

## UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ

## CENTRO DE TECNOLOGIA

# DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE MATERIAIS

# ESTUDO DE DEGRADAÇÃO DE POÇOS DE VISITA DE PE ROTOMOLDADO RECICLADO APLICADOS EM REDES COLETORAS DE ESGOTO

## ANDRÉ SCHRAMM BRANDÃO

Orientador: Prof. Dr. ÊNIO PONTES DE DEUS

Fortaleza-CE

Janeiro 2014

## ANDRÉ SCHRAMM BRANDÃO

# ESTUDO DE DEGRADAÇÃO DE POÇOS DE VISITA DE PE ROTOMOLDADO RECICLADO APLICADOS EM REDES COLETORAS DE ESGOTO

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências de Materiais da Universidade Federal do Ceará como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Engenharia e Ciências dos Materiais. Área de Concentração: Processos de Transformação e Degradação de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Enio Pontes de Deus

**FORTALEZA** 

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação Universidade Federal do Ceará Biblioteca de Pós-Graduação em Engenharia - BPGE

### B817e Brandão, André Schramm.

Estudo de degradação de poços de visita de PE rotomoldado reciclados aplicados em redes coletoras de esgoto / André Schramm Brandão. – 2014.

179 f. : il. color. , enc. ; 30 cm.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza, 2014.

Área de Concentração: Processos de Transformação e Degradação dos Materiais. Orientação: Prof. Dr. Ênio Pontes de Deus.

1. Ciência dos materiais. 2. Polietileno. 3. Saneamento. 4. Degradação. I. Título.



Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais

# PARECER DA COMISSÃO DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

## ANDRÉ SCHRAMM BRANDÃO

Estudo de Degradação de Poços de Visita de PE Rotomoldado Reciclado Aplicados em Redes Coletoras de Esgoto

A Comissão de Dissertação de Mestrado composta pelos professores Enio Pontes de Deus, Presidente e Orientador, da Universidade Federal do Ceará; Walney Silva Araujo, da Universidade Federal do Ceará e Cassius Olívio Figueiredo Terra Ruchert, da Universidade de São Paulo, considera o candidato:

APROVADO

( ) NÃO APROVADO

Secretaria do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Federal do Ceará, em 24 de janeiro de 2014.

Prof. Enio Pontes de Deus Presidente e Orientador Prof. Walney Silva Araujo

Membro

Prof. Cassius Olívio Figueiredo Terra Ruchert Membro

Dedico este trabalho aos meus pais Fernando e Maria Goretti, esposa Cibelle, filha Lara, sogra Tereza e bisavó Tilde (eternamente presente).

### **AGRADECIMENTOS**

A DEUS, pela proteção e luz em meus caminhos, e seu enorme amor.

A Nossa Senhora, mãe de Jesus e nossa mãe, pela proteção e intercessão a seu filho Jesus.

Ao meu orientador e amigo, Prof. Dr. Ênio Pontes de Deus pela orientação e apoio incondicional neste desafio acadêmico.

Aos meus pais, Fernando Padilha e Maria Goretti, pelas orientações, ensinamentos dos valores, o amor e condições com que me criaram.

À minha esposa Cibelle, pelo apoio, amor e compreensão.

À minha filha Lara, pela alegria e distração nos momentos difíceis.

À minha sogra Tereza, pelo apoio, atenção e afeto com minha família.

À minha cunhada Michelle, pela ajuda e carinho.

À Companhia de Água e Esgoto do Ceará, pelo conhecimento adquirido e oportunidades ao longo de minha carreira profissional dentro da empresa. Ao presidente em exercício da Companhia Dr. André Facó e ao Gerente da Unidade de Negócios da Macrodistribuição e Produção de Água, Dr. Tibúrcio Valeriano, pelo apoio e compreensão para esta nova empreitada. Aos amigos e companheiros da Gerência de Pesquisa e Desenvolvimento Ronner e Silvano, pelo incentivo e apoio, bem como toda a equipe do Centro de Controle e Operações, em especial ao amigo, analista de sistemas, Marcel Ribeiro pelo apoio e diálogos.

Ao SENAI de Maracanaú, em especial a estagiária Alane e ao Químico Luis Flávio, este pelo apoio e disponibilidade de tempo para realização de ensaios.

Aos Professores do Instituto Federal do Ceará, Dr. André Luis (Laboratório de Tecnologia da Informação) e Dr Evaldo, pela disponibilidade dos equipamentos necessários para usinagem dos corpos de prova deste trabalho. Ao estagiário Renan Farias, pelo no IFCE.

À técnica do laboratório de termoanálises, Tereza, pelo apoio e paciência na realização dos ensajos de DSC e TG.

À empresa PLASTSAN, por ter disponibilizado as caixas de PE virgem e reciclado para a realização desse estudo e por ter permitido as visitas técnicas necessárias para conhecer os processos de injeção e rotomoldagem de produtos poliméricos.

Há homens que lutam um dia e são bons. Há outros que lutam um ano e são melhores. Há os que lutam muitos anos e são muito bons. Porém, há os que lutam toda a vida. Esses são os imprescindíveis. (Bertolt Brecht)

#### **RESUMO**

Segundo Mendonça [10], os investimentos realizados em saneamento básico são quatro vezes mais eficazes que na saúde. Atualmente, há déficit de atendimento de esgotamento sanitário no Brasil, atingindo 52,9% da população. A infraestrutura de redes coletoras de esgoto (RCEs) de grandes cidades possui uma imensa diversidade de materiais, que vão desde o concreto até os materiais compósitos. Transtornos causados pela falha prematura dos materiais, aplicados nas redes coletoras de esgoto causam poluição ambiental, desgaste da imagem da concessionária/empresa e até acidentes. Os poços de visita (PVs) representam 15,5% dos custos para implantação de RCEs. Este trabalho tem como objetivo a avaliação dos efeitos da degradação dos PVs em polietileno (PE) reciclado. O ensaio de degradação acelerada simula o ataque químico com ácido sulfúrico, presente nas RCEs (pH de 1,1) dos corpos de prova para ensaios mecânicos de tração e impacto. O PE foi produzido pelo processo de rotomoldagem, de matéria prima virgem e reciclada, para fins comparativos. Antes do ataque os materiais foram caracterizados por ensaios de análises térmicas de termogravimetria (TG) e colorimetria diferencial de varredura (DSC); difração de raios X (DRX); índice de fluidez; teor de cinzas e cargas. Os dados das imagens termográficas comparativamente com os ensaios de termoanálises revelaram que a usinagem por meio do controle numérico computadorizado (CNC) não alterou as propriedades mecânicas dos corpos para os ensaios tração e impacto. As termoanálises e a estereoscopia ótica revelaram as falhas do processo de rotomoldagem (bolhas, rechupes e irregularidade na superfície). O grau de cristalinidade do PE reciclado foi maior do que o PE virgem, sendo esta propriedade obtida pelas técnicas de DSC e Raios X. A resistência a fratura do PE reciclado foi superior, ratificada pelo grau de cristalinidade e umidade presente (técnica TG). O índice de fluidez, juntamente com ensaios mecânicos, revelou que o PE virgem é mais dúctil que o reciclado. Após o ataque, os corpos de prova aumentaram sua massa residual, sendo três vezes mais que o PE reciclado. Os ensaios destrutivos dos corpos de prova após o ataque químico, não houve alterações significativas das propriedades mecânicas, visto o alto desvio padrão dos dados, oriundo das falhas do material provenientes do processo de rotomoldagem.

Palavras-Chave: esgoto, poço de visita, rotomoldagem, polietileno reciclado, análises térmicas, ácido sulfúrico, usinagem de polímeros.

#### **ABSTRACT**

Conformity MENDONCA [10], the investments in sanitation are four times more effective than health. There are currently answering sewage deficit in Brazil, reaching 52.9 percent of the population. The infrastructure of sewage systems of large cities has a huge variety of materials, ranging from concrete to composite materials. Disorders caused by premature failure of materials, applied in sewage systems cause environmental pollution, depreciate image utility/company and even accidents. The manholes represent 15.5 percent of the costs of implementing the sewage systems. This study aims to assess the effects of the degradation of manholes in polyethylene (PE) recycled. The accelerated degradation test simulates the etching with sulfuric acid, present in sewage systems (pH 1.1) of the test specimens for mechanical tensile and impact. The PE was produced by the rotational molding process, from virgin and recycled raw material for comparative purposes. Before the attack the materials were characterized by thermal analysis tests thermogravimetry (TG) and differential scanning colorimetric (DSC), X-ray diffraction, melt index, ash and loads. Data from the thermography images compared with assays term analysis revealed that machining by computer numerical control (CNC) did not change the mechanical properties of specimens for tensile and impact tests. Analyses term perspective and stereopsis revealed flaws in the rotational molding process (bubbles, sink marks and surface irregularity). The crystallinity of recycled PE was greater than virgin PE, this property being obtained by DSC and X-ray. The resistance of the recycled PE fracture was higher, ratified by the crystallinity and moisture present (Technical TG). The melt flow index and mechanical tests revealed that the virgin PE is more ductile than recycled. After the attack the specimens increased their residual mass being 3 times more recycled PE. Destructive of the specimens after chemical attack, trials there were no significant changes in the mechanical properties because of the high standard deviation data, arising from the failure of the material rotational molding process.

**Keywords**: sewer, manhole, rotational molding, recycled polyethylene, thermal analysis, sulfuric acid, machining of polymers.

# LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 – Partes integrantes de um sistema de esgotamento sanitário	34
Figura 2.2 – Perspectiva e detalhes de um PV padrão	34
Figura 2.3 – Fotos de abatimento do solo próximo ao PV (fuga)	36
Figura 2.4 – Foto de extravasamento de esgoto	36
Figura 2.5 – Formação de ácidos em redes coletoras de esgoto [16]	38
Figura 2.6 – Esquema da estrutura do esferulito [22]	42
Figura 2.7 – Imagem de microscopia ótica com luz polarizada onde pode ser visto os	
esferulitos (cruz de malta)	42
Figura 2.8 – Representação unitária da estrutura cristalina do PE [22]	43
Figura 2.9 – Formação de <i>crazes</i> no polímero	46
Figura 2.10 - Comportamento da massa polimérica no interior do molde aquecido	
[49]	53
Figura 2.11 – Etapas do processo rotomoldado [50]	53
Figura 3.1 – Fluxograma das técnicas utilizadas	56
Figura 3.2 - Caixa de TRANSBINS	58
Figura 3.3 – Flocos (1), <i>pellet</i> (2) e carregamento do pó de polietileno (3)	58
Figura 3.4 – Embalagem (1) e aplicação do desmoldante (2)	59
Figura 3.5 – Equipamentos de extrusão e micronização	59
Figura 3.6 – Equipamento de rotomoldagem, marca ROTOLINE	60
Figura 3.7 – Tela do programa RemoDNC	61
Figura 3.8 – Foto da fresa de topo utilizada [52]	62
Figura 3.9 – Tela inicial do NX da programação realizada para usinagem de corpos de	
prova de tração	63
Figura 3.10 – Tela do programa RemoDNC	64
Figura 3.11 – Corpo de prova de tração programado no NX	65
Figura 3.12 – Corpo de prova de impacto programado no NX	65
Figura 3.13 – Ângulo de incidência da fresa de topo [53]	66
Figura 3.14 – "Arrupeios" no corpo de prova	66
Figura 3.15 – Modelo em 3D com a ferramenta "pattern"	67
Figura 3.16 – Sistema de Coordenadas da Peça Trabalhada, WCS	68
Figura 3.17 – Criando a operação de <i>cavity mill</i>	68
Figura 3.18 – Feeds and Speeds (Avanços e Velocidades)	69

Figura 3.19 – <i>Pattern</i> aplicada no eixo Z	69
Figura 3.20 – Nível de corte ( <i>Cut Levels</i> )	70
Figura 3.21 – Trajetória gerada pela ferramenta	70
Figura 3.22 – Simulação da usinagem dos corpos de prova	71
Figura 3.23 – Programa pós-processado	71
Figura 3.24 – Fixação das placas de PE para usinagem no CNC	72
Figura 3.25 – Usinagem das chapas de PE para corpos de prova de tração	73
Figura 3.26 – Imagem termográfica da usinagem das chapas de PE para corpos de	
prova de tração	74
Figura 3.27 – Placa de PE com corpos de prova de tração	74
Figura 3.28 – Desenho CAD do corpo de prova de tração (1) e impacto(2)	75
Figura 3.29 – Exemplo da identificação dos corpos de prova, R13-2 (XV)	76
Figura 3.30 - Corte do reator tipo RALF da Estação de Tratamento de Esgoto de	
Itatiaia [55]	77
Figura 3.31 – Disposição para descanso dos corpos de prova em bancada de inox	78
Figura 3.32 – Corpos de prova de tração imersos em ácido sulfúrico com pH 1,1	79
Figura 3.33 – Pesagem em balança analítica das amostras	81
Figura 3.34 – Plastômetro de extrusão CEAST	81
Figura 3.35 – Forno mufla EDG1800	82
Figura 3.36 – Dessecador (1) e cadinhos (2)	82
Figura 3.37 – Medição da massa do corpo de prova (1) e proveta (2)	85
Figura 3.38 – Manuseio do macropipetador (1) e inserção do liquido (2)	86
Figura 3.39 – Difratômetro de Raios-X [65]	87
Figura 3.40 – Equipamento de Termo gravimetria [64]	89
Figura 3.41 – Equipamento de DSC [63]	90
Figura 3.42 – Corpos de prova marcados para o ensaio de tração	91
Figura 3.43 – Máquina de ensaio de tração EMIC®	92
Figura 3.44 – Região L do corpo de prova para o ensaio de tração	93
Figura 3.45 – Ensaios com e sem o uso do extensômetro	94
Figura 3.46 – Extensômetro utilizado, EMIC® modelo EE09	95
Figura 3.47 – Entalhador CEAST® utilizado	95
Figura 3.48 – Máquina de teste de impacto pendular, <i>Time Group</i> ®	96
Figura 3.49 – Fotos simultânea com câmera termográfica	97

Figura 3.50 – Imagens da seção de fratura com estereoscópio ótico em 4 etapas	98
Figura 3.51 – Imagem da seção de fratura tratada	99
Figura 4.1 – Imagens das superfícies interna (1) e externa (2), material virgem	100
Figura 4.2 – Imagens das superfícies interna (1) e externa (2), material reciclado	101
Figura 4.3 – Foto termográfica da usinagem do PE	102
Figura 4.4 – Foto termográfica da usinagem do PE	102
Figura 4.5 – Foto termográfica, fusão de imagens	102
Figura 4.6 – Ensaio de tração inválido	103
Figura 4.7 – Imagem termográfica de corpo de prova virgem após o ataque químico, V7_2 (II), capturada no ensaio de tração na eminência da ruptura	136
de impacto IZOD	139

# LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 2.1 – Produção mundial de plásticos em milhões de toneladas [1]	29
Gráfico 2.2 – Consumo por segmento produtivo mundial [1]	29
Gráfico 2.3 – Demanda Europeia de resinas plásticas [1]	30
Gráfico 2.4 – Principais resinas termoplásticas consumidas no Brasil [2]	30
Gráfico 2.5 – Principais processos produtivos utilizados no Brasil [2]	31
Gráfico 2.6 – Municípios com coleta seletiva no Brasil [46]	48
Gráfico 2.7 – Regionalização dos municípios com coleta seletiva no Brasil [46]	49
Gráfico 2.8 – Média da composição gravimétrica da coleta seletiva no Brasil [46]	49
Gráfico 2.9 – Perfil dos plásticos na composição gravimétrica [46]	50
Gráfico 2.10 – Ciclo térmico do processo de rotomoldagem [49]	53
Gráfico 2.11 – Consumo de produtos por rotomoldagem [49]	54
Gráfico 4.1 – Massa residual após ataque químico, CPs* virgem	104
Gráfico 4.2 – Massa residual após o ataque químico, CPs* reciclado	105
Gráfico 4.3 – Massa residual após o ataque químico, CPs* virgem	105
Gráfico 4.4 – Massa residual após o ataque químico, CPs* reciclado	106
Gráfico 4.5 – Gráfico comparativo da difração de raios X dos materiais	110
Gráfico 4.6 – Curvas do pico de difração de raios X e halo amorfo da matéria prima do	
PE virgem	111
Gráfico 4.7 – Curvas do pico de difração de raios X e halo amorfo da matéria prima do	
PE reciclado	111
Gráfico 4.8 - DRX do resíduo das cargas do ensaio de teor de cargas do material	
virgem	112
Gráfico 4.9 - DRX do resíduo das cargas do ensaio de teor de cargas do material	
reciclado	112
Gráfico 4.10 – Cenário I: FRX da matéria-prima PE virgem	114
Gráfico 4.11 – Cenário I: FRX da matéria-prima PE reciclado	114
Gráfico 4.12 – Cenário II: FRX do PE virgem antes ataque químico	115
Gráfico 4.13 – Cenário II: FRX do PE reciclado antes ataque químico	115
Gráfico 4.14 – Cenário III: FRX PE Virgem depois do ataque químico	116
Gráfico 4.15 – Cenário III: FRX do PE reciclado depois do ataque químico	116
Gráfico 4.16 – Cenário IV: FRX do teor de cargas do PE virgem	117
Gráfico 4.17 – Cenário IV: FRX do teor de cargas do PE reciclado	117

Gráfico 4.18 – TG e DTG dos PEs virgem e reciclado em atmosfera inerte (N2)	119
Gráfico 4.19 – TG e DTG do polietileno virgem em ar sintético	120
Gráfico 4.20 – TG e DTG do polietileno reciclado em ar sintético	120
Gráfico 4.21 – DSC analisado da matéria-prima do material virgem	122
Gráfico 4.22 – DSC analisado da matéria-prima do material reciclado	122
Gráfico 4.23 – DSC analisado material virgem após processado, cadinho fechado	123
Gráfico 4.24 – DSC analisado material reciclado após processado, cadinho fechado	123
Gráfico 4.25 – DSC analisado material virgem após processado, cadinho aberto	124
Gráfico 4.26 – DSC analisado material reciclado após processado, cadinho aberto	124
Gráfico 4.27 – Curva tensão versus deformação, com o uso do extensômetro, material virgem sem ataque químico (a) e com ataque químico (b)	127
Gráfico 4.28 – Curva tensão versus deformação, sem o uso do extensômetro, material virgem sem ataque químico (a) e com ataque químico (b)	127
Gráfico 4.29 – Curva tensão versus deformação, com o uso do extensômetro, material reciclado sem ataque químico (a) e com ataque químico (b)	128
Gráfico 4.30 – Curva tensão versus deformação, sem o uso do extensômetro, material virgem sem ataque (a) e com ataque (b)	128
Gráfico 4.31 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação dos materiais virgem e reciclado com o uso do extensômetro e sem ataque químico	129
Gráfico 4.32 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação dos materiais virgem e reciclado sem o uso do extensômetro e sem ataque químico	130
Gráfico 4.33 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação dos materiais virgem e reciclado com o uso do extensômetro e com ataque químico	131
Gráfico 4.34 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação dos materiais virgem e reciclado sem o uso do extensômetro e com ataque químico	131
Gráfico 4.35 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação do material virgem, com o uso do extensômetro, antes e depois ataque químico	132
Gráfico 4.36 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação do material virgem, sem o uso do extensômetro, antes e depois ataque químico	133
Gráfico 4.37 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação do material reciclado, com o uso do extensômetro, antes e depois ataque químico	134
Gráfico 4.38 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação do material reciclado, sem o uso do extensômetro, antes e depois ataque químico	134
Gráfico 4.39 – Resistência ao impacto em função da área de vazios da seção de fratura, virgem sem ataque químico	138
Gráfico 4.40 – Resistência ao impacto em função da área de vazios da seção de fratura, virgem com ataque químico	138
Gráfico 4.41 – Resistência ao impacto em função da área de vazios da seção de fratura, reciclado sem ataque químico	138
Gráfico 4.42 – Resistência ao impacto em função da área de vazios da seção de fratura, reciclado sem ataque químico	139

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Síntese das informações dos tipos de polimerização [18]	4
Tabela 3.1 – Ensaios realizados, locais, normas/procedimentos e objetivos	5
Tabela 3.2 – Parâmetros do processo de rotomoldagem do material em estudo	60
Tabela 3.3 – Parâmetros de corte para o polietileno [54]	60
Tabela 3.4 – Interpretação das letras dos corpos de prova	70
Tabela 3.5 – Resultados das análises obtidas no RALF de Itatiaia, dez/97 [55]	7
Tabela 3.6 – Condições sugeridas de ensaios para determinados materiais [57]	80
Tabela 3.7 – Dimensões dos corpos de prova [56]	80
Tabela 3.8 – Transcrição da tabela 1, item 8, da norma [56]	92
Tabela 3.9 – Quantidade de corpos de prova usinados/ensaiados	94
Tabela 3.10 – Parte da tabela de emissividade em infravermelho [66]	90
Tabela 3.11 – Transcrição do trecho da tabela de emissividade em infravermelho [66]	9′
Tabela 4.1 – Índice de fluidez do polietileno virgem reciclado	10
Tabela 4.2 – Teor de cargas do material virgem	10
Tabela 4.3 – Teor de cargas do material reciclado	10
Tabela 4.4 – Teor de cinzas do material virgem.	10
Tabela 4.5 – Teor de cinzas do material reciclado	10
Tabela 4.6 – Medidas para cálculo da densidade indireta aparente	11
Tabela 4.7 – Cálculo da cristalinidade através do DRX da matéria-prima	11
Tabela 4.8 – Síntese da interpretação dos gráficos 4.21 a 4.26	12
Tabela 4.9 – Grau de cristalinidade para cada condição estudada no ensaio de DSC	12
Tabela 4.10 – Resultados médios do ensaio de tração, da análise dos gráficos tensão	
versus deformação, com seus desvios padrão	12
Tabela 4.11 - Comparativo dos resultados das propriedades mecânicas do material	
virgem e reciclado sem ataque químico	13
Tabela 4.12 - Comparativo dos resultados das propriedades mecânicas do material	
virgem e reciclado com ataque químico	13
Tabela 4.13 - Comparativo dos resultados das propriedades mecânicas do material	
virgem, antes e depois do ataque químico	13
Tabela 4.14 - Comparativo dos resultados das propriedades mecânicas do material	
reciclado, antes e depois do ataque químico	13
Tabela 4.15 – Média da resistência ao impacto com desvios padrão	13

Tabela 4.16 – Área de vazios por material dos corpos de prova ensaiados	137
Tabela 4.17 – Síntese dos resultados obtidos dos materiais estudados	140
Tabela 4.18 – Comparativo dos materiais estudados com a literatura encontrada	141

# LISTA DE QUADROS

Quadro 2.1 – Custos relativos de implantação de redes coletoras de esgoto
---

### LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

3D Três Dimensões

A Ampère

ABIPLAST Associação Brasileira da Indústria do Plástico

ABNT Associação Brasileira de Normas Técnicas

Ag Prata

Al Alumínio

ASTM American Society for Testing and Materials

Br Bromo
C Carbono
Ca Cálcio

CAD Computer Aided Desing

CAGECE Companhia de Água e Esgoto do Ceará

CAM Computer Aided Manufacture

CETESB Companhia Ambiental do Estado de São Paulo

Cl Cloro

cm Centímetro

cm<sup>3</sup> Centímetro cúbico

CNC Computer numerical Control

CP Corpo de Prova

Cu Cobre

DBO Demanda Biológica de Oxigênio

DQO Demanda Química de Oxigênio

DRX Difração de Raios X

DSC Differencial Scanning Calorimetry

DTG Curva Termogravimétrica Derivada

ESC Environmental Stress Cracking

ETE Estação de Tratamento de Esgoto

Fe Ferro

FRX Fluorescência de Raios X

g Grama

H Hidrogênio

h Hora

Hz Hertz

HM Hard Metal
HP Horse Power

J Joule

K Potássio

kg Quilograma

kgf Quilograma-força

kV Quilovolt

LRX Laboratório de Raios X

1 Litro

m

m/s Metro por segundo

Metro

mA Mili Ampère

ml Mililitro

mm Milímetro

min Minuto

Mo Molibdênio MPa Megapascal

NBR Norma Brasileira

nm Nanômetro O Oxigênio

P Fósforo

pH Potencial Hidrogeniônico

PS Poliestireno

Pb Paládio

Pb Chumbo

PE Polietileno

PEAD Polietileno de Alta Densidade

PEBD Polietileno de Baixa Densidade

PEBDL Polietileno de Baixa Densidade Linear

PET Politereftalato de etileno

pH Potencial de Hidrogênio

PNRS Política Nacional de Resíduos Sólidos

PP Polipropileno

PU Poliuretano

PV Poço de Visita

PVC Policloreto de Vinila

RCE Rede Coletora de Esgoto

rpm Rotações por Minuto

s Segundo

S Enxofre

SEMACE Secretaria do Meio Ambiente do Estado do Ceará

SEMAM Secretaria do Meio Ambiente do Município

SENAI Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial

SES Sistema de Esgotamento Sanitário

Si Silício

SINDIPLAST Sindicato de Materiais Plásticos do Estado de São Paulo

T Tonelada

TG Termogravimetria

Ti Titânio

UFC Universidade Federal do Ceará

V Vanádio

W Watt

Zn Zinco

# LISTA DE SÍMBOLOS

% Percentual

R\$ Reais

® Marca registrada

λ Lambda

φ Diâmetro

 $\theta$  Teta

μm Micrômetro

o Grau

°C Grau Celsius

# SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES	10
LISTA DE GRÁFICOS	13
LISTA DE TABELAS	15
LISTA DE QUADROS	17
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	18
LISTA DE SÍMBOLOS	21
SUMÁRIO	22
1. INTRODUÇÃO	25
1.1. Considerações iniciais	25
1.2. Justificativa	26
1.3. Objetivos	27
1.4. Estrutura do trabalho	27
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	29
2.1. Utilização de materiais poliméricos	29
2.2. Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS)	31
2.3. Indústria do Saneamento e sua Infraestrutura	33
2.3.1 Redes coletoras de esgotos, poço de visita (PV)	33
2.3.2 Processos reacionais na Infraestrutura de SES	37
2.4. Polímero	39
2.4.1 Polietileno (PE)	42
2.4.2 Blendas	43
2.5. Degradação de Polímeros	44
2.5.1 Fissuração por solicitação mecânica e ambiental (Environmental Stress Cracking	g -
ESC)	45
2.6. Reciclagem	48
2.6.1 Conceito e tipos de reciclagem	50
2.7. Processo Rotomoldado	51
3. MATERIAIS E METODOLOGIA	56
3.1. Preparação das amostras	57
3.2. Inspeção visual	60
3.3. Preparação dos Corpos de prova	60

3.3.1	Principais Ferramentas utilizadas no processo de usinagem	61
3.3.2	Preparação das Placas de Polietileno para Usinagem	71
3.3.3	Preparação do Centro de Usinagem	73
3.3.4	Usinagem dos Corpos de Prova	73
3.3.5	Acabamento e identificação	75
3.4.	Metodologia empregada no ataque químico dos corpos de prova	76
3.5.	Ensaios de caracterização dos materiais estudados	79
3.5.1	Índice de Fluidez	80
3.5.2	Teor de Cargas	81
3.5.3	Teor de Cinzas	83
3.5.4	Densidade indireta aparente	84
3.5.5	Difração de Raios X	87
3.5.6	Fluorescência de raios X	88
3.6	Termoanálises	88
3.6.1	Termo gravimetria (TG)	88
3.6.2	Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)	89
3.7	Ensaios Mecânicos	90
3.7.1	Ensaio de Tração	90
3.7.2	Ensaio de Impacto IZOD	95
3.8	Métodos não destrutivo utilizados	96
3.8.1	Imagens termográficas	96
3.8.2	Estereoscopia ótica	98
4 R	RESULTADOS E DISCUSSÃO	100
4.1	Preparação das amostras	100
4.2	Inspeção visual	100
4.3	Usinagem dos Corpos de Prova	101
4.4	Cálculo da massa residual após ataque químico	104
4.4.1	Corpos de prova para ensaio de tração	104
4.4.2	Corpos de prova para ensaio de impacto IZOD	105
4.5	Caracterização dos materiais	106
4.5.1	Índice de Fluidez	106
4.5.2	Teor de Cargas	107
4.5.3	Teor de Cinzas	108
4.5.4	Densidade indireta aparente	109

4.5.5	Difração de Raios X	110
4.5.6	Fluorescência de raios X (FRX)	113
4.6	Análises térmicas	118
4.6.1	Termo gravimetria (TGA) e derivada (DTG)	118
4.6.2	Calorimetria diferencial de varredura (DSC)	121
4.7	Ensaios mecânicos	126
4.7.1	Ensaio de tração	126
4.7.2	Ensaio de impacto Izod	136
4.8	Síntese dos resultados	140
4.9	Identificação dos materiais	141
5 C	CONCLUSÃO	142
SUGE	ESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	145
REFE	RÊNCIAS	146
ANEX	XO A – RESULTADOS DOS ENSAIOS DE FLUORESCENCIA DE RAIOS X	151
ANEX	XO B – MEDIDAS DIMENSIONAIS DOS CORPOS DE PROVA PARA ENSAIOS	3
MEC	ÂNICOS	152
ANEX	XO C – FOTOS DOS CORPOS DE PROVA PARA ENSAIO DE TRAÇÃO,	
VÁLI	DOS	159
ANEX	XO D – FOTOS DA SEÇÃO DE FRATURA DOS CORPOS DE PROVA DE ENSA	OL
DE IN	MPACTO, VÁLIDOS	168

## 1. INTRODUÇÃO

## 1.1. Considerações iniciais

O crescimento logarítmico do consumo dos materiais poliméricos no mundo é preocupante, pois o descarte e destino inadequado destes materiais poluem o meio ambiente.

