carlos/USP, (1º semestre 2012).

Anexo

Código de Identificação	Polímero	Propriedades	Aplicações frequentes	Tm e Tg (°C)
 01 PET	Polietileno tereftalato (PET, PETE)	Transparente, resistente, tenaz, barreira para gases e água.	Bebidas carbonatadas, água, molhos e outros alimentos.	Tm = 250 Tg = 76
 02 PE-HD	Polietileno de alta densidade (PEAD ou do inglês HDPE)	Resistente, rígido porém tenaz, resistente à água.	Tubos de água, recipientes para combustíveis, tintas, garrafas para água, leite e alimentos, embalagens plásticas como filmes resistentes.	Tm = 130 Tg = -125
 03 PVC	Policloreto de vinila (PVC)	Versatility, ease of blending, strength, toughness.	Embalagens, isolamento de cabos, tubos e mangueiras, discos de vinil, brinquedos infláveis, piscinas.	Tm = 240 Tg = 85
 04 PE-LD	Polietileno de baixa densidade (PEBD ou do inglês LDPE)	Ease of processing, strength, toughness, flexibility, ease of sealing, barrier to moisture.	Comido congelada, sorvetes, copos e embalagens flexíveis, embalagens plásticas transparentes, isolantes elétricos.	Tm = 120 Tg = -125
 05 PP	Polipropileno (PP)	Strength, toughness, resistance to heat, chemicals, grease and oil, versatile, barrier to moisture.	Utensílios de cozinha reutilizáveis (para microondas, etc.), embalagens diversas, tubo, pratos.	Tm = 173 Tg = -10
 06 PS	Poliestireno (PS)	Versatility, clarity, easily formed	Embalagens para ovos, copos para bebidas quentes, bandejas para alimentos, embalagens para proteção de equipamentos em geral.	Tm = 240 (isotático); Tg = 100 (atático e isotático)
 07 O	Em geral trata-se de policarbonato (PC) ou acrilonitrila-butadieno-estireno (ABS)	Dependent on or of polymers combination	Utensílios de cozinha, CDs, lentes, tetos transparentes, partes de veículos, óculos de sol e de proteção, lentes de faróis de automóveis, canopis de aeronaves.	Policarbonato: Tg = 145, Tm = 225

Esse roteiro foi preparado pelo Prof. Antonio J. F. Carvalho, com apoio de Tamires Nossa (bolsista PAE). 2012.