

Disciplina SMM-0194 – Engenharia e Ciência dos Materiais II

Prática nº 1 – 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, que vão desde testes mais simples como teste de chama, análise visual e sensitiva até o uso de técnicas mais sofisticadas como, por exemplo, espectroscopia de infravermelho, ressonância magnética nuclear e difração de raio-X. Nesta aula prática realizaremos a identificação de alguns polímeros por meio de testes simples e amplamente acessíveis.

Técnicas Preliminares Simples para Identificação

A maioria dos polímeros de maior utilização pode ser identificada por meio de códigos. No anexo II 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 não é fornecida a informação sobre qual o tipo de polímero se trata, 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 de 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 fabricados com polietileno de baixa densidade (LDPE).

Na presente prática iremos identificar alguns materiais através do uso 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.

Tabela 1 - Identificações Preliminares de alguns 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 mais 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, utiliza-se o método de Arquimedes, 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 para realizar o teste de flotação.

A densidade pode ser obtida 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 Arquimedes, 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:

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

Onde:

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

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

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 este 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 ser difícil sendo extinta quando retirado da chama, ou ocorrer a combustão na chama, mas não fora, ou ainda a combustão ser rápida, continuando mesmo fora da chama. Além disso, é possível verificar algumas propriedades da chama, como 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 ideia 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 a temperaturas mais elevadas; ocorrer inchamento; insolúvel sem ocorrer inchamento. Os termoplásticos podem ser solúveis, insolúveis ou solúveis a elevada temperatura. Os termorrígidos são insolúveis e não apresentam inchamento, porém 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 (poliamidas)	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 = Inchamento S = solúvel.

Teste de aquecimento em água: Este método de identificação nos fornece apenas uma ideia do material analisado, mas não uma análise perfeita. O teste consiste no aquecimento do material em água fervente. Caso haja um amolecimento do material, trata-se do 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.

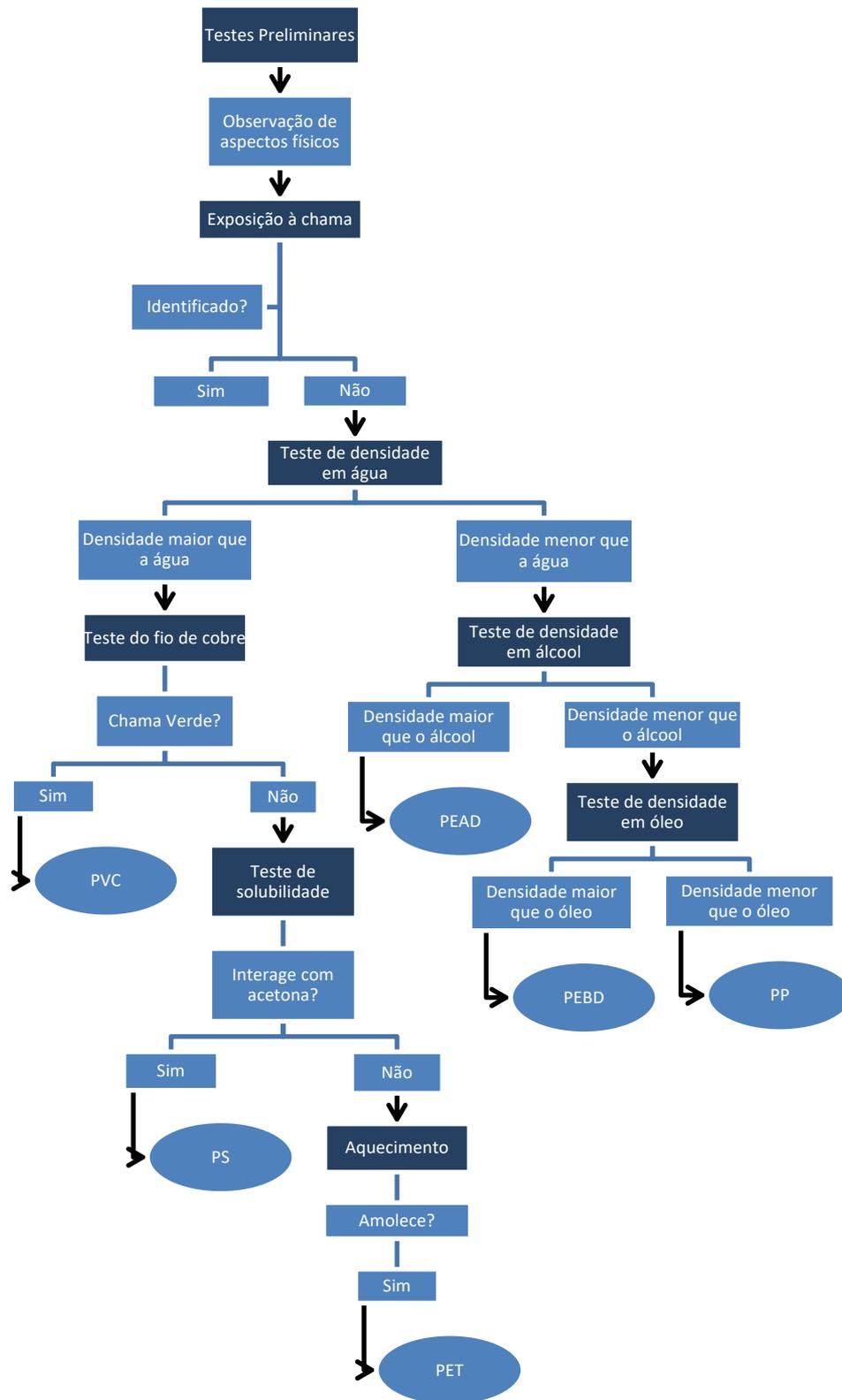


Figura 1. Roteiro esquemático do procedimento a ser adotado.