Estudos mostram que os materiais poliméricos levam cerca de 200 anos para se decompor no meio ambiente, ocupando assim muito espaço nos aterros sanitário. A incineração dos materiais poliméricos geram subprodutos, que ainda poluem o meio ambiente.

A Constituição Federativa do Brasil, de 1988, em seu capítulo V, trata sobre o meio ambiente, amparando políticas públicas quanto a sua preservação. Além da constituição existem outros dispositivos legais tratando da matéria, que são as Leis Federais 11.445, que estabelece as diretrizes nacionais para o saneamento básico, e a 12.305, que institui a política nacional de resíduos sólidos.

No contexto atual, a reutilização dos materiais poliméricos é um grande desafio, para as indústrias de transformação, que vêm crescendo nos últimos 10 anos no Brasil. Assim, o mercado de materiais reciclados é promissor. No entanto, são necessários estudos para avaliar suas características e propriedades, visando a algumas garantias. Estas garantias vão desde seus cuidados nas etapas de processamento do produto reciclado até os seus efeitos no meio ambiente e na saúde da sua utilização.

A preservação do meio ambiente e da saúde pública é o papel principal da indústria do saneamento, por meio da prestação de serviços públicos de abastecimentos de água tratada e esgotamento sanitário. Estudos comprovam que os investimentos realizados em saneamento básico são quatro vezes mais efetivos que na saúde. [10]

A indústria do saneamento vem se preocupando com a confiabilidade da utilização dos materiais na sua infraestrutura (gestão de ativos), visando preservar os investimentos, pois além de incidir na sua sustentabilidade econômico-financeira, há o desgaste da imagem.

Durante a operação e a manutenção de sistemas de esgotamento sanitário (SES) com os materiais convencionalmente utilizados, as falhas ocorrem por desgaste prematuro das juntas de vedação ou danos no concreto, oriundos dos agentes agressivos presentes no meio.

A infraestrutura de redes coletoras de esgoto (RCEs) de grandes cidades possui uma imensa diversidade de materiais em tubos instalados, que vão desde o concreto até o polietileno. A ausência de estudos aprofundados sobre as características do material ideal para instalação em redes de saneamento, considerando o meio a que são expostos, cujos transtornos ocasionados pela corrosão química são frequentes, confere à Ciência de Materiais o atributo de conhecer e decidir o futuro dessas grandes empresas de saúde – as companhias de saneamento . No que diz respeito estudar e desenvolver materiais que resistam às cadeias químicas reacionais que ocorrem nos sistemas de coleta e disposição de efluentes.

Quando se deseja avaliar a durabilidade de um dado material, exposto às condições de serviço, a melhor forma de se obter resultados consistentes é submetê-lo às condições reais de trabalho. O grande inconveniente deste procedimento reside no fato de que o período necessário para se obter uma resposta consistente e confiável é relativamente longo. Em alternativa, utilizam-se ensaios de envelhecimento acelerado, normalmente realizados em laboratório. Aumenta-se a incidência e a concentração dos agentes causadores do processo de degradação, com o propósito de reduzir o tempo de falha.

Assim, este trabalho visa analisar o comportamento do polietileno rotomoldado (virgem e reciclado) utilizado como poços de visita em sistemas de esgotamento sanitário.

### 1.2. Justificativa

Os materiais aplicados em sistemas de esgotamento sanitário, especificamente nas RCEs, estão sujeitos ao desgaste acelerado, tendo em vista seu meio agressivo, submetidos ao ataque químico, proveniente das reações químicas no esgoto coletado, e esforços dinâmicos/cíclico, provenientes do fluxo de veículos (trânsito). Esses efeitos combinados aceleram a degradação das infraestruturas, contribuindo para a redução da vida útil dos materiais aplicados. Assim, os materiais aplicados nos SESs precisam ser escolhidos criteriosamente, sendo devidamente monitorados para que os devidos reparos possam ser executados.

Os impactos oriundos do desgaste prematuro dos materiais nos SESs, além dos problemas operacionais na prestação de serviços, causam poluição ao meio ambiente, e incidem na saúde pública.

A proposta de substituição dos materiais convencionalmente utilizados como poços de visitas, concreto armado, para materiais poliméricos é uma alternativa factível e sustentável do ponto de vista socioeconômico-ambiental.

## 1.3. Objetivos

## 1.3.1 Objetivo Geral

Avaliar as propriedades mecânicas e térmicas do polietileno virgem e reciclado, antes e depois da exposição em ácido sulfúrico, nas mesmas condições reais de trabalho, ou seja, pH presente nas RCEs.

## 1.3.2 Objetivo Tecnológico

- Fazer análise comparativa das propriedades mecânicas do polietileno (PE) rotomoldado, de material virgem e reciclado, antes e depois ao ataque químico de ácido sulfúrico.
- Possibilitar por meio da pesquisa a aplicabilidade de polímeros termoplásticos do tipo do PE presente nos resíduos sólidos urbanos.
- Elevar os níveis do controle tecnológico dos materiais aplicados em redes coletoras de esgoto, especificamente nos poços de visita.
- Elaborar norma de recebimento de PVs em material polimérico, inclusive de materiais reciclados.
- Nortear os procedimentos para certificação tecnológica dos materiais, desde a inspeção até a aplicação de materiais poliméricos.
- Mitigar as fugas (carreamento de areia para dentro das redes coletoras)
   originárias dos poços de visita.

## 1.3.3 Objetivo Econômico-Financeiro

- Reduzir os custos de manutenção das RCEs.
- Menores escavações para instalação dos poços de visita (PVs).

#### 1.4. Estrutura do trabalho

Este trabalho foi estruturado compreendendo um total de cinco capítulos, como segue:

- capítulo 2: fundamentação teórica: utilização de materiais poliméricos; cenário da política de resíduos sólidos no Brasil; indústria do saneamento e sua infraestrutura, com ênfase no poço de visita como estrutura integrante das redes coletoras e suas principais patologias; conceito sobre polímeros e sua degradação; tipo de reciclagem dos plásticos; conceito de polietileno e apresentação de processo rotomoldado);
- capítulo 3: materiais e métodos;
- capítulo 4: análise e discussão dos resultados;
- capítulo 5: conclusão.

## 2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

## 2.1. Utilização de materiais poliméricos

Apesar da crise econômica mundial e a queda no consumo de materiais poliméricos nos últimos anos, de acordo com os dados da União Europeia, a indústria do plástico vem crescendo em escala logarítmica, de 1950 a 2012, conforme apresentado no gráfico 2.1. [1]

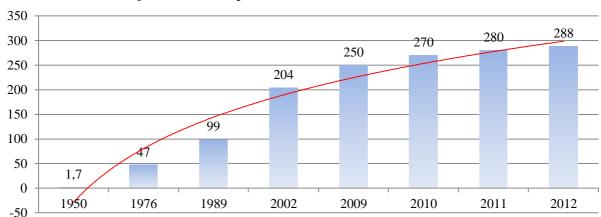


Gráfico 2.1 – Produção mundial de plásticos em milhões de toneladas [1]

Em 2012, a produção mundial de materiais poliméricos foi recorde, superando em 2,8% em relação a 2011. As embalagens plásticas lideram o consumo, seguido pelo setor da construção civil, conforme apresentado no gráfico 2.2.

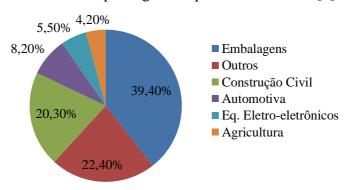


Gráfico 2.2 - Consumo por segmento produtivo mundial [1]

Outro dado importante é o consumo das resinas. Na União Europeia, são seis as resinas mais comercializadas, que em 2013, somaram 85% da demanda de resinas plásticas.

Dentre elas, destacam-se: o polietileno (PE), incluindo o de baixa densidade (PEBD), linear de baixa densidade (PEBDL) e de alta densidade (PEAD); polipropileno (PP); cloreto de polivinila (PVC); poliestireno (PS); poliuretano (PU); e politereftalato de etileno (PET), apresentada no gráfico 2.3.

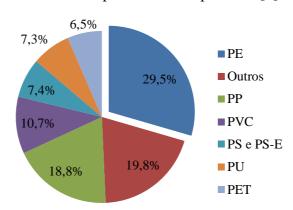
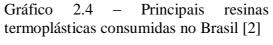
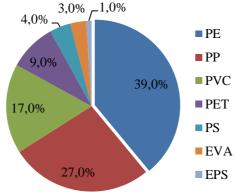


Gráfico 2.3 – Demanda Europeia de resinas plásticas [1]

No cenário brasileiro, a demanda por produtos transformados plásticos cresceu 4% em 2012, comparativamente a 2011, tendo grande participação dos importados, empregando cerca de 10.000 trabalhadores na indústria de transformação de materiais poliméricos, sendo a terceira maior empregadora da indústria brasileira, respondendo por 4% do total de empregos da indústria de transformação. No que trata do consumo de termoplásticos no Brasil, de acordo com a Associação Brasileira da Indústria do Plástico (ABIPLAST), o polietileno, está em primeiro lugar na indústria de transformação, apresentado no gráfico 2.4. [2]





Segundo a Companhia Ambiental do Estado de São Paulo (CETESB) e o Sindicato de Materiais Plásticos do Estado de São Paulo (SINDIPLAST), o consumo brasileiro de polímero gira em torno de 6,6 milhões de toneladas e cresce em média de 5% ao ano. O gráfico 2.5 mostra os principais processos produtivos utilizados em 2010. [3]

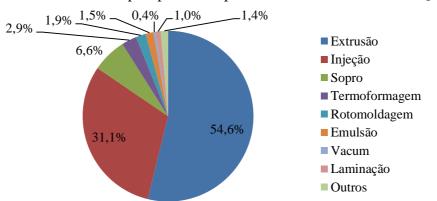


Gráfico 2.5 – Principais processos produtivos utilizados no Brasil [2]

## 2.2. Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS)

A demanda crescente por esses produtos resultam no significativo aumento de geração de resíduos. Segundo a norma NBR 10.004:2004, segue a definição de resíduos sólidos:

Resíduos nos estados sólido e semissólido, que resultam de atividades de origem industrial, doméstica, hospitalar, comercial, agrícola, de serviços e de varrição. Ficam incluídos nesta definição os lodos provenientes de sistemas de tratamento de água, aqueles gerados em equipamentos e instalações de controle de poluição, bem como determinados líquidos cujas particularidades tornem inviável o seu lançamento na rede pública de esgotos ou corpos de água, ou exijam para isso soluções técnicas e economicamente inviáveis em face à melhor tecnologia disponível. [4]

Assim, incentivos governamentais e de organizações, como a promulgação de leis e adoção de medidas regulatórias, além da instituição de projetos que destaquem a importância da gestão e disposição de resíduos plásticos são essenciais para que práticas ambientalmente corretas de tratamentos, como a reciclagem de resíduos plásticos, sejam implementadas. [5]

A Constituição Federal Brasileira em seu capítulo VI trata do meio ambiente:

Art. 225 - Todos têm direito ao meio ambiente ecologicamente equilibrado, bem de uso comum do povo e essencial à sadia qualidade de vida, impondo-se ao poder público e à coletividade o dever de defendê-lo e preservá-lo para as presentes e futuras gerações"; e "§ 3ª Art. 225 - As condutas e atividades consideradas lesivas ao meio ambiente sujeitarão os infratores, pessoas físicas ou jurídicas, a sanções penais e administrativas, independentes de obrigação de reparar os danos causados. [6]

## Consonantes com a constituição têm-se:

- Lei 11.107/2005 Lei de Consórcios Públicos e Gestão Associada de Serviços Públicos; [7]
- Lei 11.445/2007 Lei Nacional de Saneamento Básico. [8]

Em que esta última dispõe sobre o saneamento básico, que é o conjunto dos serviços, infraestruturas e instalações operacionais de: instalações de abastecimento de água, esgotamento sanitário, limpeza urbana e manejo de resíduos sólidos e drenagem e manejo das águas pluviais urbanas.

Em 2 de agosto de 2010, foi instituído a Política Nacional de Resíduos Sólidos, através da Lei 12.305 (alterando a Lei 9.605 de 12 de fevereiro de 1998), que trata:

O poder público, o setor empresarial e a coletividade são responsáveis pela efetividade das ações voltadas para assegurar a observância da Política Nacional de Resíduos Sólidos (...). (Cap. III, Seção I, art. 25) [9]

No âmbito da responsabilidade compartilhada pelo ciclo de vida dos produtos, cabe ao titular dos serviços públicos de limpeza urbana (...) adotar procedimentos para reaproveitar os resíduos sólidos reutilizáveis e recicláveis (...), estabelecer sistema de coleta seletiva, (...) dar disposição final ambientalmente adequada aos rejeitos (...). (Cap. III, Seção II, art. 33) [9]

Os municípios têm hoje obrigação legal de erradicar os lixões a céu aberto, com riscos ao meio ambiente e a saúde, até agosto de 2014. Vale ressaltar que o estado do Ceará e o município de Fortaleza possuem suas leis quanto à política de gestão ambiental de resíduos sólidos, tendo como a SEMACE e a SEMAM os órgãos fiscalizadores, respectivamente.

Como exposto acima, há legislação tratando sobre o meio ambiente e os resíduos sólidos no Brasil, e como apresentado no item 3.1, onde os resíduos plásticos são os mais presentes, sendo uma preocupação para os gestores públicos quanto ao seu devido destino.

#### 2.3. Indústria do Saneamento e sua Infraestrutura

Como serviço público essencial, o saneamento constitui responsabilidade do poder público, que pode conceder ao agente privado os serviços. A ausência ou inadequação da prestação destes serviços constituem riscos à saúde pública.

No Brasil, ainda são verificados elevados índices de internações hospitalares decorrentes de doenças de veiculação hídrica, especialmente nas regiões norte e nordeste, onde se verificam os menores índices de cobertura. A implantação desses serviços tem forte impacto na redução dessas doenças e das taxas de mortalidade infantil.

A respeito de análise de custo-benefício envolvendo melhora do saneamento básico no Brasil, há evidências que o dinheiro gasto em saneamento é mais eficaz que o gasto em saúde quando o objetivo é salvar uma vida.

Considerando o intervalo de tempo entre 1981 e 2001, apontam que o investimento em cobertura de tratamento de esgoto e de acesso à água é, respectivamente, 67% e 17%. [10] O investimento em saneamento pode ser até quatro vezes mais efetivo que o investimento em saúde. [11]

A universalização do saneamento no Brasil exige ações em duas frentes. A primeira é aumentar o patamar de investimentos, que se encontra em níveis muito baixos, conforme demonstrado na seção; e a segunda é aumentar a eficiência do investimento, diminuindo o custo do incremento marginal de capacidade de atendimento em água e esgoto.

A partir de 2007, o Brasil passou a finalmente a dispor de um marco regulatório para o setor, com a Lei 11.445, ou lei do saneamento, com isso, muitas dificuldades para os investimentos no setor foram superadas. Mas, os valores efetivamente aplicados ainda não dão conta das carências do país, especialmente, os problemas de acesso à rede de esgoto. Junto com a regulação, o programa de aceleração do crescimento (PAC) trouxe recursos para reduzir as carências dos municípios em saneamento básico, com R\$ 40 bilhões a serem aplicados no período 2007-2010.

## 2.3.1 Redes coletoras de esgotos, poço de visita (PV)

As redes coletoras de esgoto (RCEs) são parte de um sistema de esgotamento sanitário (SES). Essas interligam as residências as estações de tratamento de esgoto (ETEs), assim, responsáveis pelo afastamento do esgoto.

Segundo Pereira [12], o poço de visita é uma câmara visitável, constituída geralmente em concreto ou alvenaria, com abertura na parte superior para possibilitar o acesso de pessoas autorizadas e equipamentos, para realizar as atividades de inspeção, desobstrução e limpeza das redes coletoras (figuras 2.1 e 2.2).

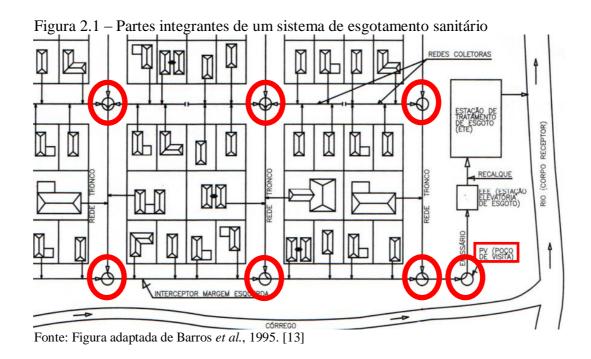
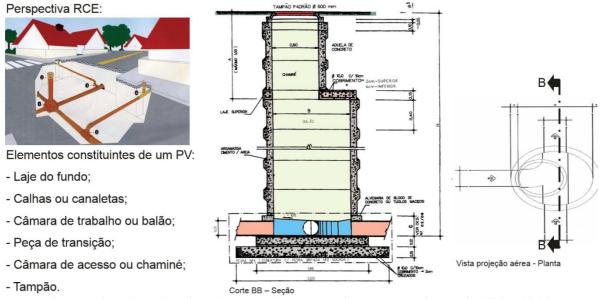


Figura 2.2 - Perspectiva e detalhes de um PV padrão.



Fonte: Figuras e desenhos adaptados pelo autor, de Barros et al. (1995) e Tsutiya et al. (2000). [13,14]

De acordo com a norma NBR 9.649/1986 [15], da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), os poços de visita devem ser utilizados nos seguintes casos: na interligação de mais de dois trechos ao coletor; no início de coletores; nas mudanças de

direção, declividade, diâmetro e material; na reunião de coletores; na reunião de coletores que exige colocação de degraus e tubos de queda e em trechos com profundidade maiores que 3m.

Os poços de visita representam 15,5% do valor total do investimento em obras de implantação de RCEs, conforme apresentados no quadro 2.1.

Quadro 2.1 – Custos relativos para implantação de redes coletoras

e esgoto Serviços Preliminares(*) (responsável por 3,8% do custo total)	canteiro e locação da obra tapumes e sinalização passadiços	0,6% 2,1% 1,1%
Execução de valas (responsável por 61,2% do custo total)	levantamento da pavimentação escavação escoramento reaterro	1,3% 10,6% 38,8% 10,5%
Assentamento de tubulações (*) (responsável por 25,1% do custo total)	transporte assentamento poços de visita ligações prediais cadastro	0,4% 4,1% 15,5% 4,6% 0,5%
Serviços complementares (*) (responsável por 9,9% do custo total)	lastro e bases adicionais reposição de pavimento reposição de galerias pluviais	0,7% 9,1% 0,1%
Acima sobressaem-se os custos relativos abaix segundo maior custo, relativo à construção de	xo, três deles (*) são função direta da profundidad e PV's.	de e o outro, o
Esses 4 itens são responsáveis por 75,4% do custo total	escoramento poços de visita escavação	38,8% 15,5% 10,6%

Fonte: Esgoto Sanitário: Coleta, Transporte, Tratamento e Reuso, 2003. [73]

Durante a operação e a manutenção de redes coletoras de esgoto com os materiais convencionalmente utilizados, as falhas ocorrem por desgaste prematuro das juntas de vedação ou danos no concreto, oriundos dos agentes agressivos presentes no meio.

Desta forma, o solo que ora está submetido também a estes esforços fica susceptível a ser carreado para dentro dos poços de visita, entupindo os dutos coletores ligados ao mesmo, havendo o transbordamento de esgoto, e o abatimento da pavimentação próximo ao PV (com o surgimento de falhas na via pública). Os prejuízos são incalculáveis, pois além da poluição ambiental que traz problemas de saúde pública, podem causar acidentes com vítimas fatais no trânsito.

Não obstante, a areia, carreada para dentro da rede coletora ainda causa graves problemas nas unidades de bombeamento das estações elevatórias e estações de tratamento de esgoto. O primeiro há o desgaste prematuro das peças do conjunto motor bomba, responsáveis por bombear o esgoto bruto para as unidades adjacentes e de tratamento. Já no índice de eficiência do tratamento do esgoto, com a presença de chuvas, as vazões aumentam significativamente, diluindo o esgoto a ser tratado e colmatando os equipamentos de tratamento com a presença de areia.

As ocorrências em poços de visita geram vários transtornos à população, que são:

- abatimento do solo e pavimentação, originando buracos nas vias públicas (tecnicamente chamada de fuga), figura 2.3;
- congestionamento e acidentes de trânsito;
- extravazamento de esgoto bruto, trazendo poluição do meio ambiente e danos à saúde pública, figura 2.4.

Figura 2.3 – Fotos de abatimento do solo próximo ao PV (fuga)





Fonte: Fotos captadas pelo próprio autor

Figura 2.4 – Foto de extravasamento de esgoto



Fonte: Foto captada pelo próprio autor

Tais ocorrências incidem diretamente nos custos operacionais, da prestação dos serviços, refletindo na tarifa do serviço prestado. Os impactos são:

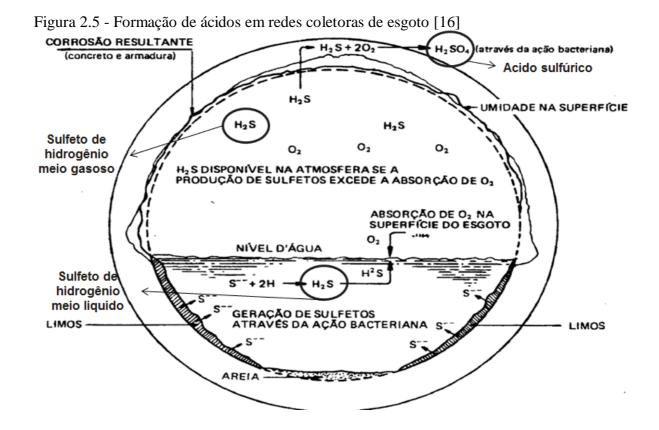
- serviços frequentes e recorrentes de desobstruções de redes coletoras, predominando o assoreamento (carreamento de areia a rede coletora);
- desgaste prematuro dos rotores das bombas, das estações elevatórias de esgoto;
- exposição de atividades insalubres e de risco de vida, inerentes ao serviço de limpeza e desobstrução; dentre outros.

# 2.3.2 Processos reacionais na Infraestrutura de SES

Geralmente o gás mais agressivo encontrado no esgoto é o sulfídrico (H<sub>2</sub>S) que fica em equilíbrio com o sulfeto e suas concentrações vão variando dependendo do pH, podendo formar ácido sulfúrico que é bastante corrosivo, comprometendo as infraestruturas instaladas. Em trechos de baixa declividade onde ocorre depósito de matéria orgânica em situação de anaerobiose, as bactérias redutoras de sulfato transformam-no em sulfeto, ocorrendo a produção de gás sulfídrico (H<sub>2</sub>S). O H<sub>2</sub>S predomina em meio ácido, constituindo-se em 80% em pH = 7. Utiliza-se como técnica de controle de odores de esgotos a elevação de pH, pois em pH > 10 praticamente todo enxofre se encontra na forma S<sup>-2</sup>. No trecho aeróbio do tubo e em contato com a umidade da parede interna, ocorre a reação de formação de ácido sulfúrico que ataca o concreto. Além do problema da corrosão, o gás sulfídrico traz o problema do odor em rede coletora de esgotos, além de exercer efeito tóxico, tendo sido responsável por alguns acidentes com os operadores não devidamente equipados. [14]

A formação do ácido sulfídrico, em sistemas de coleta de esgoto se dá por bactérias redutoras de sulfatos, que necessitam de oxigênio para consumir a matéria orgânica existente na água do esgoto. Quando o oxigênio não está disponível, estes microrganismos o retiram dos íons sulfato (SO4<sup>-2</sup>) disponíveis no meio aquoso deixando livres os íons sulfeto (S<sup>-2</sup>). A reação do sulfeto, com a água, resulta no gás sulfídrico H<sub>2</sub>S, conhecido pelo seu cheiro característico de ovo podre. O gás liberado é absorvido pelas partes superiores do coletor de concreto, sendo novamente oxidado e transformado em ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). E finalmente o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ataca o concreto nas partes superior do coletor, transformado o hidróxido de cálcio Ca(OH)<sub>2</sub> do concreto em gesso (CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O).

Os processos reacionais, de formação de ácidos em RCEs, como apresentado, estão ilustrados na figura 2.5.



Os ácidos citados se formam e atacam quimicamente as paredes dos tubos de concreto, danificando-os por processos corrosivos. Assim, há necessidade de materiais mais resistentes às reações específicas que ocorrem em efluentes sanitários, surgiram os tubos revestidos internamente com polímeros. Contudo, as reações continuam a ocorrer da mesma forma e os ácidos gerados permanecem em contato com a estrutura polimérica, provocando modificações na interface de contato.

De acordo com Tsutiya [14], diversos modelos têm sido propostos para previsão de sulfetos e dentre todos o mais citado é a formula desenvolvida por Pomeroy (apud Takahashi, 1983) a partir de uma equação (2.1) proposta por Davy, que segue:

$$Z = \frac{DBO_E}{I^{1/2} \times Q^{1/3}} \times \frac{p}{b}$$
 (2.1)

Onde: Z: o indicador de tendência para o ocorrência de sulfetos (mg s<sup>1/3</sup>/l pé);

 $DBO_E$ : DBO efetiva (mg/l), dada pela expressão  $DBO_E = DBO \times 1,07^{(T-20)}$ 

DBO: demanda bioquímica de oxigênio a 20°C em cindo dias (mg/l);

T: temperatura da tubulação (°C);

I: declividade da tubulação (m/m);

Q: vazão de esgoto (pés³/s);

p: perímetro molhado, pé;

b: largura da superfícies do liquido, pé.

Outro principal gás formado é o metano, advindo da fermentação da matéria orgânica, aonde são formados os gases dióxido de carbono e o metano, dada pela equação 2.2. [14]

$$C_6H_{12}O_6 \leftrightarrow 3 CO_2 + 3 CH_4 \tag{2.2}$$

Vale ressaltar que esta é a reação global da metanogênese. Ela pode ocorrer por dois caminhos: o primeiro denomina-se metanogênese hidrogenotrófica (produção de metano a partir de hidrogênio), realizado por praticamente todas as bactérias metanogênicas, dada pela equação 2.3. [14]

$$CO_2 + 4 H_2 \leftrightarrow 2 H_2O + CH_4 \tag{2.3}$$

O segundo e principal caminho é realizado por poucas espécies de bactérias, porém é responsável pela maior parte das conversões, convertendo o carbono orgânico na forma de acetato a metano, denominando-se metanogênese acetotrófica, dada pela equação 2.4. [14]

$$CH_3COOH \leftrightarrow CO_2 + CH_4$$
 (2.4)

As formações de metano e de gás sulfídrico competem entre si. Esta competição é função tanto do pH do meio quanto da relação DQO/SO<sub>4</sub> no esgoto.

O metano é explosivo, e medidas cautelares devem ser tomadas nas instalações concorrentes de outros serviços públicos, tal como energia elétrica.

# 2.4. Polímero

O termo polímero é aplicado quando há pelo menos cinquenta monômeros unidos uns aos outros por ligação covalente numa cadeia e onde há sempre a presença de carbono e hidrogênio. Então, polímeros são macromoléculas consistindo de unidades químicas repetidas, ligadas umas às outras. [17]

O estudo de compostos de peso molecular elevado, naturais e artificiais, levou a estabelecer um novo conceito, por volta de 1925, onde passou a ser definido como uma substância composta, de peso molecular elevado, formada por muitas moléculas pequenas iguais, chamados monômeros, unida umas as outras por ligações covalentes, resultantes de muitas reações de adição consecutivas (poliadição).

Nas reações de poliadição os reagentes se somam, não tendo perda de matéria, onde todos os átomos das moléculas de monômeros estarão nas moléculas de polímero. Para dar as reações de poliadição, os monômeros devem ter ligações duplas, triplas ou determinados ciclos em sua estrutura molecular, como a reação a seguir (equação 2.5): [19]

$$CH_2 = CH_2 \rightarrow -CH_2 - CH_2 - \rightarrow -[CH_2 - CH_2]_n -$$
(etileno) (polietileno) (2.5)

O PE formado a partir de um único monômero recebe o nome homopolímero de adição, onde a letra N presente na representação dos polímeros é o grau de polimerização, que vem a ser o número de monômeros que a forma. Há três tipos de reações pelos quais se podem produzir um polímero: [17]

- poliadição: não há perda de matéria, não há subprodutos e, por conseguinte, o
  peso molecular de uma molécula de polímero é igual à soma dos pesos
  moleculares de todas as moléculas dos monômeros que a formaram;
- policondensação (substituição, reação intermolecular): há perda de matéria, com formação de subprodutos, geralmente moléculas pequenas (água, metanol, cloreto de hidrogênio, entre outros), onde resulta que o peso molecular do polímero é menor que a soma dos pesos moleculares de todos os monômeros que a formaram;
- modificação química: há mudanças no peso molecular, na solubilidade, nas resistências mecânica e elétrica (entre outros), permitem uma diversificação ampla de suas aplicações.

Seguem as principais formas de classificar o comportamento e as propriedades dos polímeros.

Baseadas nas características de fusibilidade [18]

• Termoplásticos: podem ser aquecidos e moldados, bem como reaquecidos, amolecem e são moldados novamente. Este ciclo reversível de reaquecimento e endurecimento é responsável pela sua aptidão à reciclagem, onde pode ser repetidas vezes, sem a mudança perceptível nas propriedades. No entanto, a operação não pode ser repetida indefinidamente, visto a forma das moléculas que são geralmente lineares, ou levemente ramificada. Exemplo: polietileno (PE), na forma de alta densidade (PEAD) e baixa densidade (PEBD).

• Termofixos: polimerizados, geralmente, por uma reação química, sendo não reversível, sofrendo mudanças químicas quando aquecidos e curados (usualmente 98% em massa se encontram com ligações cruzadas, formando uma rede tridimensional). Uma vez aquecidos e conformados, não podem ser reprocessados, sob pena de degradação permanente, sendo a reciclagem muito difícil. Exemplo: baquelite, poliuretano, epóxi, dentre outros.

# Baseadas no grau de cristalinidade [18]

- Cristalinos: se apresentam com moléculas organizadas, onde os cristais moleculares são formados por regiões cristalizadas e dispersas em uma matriz amorfa. Exemplo: polietileno, acetatos, polipropileno, entre outros.
- Amorfos: se apresentam com cadeias moleculares mais volumosas e ou com maiores ramificações ou grupos funcionais (partes ativas dos monômeros).
   Tendem a ser rígidos e a não possuem as dobras tão próximas. Exemplo: poliestireno, policarbonato, entre outros.

Há diferentes métodos para o processamento dos polímeros. O método utilizado para um determinado polímero depende de vários fatores, que são: características de fusibilidade do material, estabilidade do material formado, geometria e tamanho do produto final. A fabricação do produto final normalmente ocorre sob temperaturas elevadas e com aplicação de pressão. Os principais métodos são: moldagem por compressão, moldagem por sopro, moldagem por injeção, extrusão e rotomoldado (objeto do estudo).

A tabela 2.1 apresenta a síntese dos tipos de polimerização, com a perda de massa, geração de subprodutos, peso molecular.

Tabela 2.1 – Síntese das informações dos tipos de polimerização [18]

Tipo de Polimerização	Matéria	Subprodutos <sup>1</sup>	Peso molecular	Obs.
Poliadição	Sem perda	Não	Soma dos monômeros	-
Policondensação	Há perda	Sim	Menor que a soma dos monômeros	1: água, metanol, cloreto de hidrogênio
Modificação química	Alterações	Sim	Alterações	Mudanças

Fonte: Interpretada pelo autor

## 2.4.1 Polietileno (PE)

Devido à sua alta produção mundial, é também o mais barato, sendo um dos tipos de polímero mais comum. Suas aplicações são o Polietileno de Baixa Densidade e o Polietileno de Alta Densidade. Segundo Doak [19], polietileno é um polímero parcialmente cristalino, flexível, cujas propriedades são acentuadamente influenciadas pela quantidade relativa das fases amorfa e cristalina. As menores unidades cristalinas, lamelas, são planares e consistem de cadeias perpendiculares ao plano da cadeia principal e dobradas em zig-zag, para cada 5 a 15nm, embora haja defeitos que são poucos frequentes.

As lamelas são interconectadas por moléculas de interligação, as quais formam pontes interlamelares que constituem as regiões amorfas. A estrutura formada cresce radialmente formando esferulitos [20,21] (figura 2.6), que apresentam, sob luz polarizada, sequência regular de anéis concêntricos em formato de cruz de malta (figura 2.7). [22]

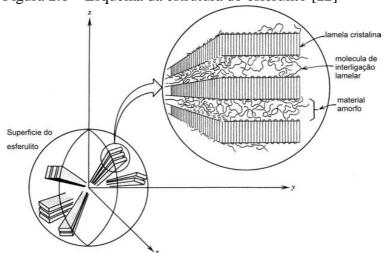
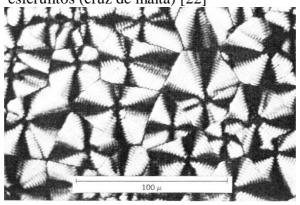


Figura 2.6 – Esquema da estrutura do esferulito [22]

Figura 2.7 – Imagem de microscopia ótica com luz polarizada onde pode ser visto os esferulitos (cruz de malta) [22]



A estrutura cristalina típica do polietileno é a hexagonal ortorrômbica com os seguintes parâmetros de rede: a=0.741 nm, b=0.494 nm e c=0.255 nm [22, 23], apresentada na figura 2.8. [22]

0.255 nm

Figura 2.8 – Representação unitária da estrutura cristalina do PE [22]

Os polietilenos são inertes em face da maioria dos produtos químicos comuns, devido à sua natureza parafínica, seu alto peso molecular e sua estrutura parcialmente cristalina. Em temperaturas abaixo de 60 °C, são parcialmente solúveis em todos os solventes. Entretanto, dois fenômenos podem ser observados: a interação com solventes, sofrendo inchamento, dissolução parcial, aparecimento de cor ou, com o tempo, completa degradação do material; e a interação com agentes tensoativos, resultando na redução da resistência mecânica do material por efeito de tenso-fissuramento superficial. [24]

## 2.4.2 Blendas

A crescente utilização de termoplásticos provocou o desenvolvimento técnico e científico, trazendo a possibilidade de produzir novos materiais, por meio de modificações de polímeros já existentes, surgindo assim novas possibilidades de aplicação ou melhorando o processo produtivo dos materiais poliméricos. [25]

A modificação mais simples baseia-se na mistura de dois ou mais polímeros, formando uma blenda, sendo mais interessante economicamente que a modificação por copolimerização (emprego de mais de um monômero na reação de polimerização). [17]

Blenda polimérica é definida como materiais poliméricos originários da mistura física de dois ou mais polímeros, sem que haja um elevado grau de reação química entre entres.

# 2.5. Degradação de Polímeros

O tipo de polímero e sua polimerização são fatores que influenciam na estabilidade do material e a susceptibilidade a determinados tipos de reação de degradação.

Na polimerização, o tipo de grupo químico ou resíduo que permanece na cadeia polimérica poderá atuar como ligação fraca, facilitando a degradação térmica (se houver formação de peróxidos), ou como absorvedor de luz (cromóforo) facilitando a degradação fotoquímica (se houver formação de grupos cetona [26]

Os polímeros terão o seu comportamento em termos da degradação e estabilização, já determinadas durante o seu gênesis e a sua primeira conformação. Estas reações de degradação se propagarão durante o uso do artefato e definirão a sua a vida útil.

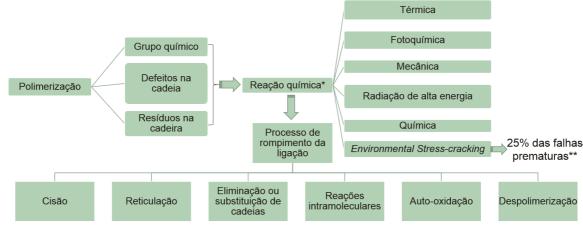
Existem várias formas para abordar a degradação de polímeros, dentre elas estão os tipos de reações químicas que ocorrem no início e durante a degradação, tais como: cisão (ou quebra) de ligações na cadeia principal ou em grupos laterais, reticulação, eliminação ou substituição de cadeias laterais, reações intramoleculares, auto-oxidação e despolimerização; Bem como o processo de iniciação destas reações (térmica, fotoquímica, mecânica, radiação de alta energia, química ou stress-cracking).

Por outro lado, qualquer que seja a forma de degradação ou o tipo de classificação, a primeira etapa da degradação, sempre está relacionada ao rompimento de uma ligação química covalente, seja ela na cadeia principal ou em cadeia lateral.

Este rompimento vai gerar espécies reativas que serão responsáveis pela propagação do processo. Estas espécies são, na maioria dos casos, radicais livres.

Todas estas formas de iniciação implicam em fornecer energia para o rompimento de uma ou mais ligações químicas. [26]

O organograma 2.1 apresenta as reações de degradação, inerente ao tipo de polímero e sua polimerização.



Organograma 2.1 – Reações de degradação de polímeros

Fonte: Interpretado pelo autor [26]

A estrutura química do polímero e ou a presença de defeitos na cadeia ou na sua extremidade são fatores determinantes do tipo de reação de degradação e das condições nas quais as reações de degradação começarão.

Por outro lado, uma vez iniciada a degradação com a formação de um macro radical livre, na presença de oxigênio sempre se iniciará também o processo autocatalítico de oxidação.

A estabilidade dos radicais livres formados na despolimerização é que determinará se ocorrerá à auto-oxidação ou não. De qualquer forma, haverá auto-oxidação, mesmo em pequena escala. [26]

Para o objeto estudado, onde há falha prematura dos materiais aplicados em RCEs, está associada, predominantemente, ao *ESC*.

# 2.5.1 Fissuração por solicitação mecânica e ambiental (Environmental Stress Cracking - ESC)

A fissuração por solicitação mecânica e ambiental (*environmental stress cracking* – *ESC*) é um processo lento de crescimento de fissuras que resulta da contínua aplicação de pequena carga, em temperatura próxima da ambiente, na presença de um agente ambiental agressivo.

Esse tipo de falha é caracterizado pela presença de fissuras macroscópicas e com uma estrutura fibrilar formada antes da fissura real.[27]

O ESC é definido como o fenômeno de formação de fissuras, internas ou externas, causadas pelos efeitos da solicitação mecânica com valores menores ao admissível pelo

material para provocar ruptura em um intervalo de tempo curto, e pode ser acelerado pela presença de um agente no meio agressivo. [26]

Esse fenômeno é considerado responsável por 20 a 30% das falhas em polímeros de engenharia em serviço [29, 30], principalmente para polímeros amorfos em estado vítreo.

O PE, em muitas aplicações, é simultaneamente exposto a solicitações mecânicas, de origem externa (devido a carregamento estático ou cíclico em serviço) e ou interna (tensão residual de processo de fabricação), ação química (ácido, óleos, entre outros) e ou agentes ambientais (umidade, temperatura adversa, entre outras).

Esses fatores atuando sinergicamente levam esse polímero a sofrer falhas causadas pelo ESC.

Existem trabalhos avaliando o comportamento do PE ao ESC, onde existe a formação de fissuras mesmo na ausência de agentes ambientais agressivos. [31, 32]

O conhecimento do ambiente e esforços a qual o material será aplicado é imprescindível para determinar o tempo de vida útil de uma peça, tendo em vista os efeitos *ESC*.

Defeitos na superfície do material produzem concentração de tensões que facilitam a formação de pré-fissuras (estrutura formada antes da fissura – crazes, figura 2.8), acelerando, portanto, o processo de ruptura frágil. Tais defeitos incluem entalhes, vazios, inclusões e heterogeneidades. [26, 33]

O mecanismo básico do ESC pode ser descrito como a formação de pequenos vazios (< 30 nm), que coalescem formando regiões planares tornando-se fissuras que podem propagar-se até a ruptura do material. [34, 35]

Antes da formação da fissura é observada a formação da pré-fissura, representada esquematicamente na figura 2.9.

Ocorre um ponto localizado de tensão;

Ofluido é absorvido neste ponto;

Ocorre a formação de crazes neste sít

Ocorre a formação de uma fissura superficial e mais líquido é adsorvido nesta fissura;

Ocorre a formação de crazes em um sítio plastificado mais interno;

O processo de crescimento da fissura continua.

Figura 2.9 -. Formação de crazes no polímero

Fonte: Interpretado pelo autor [26, 48]

A presença de fibrilas no interior das pré-fissuras (*craze*) torna-as capazes de suportar carga mecânica, ao contrário das fissuras verdadeiras.

Conforme crescem, as pré-fissuras eventualmente atingem um comprimento crítico, dando origem às fissuras. [36]

Alguns mecanismos moleculares têm sido propostos para explicar o ESC nos polietilenos. As falhas interlamelares controlam o processo, que é altamente influenciado pela quantidade de moléculas de interligação lamelar (*tie molecules*). [37]

A resistência do polietileno ao lento crescimento de fissuras é governada pela região cristalina e não pela região amorfa.

Esse modelo envolve o desenovelamento das moléculas em estado amorfo entre as regiões cristalinas, o número de moléculas de interligação lamelar e a força de ancoramento entre os cristais. [38]

Moléculas de interligação lamelar são partes das cadeias poliméricas que ligam duas ou mais lamelas cristalinas através da fase amorfa interlamelar, ou seja, a seção de uma molécula polimérica que participou da cristalização em dois ou mais cristais diferentes. [35, 39]

Vários autores concordam que a densidade de moléculas de interligação lamelar está diretamente relacionada com o aumento da resistência ao ESC [28, 33, 40], podendo estar relacionada com o número de ramificações curtas e com a massa molar do polímero. [41]

Alguns fatores externos, que não estão diretamente relacionados com a microestrutura da cadeia do polímero, podem influenciar a resistência a ESC como a história térmica da amostra, temperatura de processamento e a temperatura do molde.

Estas variáveis podem ser normalmente relacionadas com mudanças da morfologia cristalina e com defeitos superficiais. [37, 42]

A resistência ao *ESC* aumenta com o rápido resfriamento do polietileno a partir do fundido, porque ocorre a formação de lamelas menores e o aumento de moléculas de interligação.

Entretanto, este ganho na resistência a fissuração é temporário, após certo período de tempo o material volta a ter a mesma resistência à fissuração do material com resfriamento lento, provavelmente devido ao crescimento das lamelas através de cristalização secundária. [39]

O polietileno é um material que apresenta duas fases com propriedades bastante distintas. A temperatura ambiente encontra-se acima da transição vítrea e, portanto, a sua fase amorfa é borrachosa e pode sofrer escoamento quando da aplicação de carga.

Ao mesmo tempo também é resistente, devido à rede formada pelos cristais e ao emaranhamento da fase amorfa. Este fato indica que o tamanho da fibrila na pré-fissura pode ser determinado pela mobilidade da fase amorfa. [43]

## 2.6. Reciclagem

A reciclagem é um sistema de recuperação de recursos projetado para recuperar e reutilizar resíduos, transformando-os novamente em substâncias e materiais úteis à sociedade. Dessa forma, a reciclagem consiste de uma série de processos industriais que permitem separar, recuperar e transformar os componentes dos resíduos sólidos do lixo urbano (domiciliar/comercial). [44]

Se há uma maior conscientização e o material reciclável for colocado no seu devido lugar, desde o momento em que é descartado, possibilita-se um melhor aproveitamento desse material e a quantidade de lixo que não pode ser reciclado será muito menor. Esse é só o primeiro passo do que se chama de coleta seletiva, onde há a separação e recolhimento, desde a origem, dos materiais potencialmente recicláveis. [45]

O gráfico 2.6 apresenta a curva, em crescimento exponencial, dos municípios brasileiros com coleta seletiva e disposição de resíduos sólidos conforme PNRS, de 1994 a 2012, mostrando que os gestores municipais estão cada vez mais preocupados com o destino dos resíduos sólidos produzido nas cidades. [46]

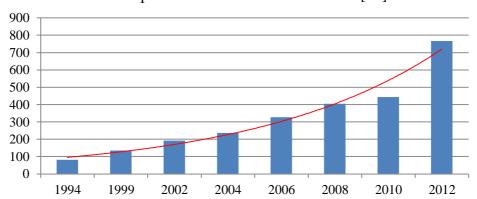
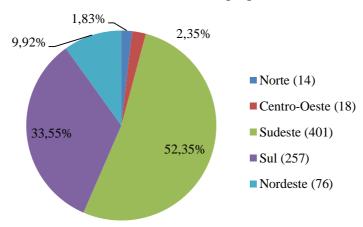


Gráfico 2.6 – Municípios com coleta seletiva no Brasil [46]

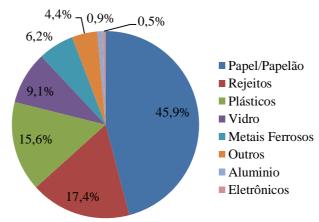
No entanto, apenas 14% das cidades brasileiras adotam a coleta seletiva, onde 52,35% das cidades estão no sudeste do país, como apresentado no gráfico 2.7. Aproximadamente 27 milhões de brasileiros tem acesso à coleta seletiva.

Gráfico 2.7 – Regionalização dos municípios com coleta seletiva no Brasil [46]



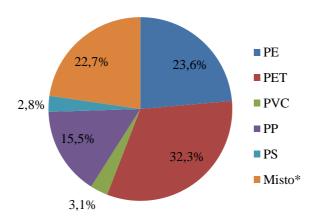
A média da composição gravimétrica da coleta seletiva, na abrangência destes municípios, está os plásticos em segundo no ranking, perdendo apenas para o papel/papelão, como apresentado no gráfico 2.8.

Gráfico 2.8 – Média da composição gravimétrica da coleta seletiva no Brasil [46]



Dentre os materiais poliméricos apresentados no gráfico acima, o PE (incluindo o PEBD e PEAD), está em segundo lugar, com 23,6%, perdendo para o PET (32,3%), e seguidos do: PP (15,5%), PVC (3,1%), PS (2,8%) e Mistos (22,7%), apresentado no gráfico 2.9.

Gráfico 2.9 – Perfil dos plásticos na composição gravimétrica [46]



Legenda: \*Mistos referem-se aos materiais poliméricos comercializados em conjuntos especialmente alguns tipos de plástico filme.

O tempo médio de biodegradação dos materiais poliméricos é mais de 100 anos, sendo assim, o polietileno reciclado é um forte aliado para manutenção do meio ambiente.

## 2.6.1 Conceito e tipos de reciclagem

A reciclagem consiste do reprocessamento de um material, de modo a fazê-lo voltar como matéria-prima para a fabricação de novos produtos. A reciclagem dos plásticos é de vital importância para o ciclo de transformação dos resíduos sólidos. Para viabilizar este processo, é necessário identificar e separar os diversos tipos de polímeros. [3]

Os polímeros reciclados podem ser obtidos por meio de quatro categorias distintas. [47]

- Primária: É a conversão de resíduos plásticos por tecnologias convencionais de processamento em produtos com características de desempenho equivalentes às daqueles produtos fabricados a partir de resinas virgens.
- Secundária: É a conversão de resíduos plásticos de lixo por um processo ou
  por uma combinação de operações. Os materiais que se inserem nessa classe
  provêm de lixões, sistema de coleta seletiva, sucatas etc. São constituídos
  pelos mais diferentes tipos de material e resina, o que exige uma boa
  preparação, para poderem ser aproveitados.
- Terciária: É a conversão de resíduos plásticos em produtos químicos e combustíveis, por processos termoquímicos (pirólise, quimólise, conversão

catálica). Por esses processos, os materiais poliméricos são convertidos em matérias-primas que podem originar novamente as resinas virgens ou outras substâncias interessantes para a indústria, como gases e óleos combustíveis.

• Quaternária: Por incineração, obtendo-se dióxido de carbono, água e calor.

Cada categoria é agrupada em três técnicas:

- Mecânica: Consiste na limpeza, moagem e transformação dos resíduos novamente em grãos para serem reaproveitados.
- Química: Processo que implica no craqueamento dos materiais poliméricos para a produção de substâncias químicas simples (gases e óleos). Esse tratamento torna possível o retorno das características e propriedades dos plásticos virgens.
- Energética: Processo que recupera a energia contida nos plásticos através da combustão de altos-fornos ou em fornos de cimento para ser utilizado na geração de energia elétrica, substituindo o combustível fóssil como o óleo combustível.

## 2.7. Processo Rotomoldado

O processo de rotomoldagem existe desde o início dos anos 30. A introdução do polietileno em pó (micronizado) no final dos anos 50 tem abastecido a indústria com o material ideal para moldagem rotacional. Desde então, a indústria tem crescido em razão regular nesse setor. [48]

As aplicações do processo de rotomoldagem de termoplásticos tem crescido consideravelmente em todo o mundo. No Brasil, poucas empresas detêm a técnica de fabricação, conseguida a custo de erros e acertos ao longo do tempo. [48]

A rotomoldagem também conhecida como moldagem rotacional ou fundição rotacional é uma técnica de processamento de termoplásticos (e alguns termorígidos), voltada para produção de peças relativamente grandes, ocas, sem rebarbas e parcial ou totalmente fechadas, com variadas espessuras. [49]

A resistência exigida pelos moldes no processo de rotomoldagem é mínima, visto ser um processo que utiliza baixa pressão. Isto reduz os custos com o ferramental utilizado no processo, tal como os moldes.

A tensão residual presente nas peças produzidas por este processo é mínima, quando comparadas com outros processos (extrusão, sopro, injeção). Esta vantagem do processo é relevante quando na produção de peças de grande porte.

A espessura de parede é uniforme, sem estreitamento nas extremidades. O acabamento e cor final podem ser escolhidos, bem como metais podem ser inseridos ou moldados durante o processo (exemplo de chumbadores).

As características do processo conferem as peças propriedades que lhes permitem competir com peças fabricadas por outros processos.

As partes integrantes do processo de rotomoldagem são:

- unidade de aquecimento (forno);
- cabine de resfriamento:
- estação de carregamento e descarregamento;
- fuso ("pratos" e "braços") e sistema de movimentação (giratório) dos fusos.

As etapas da rotomoldagem são: [49]

- moldagem: molde de boa qualidade (geralmente de alumínio fundido polido);
- carregamento: a cavidade de um ou mais moldes bipartidos, abertos, são carregadas com uma quantidade pré-determinada de material, geralmente em pó, pasta ou líquido. Após o carregamento os molde são manualmente fechados por cintas ou grampos. (figura 2.11 a);
- aquecimento: os moldes são posicionados em um forno e rotacionados biaxialmente, de modo que o material seja distribuído e fundido sobre as superfícies internas do molde (figura 2.11 b). Nesta etapa no início do processo o pó não está aderido à superfície do molde (figura 2.10 a). Quando no interior do molde é atingida a temperatura de fusão do polímero, o pó começa a aderir à superfície do molde (figura 2.10 b). Com a continuidade do aquecimento, inicia sua fusão (figura 2.10 c), ocorrendo o aprisionamento do ar misturado, resultando na formação de bolhas e sua fusão incompleta. Quando estas bolhas permanecem na peça, ocasionam perdas nas propriedades mecânicas, principalmente na resistência ao impacto. Para eliminá-las é necessária a continuidade do aquecimento após a fusão, para resultar na diminuição da viscosidade do polímero, tornando-o mais fácil no processo de dissolução do ar pela matriz polimérica e permitindo a eliminação das bolhas (figura 2.10 d),

completando assim a fusão. Se este aquecimento adicional for excessivo, a peça não apresentará bolhas, mas poderá incorrer em degradação termo-oxidativa (degradação sob o efeito de calor) na superfície interna, com perda de resistência mecânica. O ciclo térmico do processo de rotomoldagem está representado no gráfico 2.10;

Figura 2.10 – Comportamento da massa polimérica no interior do molde aquecido [49]

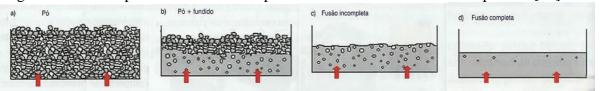
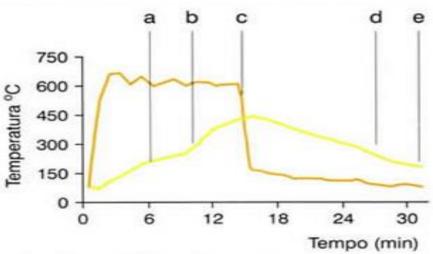


Gráfico 2.10 – Ciclo térmico do processo de rotomoldagem [49]

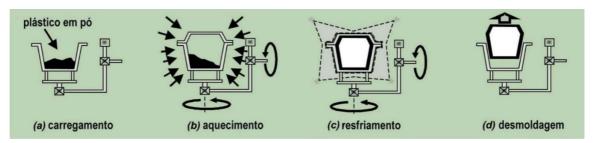


Fonte: Revista Ferramental - Ano III Nº 13 - jul/ago 07 [49] Legenda: Linha laranja é a temperatura do forno; Linha amarela temperatura no interior do molde.

• resfriamento: ainda em rotação, os moldes são removidos do forno e posicionados num ambiente de resfriamento; a remoção de calor dos moldes é feita pelo ar ambiente, por ar forçado ou ainda por aspersão (neblina), figura 2.11 c. O tempo de resfriamento depende dos seguintes fatores: temperatura ambiente, espessura da peça, material e espessura do molde, volume e velocidade do ar, características superficiais do molde, temperatura e vazão da água, e taxa de retirada do ar e da água da estação de resfriamento;

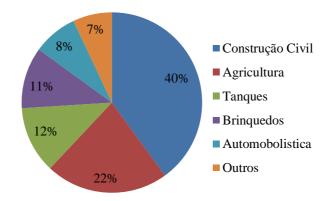
 desmoldagem: terminado o tempo previsto de resfriamento completo da peça, os movimentos rotativos são cessados e os moldes abertos, para que sejam removidas manualmente. (figura 2.11 d).

Figura 2.11 – Etapas do processo rotomoldado [50]



Duas características da rotomoldagem são similares, em relação aos demais métodos de transformação de termoplásticos, onde: não há necessidade de aplicação de pressão sobre o material plastificado para a moldagem, que ocorre basicamente pela ação da força da gravidade. Em todos os outros processos, o material e submetido a grandes forças de cisalhamento para ser conformado; e a fusão do material polimérico e a solidificação do moldado ocorrem no mesmo local, ou seja, o molde precisa ser aquecido e resfriado a cada ciclo. O gráfico 2.11 apresenta a estatística de consumo de produtos por processo rotomoldado atual.

Gráfico 2.11 – Consumo de produtos por rotomoldagem [49]



No Brasil, a bibliografia ou publicações técnicas específicas associadas a este processo são escassas, ou sendo ele tratado com certa reserva por parte das poucas indústrias que o utiliza. Por meio de pesquisas, há a necessidade de buscar conhecimento teórico e prático em outros países uma vez que, no Brasil, a rotomoldagem é muito pouco

conhecida e explorada devido à falta de informações de caráter técnico do processo. As empresas que dominam este processo não têm interesse em divulgar os conhecimentos adquiridos por elas uma vez que foram obtidos à custa de vários anos de tentativas, de forma empírica. [48]

Atualmente, nos Estados Unidos, existe uma associação das indústrias que utilizam este processo, *Association of Rotational Molders*, prestando relevantes contribuições para o aperfeiçoamento da tecnologia e produtos rotomoldado.

Para o PE reciclado rotomoldado, precede as seguintes etapas:

- triagem/seleção: a matéria-prima é selecionada, separando os vários plásticos, com intuito de preservar a homogeneidade do produto final. Esta etapa é realizada pela coleta seletiva;
- limpeza: faz-se a limpeza, a fim de retirar subprodutos e escorias inerentes ao processo a qual o material fora utilizado;
- reciclagem mecânica: moagem dos materiais após limpeza, e peneiração, com propósito de uniformizar a granulometria, preparando-o para extrusão;
- extrusão: Consiste em forçar a passagem do material por dentro de um cilindro aquecido de maneira controlada, por meio da ação bombeadora de duas roscas sem fim, que promovem o cisalhamento e homogeneização do material, bem como sua plastificação, gerando uma peça secundária;
- micronização: A peça secundária é triturada, formando um pó, gerando o produto para o carregamento do processo de rotomoldagem.

# 3. MATERIAIS E METODOLOGIA

O fluxograma da figura 3.1 apresenta as técnicas utilizadas para alcançar os objetivos do trabalho.

Produção das amostras de Polietileno Virgem e Reciclado Usinagem dos Corpos de Prova Sem Ataque Com Ataque Quimico Quimico Caracterização dos Preparação do reagente para ataque quimico Materiais Indice de Fluidez Caracterização do . Materiais Teor de Cargas Fluorescencia de Raio X Teor de Cinzas Densidade indireta Ensaios destrutivos Difração de Raio X Tração Fluorescência de Raio X Impacto Termoanalises Ensaios não Destrutivos Termogravimetria **I**magens Calorimetria Termográficas diferencial de varredura Estereoscopia ótica Ensaios destrutivos Impacto Tração Ensaios não Destrutivos Imagens Termográficas Estereoscopia ótica

Figura 3.1 – Fluxograma das técnicas utilizadas

Fonte: Próprio autor

A etapa de produção das amostras de polietileno rotomoldado virgem e reciclado foi realizada e disponibilizada pela empresa PLASTSAN, conforme explanado no item 3.1.