Roteiro da Prática:

1. Testes Preliminares

- (a) Selecione a amostra a ser identificada
- (b) Verifique o seu aspecto superficial
- (c) Observe seu nível de transparência e compare com os dados da Tabela 1
- (d) Observe sua rigidez aplicando força (Tabela 1)
- (e) Com o auxílio de uma tesoura divida a amostra em três partes.
- (f) Segure uma das amostras com uma pinça, dentro de uma capela, e em seguida exponha à chama até sua inflamação.
- (g) Observe as características da chama como cor, presença de fumaça, cor da fumaça e gotejamento. Os resultados devem ser comparados aos dados da Tabela 1
- (h) Se não o material for identificado, prosseguir com o teste de densidade.

2. Teste de densidade

Em água:

- (a) Coloque 100 ml de água em um béquer de 250ml
- (b) Coloque 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 aderirem à superfície.
- (d) Se a amostra flutuar, realize o teste do fio de cobre 3
- (e) Se não flutuar proceda com o teste de densidade em solução de álcool isopropílico
- (f) Seque a amostra antes de proceder com os demais ensaios

Em álcool isopropílico:

- (a) Prepare uma solução de álcool isopropílico diluindo 45,5 mL de álcool isopropílico puro para 100 ml de água. (Solução 45,5% V/V).
- (b) Coloque 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 aderirem à superfície.
- (d) Observe se a amostra flutua ou afunda. Seque a amostra caso for usá-la no teste de densidade em óleo.

Em óleo:

- (a) Coloque 50ml de óleo vegetal em um béquer de 250ml
- (b) Coloque 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 aderirem à superfície.
- (d) Verifique se o polímero afunda ou flutua

3. Teste do fio de cobre

- (a) Aqueça o fio de cobre no Bico de Bunsen
- (b) Toque o material com o fio aquecido
- (c) Retorne o fio novamente à chama do Bico de Bunsen
- (d) Observe a coloração da chama
- (e) Se o material não for identificado, siga para o teste 4.

4. Teste de Solubilidade

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

5. Teste de Aquecimento

- (a) Coloque o material em água fervente
 (b) Retire o material e observe se houve ou não amolecimento do mesmo

6. Discussão e exposição dos resultados

A discussão deve analisar os resultados com base nos conceitos introduzidos de modo que seja indicado para cada amostra qual a sua provável composição. Utilizar tabelas para facilitar a discussão

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).

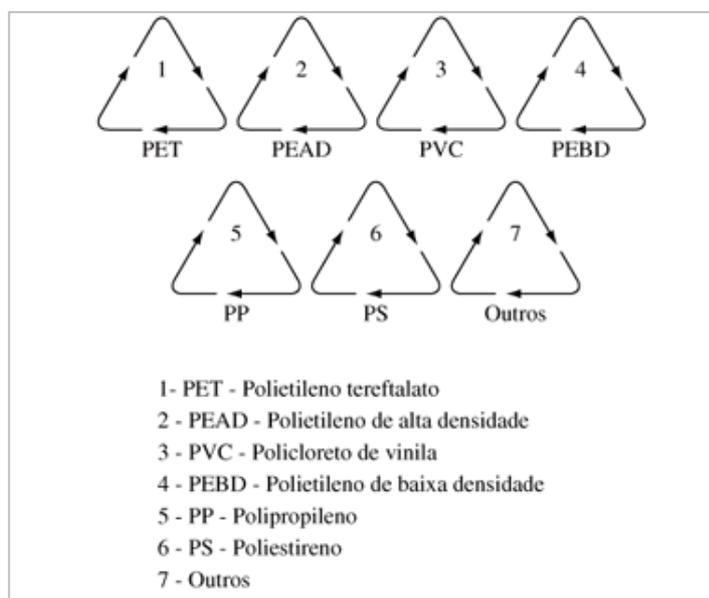
Anexo I

Código de Identificação	Polímero	Propriedades	Aplicações frequentes	Tm e Tg (°C)
	Polietileno tereftalato (PET, PETE)	Transparente, resistente, tenaz, barreira para gases e água.	Bebidas carbonatadas, água, molhos e outros alimentos.	Tm = 250 Tg = 76
	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
	Policloreto de vinila (PVC)	Versatilidade, facilidade de misturar, força, resistência.	Embalagens, isolamento de cabos, tubos e mangueiras, discos de vinil, brinquedos infláveis, piscinas.	Tm = 240 Tg = 85

	Polietileno de baixa densidade (PEBD ou do inglês LDPE)	Facilidade de processamento, força, resistência, flexibilidade, facilidade de vedação, barreira à umidade.	Comido congelada, sorvetes, copos e embalagens flexíveis, embalagens plásticas transparentes, isolantes elétricos.	Tm = 120 Tg = -125
	Polipropileno (PP)	Resistência, dureza, resistência ao calor, produtos químicos, graxa e óleo, versátil, barreira à umidade.	Utensílios de cozinha reutilizáveis (para microondas, etc.), embalagens diversas, tubo, pratos.	Tm = 173 Tg = -10
	Poliestireno (PS)	Versatilidade, clareza, facilmente formado.	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)
	Em geral trata-se de policarbonato (PC) ou acrilonitril-butadieno-estireno (ABS)	Dependente de polímeros ou combinação de polímeros	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

Anexo II

Código para classificação de polímeros segundo ABNT NBR 13230.



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