A preparação do reagente, ácido sulfúrico com pH específico foi realizada no laboratório de controle de qualidade da Companhia de Água e Esgoto do Ceará (CAGECE).

Consonante com a figura 3.1, segue a tabela 3.1 apresentando as etapas/ensaios realizadas (os), os locais da realização, normas e/ou procedimentos utilizados e objetivos.

Tabela 3.1 - Ensaios realizados, locais, normas/procedimentos e objetivos

Etapas		Ensaios	Local de realização	Normas/Procedimentos	Objetivo
Caracterização dos Materiais		Índice de Fluidez	SENAI Maracanaú	ASTM D1238-10 [58]	Identificar a fluidez do material
		Teor de Cinzas	SENAI Maracanaú	ASTM D5630-06 método B [59]	Quantificar as cinzas do material
		Teor de Cargas	SENAI Maracanaú	ASTM D2584-11 [60]	Quantificar as cargas do material
		DSC	Laboratório de Termoanálises*	ASTM D3418 [63]	Caracterizar eventos térmicos presentes no material
		TG	Laboratório de termoanálises*	ASTM D792-08 [64]	Verificar a estabilidade térmica do material de acordo com a atmosfera implementada
		Densidade indireta aparente	Laboratório de Controle de Qualidade**	Método indireto	Determinar a densidade aparente do material
		Difração de Raios X	Laboratório de Raios X, departamento de física*	ASTM D6247 [65]	Verificar o grau de cristalinidade e cargas presentes
os Me	ıtivos	Tração	SENAI Maracanaú	ASTM D638 [56]	Dados do gráfico tensão x deformação
	Destrutivos	Impacto	SENAI Maracanaú	ASTM D256-10 [57]	Tenacidade
	ivos	Estereoscopia ótica	SENAI Maracanaú	Procedimento autor	Verificar o modo da falha no impacto
	Não Destrutivos	Imagens Termográficas	SENAI Maracanaú	Procedimento autor	Verificar a temperatura liberada no ensaios mecânicos

Legenda: \* Realizado na Universidade Federal do Ceará, UFC

\*\* Realizado na Companhia de Água e Esgoto do Ceará, CAGECE

Fonte: Próprio autor

# 3.1. Preparação das amostras

Desde 2002, a empresa PLASTSAN atua no segmento de fabricação de produtos plásticos no estado do Ceará, por meio dos processos de injeção e rotomoldagem.

Para este estudo, foram produzidas duas caixas plásticas de polietileno rotomoldado virgem e reciclado, com pigmentação na cor azul, com uma espessura de parede

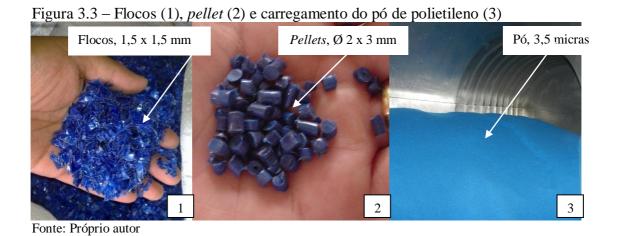
de aproximadamente 3,2 mm. A figura 3.2 apresenta uma das caixas, com pigmento na cor verde, cedida pela empresa PLASTSAN.

Tigula 3.2 Calad de Tigula Solito

Figura 3.2 - Caixa de TRANSBINS

Fonte: Imagem cedida pela empresa PLASTSAN

O processo inicia-se com a aquisição de polietileno moído em flocos, também chamado de *flakes*, com aproximadamente 1,5 cm x 1,5 cm, este polietileno é moído e colocado junto com o pigmento na extrusora de onde se obtém *pellets* com dimensões de Ø 2 mm com comprimento de 3 mm. Os *pellets* vão para o micronizador e transformados em pó de aproximadamente 35 µm. A figura 3.3 apresenta os flocos, *pellets* e pó de polietileno utilizado no processo.



Logo após, pelo processo de aspiração, o pó é transportado para o silo de 2.000 kg onde fica armazenado até ser efetuada a pesagem para posteriormente ser carregado no molde para o processo de rotomoldagem. Antes do carregamento do material, o molde é aquecido e lubrificado com desmoldante a base de silicone.

A figura 3.4 apresenta a embalagem do desmoldante e aplicação do mesmo no molde a ser carregado com o pó do polietileno.

Fonte: Imagem cedida pela empresa PLASTSAN

Para o processo, utilizou-se um moinho de 600 mm de boca com motor de 25 HP, uma extrusora rosca dupla com diâmetro de 45 mm e motor de 20 HP, um micronizador de 80 kg/h marca ENVITEC, e máquina de rotomoldagem duplo carro ROTOLINE com 3,5 m de diâmetro do forno. As figuras 3.5 e 3.6 apresentam os equipamentos de extrusão com o micronizador e o equipamento para rotomoldagem, respectivamente.



Figura 3.5 – Equipamentos de extrusão e micronização

Fonte: Imagem cedida pela empresa PLASTSAN



Figura 3.6 – Equipamento de rotomoldagem, marca ROTOLINE

Fonte: Imagem cedida pela empresa PLASTSAN

Para produção dessas caixas, utilizaram-se os parâmetros constantes na tabela 3.2 para o processo de rotomoldagem.

Tabela 3.2 – Parâmetros do processo de rotomoldagem do material em estudo

Peso da material-prima	14 kg
Temperatura de forno	280 °C
Tempo de forno	20 min
Rotação eixo principal (braço)	4 rpm
Rotação eixo secundário (prato)	2 rpm
Tempo total de resfriamento	20 min
Atraso no resfriamento	0 min
Tempo de espera da aspersão de água	5 min
Tempo de aspersão de água	15 min

Fonte: Empresa PLASTSAN

# 3.2. Inspeção visual

Foi realizada inspeção visual das caixas de TRANSBINS e conferência das dimensões. Este último principalmente no que trata a espessura dos produtos de plástico, a fim de atender às normas para ensaios mecânicos (até 7 mm de espessura).

# 3.3. Preparação dos Corpos de prova

Para a fabricação dos corpos de prova para ensaios de tração e impacto (IZOD) de polímeros virgens e reciclados, foram executadas as seguintes etapas:

a) modelagem 3D dos corpos de prova seguindo a norma para ensaio de tração

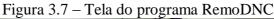
ASTM D638 [56], e de ensaios de impacto IZOD ASTM D256 [57], através do programa *Siemens Solid Edge*;

- b) programação de operações do Centro de Usinagem ROMI 1000 para manufatura dos corpos de prova, através do programa *Siemens* NX;
- c) ajustagem das placas para melhor usinagem;
- d) preparação do Centro de Usinagem para o fresamento das placas;
- e) execução das operações pré-programadas no NX no Centro de Usinagem;
- f) acabamento dos corpos de prova.

# 3.3.1 Principais Ferramentas utilizadas no processo de usinagem

# 3.3.1.1 Dados do Controle Numérico Computadorizado (CNC)

Fresadora vertical com o controlador GE Fanuc<sup>®</sup> series 21i (CNC), em que o eixoárvore, onde a ferramenta é fixada e rotacionada, ocupa posição vertical, perpendicular à superfície da mesa da máquina. A peça pode se deslocar nas coordenadas x e ou y em relação à ferramenta, sua fixação também pode ser através de um "divisor" ou de uma "morsa". A figura 3.7 apresenta o equipamento de usinagem CNC.





Fonte: Próprio autor

## Especificações:

• modelo da máquina: D1000;

rotação máxima do eixo da árvore: 10.000 rpm;

• número de série: 016-004989-408;

• ano de fabricação: 2007;

- peso da máquina: 5,9 T;
- alimentação: 380V Trifásico 50/60 Hz;
- corrente total: 45,6 A;
- corrente do motor principal: 27,4 A.

#### 3.3.1.2 Dados da fresa

Para operações com usinagem com CNC, a ferramenta de corte deve ser de carbureto ou pó de diamante, com uma velocidade de não mais de 20.000 rpm. Assim, foi utilizada uma fresa da marca DORMER (figura 3.8), como segue as especificações: [51]

- referência DORMER: S902;
- tipo: Topo;
- geometria de corte: N (para aços de resistência baixa até alta);
- material: Metal Duro (HM), conhecido também como carbureto de Tungstênio;
- tipo de Metal Duro: H10 (Classe de metal duro de finos grãos sem cobertura, proporciona excelentes arestas vivas);
- ângulo da hélice (λ): 30°;
- número de Dentes (Z): 2;
- parte n\u00e3o cortante sem cavidade de acordo com norma DIN 6538HA
- capacidade de corte nas três direções (X, Y, Z);
- sem revestimento.

| S902 |

Figura 3.8 – Foto da fresa de topo utilizada [52]

# 3.3.1.3 Solid Edge

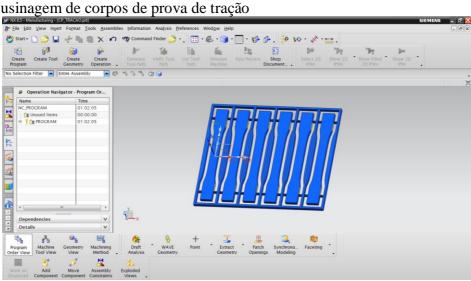
O *Solid Edge* é um recurso de desenho assistido por computador (Computer Aided Desing – CAD), para modelagem tridimensional (3D), utilizado para desenhar os corpos de prova para ensaios de tração e impacto IZOD, com a precisão, considerando as tolerâncias que as normas ASTM D638 [56] e ASTM D256 [57], respectivamente, requerem.

## 3.3.1.4 NX

Uma vez realizados os desenhos no *Solid Edge* faz-se necessário o uso de uma plataforma computacional que permita transformá-los em uma linguagem onde a máquina de Controle Numérico Computadorizada (CNC) realize as operações de usinagem dos corpos de prova, possibilitando simular animações tridimensionais, editar desenho em 3D (se necessário) e especificar a ferramenta a ser utilizada para a usinagem. Assim utilizou-se o NX, como recurso de Manufatura Assistida por Computador (Computer Aided Manufacturing, CAM), para fazer a conversão dos desenhos produzidos em linguagem acessível pelo CNC.

A figura 3.9 apresenta a tela inicial utilizada para usinagem dos corpos de prova de tração.

Figura 3.9 – Tela inicial do NX da programação realizada para



Fonte: Próprio autor

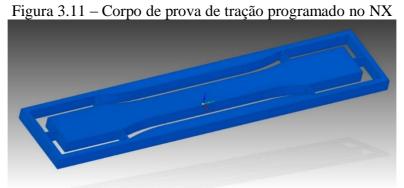
## 3.3.1.5 RemoDNC

Para evitar a transcrição manual de todo o código gerado pela plataforma NX, é necessário um aplicativo que o envie ao CNC através de um cabo serial, RS-232. O aplicativo utilizado foi o RemoDNC, onde a tela do programa no momento da transferência do código gerado pelo NX para a máquina de CNC, Romi 1.000, está apresentada na figura 3.10.

Fonte: Próprio autor

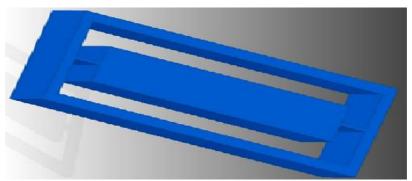
## 3.3.1.6 Modelagem 3D

O desenho de cada tipo de corpo de prova usinado para ensaios mecânicos, tração e impacto IZOD, obedeceram estritamente às normas da ASTM (Sociedade Americana de Testes e Materiais) de designações D638 [56] e D256 [57], respectivamente. As figuras 3.11 e 3.12, extraídas da tela do NX, ilustram as imagens dos modelos em 3D dos corpos de prova de tração e impacto, nesta ordem.



Fonte: Imagem capturada do aplicativo pelo próprio autor

Figura 3.12 – Corpo de prova de impacto programado no NX



Fonte: Imagem capturada do aplicativo pelo próprio autor

# 3.3.1.7 Programação do CNC

## 3.3.1.7.1 Parâmetros de Corte

Para o polietileno, o ângulo de incidência da fresa deve estar entre 9° e 15°. Assim como foi utilizado uma entrada em rampa, cada material possui uma faixa de ângulos admissíveis, podendo variar conforme exposto anteriormente. [51]

O ângulo utilizado pelo NX para esta operação foi de 15 °, como apresentado na figura 3.13.

Figura 3.13 – Ângulo de incidência da fresa de topo [53]



Os parâmetros de corte para o polietileno devem respeitar os limites máximos da tabela 3.3. [54]

Tabela 3.3 - Parâmetros de corte para o polietileno [54]

Fresagem Fresado Milling	α	m/min	< 1000
		mm/dente	< 0,6
		а	100 - 200
	++	β	5º - 15º

Onde:  $V_C$  (m/min) – Velocidade de Corte;  $f_t$  (mm/dente) – Avanço por dente;  $\alpha$  (°) – Ângulo folga;  $\beta$  (°) – Ângulo de ataque.

Também foram realizados alguns testes usinando pedaços do material com alguns parâmetros, respeitando a tabela 3.3, para que o resultado fosse uma peça sem derretimentos e "arrupeios", como apresentado na figura 3.14.

Figura 3.14 – "Arrupeios" no corpo de prova



Fonte: Próprio autor

Portanto para uma fresa de duas faces de corte foram escolhidos os seguintes parâmetros: VC = 56 m/min; ft = 0,333 mm/dente;  $\alpha = 10^{\circ}$ ;  $\beta = 5^{\circ}$ .

## 3.3.1.7.2 Trabalhando com os modelos 3D no NX

Através do *Solid Edge* é possível salvar o desenho em vários tipos de arquivos dentre eles o tipo STEP que é aceito pela maioria dos aplicativos, incluindo o NX. Portanto, para cada modelo de corpo de prova foi realizado essa conversão de arquivo e importação para o NX.

Cada desenho foi replicado pela ferramenta *pattern*, que realiza cópias ao longo de um ou dois vetores pré-definidos para poder extrair mais peças de cada placa aproveitando-as ao máximo, porém, levando em consideração que parte da área útil é reduzida devido à fixação das placas de polímero na máquina.

Todo projeto de manufatura no NX necessita de uma ou mais WCS (*Work Cordenate System* ou Sistema de Coordenadas da Peça Trabalhada) para ser a referência comum entre o programa e o CNC, essas WCSs são os vetores XM, YM e ZM, com as cores vermelha, verde e azul, respectivamente, que se encontra no extremo superior esquerdo de cada desenho do NX mostrado anteriormente.

Nas figuras 3.15 e 3.16, apresentam respectivamente o desenho descrito utilizando a ferramenta *pattern* e o Sistema de coordenadas da peça trabalhada, respectivamente.

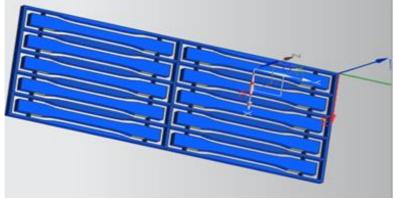


Figura 3.15 - Modelo em 3D com a ferramenta "pattern"

Fonte: Imagem capturada do aplicativo pelo próprio autor

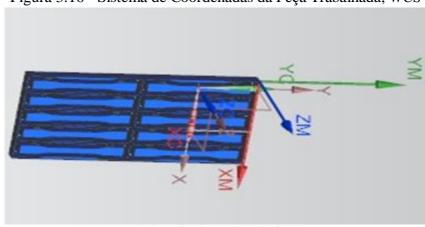


Figura 3.16 - Sistema de Coordenadas da Peça Trabalhada, WCS

Fonte: Imagem capturada do aplicativo pelo próprio autor

Assim como o WCS, a peça trabalhada (*workpiece*) também deve ser selecionada para que o programa saiba em qual peça determinada a operação está atuando e também na simulação quando se deseja visualizar o modelo 3D sendo usinado.

Em todas as placas de polietileno foram criadas operações de *cavity mill* (usinar cavidades) do tipo *mill contour* (contornos de usinagem). A figura 3.17 apresenta a tela do NX para aplicação do *cavity mill*.

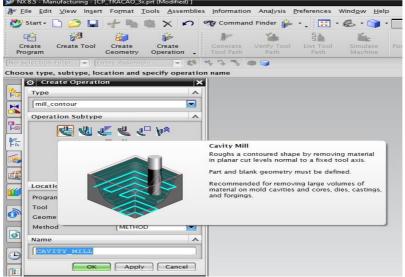


Figura 3.17 – Criando a operação de *cavity mill* 

Fonte: Imagem capturada do aplicativo pelo próprio autor

Após criar a operação e definir a região de trabalho é possível agora inserir os parâmetros de corte descritos anteriormente como apresentado na figura 3.18.

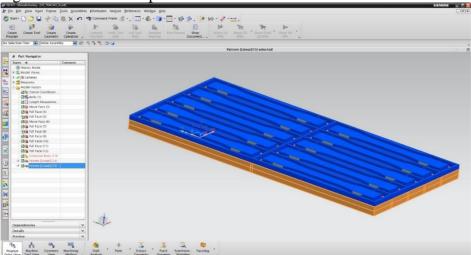
Figura 3.18 – *Feeds and Speeds* (Avanços e Velocidades)



Fonte: Imagem capturada do aplicativo pelo próprio autor

Para a otimização da produção de corpos de prova, as placas de dimensões parecidas foram sobrepostas. Essa disposição do material também precisou ser desenhada através da ferramenta *pattern*, como apresentado na figura 3.19.

Figura 3.19 – Pattern aplicada no eixo Z



Fonte: Imagem capturada do aplicativo pelo próprio autor

Com isso foi possível definir uma profundidade de corte de acordo com a espessura das placas, que diferiram um pouco umas das outras, dando assim maior precisão. A figura 3.20 apresenta os passos ou nível de corte (*Cut Levels*).

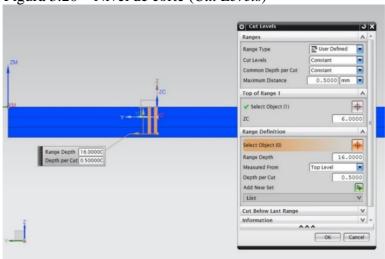


Figura 3.20 – Nível de corte (*Cut Levels*)

Fonte: Imagem capturada do aplicativo pelo próprio autor

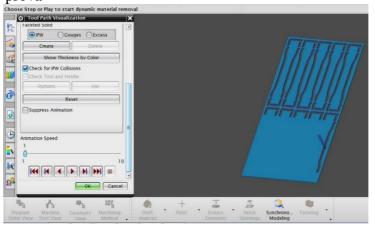
O próximo passo foi gerar a rota da ferramenta, para que fosse possível verificar qualquer movimento indesejado da fresa ou se houve movimentos desnecessários, deixando a operação mais demorada, durante o processo. Na figura 3.21, apresenta a trajetória gerada pela ferramenta.



Fonte: Imagem capturada do aplicativo pelo próprio autor

Foi simulado também o processo para verificar como a peça ficará na realidade, pois como a ferramenta é redonda sempre haverá possibilidade dos cantos ficarem com o raio da fresa. Porém, os modelos 3D dos corpos de prova foram feitos com a compensação da ferramenta. Na figura 3.22, apresenta um exemplo da simulação.

Figura 3.22 – Simulação da usinagem dos corpos de prova



Fonte: Imagem capturada do aplicativo pelo próprio autor

A simulação saiu como esperado, então se partiu para criação do programa propriamente dito. Foi um pós-processador específico para o CNC GE Fanuc<sup>®</sup> series 21i instalado no NX para traduzir instruções neutras do sistema CAM para as instruções específicas requeridas pela máquina CNC. Na figura 3.23, apresenta uma imagem com uma parte de um dos programas pós-processados.

Figura 3.23 - Programa

Fonte: Imagem capturada do aplicativo pelo próprio autor

## 3.3.2 Preparação das Placas de Polietileno para Usinagem

## 3.3.2.1 Corte das caixas

Com uma serra T141HM da BOSCH $^{\$}$ , própria para fibras e plásticos, acoplada a um tico-tico SKIL $^{\$}$  de 380 W, os tanques foram cortados em placas evitando ao máximo os cantos

arredondados, na intenção de melhorar a fixação das placas na máquina de usinagem.

# 3.3.2.2 Marcação das placas

Cada placa foi marcada com o seu tipo, virgem ou reciclada, e enumerada.

## 3.3.2.3Medição das placas

Cada placa foi medida em suas respectivas dimensões: comprimento, largura e espessura, para posteriormente justificar os resultados dos ensaios mecânicos com as diferentes medidas de cada peça.

## 3.3.2.4 Placa de sacrifício de madeira

Foi feita de uma placa de compensado de madeira e usada debaixo da placa de plástico para que a fresa não atingisse a base de metal ao atravessar a espessura do material

# 3.3.2.5 Fixação

A fixação foi realizada com bordos de madeira ou chapa metálica (dependendo das placas de PE a fixar) para alinhar e nivelar, bem como "mordentes" (peças metálicas de fixação com a mesa), como apresentado na figura 3.24.

Chapas de PE

"Mordentes"

Bordos de madeira

Placa de madeira de sacrifício

Figura 3.24 – Fixação das placas de PE para usinagem no CNC

Fonte: Próprio autor

### 3.3.3 Preparação do Centro de Usinagem

Após esses preparativos preliminares, importantes, a ferramenta foi fixada na pinça do CNC, a máquina foi referenciada no WCS da peça, foram verificadas as configurações da serial e foi feita a transferência do programa através do DNC.

### 3.3.4 Usinagem dos Corpos de Prova

## 3.3.4.1 Início da operação

Avanço baixo, 50%, para verificação de qualquer discordância com o programa. A figura 3.25 apresenta a usinagem, com a respectiva foto na câmera termográfica, figura 3.26. Este último possibilitando a análise das temperaturas dissipadas no processo.

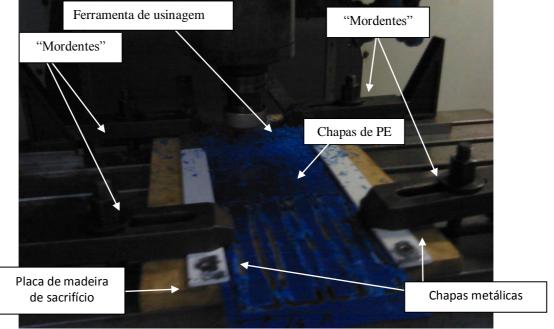
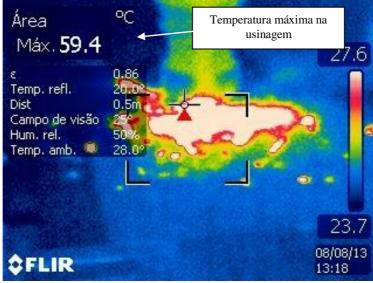


Figura 3.25 – Usinagem das chapas de PE para corpos de prova de tração

Fonte: Próprio autor

Figura 3.26 - Imagem termográfica da usinagem das

chapas de PE para corpos de prova de tração



Fonte: Próprio autor

## 3.3.4.2 Fim de cada operação

Os mordentes foram desmontados para retirar as placas prontas e então fixar outras novas referenciando novamente. A figura 3.27 apresenta a placa de PE depois de usinada com os corpos de prova de tração.



Fonte: Próprio autor

#### 3.3.5 Acabamento e identificação

Os corpos de prova foram extraídos das placas e retirados os excessos de material remanescentes nas bordas e nos destaques. Estas manipulações foram realizadas com estilete semiprofissional, a fim de garantir bom acabamento dos corpos de prova.

A figura 3.28 apresenta as dimensões dos corpos de prova de tração e impacto IZOD, utilizados no desenho do CAD do *Solid Edge* para suporte à programação do NX e modelagem da usinagem no CNC.

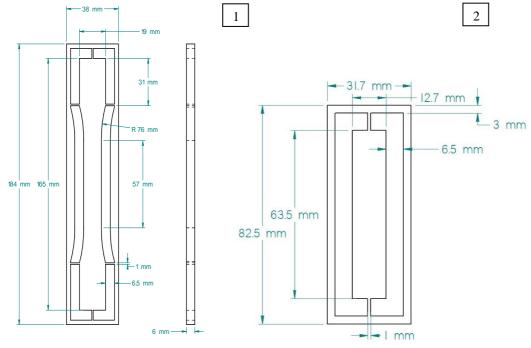


Figura 3.28 – Desenho CAD do corpo de prova de tração (1) e impacto(2)

Fonte: Próprio autor

Os corpos de prova destacados foram identificados com caneta permanente, em região adequada, a fim de preservar sua identificação e integridade. A metodologia para identificação leva em consideração o material (virgem ou reciclado), a localização da extração das placas (numeral), e o número do corpo de prova referente àquela placa.

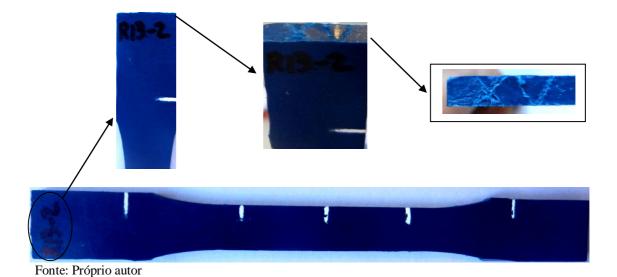
Com intuito de preservar a identificação dos corpos de prova após o ataque químico, visto que a marcação com a caneta permanente apagaria, foi utilizado uma escareador por gravação, marca DREMEL®, modelo 300, fazendo a gravação em algarismo romano no topo do corpo de prova, para não alterar suas propriedades. A tabela 3.4 apresenta o significado das letras.

Tabela 3.4 – Interpretação das letras dos corpos de prova

Р	1014		
	Letras	Material	Localização na caixa
	V	Virgem	Lateral
	R	Reciclado	Lateral
	VF	Virgem	Fundo
	RF	Virgem	Fundo

A primeira casa numérica, após a letra, identifica a placa na caixa. O número após o hífen ou *underline* identifica o corpo de prova na placa, como apresentado na figura 3.29.

Figura 3.29 – Exemplo da identificação dos corpos de prova, R13-2 (XV)



A figura 3.29 refere-se a um corpo de prova de material reciclado para ensaio de tração, identificado na letra "R", sendo a décima terceira placa retirada da lateral da caixa de TRANSBINS, onde é o segundo corpo de prova desta placa.

Como exposto, a sequência em algarismo romano no topo do corpo de prova, foi imerso em solução de ácido sulfúrico, ataque químico.

Para os corpos de prova submetidos ao ataque químico e aos ensaios mecânicos, seja de tração ou impacto IZOD, foram realizadas uma tabela relacional entre o algarismo romano e a identificação do corpo de prova.

### 3.4. Metodologia empregada no ataque químico dos corpos de prova

Para determinação do agente agressivo, foi feita pesquisa bibliográfica, onde se

identificou o ácido sulfúrico como o principal precursor da corrosão do concreto armado presentes em sistemas de esgotamento sanitário. Deste modo, identificado o agente, foi preciso saber qual a concentração presente nas infraestruturas de esgotamento sanitário.

O artigo realizado pela empresa de Saneamento do Paraná [55], sobre pesquisas em Reatores Anaeróbios de Lodo Fluidizado (RALFs), utilizados em sistemas de tratamento de esgoto, norteou a determinação da concentração de pH do reagente ácido sulfúrico. A figura 3.30 apresenta o processo do RALF de Itatiaia, operado pela empresa SANEPAR em Itatiaia. [55]

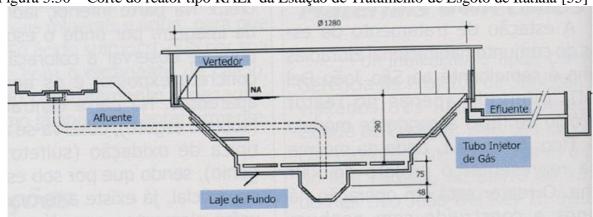


Figura 3.30 – Corte do reator tipo RALF da Estação de Tratamento de Esgoto de Itatiaia [55]

Ainda de acordo com esse artigo, o pH dos grumos de enxofre, pequenas gotículas formada nas paredes da infraestrutura, é de 1,1. A tabela 3.5, transcrita do artigo, apresenta as concentrações de pH encontradas no concreto das etapas mostradas na figura 3.30. [55]

Tabela 3.5 – Resultados das análises obtidas no RALF de Itatiaia, Dez/97 [55]

Local	рН
Parede do RALF (prova em branco)	8,9
Teto do RALF	2,6
Parede da caixa de inspeção do esgoto afluente	2,3
Parede da caixa de inspeção do esgoto efluente	2,1
Grumos de enxofre	1,1

Assim, foi preparado um reagente de ácido sulfúrico com pH de 1,1, na pior situação encontrada (grumos de enxofre), para imersão dos corpos de prova para ensaios mecânicos de tração e impacto IZOD, em um período de 35 dias.

Os corpos de prova de tração e impacto IZOD, em polietileno virgem e reciclado, foram lavados em água deionizada com detergente neutro, e enxaguados com água deionizada

no laboratório da Gerência de Controle de Qualidade da CAGECE (GECOQ), enxugados com papel toalha e deixados durante 72 horas em ambiente laboratorial, onde foram monitoradas a temperatura e umidade do ar, dispostos em bancada de aço inoxidável e forrados com papel toalha. A figura 3.31 apresenta a disposição dos corpos de prova após a limpeza.

Figura 3.31 – Disposição para descanso dos corpos de prova em bancada de inox



Fonte: Próprio autor

Após 72 horas, os corpos de prova foram pesados antes da imersão no reagente. Os CPs foram imersos em cinco vidrarias de um litro de volume cada.

Os materiais, ferramentas e equipamentos utilizados foram:

- luvas de látex, para manuseio dos corpos de prova e preparação da imersão;
- vidrarias: Quatro *Erlenmeyers* com tampa, sendo dois de 21 e dois de 250 ml;
- balança analítica calibrada, modelo Marte<sup>®</sup> AW220, com precisão de quatro casas decimais:
- pinça metálica para imersão dos corpos de prova;
- capela para disposição e preparo do conjunto, vidraria e amostras;
- pHmetro portátil, marca GEHAKA® modelo PG 1600, de precisão de duas casas decimais para verificação do pH do reagente, antes da imersão dos corpos de prova e na sua retirada.

A imersão dos corpos de prova foi realizada com cautela, a fim de não gerar bolhas na superfície ou cantos vivos do material quando imersos. Após este procedimento, a vidraria foi completada com reagente e tampada com rolha de vidro, e acondicionados na capela, para garantir a temperatura ambiente.

A figura 3.32 apresenta os corpos de prova imersos no reagente.

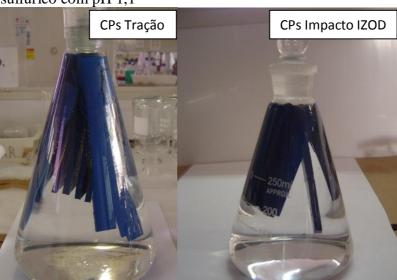


Figura 3.32 – Corpos de prova de tração imersos em ácido sulfúrico com pH 1.1

Fonte: Próprio autor

Ao longo do período de exposição dos corpos de prova no reagente foram realizadas medições do pH do ácido sulfúrico, e contatou-se que não houve nenhuma alteração.

Após trinta e cinco dias, os corpos de prova foram retirados, limpos com o mesmo procedimento anteriormente mencionado, e dispostos em bancada de inox. Estes foram pesados para verificar possíveis perda de massa, como apresentado a seguir no capítulocapítulo 4 de análise dos resultados.

Nenhum tratamento térmico foi realizado na retirada dos corpos de prova, após a imersão, para serem pesados. Seguiu-se o preconizado na ASTM D618 (Prática padrão para acondicionamento de polímeros para testes).

Assim, todos os corpos de prova ficaram no ambiente laboratorial, relaxando no mínimo por quarenta e oito horas, com a temperatura e umidade monitoradas, permitindo sua acomodação molecular e estabilização. Tal procedimento foi realizado antes e depois de realizar as medidas de massa.

### 3.5. Ensaios de caracterização dos materiais estudados

Foram utilizadas diversas técnicas para caracterizar os materiais em estudo antes do ataque químico, polietileno virgem e reciclado. A caracterização após o ataque químico se faz desnecessária, por não haver reprocessamento dos materiais em estudo. As técnicas de caracterização foram apresentadas na tabela 3.1, como seguem.

#### 3.5.1 Índice de Fluidez

O ensaio de índice de fluidez foi realizado no Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial (SENAI) de Maracanaú, no Estado do Ceará. O Equipamento utilizado foi um Elastômetro de Extrusão CEAST<sup>®</sup>, com uma matriz de altura de 8mm com diâmetro de furo central igual a 2,095mm (conforme item 5.3.1 da norma ASTM 1238 [58]) e um pistão com dimensões devidamente calibradas.

Os pesos empregados e a temperatura de aquecimento utilizada foram estabelecidos conforme a norma mencionada.

Para limpeza do equipamento e matriz foram utilizados bastão e espátula do mesmo aparelho e gazes, utilizando os equipamentos de proteção individual adequados à atividade, visto as temperaturas em exposição.

Antes da realização do ensaio, fora inserida uma quantidade do material estudado no plastômetro, para expurgar possíveis resíduos dos materiais anteriores, e descartados. Efetuando novamente a limpeza, como relatado anteriormente.

Depois da amostra picada e pesada, foi colocada no forno tubular de aquecimento do plastômetro de extrusão a uma temperatura de 190 °C, com peso completo do pistão de 2160 g e homogeneizada manualmente com a ajuda do pistão para evitar a formação de bolhas de ar, como apresentado na tabela 3.6.

Tabela 3.6 – Condições sugeridas de ensaios para determinados materiais

Material	Temperatura (°C)	Peso (Kg)		
	125	0,325 / 2,16		
Dolistilans	190	0,325 / <b>2,16</b> / 5 / 10 / 21,6		
Polietileno	250	1,2		
	310	12,5		

Fonte: Norma ASTM D1238-10 [58]

Após a homogeneização foram aguardados sete minutos conforme dita o procedimento "A" da norma [58], para dar início ao ensaio.

As figuras 3.33 e 3.34 apresentam, respectivamente, as imagens do procedimento de pesagem com a balança analítica e o plastômetro utilizado para o ensaio de índice de fluidez.

Os resultados foram obtidos em gramas de material extrudado por dez minutos, e apresentados no capítulo 4.

Figura 3.33 – Pesagem em balança analítica das amostras

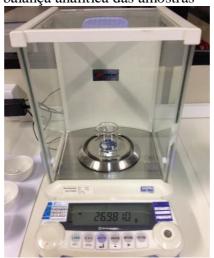


Figura 3.34 – Plastômetro de extrusão CEAST



Fonte: Próprio autor

## 3.5.2 Teor de Cargas

O ensaio de determinação do teor de cargas foi realizado no SENAI de Maracanaú, em conformidade com a norma ASTM D2584-11. [60]

As amostras picadas foram aquecidas em um forno mufla, como apresentado na figura 3.35, dentro de cadinhos de porcelana, previamente limpos e secos.

1300

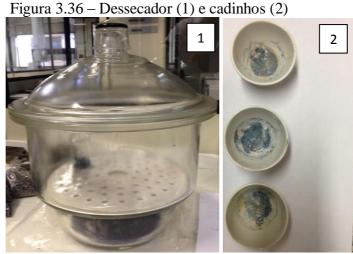
EDGCON 1P

EDGCO

Figura 3.35 – Forno mufla EDG1800

A temperatura de secagem das amostras foi a 105 °C durante o tempo de sessenta minutos para retirar a umidade ainda presente no material antes do início do ensaio.

Após a retirada da umidade foram pesados aproximadamente 2 g de material em cada cadinho para cada amostra, onde foi utilizada uma balança analítica AUY SHIMADZU® devidamente calibrada. Depois da pesagem das amostras, os conjuntos cadinho-amostra foram levados ao forno mufla EDG 1800 munido com um controlador THOLZ®. As amostras foram aquecidas a uma temperatura de 500 °C por um período de sessenta minutos e posteriormente foram colocada em um dessecador contendo sílica gel azul (agente dessecante). A figura 3.36 apresenta o dessecador e cadinhos, este último após a exposição no forno mufla.



Fonte: Próprio autor

Após o resfriamento, os cadinhos foram pesados e o teor de cargas determinado. A amostragem para o ensaio foi feita em triplicata e a equação utilizada para determinação do teor de cargas pode ser observada na equação 3.1.

massa da carga (%) = 
$$1 - \left[\frac{(w_1 - w_2)}{w_1}\right] \times 100$$
 (3.1)

Onde:

 $w_1 = \text{Massa do amostra (g)};$ 

 $w_2$  = Massa do resíduo (g).

No capítulo 4, será apresentado os resultados e analises do teor de cargas dos materiais virgem e reciclado, ambos sem ataque químico, bem como a umidade do material.

Complementarmente a este ensaio foi realizado o difração de raios x das cargas dos materiais, PE vir e PE rec.

#### 3.5.3 Teor de Cinzas

O ensaio de teor de cinzas também foi realizado no SENAI Maracanaú. Onde as amostras foram picadas e aquecidas a uma temperatura de 105 °C durante sessenta minutos para retirar toda umidade do material antes do início do ensaio.

Após a retirada da umidade, foram pesados aproximadamente seis gramas da cada material em uma balança analítica calibrada e levados novamente para o forno mufla EDG 1800 munido com um controlador THOLZ® em cadinhos limpos e sem umidades já pesados para serem aquecidos a temperatura de 800 °C por um período de 5 minutos conforme a norma ASTM D5630-06 método B [59]

Ao final do ensaio o material foi colocado em um dessecador de vidro com sílica gel azul, conforme apresentado na figura 3.36, por quinze minutos para resfriamento e para evitar a absorção de água pelas cinzas.

Depois do resfriamento, os cadinhos foram pesados e o teor de cinzas determinado. A fórmula utilizada para determinação do teor de cinzas pode ser observada na equação 3.2.

massa de cinzas (%) = 
$$\left[\frac{(w_3 - w_1)}{(w_2 - w_1)}\right] \times 100$$
 (3.2)

Onde:

 $w_1 = \text{Massa do cadinho (g)};$ 

 $w_2$  = Massa do cadinho (g) mais massa da amostra (g);

 $w_3$  = Massa do cadinho (g) mais a massa de cinzas da amostra (g).

Os resultados e análises do teor de cinzas dos materiais virgem e reciclado, ambos sem ataque químico, será apresentado no capítulo 4.

### 3.5.4 Densidade indireta aparente

O método indireto foi utilizado para identificar a densidade aparente do material virgem e reciclado. O ensaio foi realizado no laboratório de controle de qualidade da CAGECE.

Este método tem como premissa básica a equação elementar da densidade, conforme apresentado na equação 3.3.

$$\rho = m/v \tag{3.3}$$

Onde:

 $\rho$  é a densidade, geralmente expressa em gramas por centimeto cúbico (g/cm3); m é a massa v é o volume

As vidrarias, materiais e equipamentos utilizados foram:

- 11 de álcool etílico 96% da Santa Cruz<sup>®</sup>, fluido utilizado para medição indireta do volume deslocado e permitir que o corpo de prova não sofra nenhum empuxo do liquido;
- dois Beckers de 100 ml cada, para pesar o corpo de prova encontrando assim sua massa;
- duas Provetas calibradas de 50 ml cada, para imersão completa dos corpo de prova;
- balança analítica com agente dessecador em Becker, Marte<sup>®</sup> AW220, com precisão de quatro casas decimais e controlar a umidade interna na câmara da balança;
- duas pipetas volumétricas, sendo uma de 20 ml e outra de 10 ml, para inserir 30 ml do liquido na proveta, aonde foram imersos os corpos de prova;
- dois macropipetadores manuais, para controle do volume nas pipetas volumétricas.

Os corpos de prova utilizados foram os de impacto IZOD, com a fratura em "V", sendo deixados em ambiente laboratorial por 48 horas, como preconiza a ASTM D618-13.

Foi verificada a estabilidade e nível da balança, para de garantir os resultados a serem obtidos.

Primeiramente foi utilizado um Becker de 100 ml na balança, para apoiar os corpos de prova, e tarar a balança. Posteriormente foi colocado o corpo de prova dentro do Becker, para registrar sua massa, como apresentado na figura 3.37-1.

Depois de registrado as massas dos corpos de prova, foram retiradas o Becker e colocado a proveta calibrada, e em seguida registrado a massa da proveta (como apresentado na figura 3.37-2), e inserido o álcool etílico com o manuseio do macropipetador manual com as pipetas volumétricas de 20 ml e 10 ml cada (utilizando a regra do menisco), a fim de imergir o corpo de prova dentro da proveta 30 ml de álcool etílico, garantindo sua imersão completa.



Fonte: Próprio autor

A figura 3.38 apresenta o manuseio do macropipetador com pipeta volumétrica e inserção do líquido na proveta dentro da balança para medição da massa.

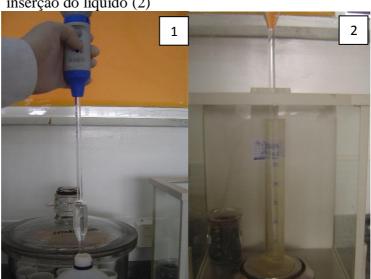


Figura 3.38 – Manuseio do macropipetador (1) e inserção do líquido (2)

Fonte: Próprio autor

Identificada a massa do conjunto vidraria com fluido, foi possível determinar a densidade aparente do líquido (pl).

A seguir foi inserido o corpo de prova dentro da proveta com álcool etílico, na balança, e registrado o valor da massa do conjunto (*mconj*), *mprov* mais *m l* e *mcp*.

Segue equação 3.4 para encontrar o volume total do líquido mais o corpo de prova.

$$vtot = (mconj - mprov)/\rho l (3.4)$$

Onde

 $\rho l$  é a densidade aparente do liquido, neste caso o álcool etílico (g/cm3);

Mconj é a massa do conjunto, sendo a massa da proveta, com a massa do liquido utilizado e massa do corpo de prova;

mprov é a massa da proveta;

vtot é o volume de liquido total

O volume do corpo de prova é o resultado da equação 3.4 subtraído de 30ml. Conhecidos a massa (mcp) e o volume (vcp) do corpo de prova, aplicou-se a equação 3.5 para determinar a densidade aparente do corpo de prova (ρcp).

$$\rho cp = mcp/vcp \tag{3.5}$$

Onde:

ρcp é a densidade aparente do corpo de prova, expressa em gramas por centímetro cúbico (g/cm3); mcp é a massa do corpo de prova, expressa em gramas (g); vcp é o volume do corpo de prova, sendo vtot – 30ml.

#### 3.5.5 Difração de Raios X

A análise foi realizada no Laboratório de Raios-X do Departamento de Física da Universidade Federal do Ceará (UFC) com o uso do difratômetro, apresentado na figura 3.39, da marca *Panalytical* modelo *XPERT Pro MPD*<sup>®</sup>, operando em 40 kV x 40 mA, equipado com um tubo de cobalto. A intensidade foi medida em função do ângulo de varredura 20, coletada no intervalo angular de 10 ° a 90 °.



Figura 3.39 – Difratômetro de Raios-X [65]

Fonte: Próprio autor

Foi realizado o ensaio de difração de raios X no pó (cargas) e no micronizado (matéria-prima).

O objetivo principal da técnica de caracterização utilizada foi o de encontrar a cristalinidade dos polímeros. Para o cálculo da cristalinidade, é possível determinar com o uso das técnicas de termoanálise DSC ou com a difração de raios X. [62]

Para o cálculo do grau de cristalinidade do material, foi necessário encontrar as área dos picos e halos, I<sub>c</sub> e I<sub>a</sub>, respectivamente a área cristalina e amorfa do polímero estudado, para aplicar o método de RULAND [67], apresentada pela equação 4.1. [62]

$$\%C = \frac{I_c}{(I_c + K I_a)} \times 100 \tag{4.1}$$

Onde: %C é a fração cristalina;  $I_c$  é o resultado da integração dos picos de difração;  $I_a$  é o resultado da integração do halo amorfo (curva *backgound* do DRX); K é uma constante de proporcionalidade , caracteristica de cada polimero, sendo 1,23. (literatura) [62]

As curvas foram exportadas do aplicativo X'Pert HighScore Plus<sup>®</sup>, em formato

.txt, para o aplicativo *ORIGIN* 8<sup>®</sup>, do Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) da Universidade Federal do Ceará, no intuito de calcular a área dos picos das curvas e *backgrounds* (região amorfa). Os resultados estão apresentados no capítulocapítulo 4.

#### 3.5.6 Fluorescência de raios X

O equipamento utilizado para obter os dados de Fluorescência de Raios X foi um modelo ZSX Mini II da Rigaku<sup>®</sup>, onde a potência utilizada foi de 40 kV x 1,2 mA, utilizado tubo com alvo de paládio (Pd) do Laboratório de Raios X (LRX) da UFC.

Para investigação dos fenômenos nos materiais estudados, foram realizadas as seguintes etapas:

- a) Matéria-prima, antes de ser processado pela rotomoldagem;
- b) antes do ataque químico;
- c) depois do ataque químico.

Complementar a estes foi realizado a fluorescência dos resíduos das cargas oriundas do ensaio de teor de cargas, com a finalidade de conhecer os elementos presentes.

#### 3.6 Termoanálises

#### 3.6.1 Termo gravimetria (TG)

Para a realização do TG, foram extraídos com estilete semiprofissional de 18 mm, por meio das rebarbas dos corpos de prova de impacto usinados.

Para medição da perda de massa do polímero em função do aumento da temperatura, foi utilizada a taxa de aquecimento de  $10\,^{\circ}$ C/min, da temperatura ambiente (em torno de  $25\,^{\circ}$ C) até  $700\,^{\circ}$ C, com ar sintético (ar comprimido) e atmosfera inerte de nitrogênio (N<sub>2</sub>).

Tanto a atmosfera em ar quanto a inerte (em  $N_2$ ) o fluxo de 50 ml/min possibilitou avaliar a estabilidade térmica das amostras submetidas às condições de degradação acelerada. [62, 64]

O equipamento utilizado para essa técnica foi da marca TA *Instruments*® série Q50, como apresentado na figura 3.40, do Laboratório de Termoanálise, da UFC.



Figura 3.40 – Equipamento de Termo gravimetria [64]

Fonte: Próprio autor

## 3.6.2 Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)

Para a realização da calorimetria diferencial de varredura, DSC, foram extraídos, com estilete semiprofissional de 18 mm, por meio das rebarbas dos corpos de prova de impacto usinados.

Estas rebarbas foram pesadas e colocadas dentro do cadinho de alumínio, e depois fechado com prensa, e extraído os bordos excedentes.

A taxa de aquecimento utilizada foi de  $20\,^{\circ}$ C/min, da temperatura ambiente (entorno dos  $25\,^{\circ}$ C) até  $-90\,^{\circ}$ C (resfriamento), depois de  $-90\,^{\circ}$ C até  $200\,^{\circ}$ C (aquecimento), e de  $200\,^{\circ}$ C até a temperatura ambiente (retorno), em atmosfera inerte ( $N_2$ ) hermética e não hermética, respectivamente sem e com furo no cadinho de alumínio. [62,63]

O equipamento utilizado para essa técnica foi da marca TA *Instruments*<sup>®</sup> série Q20<sup>®</sup> do Laboratório de Termoanálise, da UFC.

O aplicativo utilizado para analisar os gráficos de DSC foi o  $Universal\ Analysis\ 2000^{\$}.$ 

A figura 3.41 apresenta o equipamento de Colorimetria Diferencial de Varredura utilizado para a análise térmica.

Figura 3.41 – Equipamento de DSC [63]

Fonte: Próprio autor

Para investigação, foram utilizadas as seguinte condições:

- a) Matéria-prima, em atmosfera inerte (N2);
- b) antes do ataque químico, com e sem furo em atmosfera inerte  $(N_2)$ .

### 3.7 Ensaios Mecânicos

#### 3.7.1 Ensaio de Tração

O ensaio de tração foi realizado no SENAI de Maracanaú, conforme norma ASTM D638 [56], como apresentado no item 3.1 deste capítulocapítulo. A tabela 3.7 apresenta a transcrição da norma supra, identificando qual o tipo do corpo de prova.

Tabela 3.7 – Transcrição da tabela de dimensões dos corpos de prova

Specimen Dimensions for Thickness, T, mm (in.)<sup>A</sup> 7 (0.28) or under Over 7 to 14 (0.28 to 0.55), incl 4 (0.16) or under Tolerances Type IV<sup>B</sup> Type V<sup>C,D</sup> Type III Type I Type II 19 (0.75) 6 (0.25) 3.18 (0.125) ±0.5 (±0.02)B,C W-Width of narrow section<sup>E</sup> 13 (0.50) 6 (0.25) ±0.5 (±0.02)° L—Length of narrow section WO—Width overall, min<sup>G</sup> 57 (2.25) 19 (0.75) 57 (2.25) 19 (0.75) 57 (2.25) 29 (1.13) 33 (1.30) 19 (0.75) 9.53 (0.375) + 6.4 ( + 0.25) + 3.18 ( + 0.125) WO-Width overall, min<sup>G</sup> 9.53 (0.375) 165 (6.5) 50 (2.00) 183 (7.2) 50 (2.00) 246 (9.7) 50 (2.00) 63.5 (2.5) 7.62 (0.300) no max (no max) ±0.25 (±0.010) ±0.13 (±0.005) LO-Length overall, minH 115 (4.5) G—Gage length<sup>f</sup>
G—Gage length<sup>f</sup>
D—Distance betw 25 (1.00) 65 (2.5)<sup>J</sup> 14 (0.56) ±5 (±0.2) ±1 (±0.04)<sup>C</sup> 115 (4.5) 135 (5.3) 25.4 (1.0) 12.7 (0.5) R-Radius of fillet 76 (3.00) 76 (3.00) RO-Outer radius (Type IV) ±1 (±0.04)

Fonte: Norma ASTM D638 [56]

Como o material estudado, polietileno, é um polímero rígido ou semirrígido, e a

espessura das placas extraídas das caixas, TRANSBINS, não excediam a 5,075 mm, isto é menores que 7 mm, de acordo com a tabela 3.7, as dimensões do corpo de prova são do tipo I ou II.

De acordo com a norma, o espécime do tipo I é preferível e pode ser usada quando o material tem um espessura inferior a 7 mm. Já a espécime do tipo II pode ser usada, quando o material não quebra na seção estreita como preferido na espécime do tipo I.

Para tanto, foram realizados testes, e todos os corpos de prova romperam na seção estreita. Deste modo, para o estudo, foi definido a espécime do tipo I.

Os corpos de prova permaneceram a uma temperatura de  $23,0 \pm 2,0$  °C e umidade relativa de  $50 \pm 10$  % por mais de 40 horas antes da realização dos ensaios conforme os preconizado pela norma [61], prática de condicionamento dos ensaios de materiais poliméricos.

Todos os corpos de provas foram medidos com paquímetro digital (MITUOYO de 200mm modelo CD-8" CS, resolução 0,01) em seu comprimento, e com micrômetro digital (MITUTOYO modelo 293-561-30, de 0-25 mm, com resolução 0,001) em sua espessura. Este último sendo realizado cinco medidas ao logo da seção estreita, tendo em vista conferir a tolerância dimensional dos corpos de prova, pois o processo de fabricação de polímeros pelo processo de rotomoldagem pode trazer, possivelmente, algumas variações dimensionais.

Assim, foram marcados nos limites das garras (115  $\pm$  5 mm entre as garras) e os limites da sua área útil (50,0  $\pm$  2,0 mm) com marcador branco a base de água, corretivo de texto do tipo caneta, da marca Faber Castel<sup>®</sup>. A figura 3.42 apresenta os corpos de prova marcados.



Fonte: Próprio autor

Neste ensaio, foi utilizado uma Máquina Universal de Ensaios DL 2000 da EMIC<sup>®</sup> com célula de carga de 500 kgf e um extensômetro com deformação máxima de 25,0 mm, todos devidamente calibrados, como apresentado na figura 3.43.

Figura 3.43 – MáquinaMáquina de ensaio de tração EMIC®



Fonte: Próprio autor

Outra variável importante a ser pré-definida é a velocidade de ensaio. De acordo com a tabela 1 do item 8 da norma [56], abaixo na tabela 3.8, segue apresentação da velocidade de teste para espécimes do tipo I.

Tabela 3.8 – Transcrição da tabela 1, item 8, da norma ASTM D638

Classification <sup>B</sup>	Specimen Type	Speed of Testing, mm/min (in./min)	Nominal Strain <sup>C</sup> Rate at Start of Test, mm/mm- min (in./inmin)
Rigid and Semirigid	I, II, III rods and tubes	5 (0.2) ± 25 %	0.1
		50 (2) ± 10 %	1
		500 (20) ± 10 %	10
,	IV	5 (0.2) ± 25 %	0.15
		50 (2) ± 10 %	1.5
		500 (20) ± 10 %	15
	V	1 (0.05) ± 25 %	0.1
		10 (0.5) ± 25 %	1
		100 (5)± 25 %	10
Nonrigid	III	50 (2) ± 10 %	1
· · · · · · · · · ·		500 (20) ± 10 %	10
	IV	50 (2) ± 10 %	1.5
		500 (20) ± 10 %	15

Uma sequência de ensaios foi realizada, a fim de comparar o desempenho mecânico a tração dos espécimes de polietileno virgem e reciclado. Devendo ter a mesma velocidade de teste para ambas os espécimes.

Para o polietileno virgem, a velocidade encontrada, tanto na literatura quanto nos testes, realizada foi de 450 mm/min, onde o corpo de prova rompeu com mais de trinta segundos. No entanto, o polietileno reciclado a velocidade encontrada foi de 55 mm/min, rompendo com mais de trinta segundos. Assim, não seria possível comparar o desempenho mecânico a tração dos corpos de prova virgem e reciclado visto as diferentes velocidades de ensaio.

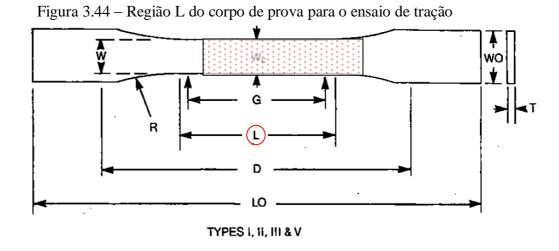
Ainda, de acordo com o item 8.2 da norma ASTM D638 (velocidade de teste) e Canevarolo [62]:

(...) se a velocidade de ensaio para um determinado polímero não estiver especificada, deve-se utilizar uma velocidade de maneira que o corpo de prova rompa dentro de um intervalo de tempo de meio a cinco minutos de teste.

Assim, dois critérios devem ser obedecidos:

- a duração do ensaio deve estar não menos de 30 segundos e não mais de 5 minutos;
- a região de ruptura deve estar dentro da região L.

A figura 3.44 apresenta a região L do corpo de prova. [56]



Após os testes, a velocidade adotada para os ensaios foi de 70 mm/min para ambos os materiais, baseado nas recomendações da norma.

Por se tratar de um material isotrópico, o número mínimo de corpos de prova deve obedecer a cinco, isto é, cada caso em estudo devem-se realizar tantos testes forem necessários até obter o mínimo de cinco corpos de prova ensaiados que atendam a todos os requisitos apresentados.

Identificada a velocidade de teste, sabendo do número mínimo de corpos de prova e o tempo mínimo de duração do ensaio, segue apresentação na tabela 3.9 da quantidade de corpos de prova usinados e ensaiados.

Tabela 3.9 – Quantidade de corpos de prova usinados/ensaiados

Caso	Quantidade
Polietileno Virgem sem ataque químico	36
Polietileno Virgem com ataque químico	25
Polietileno Reciclado sem ataque químico	37
Polietileno Reciclado com ataque químico	14

Fonte: Próprio autor

Os corpos de prova sem ataque serviram como referência para efeitos comparativos do desempenho mecânico do mesmo material, bem como antes e depois da exposição ao ataque químico com ácido sulfúrico com pH 1,1.

Os ensaios foram realizados com e sem o extensômetro (marca EMIC®), para obter as informações e traçar a curva tensão x deformação completa do material. A figura 3.45 ilustra os dois casos realizados neste trabalho, e a figura 3.46 o extensômetro utilizado.

Figura 3.45 – Ensaios com e sem o uso do extensômetro

Extensômetro EMIC®

Fonte: Próprio autor



## Figura 3.46 – Extensômetro utilizado, EMIC<sup>®</sup> modelo EE09

#### Fonte: Próprio autor

### 3.7.2 Ensaio de Impacto IZOD

Os ensaios de impacto IZOD, bem como os entalhes tipo "V" dos corpos de prova foram realizados no SENAI de Maracanaú.

A norma mais utilizada para ensaios de impacto em materiais poliméricos é a ASTM D256, do tipo IZOD. [62]

Os corpos de prova foram entalhados em forma de "V" seguindo a norma [56] com o auxílio de um entalhador CEAST®. A figura 3.47 apresenta o entalhador da CEAST®, para entalhes tipo "V" conforme norma supra.



Figura 3.47 – Entalhador CEAST® utilizado

Fonte: Próprio autor

Todas as amostras, em todas as condições, foram ensaiadas com o auxílio de uma máquinamáquina de ensaio de impacto da TIME GROUP INC® série XJ, apresentado na figura 3.48, com velocidade de ensaio de 3,5 m/s, conforme norma citada. A energia do pêndulo empregado para impactar o corpo de prova foi de 2,75 J. Os resultados obtidos foram em *joules* por metros quadrado.

Em todos os ensaios realizados foram realizadas calibrações para retirar a

resistência do ar quando o pêndulo é deslocado, como preconizado em norma.

Figura 3.48 – Máquina de teste de impacto pendular, *Time Group*®



Fonte: Próprio autor

Foi realizada a verificação dimensional dos corpos de prova, no entanto não foram utilizados nenhum método estatístico para tratar os dados, tendo em vista o melhor controle para realização do ensaio. A tabela 3.10 apresenta uma síntese dos ensaios válidos.

Tabela 3.10 – Síntese da quantidade dos ensaios realizados de impacto IZOD

Condicãos	Material				
Condições	Virgem	Reciclado			
Sem Ataque	10	10			
Com Ataque	11	11			
Total Parcial	21	21			
Total		42			

Fonte: Próprio autor

#### 3.8 Métodos não destrutivo utilizados

### 3.8.1 Imagens termográficas

O equipamento utilizado para digitalização das imagens foi uma câmera infravermelha modelo FLIR® T200.

As configurações do equipamento foram realizados a cada vez que utilizado, inserindo os dados de temperatura do ambiente, umidade relativa do ar, distância da medição e emissividade do material. A emissividade utilizada foi 0,95 conforme tabela de emissividade em infravermelho da OPTHOTERM®, apresentada na tabela 3.11.

Tabela 3.11 – Parte da tabela de emissividade em infravermelho [66]

Paper	0.85 - 1.00
Plaster	0.90
Plastic	0.95 - 1.00
Platinum	0.05
Polyester	0.75 - 0.85

Para tanto, utilizou-se esta técnica para:

- durante o ensaio de impacto IZOD, determinar as temperaturas no momento da ruptura;
- durante o ensaio de tração, determinar a temperatura máxima média desprendidas durante o ensaio.

Como a técnica utilizada é instantânea, não foi possível realizar com sucesso todas as imagens dos corpos de prova, seja de tração ou impacto IZOD. No entanto, na observação das temperaturas, foram capazes de apresentar bons resultados, onde estes serão apêndices dos ensaios mecânicos realizados. A figura 3.49 apresenta as imagens simultâneas realizadas com a câmera térmica retirada no momento do ensaio.

Figura 3.49 – Fotos simultâneas com câmera termográfica

23.1

Fonte: Próprio autor

#### 3.8.2 Estereoscopia ótica

O equipamento utilizado para análises das fraturas, após realização dos ensaios de impacto IZOD, foi o Estereoscópio Óptico de 40x do SENAI de Maracanaú.

Após os ensaios realizados, foram coletadas imagens da seção das fraturas através de um estereoscópio ótico com uma câmera acoplada, tendo cuidado de não alterar o *zoom*. As imagens coletadas têm uma resolução de 96 dpi (*dots per inch*) e dimensões de 1280 x 1024 (*pixels*), como apresentado nas figuras 3.50 e 3.51. Para a seção completa do corpo de prova, foram realizadas de três a cinco imagens da seção de fratura do corpo de prova utilizado para os ensaios de impacto.

Para a edição das imagens, foi utilizado aplicativo de processamento de imagem,  $\mathit{GIMP}\ 2^{\$}.$ 

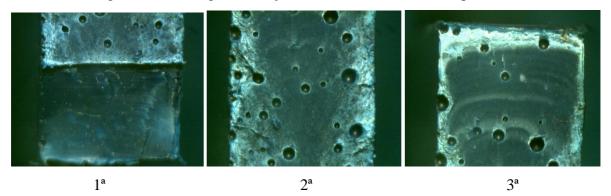


Figura 3.50 – Imagens da seção de fratura com estereoscópio ótico

Obs.: Imagem referente ao corpo de prova reciclado sem ataque químico, R10-1.

Fonte: Próprio autor

Foram enumerados todos os vazios, para realizar as medições. Foi constatado que o formato dos vazios internos encontrados na seção de ruptura é similar a um formato circular.

As medições, por meio do aplicativo de tratamento de imagens, foram realizadas em cada eixo, horizontal e vertical, duas vezes cada. Assim foram encontrados seus respectivos comprimentos em *pixels*.

A fim de transformá-las em uma unidade mensurável do sistema internacional, SI, as dimensões da seção de ruptura de cada corpo de prova também foram medidas em *pixels* e correlacionadas com as medidas realizadas para o ensaio de impacto IZOD. Desta forma, foi encontrado o equivalente das dimensões para cada imagem (visto as condições específicas na captura da imagem), *pixels* em milímetros.

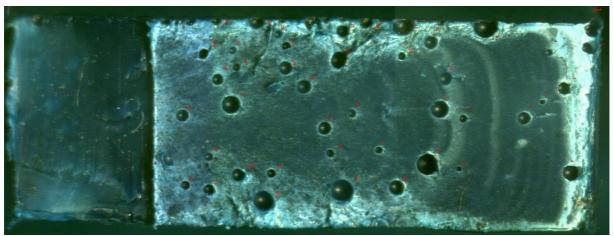


Figura 3.51 – Imagem da seção de fratura tratada

Após as medições, foram identificados quantos vazios existem em cada seção e suas respectivas áreas (aproximadas). Conhecidas as dimensões dos vazios, identifica-se a área total de vazios por seção de ruptura, bem como a área útil da seção transversal da fratura de cada corpo de prova.

Os resultados desta técnica estão apresentados no capítulo 4, estritamente para análises complementares dos ensaios de impacto IZOD realizados.

# 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Preparação das amostras

Na preparação das amostras como apresentado no item 3.1, os resultados obtidos foram as caixas de TRANSBINS, de polietileno virgem e reciclado, pelo processo de rotomoldagem.

#### 4.2 Inspeção visual

A olho nu, foi identificado que os produtos produzidos com matéria-prima virgem e reciclada apresentavam diferença na superfície entre os lados interno e externo.

A parte externa, em contato com o molde, apresenta pequenos poros. Já a parte interna ondulações. Como pode ser visto nas figuras 4.1 e 4.2, 1 e 2 respectivamente.

No produto de material virgem, a coloração é mais clara. As ondulações são perceptíveis com a incidência de luminosidade, como apresenta a figura 4.1.

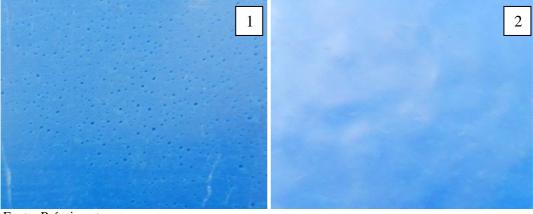


Figura 4.1 – Imagens das superfícies interna (1) e externa (2), material virgem

Fonte: Próprio autor

Já no produto de material reciclado, a coloração é mais escura. As ondulações são nitidamente perceptíveis, como apresenta a figura 4.2.

As irregularidades (ondulações) da superfície interna, constatada na inspeção visual, atribui-se a etapa de resfriamento, onde o PE fundido não atingiu sua temperatura de cristalização de forma gradual e equitativa ocorrendo o fenômeno do "rechupe" (retração devido o resfriamento), comum em processos de materiais poliméricos.

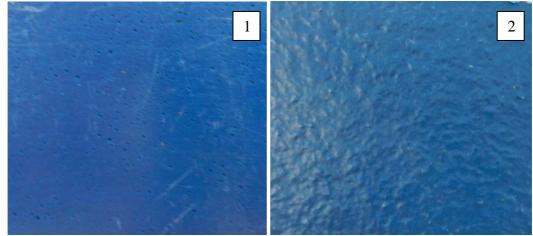


Figura 4.2 – Imagens das superfícies interna (1) e externa (2), material reciclado

#### 4.3 Usinagem dos Corpos de Prova

Durante o processo de usinagem das placas de polietileno virgem e reciclado, por meio do CNC, acompanha-se a dissipação das temperaturas, com imagens infravermelhas retiradas da câmera termográfica FLIR® T200.

Este acompanhamento teve a finalidade de verificar quais as temperaturas máximas de usinagem, para ajustar as variáveis do processo, tais como: escolha da ferramenta, avanço, velocidade, rotação e penetração (*cavity mills*). Assim, apenas o início das usinagens foram acompanhadas com a câmera de infravermelho, nos corpos de prova de tração.

Cada processo de usinagem durou em média duas horas e trinta minutos, para produzir doze a vinte e seis corpos de prova, tendo em vista as diferentes dimensões das placas plásticas extraídas das paredes das caixas de TRANSBINS.

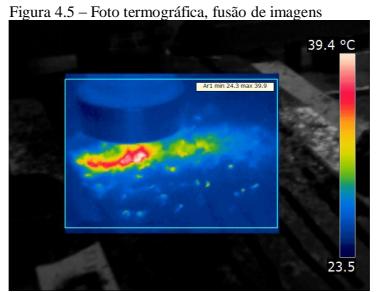
Foram cinco processos monitorados com a câmera termográfica FLIR®, em um total de vinte e três processos, perfazendo o total de corpos de prova de tração e impacto IZOD.

A coletânea das imagens de infravermelho foram tratadas em aplicativo específico da FLIR®, gerando as figuras 4.3 a 4.5.

Figura 4.3 – Foto termográfica da usinagem do PE

Figura 4.4 – Foto termográfica da usinagem do PE

Fonte: Próprio autor



Fonte: Próprio autor

Detectou-se que as temperaturas não excederam a 60 °C, sendo satisfatório para usinagem do material em estudo, mitigando possíveis alterações nas propriedades mecânicas.

Quanto ao controle dimensional dos corpos de prova, especificamente para ensaios de tração, foram realizados em cada corpo de prova, cinco medições na espessura e cinco medições na largura na região L (figura 3.44), a fim de validar os corpos de prova a serem ensaiados conforme tolerância da norma ASTM D638, e eliminar.

Houve a tentativa de realizar a usinagem dos corpos de prova de tração a mão livre, com o auxílio de um estilete. No entanto, devido a precisão dimensional, por vezes não percebido a olho nu, causaram o efeito apresentado na figura 4.6.



Figura 4.6 – Ensaio de tração inválido

Fonte: Próprio autor

Foi realizado a tabulação das medidas, com a identificação dos corpos de prova, de polietileno virgem e reciclado (sem e com ataque químico) como apresentado nos anexos, tabelas A.1 e A.2 respectivamente.

Conforme foi apresentado no item 3.7.1, consonante com a tabela 3.8, que apresenta a tolerância nas dimensões dos corpos de prova de tração, segundo ASTM D638, na tabela A.2 existem dois corpos de prova que não atendem a espessura máxima exigida, que é de 7 mm. Logo os corpos de prova R4\_4 e R11\_5 (XII) foram descartados, por terem respectivamente uma medição de espessura superior a 7 mm.

Os demais corpos de prova para os ensaios de tração foram validados, e aptos a serem ensaiados. No item 4.4.1, será apresentado os resultados dos ensaios de tração.

Os corpos de prova para impacto IZOD, foram conferidas as dimensões, como

apresentados nas tabelas A.3 e A.4, polietileno virgem e reciclado respectivamente.

O corpo de prova virgem V9\_2 da tabela A.3 não atendeu ao critério dimensional de comprimento, sendo excluído das análises.

Assim, os demais corpos de prova atenderam aos requisitos dimensionais da comprimento, largura e espessura, aonde os entalhes em "V" foram executados conforme norma.

# 4.4 Cálculo da massa residual após ataque químico

Para cálculo da variação da massa residual, antes e depois do ataque químico, todos os corpos de prova de tração e impacto IZOD tiveram suas massas medidas em balança analítica de quatro casas decimais, para identificar possíveis alterações de massa.

#### 4.4.1 Corpos de prova para ensaio de tração

Tanto o material virgem quanto o reciclado apresentaram após o ataque químico um acréscimo de massa. Os gráficos 4.1 e 4.2 apresentam os resultados da massa residual, dos corpos de prova de tração em polietileno rotomoldado, virgem e reciclado (respectivamente).

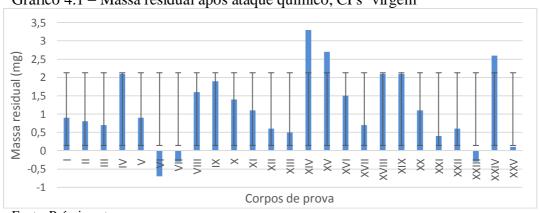
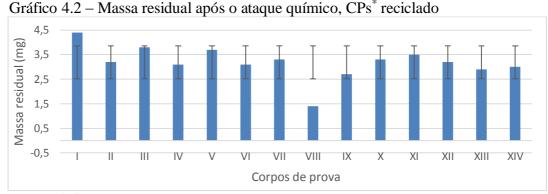


Gráfico 4.1 – Massa residual após ataque químico, CPs\* virgem

Fonte: Próprio autor

Legenda: CPs\*: Corpos de prova.

Diante das informações apresentadas no gráfico 4.1, tratou-se os erros apresentados, excluindo da medição da média os corpos de prova de polietileno rotomoldado virgem VI, VII, XIV, XV, XXIII e XXV. Assim, a massa residual média acrescida nos corpos de prova de PE virgem, após disposição em ácido sulfúrico por 30 dias corridos foi de 1,2mg.



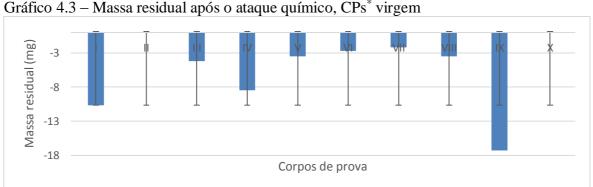
Legenda: CPs\*: Corpos de prova.

Já as informações apresentadas no gráfico 4.2, foram tratados os erros apresentados, excluindo da medição da média os corpos de prova de polietileno rotomoldado reciclado I e VIII. Observa-se que nenhum corpo de prova reciclado houve perda de massa. Assim, a massa residual média acrescida nos corpos de provade PE reciclado foi de 3,2mg.

Analisando as massas residuais médias nos corpos de prova para ensaio de tração, tem-se que o material reciclado apresenta, aproximadamente, 2,5 vezes mais massa residual. Tal fenomeno pode-se atribuir ao tamanho das cadeias de PE na matriz polimérica, isto é, quanto menor a cadeia do PE maior a área superficial de contato com o reagente. Assim, como o material reciclado foi processado mais vezes, possui cadeias menores, onde espera-se perda ou ganho da massa residual maior.

### 4.4.2 Corpos de prova para ensaio de impacto IZOD

Os gráficos 4.3 e 4.4 mostram os resultados da massa residual reduzida dos corpos de prova de tração em polietileno rotomoldado, virgem e reciclado (respectivamente).



Fonte: Próprio autor

Legenda: CPs\*: Corpos de prova.

Obs.: As barras de erros vertical, em ambas direções, com desvio padrão igual a 1.

Diante das informações exibidas no gráfico 4.3, tratou-se os erros apresentados, excluindo da medição da média os corpos de prova de polietileno rotomoldado virgem I e IX. Assim a massa residual média reduzida nos corpos de prova foi de 3,09 miligramas.

Gráfico 4.4 – Massa residual após o ataque químico, CPs\* reciclado

Fonte: Próprio autor

Legenda: CPs\*: Corpos de prova.

Obs.: As barras de erros vertical, em ambas direções, com desvio padrão igual a 1.

Diante das informações mostradas no gráfico 4.4, foram tratados os erros apresentados, excluindo da medição da média os corpos de prova de polietileno rotomoldado reciclado II e VI. Assim, a massa residual média reduzida nos corpos de prova foi de 0,2 miligramas.

Analisando as massas residuais médias reduzida dos corpos de prova para ensaio de impacto IZOD, tem-se que o material reciclado deixou de reduzir sua massa em 15 vezes mais, comparado com o material virgem. Tal fenomeno pode ser explicado pelo tamanho das cadeias de PE na matriz polimérica, como nos corpos de prova de tração.

### 4.5 Caracterização dos materiais

Como apresentado no item 3.4, foram utilizadas técnicas de caracterização dos materiais em estudo, polietileno virgem e reciclado.

### 4.5.1 Índice de Fluidez

Seguindo o procedimento do item 3.5.1, foram realizados 10 medidas a cada 10 segundos, e a média do índice de fluidez com seu respectivo desvio padrão é apresentado na

tabela 4.1, expresso em g/10min.

Tabela 4.1 – Índice de fluidez do polietileno virgem e reciclado

Material	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Média	DP
Virgem <sup>1</sup>	3,702	3,378	3,756	3,462	3,912	4,044	3,408	3,594	3,570	4,122	3,67	0,26
Reciclado <sup>2</sup>	4,182	4,332	3,846	3,972	3,756	4,392	4,152	3,972	3,930	4,140	4,03	0,21

Fonte: Próprio autor

Legenda: Virgem¹: Massa pesada do material virgem, após a extrusão pelo plastômetro, expresso em g/10min.

Reciclado<sup>2</sup>: Massa pesada do material reciclado, após a extrusão pelo plastômetro, expresso

em g/10 min.

DP: Desvio Padrão

Como apresentado, conclui-se que o índice de fluidez do material reciclado encontrado foi superior a do material virgem, em 9%.

De acordo com Lokensgard [51]:

Um valor alto para o índice de fluidez indica uma baixa viscosidade do material. Usualmente, plásticos pouco viscosos apresentam massa molecular relativamente baixa, enquanto ao contrário, materiais com alta massa molecular são resistentes ao fluxo e apresentam, portanto, índices de fluxo mais baixo.

Assim, o material reciclado tem uma viscosidade menor que o virgem, comparativamente, a massa molecular do material virgem é maior que a do material reciclado. A relação numérica entre índice de fluidez e peso molecular encontra-se na literatura [51].

Para um índice de fluidez entre 3 a 6 g / 10 min, tem-se:

- massa molecular media numérica, M<sub>n</sub>, igual a 60.000;
- massa molecular média ponderada, M<sub>w</sub>, igual a 450.000;
- índice de polidispersidade (IP, razão entre M<sub>n</sub> e M<sub>w</sub>) igual a 8.

A medida que o índice de fluidez diminui, sua viscosidade, resistência a elasticidade na ruptura, o alongamento na ruptura e a resistência ao impacto (tenacidade a fratura) aumentam. [51]

### 4.5.2 Teor de Cargas

Conforme o item 3.4, as amostras para determinar o teor de cargas foram realizadas em triplicata, em conformidade com a norma ASTM D2584-11. As tabelas 4.2 e 4.3 apresentam os resultados do ensaio de teor de cargas do PE virgem e reciclado.

Tabela 4.2 – Teor de cargas do material virgem

ID*	Massa do cadinho (g) seco	Massa da amostra (g)	Massa do cadinho + amostra (g)	Massa do cadinho + amostra (g) secos	Massa do resíduo (g)	Teor de cargas (%)	Média (%)	Desvio Padrão
C1	49,2248	2,0136	51,2384	49,2374	0,0126	0,63		
C2	36,5796	2,0195	38,5991	36,5924	0,0128	0,63	0,62	0,0
C3	48,8626	2,0142	50,8768	48,8748	0,0122	0,61		

Legenda: ÎD\*: Identificação da triplicata.

Obs.: Para encontrar o teor de cargas, foi utilizado a equação 3.1.

Tabela 4.3 – Teor de cargas do material reciclado

ID*	Massa do cadinho (g) seco	Massa da amostra (g)	cadinho +		Massa do resíduo (g)	Teor de cargas (%)	Média (%)	Desvio Padrão
C1	42,2017	2,0102	44,2119	42,2176	0,0159	0,79%		
C2	40,0076	2,0207	42,0283	40,0234	0,0158	0,78%	0,78	0,0
C3	37,5341	2,0222	39,5563	37,5499	0,0158	0,78%		

Fonte: Próprio autor

Legenda: ID\*: Identificação da triplicata.

Obs.: Para encontrar o teor de cargas, foi utilizado a equação 3.1.

Assim, o teor de cargas médio da triplicata do material reciclado é 20,77% maior que o do material virgem.

A utilização de cargas, seja orgânica ou inorgânica, no processo de produção de produtos plásticos, altera as propriedades físicas e mecânicas. [51]

Geralmente, materiais com teor de carga maior, podem conferir uma rigidez maior. Assim o material reciclado possui uma rididez maior que o virgem.

#### 4.5.3 Teor de Cinzas

Os ensaios foram realizados em triplicata para cada tipo de material, virgem e reciclado, de acordo com a norma ASTM D5630-06 método B [59]. As tabelas 4.4 e 4.5 apresentam os resultados do ensaio de teor de cinzas dos materiais virgem e reciclado, respectivamente.

Tabela 4.4 – Teor de cinzas do material virgem

ID*	Massa do cadinho (g) seco	Massa da amostra (g)	Massa do cadinho + amostra (g)	Massa do cadinho + amostra (g) secos	Massa do resíduo (g)	Teor de cinzas (%)	Média (%)	Desvio Padrão
C1	40,0075	2,0053	42,0128	40,0194	0,0119	0,59		
C2	36,5794	2,0154	38,5948	36,5912	0,0118	0,58	0,59	0,0
C3	49,2253	2,0106	51,2359	49,237	0,0117	0,58		

Legenda: ÎD\*: Identificação da triplicata.

Obs.: Para encontrar o teor de cinzas, foi utilizado a equação 3.2.

Tabela 4.5 – Teor de cinzas do material reciclado

ID*	Massa do cadinho (g) seco	Massa da amostra (g)	Massa do cadinho + amostra (g)	Massa do cadinho + amostra (g) secos	Massa do resíduo (g)	Teor de cinzas (%)	Média (%)	Desvio Padrão
C1	48,8641	2,0125	50,8766	48,8782	0,0141	0,7006211		
C2	37,5364	2,0177	39,5541	37,5507	0,0143	0,7087278	0,73	0,0
C3	42,2014	2,0122	44,2136	42,2172	0,0158	0,7852102		

Fonte: Próprio autor

Legenda: ID\*: Identificação da triplicata.

Obs.: Para encontrar o teor de cinzas, foi utilizado a equação 3.2.

Portanto, o teor de cinzas médio da triplicata do material reciclado é 19,76% maior que o do material virgem.

#### 4.5.4 Densidade indireta aparente

Conforme item 3.4, os resultados das medidas realizadas para calcular a densidade indireta aparente dos materiais em estudo são apresentados na tabela 4.6.

Tabela 4.6 – Medidas para cálculo da densidade indireta aparente

Material	Peso da amostra (g)	Peso da proveta (g)	Peso da proveta + álcool (g)	Peso da proveta + álcool + amostra (g)	$\rho_l (g/cm^3)$	$\rho_{cp}$ (g/cm <sup>3</sup> )
Virgem	3,3188	20,8322	44,9671	48,2857	0,8045	0,8045
Reciclado	2,9986	23,9157	48,0101	51,0188	0,8031	0,8005

Fonte: Próprio autor.

Legenda:  $\rho_l$  é a densidade requerida do liquido, e  $\rho_{cp}$ . é a densidade requerida do corpo de prova.

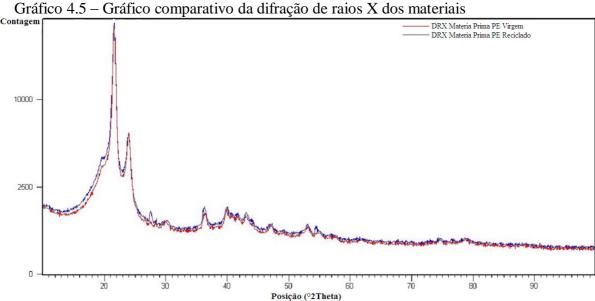
Obs.: Para calcular as densidades requeridas,  $\rho_l$  e  $\rho_{cp}$ , foram utilizadas as equações 3.4 e 3.5 do capítulo 3.

A densidade indireta aparente do polietileno virgem foi superior ao reciclado em 0,51%.

Os polímeros que apresentam massa molecular maior geralmente possuem densidade maior, tendo em visto sua menos viscosidade, permitindo preencher melhor os vazios. [17,51]

## 4.5.5 Difração de Raios X

Foram realizados ensaios de difração de raios X na matéria-prima, forma micronizada, dos materiais virgem e reciclado, bem como das cargas resultantes do ensaio de teor de carga do material virgem e reciclado, oriundos dos corpos de prova para ensaio de impacto IZOD, na forma de raspagem não peneirada. Todas as análises são preliminares e qualitativas, sendo o refinamento destes para trabalho futuros. Os resultados foram gerados em arquivo do aplicativo X Pert HighScore Plus®, formato .xml. Expou-se os arquivos para um formato compatível com o aplicativo ORIGIN®, onde foi gerado o gráfico 4.5, comparativo da difração de raios X do material virgem com reciclado.



Fonte: Próprio autor

Qualitativamente não foi identificado nenhuma diferença significativa de picos e halos, no entanto o material reciclado está sutilmente acima do material virgem.

Os gráficos 4.6 e 4.7 mostrado a curva de picos cristalino e amorfo (*backgound*) da materia-prima do material virgem e reciclado, respecticamente.

A tabela 4.7 apresenta o cálculo da cristalinidade dos materiais em estudo, com base na análise das áreas das curvas dos gráficos 4.6 e 4.7.

Gráfico 4.6 – Curvas do pico de difração de raios X e halo amorfo da matéria-prima do PE virgem

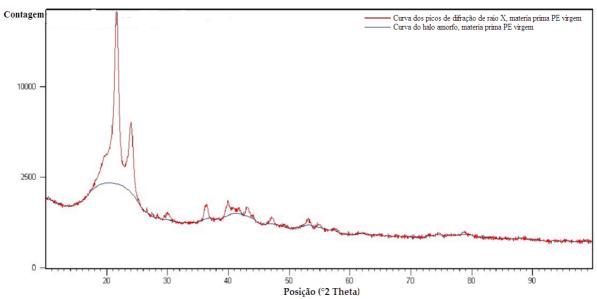
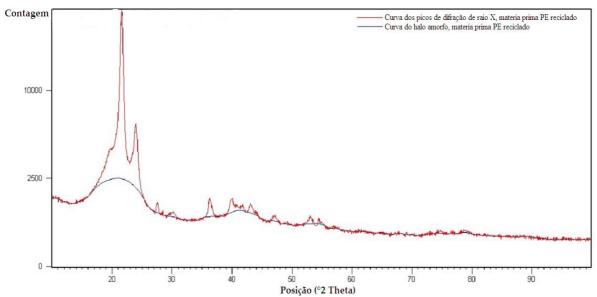


Gráfico 4.7 – Curvas do pico de difração de raios X e halo amorfo da matéria-prima do PE reciclado



Fonte: Próprio autor

Tabela 4.7 – Cálculo da cristalinidade por meio do DRX da matériaprima

prima			
Material	Área dos picos	Área dos halos	Cristalinidade (%)
Virgem	83430,191	55489,7849	55,00%
Reciclado	92138,2215	62165,5905	54,65%

Fonte: Próprio autor

A matéria-prima do material virgem é mais cristalina que a do material reciclado, em 0,64%.

O DRX das cargas dos materiais virgem e reciclado, extraídos do ensaio de teor de cargas dos corpos de prova, estão apresentados nos gráficos 4.8 e 4.9.

Contagem DRX dos residuos do ensaio de teor de cargas do polietileno virgem
Rufile, syn
Copper Oxide
Tinc Oxide
Calcite

1800 —

10 20 30 40 50 60 70 80 90
Posição (°2 Theta)

Gráfico 4.8 – DRX do resíduo das cargas do ensaio de teor cargas do material virgem



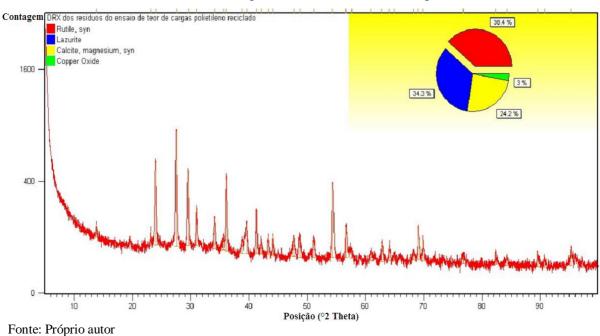


Gráfico 4.9 – DRX do resíduo das cargas do ensaio de teor de cargas do material reciclado

Os resultados apresentados pelo gráfico 4.8 mostram que há dióxido de titânio (*rutile*, TiO<sub>2</sub>) e óxido de cobre (*copper oxide*, CuO). Este último, possivelmente, pode ser do desgaste do tubo de cobre utilizado no DRX, pois não apresentou no gráfico 4.9.

O dióxido de titânio é utilizado no processo de produtos plásticos para conferir opacidade, sendo eficiente na dispersão da luz visível, estáveis e catalisam menos a fotodegradação, segundo empresa DU PONT®.

Já os resultados do gráfico 4.10, mostram que foram encontrados além do dióxido de titânio (*rutile*), outros dois compostos inorgânicos, o magnésio-calcita (calcite-magnesium, (Mg<sub>0,03</sub> Ca<sub>0,97</sub>) CO<sub>3</sub>) e o segundo a lazurita (lazurite, Na<sub>8,56</sub> (Al<sub>6</sub> Si<sub>6</sub> O<sub>24</sub>) (SO<sub>4</sub>)<sub>1,56</sub> S<sub>0,44</sub>).

Existem indícios que a presença no magnésio-calcita no DRX é proveniente da reação de degradação do carbonato de magnésio, em que este último é aplicado como cargas em polímeros, tal como carbonato de cálcio.

Já a presença da lazurita, pode vir por meio de cargas inseridas no processo de fabricação para conferir melhora nas propriedades dos materiais poliméricos, tais como resistência química e a abrasão. [68].

## 4.5.6 Fluorescência de raios X (FRX)

A fluorescência de raios X apresenta mais detalhes dos elementos presentes na matéria prima do materiais virgem e reciclado, no material depois de processado (rotomoldagem) antes do ataque químico e depois do ataque químico, bem como dos resíduos do ensaio do teor de cargas realizado. No item 4.4.5, foi realizado técnica semi-quantitativa, DRX.

Já o FRX é mais preciso na identificação de elementos em percentual de massa da amostra.

As analises foram realizadas nos seguintes cenários:

- cenário I: Análise da matéria-prima dos materiais virgem e reciclado;
- cenário II: Análise dos materiais, virgem e reciclado, antes do ataque químico;
- cenário III: Análise dos materiais, virgem e reciclado, depois do ataque químico;
- cenário IV: Análise dos resíduos do ensaio de teor de cargas dos materiais rotomoldados.

A tabulação dos dados conforme os cenários são apresentadas nos gráficos 4.10 a 4.17, em forma de gráfico de pizza, e a sintese dos dados na tabela 4.12.

Gráfico 4.10 – Cenário I: FRX da matéria-prima PE virgem

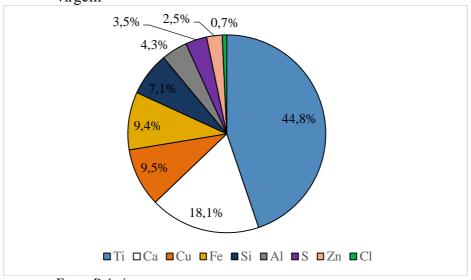
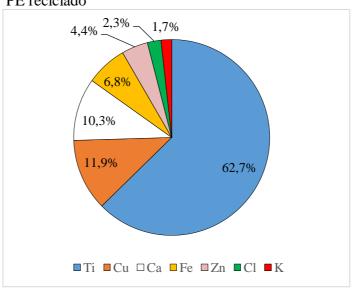


Gráfico 4.11 – Cenário I: FRX da matéria-prima do PE reciclado



Fonte: Próprio autor

Na matéria-prima dos materiais em estudo, existe a presença de cargas na busca de melhorar a trabalhabilidade do material durante o processo, desempenho mecânico e resistência química e fotodegradativa, como evidenciado no ensaio de DRX.

Gráfico 4.12 – Cenário II: FRX do PE virgem antes ataque químicoquímico

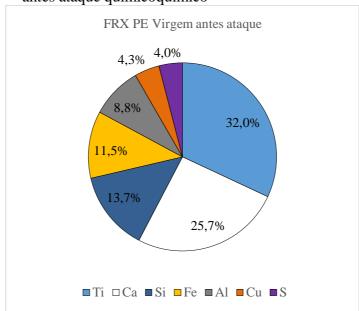


Gráfico 4.13 – Cenário II: FRX do PE reciclado antes ataque químicoquímico

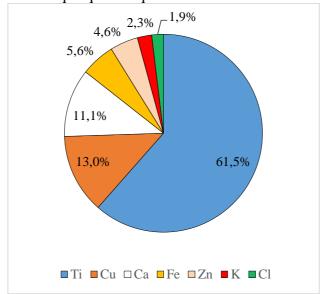


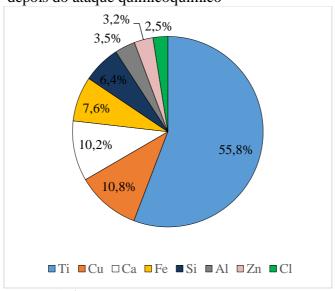
Gráfico 4.14 – Cenário III: FRX do PE virgem depois do ataque químicoquímico

2,8% 2,6% 0,9%
3,3%
51,5%
29,4%

Ti □ Ca □ Cu □ S □ Zn ■ K □ P □ Cl

Fonte: Próprio autor

Gráfico 4.15 – Cenário III: FRX do PE reciclado depois do ataque químicoquímico

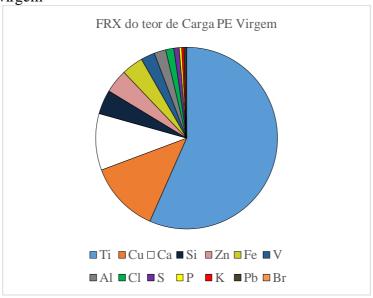


Fonte: Próprio autor

O material virgem, depois do ataque com  $H_2SO_4$ , o enxofre aumentou seu residual na massa em 1,6 vezes, e o ferro, o alumínio e o silício desapareceram. O cobre aumentou sua massa proporcional na amostra em 1,33 vezes.

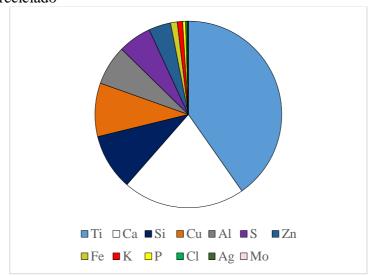
Já no material reciclado, após o ataque químico, não houve alterações significativas. Atribui-se o aparecimento o silício e alumínio ao processo de acondicionamento/transporte da amostra e preparação da amostra.

Gráfico 4.16 – Cenário IV: FRX do teor de cargas do PE virgem



Obs.:Os valores dos elementos estão na tabela 4.12.

Gráfico 4.17 - Cenário IV: FRX do teor de carga do PE reciclado



Fonte: Próprio autor

Foi realizado a FRX da matéria-prima e dos resíduos do teor de cargas do material após ser processado, oriundos dos corpos de prova de ensaios mecânicos, na investigação complementar.

A fração de massa de titânio na matéria-prima do material reciclado é maior. No entanto, após o ensaio do teor de cargas ele torna-se menor. Este fenômeno também ocorreu com o zinco e cobre.

Estes elementos são provenientes de cargas adicionadas ao processo de fabricação

de produtos plásticos.

Outro elemento proveniente de aditivos é o cálcio, por meio do carbonato de cálcio, onde este se manteve estável dentro da matriz do reciclado, pois após o ensaio de teor de cargas a fração de massa do elemento aumentou em dobro.

O potássio e o bromo são provenientes de manipulação da amostra para os ensaios de infravermelho, onde as pastilhas são preparadas com brometo de potássio.

Já o silício, o alumínio e o chumbo são provenientes da manipulação, manuseio, acondicionamento e ou preparação das amostras.

A presença do enxofre e o fósforo é oriundo de possível contaminação com meio, pelo acondicionamento dos corpos de prova, antes da preparação das amostras para o ensaio de FRX.

A tabela A.1, anexo A, apresenta a sintese dos resultados dos ensaios de FRX nas etapas de investigação e caracterização dos materiais em estudo, nos cenários de ambiente agressivo (ataque químico).

#### 4.6 Análises térmicas

### 4.6.1 Termo gravimetria (TGA) e derivada (DTG)

A temperatura utilizada no processo de produção de produtos poliméricos devem ser sempre inferior a sua faixa de degradação.

Assim, foi realizada a termo gravimetria (TG) e sua derivada (DTG) do polietileno virgem e reciclado em atmosfera inerte de N<sub>2</sub> (analise do material puro) e de ar sintético (analise do material em condição próxima do real), conforme técnicas apresentadas no capítulo 3, com o propósito de avaliar o comportamento térmico do material polimérico quando processado.

Os gráficos 4.18 a 4.20 apresentam a TG e DTA dos materiais em estudo, virgem e reciclado, respectivamente, nas diferentes atmosferas, e sua análise ao final de cada gráfico.

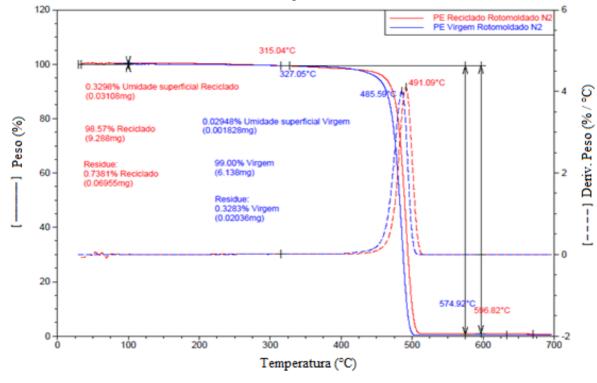


Gráfico 4.18 – TG e DTG dos PEs virgem e reciclado em atmosfera inerte (N<sub>2</sub>)

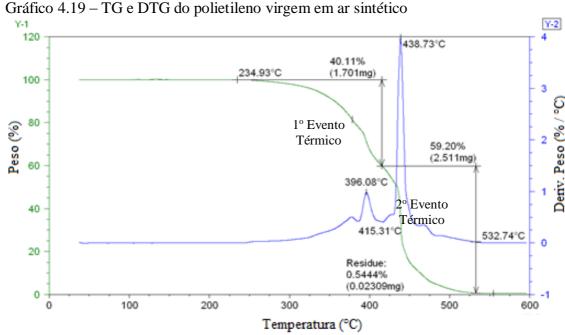
Comparativamente as amostras de PE virgem e reciclado apresentaram comportamentos semelhantes, não havendo presença de eventos térmicos intermediários até sua degradação (sem pontos de inflexão da curva % de massa).

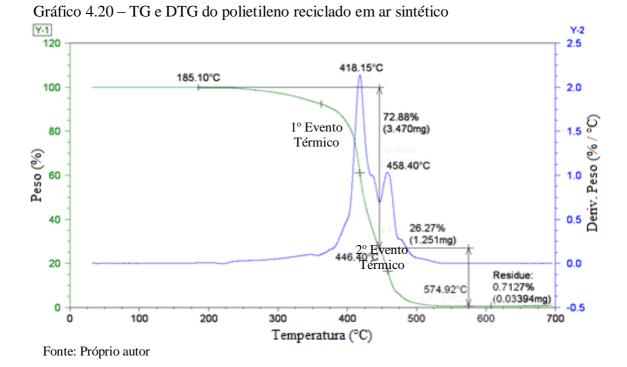
A TG do PE virgem (reciclado) não apresenta mudança em sua massa até a temperatura de 327,05 °C (315,04 °C). A partir dessa temperatura, observa- se uma diminuição acentuada de sua massa inicial, até por volta de 574,92 °C (596,82 °C).

Nesse intervalo de temperatura, a amostra perde 99% (98,57%) de sua massa inicial, devido à decomposição/degradação do PE.

A temperatura de decomposição do PE, medida no pico da curva DTG, é de 485,59°C (491,09°C). Entre 574,92 °C e 700 °C (596,82 °C e 700 °C), a curva TG exibe um patamar, onde não há perda significativa de massa.

O teor de resíduos estáveis a 700 °C é de 0,3283 % (0,7381%), que equivale a 0,02036 mg (0,06955 mg) da amostra utilizada, isto é o resíduo do PE reciclado é 2,25 vezes maior. Isto deve-se as impurezas e contaminações do reprocessamento do material na reciclagem.





Na presença de ar, o gráfico de TG mudou, de ambos PEs, apresentando um ponto de inflexão na curva de massa %. De acordo com os gráficos 4.19 e 4.20, o PE virgem (reciclado) degrada na presença de dois eventos térmicos, não apresentando perda de massa até a temperatura de 234,93 °C (185,10 °C). A partir dessa temperatura, ocorrem os dois eventos térmicos. No primeiro evento térmico observa- se uma diminuição da sua massa inicial, até 415,31 °C (446,40 °C), onde a amostra apresenta a 1ª perda de sua massa inicial, 40,11%

(72,88%), devido à decomposição parcial do PE. O 1º pico da curva de DTG é de 396,08 °C (418,15 °C).

Entre 415,31 °C (446,40 °C) a 532,74 °C (574,92 °C) ocorre a 2ª perda de massa, 59,20% (26,27%), havendo a decomposição PE. O 2º pico da curva de DTG é de 438,73 °C (458,40 °C). Entre 532,74 °C (574,92 °C) a 700 °C não há perda significativa de massa, apresentando um resíduo final de 0,5444% (0,7127%), que equivale a 0,02309 mg (0,03394 mg) da amostra utilizada, isto é o resíduo do PE reciclado é 1,5 vezes maior.

O ensaio de TG também gera informações sobre o teor de cargas, como o ensaio do item 4.5.2. A temperatura máxima utilizada no teor de cargas foi de 500 °C, e na TG foi de 700 °C. Assim, para comparar o resultado da TG com o ensaio de teor de cargas, adota-se a atmosfera em ar sintético, visto o ensaio de teor de cargas ocorrer a presão atmosférica dentro da mufla, muito próximo com a pressão interna do molde para rotomoldagem.

Logo, os resultados apresentam bem próximo, onde o PE virgem (reciclado) apresentou um resíduo final de 0,62% (0,78%) no ensaio de teor de cargas e o TG apresentou 0,5444% (0,7127%). Esta diferença é minima, pois foi atribuída a fatores do ambiente laboratorial (temperatura e umidade) e manuseio das amostras (retirada dos cadinhos da mufla, acondionamento no dessecador, tempo de acondionamento neste e precisão/calibração da balança analítica).

O TG apresentou ser mais preciso ao determinar o percentual de cargas presente no polimero, ratificando a literatura [62].

Outro dado importante no gráfico de TG é a determinação da umidade, isto é a liberação de água superficial é evidenciada como a perda de massa gradativa que ocorre desde a temperatura ambiente, 23 °C no trabalho em estudo, até próximo de 100 °C. [62] Como mostrado no gráfico 4.18, há uma sensível perda de massa até 100 °C, sendo o PE virgem (reciclado) um perda de massa de 0,02948% (0,3298%), que equivale a 0,001828 mg (0,03108 mg). Concluindo que o material virgem possui um menor teor de umidade na ordem de 17 vezes.

### 4.6.2 Calorimetria diferencial de varredura (DSC)

Os gráficos 4.21 a 4.26, apresentam os ensaios de DSC analisados do PE rotomoldado, nas seguintes condições: matéria-prima virgem com cadinho fechado, matéria-prima reciclada com cadinho fechado, material virgem com cadinho fechado, material reciclado com cadinho fechado, material virgem com cadinho aberto e material reciclado com

cadinho aberto, todos em atmosfera inerte em N2.

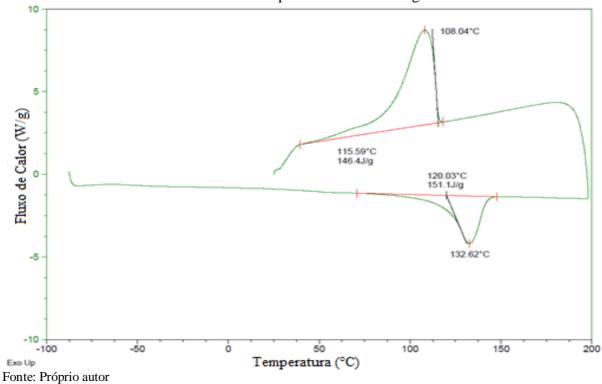
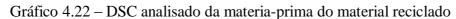
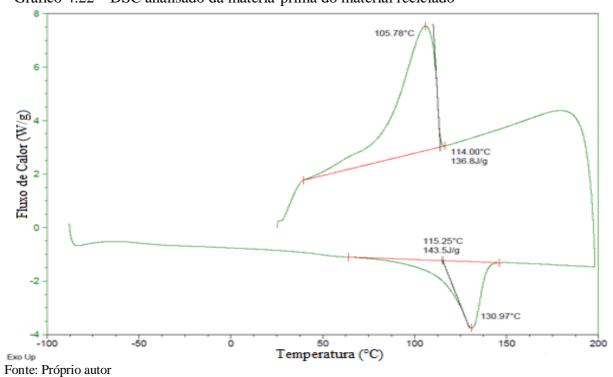


Gráfico 4.21 – DSC analisado da materia-prima do material virgem





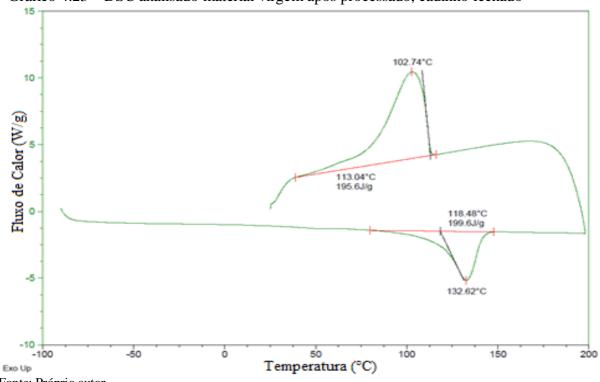


Gráfico 4.23 – DSC analisado material virgem após processado, cadinho fechado

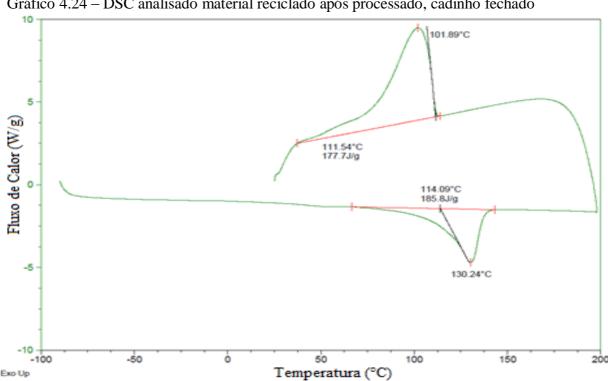


Gráfico 4.24 – DSC analisado material reciclado após processado, cadinho fechado

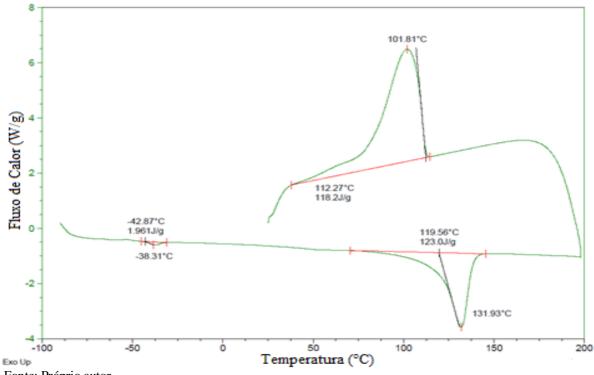


Gráfico 4.25 – DSC analisado material virgem após processado, cadinho aberto

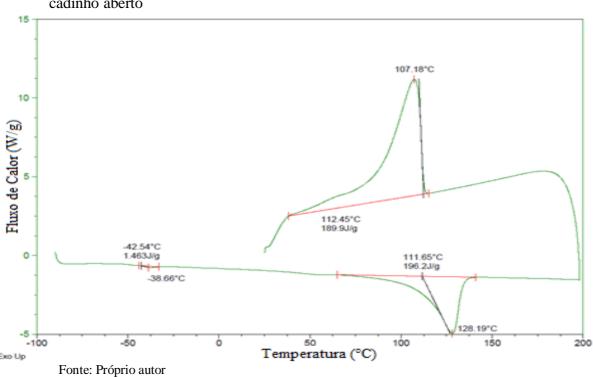


Gráfico 4.26 – DSC analisado material reciclado após processado, cadinho aberto

Em todas as condições, o gráfico de DSC apresentou apenas um único pico de fusão, comprovando assim a isenção de possíveis contaminantes, tais como PVC, PET e PP. [69]

A tabela 4.8 apresenta a síntese da interpretação dos gráficos, em suas respectivas condições de ensaio.

Tabela 4.8 – Síntese da interpretação dos gráficos 4.21 a 4.26

Massa da		Е	Exotérmico		Endotérmico				Condições
Material	amostra	Tc (°C)	$\Delta H_c(J/g)$	T <sub>onset</sub> (°C)	Tg (°C)	Tf (°C)	$\Delta H_f(J/g)$	T <sub>onset</sub> (°C)	do cadinho
Virgem MP	4,1	108,04	146,4	115,59	i	132,62	151,1	120,03	Fechado
Reciclado MP	4,2	105,78	136,8	114	-	130,97	143,5	115,25	Fechado
Virgem	3,9	102,74	195,6	113,04	-	132,62	199,6	118,48	Fechado
Reciclado	3,9	101,89	177,7	111,54	1	130,24	185,8	114,09	Fechado
Virgem	3,9	101,81	118,2	112,27	-38,31	131,93	123	119,56	Aberto
Reciclado	3,8	107,18	189,9	112,45	-39,79	128,19	196,2	111,65	Aberto

Fonte: Próprio autor

Legenda:  $T_c$  – temperatura de cristalização;  $\Delta H_c$  – calor para cristalização da amostra;  $T_{onset}$  – temperatura da entrada dos picos;  $T_g$  – temperatura de transição vítrea;  $T_f$  – temperatura de fusão da amostra;  $\Delta H_f$  – calor para fusão da amostra.

O PE apresenta uma temperatura de transição vítrea de -35 °C e uma temperatura de fusão de 130 °C. Comparando os dados obtidos com a literatura [51] ratifica-se os resultados dos ensaios.

A temperatura de fusão do material virgem é maior, em aproximadamente 2%.

Para o cálculo do grau de cristalinidade dos matérias em estudo, foi utilizada a equação segundo, apresentada pela equação 4.2: [62]

$$\chi = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^0} \times 100 \tag{4.2}$$

Onde: χ é o grau de cristalinidade do polimero, %;

 $\Delta H_f$  é o calor de fusão da amostra, J/g;

 $\Delta H_f^0$  é o calor de fusão de um polímero hipoteticamente 100% cristalino, sendo igual á 293 J/g [62]

O grau de cristalinodade dos materiais em estudo, para cada condição, são apresentados na tabela 4.9.

Tabela 4.9 – Grau de cristalinidade para cada condição estudada no ensaio de DSC.

3 3					
Material	$\Delta H_f^0(J/g)$	$\Delta H_f(J/g)$	χ (%)	Cadinho	
Virgem MP	293	151,1	52%	Fechado	
Reciclado MP	293	143,5	49%	Fechado	
Virgem	293	199,6	68%	Fechado	
Reciclado	293	185,8	63%	Fechado	
Virgem	293	123	42%	Aberto	
Reciclado	293	196,2	67%	Aberto	

Nas condições de ensaio do DSC com cadinho fechado, o material virgem tem o grau de cristalinidade maior que o reciclado. No entanto, na condição do cadinho aberto, houve uma inversão, onde o material reciclado tem um grau de cristalinidade maior que o material virgem.

Isso mostra que a pressão interna do cadinho, durante o ensaio, para os dois materiais, interfere nas reações, alterando suas propriedades.

Durante o processamento do material, rotomoldagem, o PE dentro do molde estava sob pressão atmosférica, por meio de um orifício de 1", 25,4mm, de diâmetro, para aliviar as pressões internas.

#### 4.7 Ensaios mecânicos

### 4.7.1 Ensaio de tração

Para os ensaios mecânicos de tração, foram realizados tanto no material virgem quanto reciclado, com o propósito de encontrar a velocidade adequada dos materiais estudados.

Foram usinados cento e dois corpos de prova, dentre eles cinquenta e seis do material virgem e quarenate e seis do material reciclado. Como apresentado no item 4.2, foram conferidas as dimensões, e apenas dois corpos de prova foram excluídos por não atender a espessura inferior a 7 mm, R4\_4 e R11\_5 (XII), anexoA nas tabelas A.2 e A.3.

Foram realizados ensaios para encontrar a velocidade do ensaio de tração, para fins comparativos entre os materiais e cenários, além de atender aos critérios da norma ASTM D638, como apresentado no capítulo 3, item 3.4.1, sendo estes válidos.

Os ensaios iniciais foram realizados com extensômetro portátil e, após atender ao número mínimo de corpos de prova válidos, cinco, continou-se a realização dos ensaios retirando-o, e utilizando o instrumento interno da máquina que mede o deslocamento da travessa móvel (transdutor), isto para os materiais virgem e reciclado nos cenários com e sem ataque químico, com a finalidade de obter a curva completa tensão x deformação.

A utilização do extensômetro portátil dá uma maior precisão no regime elástico, até o escoamento, não sendo útil para o regime plástico. Isto fornece os seguintes parâmetros: módulo de elasticidade, tensão no escoamento e alongamento no escoamento.

O anexo A na tabela A.1 apresenta o número dos corpos de prova ensaiados por material, cenários (com e sem ataque químico), ensaios válidosválidos, com extensômetro e sem extensômetro.

Devido à heterogeneidade da matéria-prima (detectada nos ensaios de caracterização) e o controle do processo industrial utilizado no processo de rotomoldagem, aos ensaios válidos aplicou-se duas técnicas estatísticas de análise de confiabilidade dos dados, o ZScore e o desvio padrão. Este último utilizando a ferramenta barra de erros do aplicativo  $Excel^{\circledast}$ .

Os gráficos 4.27 ao 4.30 apresentam a curva tensão versus deformação dos corpos de prova válidos. Os dados do ensaio foram obtidos e exportados do equipamento de ensaio de tração, EMIC<sup>®</sup>, e tratados no aplicativo *ORIGIN*<sup>®</sup>.

Gráfico 4.27 – Curva tensão versus deformação, com o uso do extensômetro, material virgem sem ataque químico(a) e com ataque químico (b).

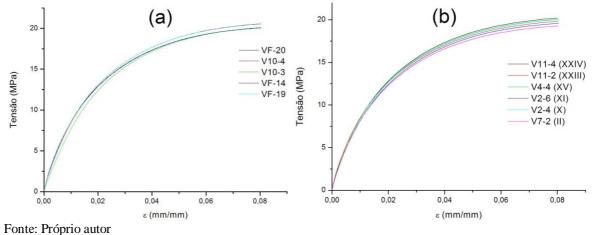
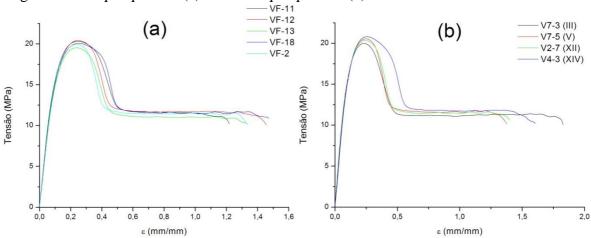


Gráfico 4.28 – Curva tensão versus deformação, sem o uso do extensômetro, material virgem sem ataque químico (a) e com ataque químico (b).



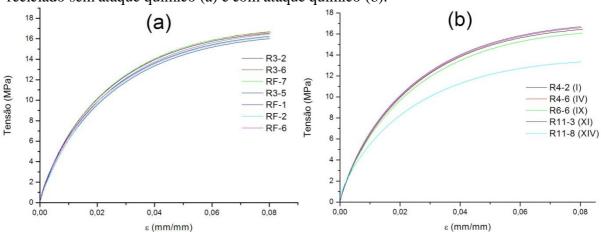
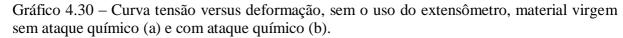
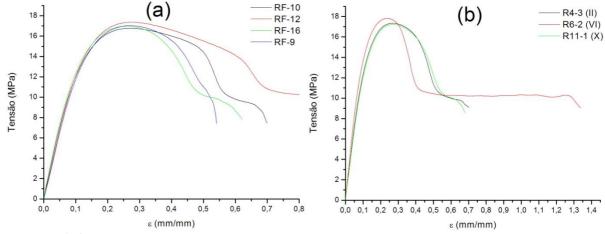


Gráfico 4.29 – Curva tensão versus deformação, com o uso do extensômetro, material reciclado sem ataque químico (a) e com ataque químico (b).





Fonte: Próprio autor

Assim, os dados obtidos que atenderam ao tempo de ensaio e romperam na região L sofreram um tratamento de confiabilidade estatística. Todos os corpos de prova válidos, apresentaram estricção seguinda de ruptura.

Os resultados da análise dos gráficos tensão versus deformação estão apresentados na tabela 4.10.

As análises foram realizadas nos seguintes cenários:

- cenário I: Análise dos materiais, PE virgem versus PE reciclado, sem o ataque químico;
- cenário II: Análise dos materiais, PE virgem versus PE reciclado, depois do ataque químico;
- cenário III: Análise do material virgem antes e depois do ataque químico;

• cenário IV: Análise do material reciclado antes e depois do ataque químico.

Tabela 4.10 – Resultados médios do ensaio de tração da analise dos gráficos tensão versus

deformação, com seus desvios padrão.

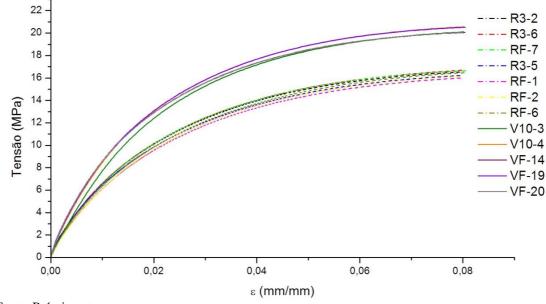
Duanniadadas	Virg	gem	Reciclado		
Propriedades	Sem Ataque	Com Ataque	Sem Ataque	Com Ataque	
Tensão máxima de resistência (MPa)	$20,05 \pm 0,35$	$20,42 \pm 0,34$	$17,03 \pm 0,25$	$17,46 \pm 0,31$	
Tensão de Ruptura (MPa)	$10,32 \pm 0,33$	$10,28 \pm 0,23$	$7,67 \pm 0,49$	$8,89 \pm 0,28$	
Modulo de Elasticidade (MPa)	$1.045,55 \pm 117,14$	$1.076,56 \pm 33,60$	811,21 ± 32,14	789,33 ± 93,99	
Alongamento no Escoamento (%)	$124,10 \pm 0,56$	$124,05\pm1,13$	$126,78 \pm 0,77$	$125,45 \pm 1,79$	
Deformação Específica até Ruptura (%)	236,30 ± 10,41	255,18 ± 21,10	175,86 ± 17,17	190,72 ± 37,32	
Deformação até a Ruptura (mm)	183,15 ± 5,21	$192,59 \pm 10,55$	152,93 ± 8,59	$160,36 \pm 18,66$	

Fonte: Próprio autor

# Cenário I – Sem ataque químico

Os gráficos 4.31 e 4.32 apresentam os comparativos dos materiais virgem e reciclado, sem ataque químico, com e sem o uso do extensômetro, respectivamente.

Gráfico 4.31 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação dos materiais virgem e reciclado com o uso do extensômetro e sem ataque químico.



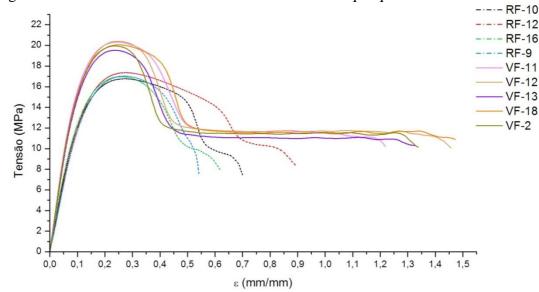


Gráfico 4.32 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação dos materiais virgem e reciclado sem o uso do extensômetro e sem ataque químico.

Conforme as análises dos gráficos tensão versus deformação sem o ataque químico com ácido sulfúrico para os materiais em estudo, virgem e reciclado, detectou-se que as propriedades mecânicas do material virgem são superiores ao reciclado, sendo 17,73% na tensão máxima de resistência, 34,46% na tensão de ruptura, 28,9% no modulo de elasticidade, 34,37% na deformação específica até a ruptura e 19,76% na deformação até a ruptura.

A excessão foi o alongamento no escoamento, pois o material reciclado apresentou maior alongamento no escoamento, sendo de 2,16%.

A tabela 4.11 são apresentados os resultados das propriedades mecânicas do material virgem e reciclado dos dados obtidos dos gráficos 4.31 e 4.32, cenário I.

Tabela 4.11 – Comparativo dos resultados das propriedades mecânicas dos materiais virgem e reciclado sem ataque químico.

Propriedades	Virgem	Reciclado
Tensão máxima de resistência (MPa)	$20,05 \pm 0,35$	$17,03 \pm 0,25$
Tensão de Ruptura (MPa)	$10,32 \pm 0,33$	$7,67 \pm 0,49$
Modulo de Elasticidade (MPa)	$1.045,55 \pm 117,14$	811,21 ± 32,14
Alongamento no Escoamento (%)	$124,10 \pm 0,56$	$126,78 \pm 0,77$
Deformação Específica até Ruptura (%)	$236,30 \pm 10,41$	$175,86 \pm 17,17$
Deformação até a Ruptura (mm)	$183,15 \pm 5,21$	$152,93 \pm 8,59$

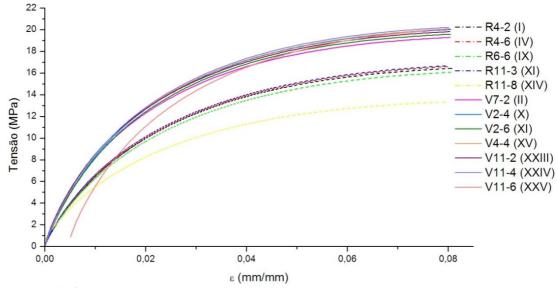
Fonte: Próprio autor

Considerando o desvio padrão, pode-se afirmar que o material virgem apresentou maior ductilidade que o reciclado, como também constatado no gráfico 4.33.

### Cenário II – Com ataque químico

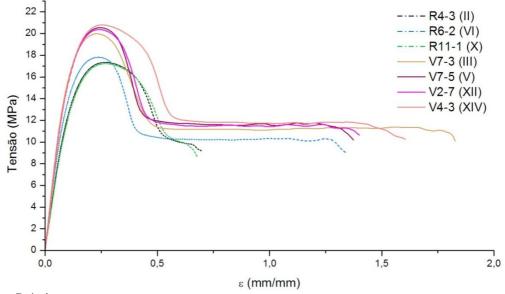
Os gráficos 4.33 e 4.34 apresentam os comparativos dos materiais virgem e reciclado, com ataque químico, com e sem o uso do extensômetro, respectivamente.

Gráfico 4.33 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação dos materiais virgem e reciclado com o uso do extensômetro e com ataque químico.



Fonte: Próprio autor

Gráfico 4.34 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação dos materiais virgem e reciclado sem o uso do extensômetro e com ataque químico.



Fonte: Próprio autor

A tabela 4.12 são apresentados os resultados das propriedades mecânicas do material virgem e reciclado dos dados obtidos dos gráficos 4.33 e 4.34, cenário II.

Tabela 4.12 – Comparativo dos resultados das pripriedades mecânicas dos materiais virgem e reciclado com ataque químico.

Propriedades	Virgem	Reciclado
Tensão máxima de resistência (MPa)	$20,42 \pm 0,34$	$17,46 \pm 0,31$
Tensão de Ruptura (MPa)	$10,28 \pm 0,23$	$8,89 \pm 0,28$
Modulo de Elasticidade (MPa)	$1.076,56 \pm 33,60$	$789,33 \pm 93,99$
Alongamento no Escoamento (%)	$124,05\pm1,13$	125,45 ± 1,79
Deformação Específica até Ruptura (%)	$255,18 \pm 21,10$	$190,72 \pm 37,32$
Deformação até a Ruptura (mm)	$192,59 \pm 10,55$	$160,36 \pm 18,66$

De acordo com os dados apresentados acima, as propriedades mecânicas do material virgem são superiores ao reciclado, sendo 16,95% na tensão máxima de resistência, 15,64% na tensão de ruptura, 36,39% no modulo de elasticidade, 33,8% na deformação específica até a ruptura e 20,1% na deformação até a ruptura. Já o alongamento no escoamento, considerando os desvios padrão, foi praticamente similar.

Não diferente a análise do cenário I, sem ataque químico, não houveram mudanças significativas das propriedades mecânicas, sendo o material virgem mais dúctil.

# Cenário III – Material virgem, antes e depois do ataque químico

Os gráficos 4.35 e 4.36 apresentam os comparativos do material virgem, antes e depois do ataque químico, com e sem o uso do extensômetro, respectivamente.

Gráfico 4.35 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação do material virgem, com o uso do extensômetro, antes e depois ataque químico.

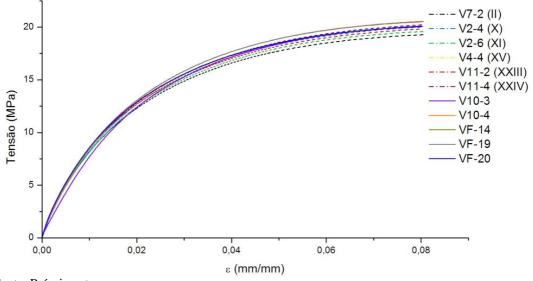
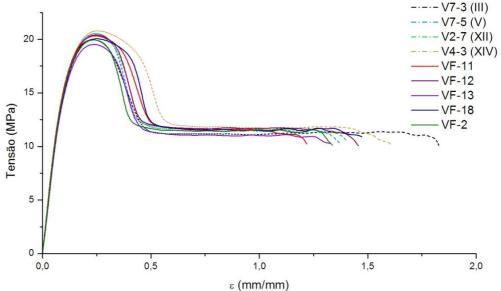


Gráfico 4.36 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação do material virgem, sem o uso do extensômetro, antes e depois ataque químico.



A tabela 4.13 são apresentados os resultados das propriedades mecânicas do material virgem antes e depois do ataque químico dos dados obtidos dos gráficos 4.35 e 4.36, cenário III.

Tabela 4.13 – Comparativo dos resultados das propriedades mecânicas do material virgem, antes e depois do ataque químico.

		1
Propriedades	Sem ataque	Com ataque
Tensão máxima de resistência (MPa)	$20,05 \pm 0,35$	$20,42 \pm 0,34$
Tensão de Ruptura (MPa)	$10,32 \pm 0,33$	$10,28 \pm 0,23$
Módulo de Elasticidade (MPa)	$1.045,55 \pm 117,14$	$1.076,56 \pm 33,60$
Alongamento no Escoamento (%)	$124,10 \pm 0,56$	$124,05\pm1,13$
Deformação Específica até Ruptura (%)	$236,30 \pm 10,41$	$255,18 \pm 21,10$
Deformação até a Ruptura (mm)	$183,15 \pm 5,21$	192,59 ± 10,55

Fonte: Próprio Autor

Considerando os desvios padrão, não houveram alterações significativas após o ataque químico.

# <u>Cenário IV – Material reciclado, antes e depois do ataque químico</u>

Os gráficos 4.37 e 4.38 apresentam os comparativos do material virgem, antes e depois do ataque químico, com e sem o uso do extensômetro, respectivamente.

Gráfico 4.37 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação do material reciclado, com o uso do extensômetro, antes e depois ataque químico

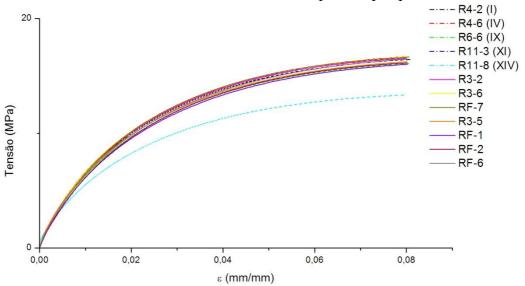
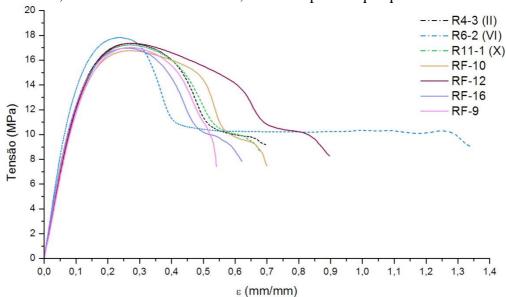


Gráfico 4.38 – Comparativo do gráfico tensão versus deformação do material reciclado, sem o uso do extensômetro, antes e depois ataque químico



Fonte: Próprio autor

A tabela 4.14 são apresentados os resultados das propriedades mecânicas do material reciclado antes e depois do ataque químico dos dados obtidos dos gráficos 4.37 e 4.38, cenário IV.

Tabela 4.14 – Comparativo dos resultados das propriedades mecânicas do material reciclado, antes e depois do ataque químico.

Propriedades	Sem ataque	Com ataque
Tensão máxima de resistência (MPa)	$17,03 \pm 0,25$	$17,46 \pm 0,31$
Tensão de Ruptura (MPa)	$7,67 \pm 0,49$	$8,89 \pm 0,28$
Modulo de Elasticidade (MPa)	811,21 ± 32,14	$789,33 \pm 93,99$
Alongamento no Escoamento (%)	$126,78 \pm 0,77$	$125,45 \pm 1,79$
Deformação Específica até Ruptura (%)	$175,86 \pm 17,17$	$190,72 \pm 37,32$
Deformação até a Ruptura (mm)	$152,93 \pm 8,59$	$160,36 \pm 18,66$

Considerando os desvios padrão, as deformações e módulo de elasticidade foram praticamente iguais, não alterando significativamente a ductilidade do material. Somente a tensão de ruptura após o ataque químico foi 15,91% maior.

A presença de umidade nos materiais poliméricos podem afetar sua resistência. [51] Assim atribui-se a tal fato a tensão de ruptura ser maior depois do ataque.

### Análises complementares do ensaio de tração

Foi utilizada a câmera termográfica FLIR® T200, com o propósito de obter imagens térmicas do momento da ruptura. Assim, foi constatado que há uma elevação gradual da temperatura até a ruptura, e momentos antes desta, há uma queda abrupta de 2 °C, e logo após, a ruptura.

A maior temperatura constatada durante o ensaio, na estricção do corpo de prova foi 43,3 °C. Nos bordos internos da região da ruptura, as temperaturas se elevam até a ruptura do material. Isto é um fenômeno esperado, ratificando a trocar de calor com o meio (energia) para haver a cisão das cadeias moleculares do polietileno.

Não foi possível obter as imagens de cada corpo de prova a temperatura de 43,3 °C, visto a câmera não dispor da função de vídeo, somente de câmera fotográfica.

Todos os corpos de prova de tração válidos apresentaram fratura ductil, do tipo estiramento. A tensão máxima está no ponto de cedência, no qual forma a estricção associada ao embranqueamento e o aparecimento de microvazios. Na região de estricção, ocorreu o deslizamento das moléculas, umas em relação às outras, alinhando-se na direção de tensão. Neste momento, foi identificada as maiores temperaturas com a análise termográfica, apresentada na figura 4.7.

40.3 °C

At 1 min 23.4 max 40.5

Figura 4.7 – Imagem termográfica de corpo de prova virgem após ataque químico, V7\_2 (II), capturada no ensaio de tração na eminência da ruptura

# 4.7.2 Ensaio de impacto Izod

Foram usinados em CNC 42 corpos de prova de impacto IZOD, sendo 21 de material virgem e 21 de material reciclado. Dos 21 corpos de prova de material virgem e reciclado, 11 foram submetidos ao ataque químico nas mesmas condições apresentadas anteriormente.

Tendo em vista desconhecer que tipo de carga contém a matéria-prima dos materiais em estudo, os corpos de prova foram dispostos em vidrarias separadas, similarmente aos corpos de prova de tração.

A unidade de medida da resistência a impacto é joules por m de espessura do corpo de prova, J/m. [62] Os resultados são apresentados na tabela 4.15.

Tabela 4.15 – Média da resistência ao impacto com desvios padrão

Materiais	Condições	Resistência ao impacto (J/m de espessura)
Virgon	Sem Ataque	$75,10 \pm 8,26$
Virgem	Com Ataque	$72,95 \pm 6,50$
Reciclado	Sem Ataque	$56,14 \pm 4,80$
Reciciado	Com Ataque	$54,04 \pm 3,10$

Fonte: Próprio autor

Analogamente ao item 4.7.1, as análises foram realizadas nos cenários I, II, III e IV. Todos os corpos de prova apresentaram uma fratura completa, portanto válidos segundo

preceitos normativos.

### Cenário I – Sem ataque químico comparando material virgem com reciclado

Conforme a tabela 4.15, o resultado da resistência a impacto (tenacidade a fratura) do material virgem foi 33,78% superior do reciclado.

Assim, o material virgem possui maior tenacidade a fratura, sendo o material reciclado mais rígido, assim susceptível a fratura frágil (propagação de trincas).

# <u>Cenário II – Com ataque químico comparando material virgem com reciclado</u>

De acordo com a tabela 4.15, há similaridade com o cenário I, onde a tenacidade a fratura do material virgem foi 35,01% superior do reciclado.

Para os cenários III (material virgem, antes e depois do ataque químico) e IV (material reciclado, antes e depois do ataque químico), não houveram alterações significativas na resistência ao impacto, considerando seus desvios padrões.

# Análises complementares do ensaio de impacto

Para análises complementares, foram realizadas as imagens da superfície da fratura, onde foi identificado vazios, provenientes da retração do material quando resfriado (chamado na indústria de "rechupe") e degradação do polietileno dentro do molde. A tabela 4.16 apresenta a síntese da área de vazios, realizadas pelo tratamento das imagens apresentadas no anexo D.

Tabela 4.16 – Área de vazios por material dos corpos de prova ensaiados

Materiais	Condições	Área de vazios (mm²)		
Virgem	Sem Ataque	$1,48 \pm 0,24$		
	Com Ataque	$1,38 \pm 0,32$		
Reciclado	Sem Ataque	$1,77 \pm 0,29$		
	Com Ataque	$1,55 \pm 0,36$		

Fonte: Próprio autor

O material reciclado, comparando as médias, tem uma área de vazios maior que o

material virgem, o que alterar as propriedades mecânicas estudadas.

No entanto, considerando os desvios padrão, a área de vazios na seção do corpo de prova ensaiado apresentaram pouca relevância na propriedade estudada, pelos resultado apresentados no gráficos 4.39 a 4.42, resistência ao impacto em função da área de vazios da seção de fratura, onde ordenou-se pela área de vazios e foi traçado a linha de tendência da resistência ao impacto.

Gráfico 4.39 – Resistência ao impacto em função da área de vazios da seção de fratura, virgem sem ataque químico



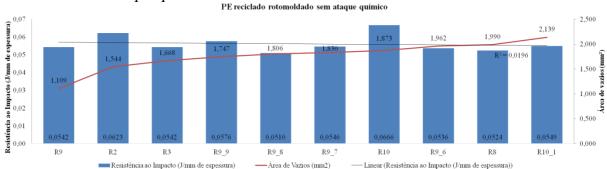
Fonte: Próprio autor

Gráfico 4.40 – Resistência ao impacto em função da área de vazios da seção de fratura, virgem com ataque químico



Fonte: Próprio autor

Gráfico 4.41 – Resistência ao impacto em função da área de vazios da seção de fratura, reciclado sem ataque químico



PE reciclado com ataque químico **Resistigned a o Imbacto (1/mm de esbessara)**0,06
0,05
0,00
0,02
0,00
0,00 2,500 2.061 1,946 1,713 1.687 2.000 R R6 R9 5 R9\_2 R.5 R9\_3 R10\_2 R4 R9 1 R1 Resistência ao Impacto (J/mm de espessura) Área de Vazios (mm2) Linear (Resistência ao Impacto (J/mm de espessura))

Gráfico 4.42 – Resistência ao impacto em função da área de vazios da seção de fratura, reciclado com ataque químico

Houve uma leve inclinação da linha de tendência da resistência ao impacto com o aumento da área de vazios, apresentada pelo R². No entanto, o gráfico do material reciclado com ataque foi a mais acentuada.

Como a técnica utilizada foi a mesma, capturar uma imagem instantânea no momento do estresse do material para o impacto IZOD foi mais dificil pela velocidade de ruptura do mesmo, não sendo possível identificar a maior temperatura, diferente do resultado de tração. No entanto, a temperatura e umidade relativa controladas do ambiente laboratorial (22,6 °C e 40%) e o resultado da imagem, figura 4.8, na eminência após a ruptura ratificar o mesmo fenômeno da disipação de calor pela cisão do das ponte de ligação formadas pelo PE, onde apresenta uma elevação da temperatura em 6,6 °C em relação a temperatura do corpo de prova.

para o ensaio de impacto IZOD

Art min 21.3 max 27.9

-24

Figura 4.8 – Imagem captada no instante da ruptura do corpo de prova

### 4.8 Síntese dos resultados

A tabela 4.17 apresenta a síntese dos resultados obtidos dos materiais estudados, para fins comparativos.

Tabela 4.17 – Síntese dos resultados obtidos dos materiais estudados

Propriedades	PE virgem <sup>1</sup>	PE virgem²	PE reciclado1	PE reciclado <sup>2</sup>
Índice de fluidez (g/10min)	3,666	-	4,028	-
Teor de cargas (%)	0,62	-	0,78	-
Teor de cinzas (%)	0,59	-	0,73	-
Densidade (g/cm³)	0,8045	-	0,8005	-
Cristalindade (%)	42	-	67	
Umidade (%)	0,02948		0,3298	
Temperatura de cristalização (°C)	101,81	-	107,18	
Calor de cristalização (J/g)	118,2		189,9	
Temperatura de cristalização (°C)	-38,31		-39,79	
Temperatura de fusão (°C)	131,93		128,19	
Calor de fusão (J/g)	123		196,2	
Tensão máxima de resistência (MPa)	$20,05 \pm 0,35$	$20,42 \pm 0,34$	$17,03 \pm 0,25$	$17,46 \pm 0,31$
Tensão de Ruptura (MPa)	$10,32 \pm 0,33$	$10,28 \pm 0,23$	$7,67 \pm 0,49$	$8,89 \pm 0,28$
Modulo de Elasticidade (MPa)	$1.045,55 \pm 117,14$	$1.076,56 \pm 33,60$	811,21 ± 32,14	789,33 ± 93,99
Alongamento no Escoamento (%)	$124,10 \pm 0,56$	$124,05 \pm 1,13$	$126,78 \pm 0,77$	125,45 ± 1,79
Deformação Específica até Ruptura (%)	236,30 ± 10,41	255,18 ± 21,10	175,86 ± 17,17	$190,72 \pm 37,32$
Deformação até a Ruptura (mm)	$183,15 \pm 5,21$	192,59 ± 10,55	152,93 ± 8,59	$160,36 \pm 18,66$
Resistência ao impacto (J/m de espessura)	75,10 ± 8,26	72,95 ± 6,50	56,14 ± 4,80	54,04 ± 3,10

Fonte: Próprio autor

Legenda: PE virgem¹: Polietileno virgem antes do ataque químico; PE virgem²: Polietileno virgem depois do ataque químico; PE reciclado¹: Polietileno reciclado antes do ataque químico; PE reciclado²: Polietileno reciclado depois do ataque químico.

### 4.9 Identificação dos materiais

Tabela 4.18 – Comparativo dos materiais estudados com a literatura encontrada

	Polietilenos					
Propriedades	Baixa densidade	Média densidade	Alta densidade	Virgem <sup>1</sup>	Reciclado <sup>2</sup>	
Cristalinidade <sup>b</sup> (%)	35 a 50	50 a 60	60 a 80	42	67	
Umidade <sup>d</sup> (%)	< 0,01	< 0,01	< 0,01	0	0,01	
Temperatura de transição vitrea <sup>c</sup> (°C)	-100 a -10	N/I	<-100	-38,31	-39,79	
Temperatura de fusão <sup>d</sup> (°C)	110	120 a 130	> 130	131,93	128,19	
Calor de fusão c (J/g)	140	N/I	293	123	196,2	
Resistência ao impacto <sup>a</sup> (J/m de espessura)	Não quebra	25 a 800	25 a 1000	$75,10 \pm 8,26$	56,14 ± 4,80	

Fonte: Próprio autor

Legenda: ¹ - Polietileno virgem rotomoldado, material de estudo sem ataque químico; ² - Polietileno reciclado rotomoldado, material de estudo sem ataque químico; ª - LOKENSGARD [51]; b - DANIELETO [70]; C - BRANDRUP [71]; d - COUTINHO [72]; N/I - Não encontrado.

Para o material virgem estudado, os resultados provenientes das termoanálises comparativamente com a literatura (conforme tabela 4.17), o caracterizam como baixa densidade. No entanto, a propriedade mecânica de resistência a impacto IZOD, caracteriza-o como média densidade.

Já para o material reciclado, os resultados não são tão convergente quanto o material virgem, comparativamente com a literatura encontrada.

Nos resultados do DSC, tanto a temperatura de fusão quanto a cristalinidade, o caracterizam como alta densidade. Somente a temperatura de transição vítrea apresenta divergência, o identificando como baixa densidade.

O resultado da resistência mecânica impacto IZOD e umidade, o caracterizam como média densidade.

Assim, conclui-se que os materiais em estudo, não são de alta, média ou baixa densidade, sendo uma blenda de polietileno.

## 5 CONCLUSÃO

A usinagem de materiais termoplásticos, principalmente os reciclados, devem ser planejados para não interferir nas propriedades mecânicas do material e comprometer o desempenho, incidindona vida útil das peças.

As temperaturas de usinagem chegaram a 60 °C, onde, conforme os resultado dos ensaios de TG e DSC, comprovou que a esta temperatura somente ocorre perda de água, não afertando e desempenho mecânico do material.

A TG revela que o material virgem estudado, possue maior estabilidade térmica que o reciclado, visto a temperatura para o início da perda de massa percentual ser maior, de 12 °C em atmosfera inerte (sem efeito do ar) e 49,83 °C em ar sintético.

Comparando com o processo industrial, recomenda-se o ensaio de TG em ar sintético, buscando relacionar em escala laboratorial com o processo produtivo.

De acordo com o gráfico 2.10 e figuras 4.1 e 4.2, conclui-se que na etapa de aquecimento a temperatura interna do molde não atingiu a temperatura ideal para fusão completa dos materiais no processo de rotomoldagem, apresentando bolhas no interior dos materiais.

Já na etapa do resfriamento, é imprescindível realizar simulações, a fim de evitar resfriamentos diferenciais na superfície da peça, originando os "rechupes" e cristalização diferencial (relevos) na superfície interna.

O fator tempo de aquecimento e resfriamento, rotação e as taxas de temperatura devem ser melhor estudados, para garantir a homogeneidade das propriedades mecânicas do material. As falhas no processo de frabricação são responsáveis pelo alto desvio padrão apresentado nas propriedades mecânicas.

Os materiais, virgem e reciclado apresentaram comportamento ductil e comportamento de estiramento a frio, estricção. Sendo que o material virgem apresenta uma ductilidade superior ao material reciclado. Atribui-se isto pelo tamanho das cadeias do PE virgem serem mariores que a do material reciclado. Quando submetido ao esforço de tração, há uma reorganização das cadeias em sentido único, promovendo assim uma maior elasticidade, deformação específica e resistência a ruptura.

Apesar de o PE reciclado apresentar um resíduo 2,25 vezes maior que o virgem, os

percentuais de resíduos em ambos materiais não são tão significativos, pois podem corresponder a pigmentação inorgânica ou a um aditivo lubrificante, que corresponde até 3% da massa. [74]

O PE é um material parcialmente resistente ao ácido sulfúrico. [70] A média do peso dos corpos de prova virgem (reciclado) para o ensaio de tração, após a exposição em ácido sulfúrico (pH 1,1), aumentaram em 1,17 mg (3,23 mg) do peso inicial. Comparativamente o PE reciclado possui uma absorção maior, cerca de três vezes mais.

Não foram realizadas termoanálises dos corpos de prova depois do ataque químico, pela medida cautelar com os equipamentos laboratoriais, como apresentado no trabalho, sendo proposto para trabalhos futuros.

Tanto o resultado do teor de cargas, quanto os resultados de raios X revelaram a cristalinidade do material, juntamente com o DSC em ar sintético.

O PE reciclado em estudo é mais cristalino que o PE virgem, sendo mais suceptível a ruptura frágil, corroborado pelos valores de resistência ao impacto e a área abaixo da curva tensão versus deformação.

Constatou-se pelo DSC, que o material reciclado do estudo são isentos de contaminantes comumente encontrados, tais como PVC, PP e PET.

Os resultados do FRX dos resíduos do ensaios do teor de cargas mostraram que existem três elementos inorgânicos presentes, sendo o titânio (através do dióxido de titânio), o cobre (através óxido de cobre) e o cálcio (silicato de cálcio ou carbonato de cálcio). Estes elementos são adicionados indiretamente como cargas, a fim de preencher os espaços da estrutura polimérica, podendo diminuir o custo e melhorar o desempenho.

A temperatura e solicitações de esforços em materiais poliméricos, desencadeiam os efeitos da fissuração por solicitação mecânica e ambiental ou ESC (*Environmental Stress Cracking*). Nos sistemas de esgotamento sanitário, as temperaturas envolvidas podem chegar até 60 °C, e a esforços mecânicos variados, desde a ordem de grandeza (intensidade) até o carregamento (cíclico e estático).

Os mateirais em polietileno já são aplicados na indústria do saneamento, principalmente nas redes de distribuição de água tratada como ramais de ligação, conectando as redes sob via pública as residências. Já no sistema de coleta de esgoto, isto ainda não é uma realidade.

Os resultados apresentados até o momento apontam o PE virgem como um material promissor em sistema de esgotamento sanitário. Já o PE reciclado, tendo em vista sua menor estabilidade térmica, apontada pelo TG, ainda precisa de maior controle do processo de reciclagem, sendo esse controle vai da escolha da seleção dos materiais até o processo de armazenamento e acondicionamento das peças.

A irregularidade na superfície, traz efeitos de turbulência no regime hidráulico de escoamento, podendo aumentar as tensões trativas, responsáveis pelo depósito de matéria orgânica nas RCEs, aumentando o teor de sulfetos e os efeitos da abrasão no material.

Para o material estudado, PE reciclado rotomoldado, não é recomendada sua aplicação na indústria do saneamento, visto as falhas (bolhas internas e ondulações na superfície), onde compromentem a integridade estrutural da peça com os efeitos da fissuração por solicitação mecânica e ambiental (*environmental stress cracking – ESC*), sendo mais suceptível ao colapso prematuro.

Normas internas de inspeção e certificação dos materiais poliméricos aplicados na industria do saneamento, tanto recebidos pelas obras quanto na aquisição direta, devem ser criadas.

A preocupação constante deve permear todos os níveis, não só dos técnicos envolvidos na operação e manutenção, mas principalmente da alta direção das companhias de saneamento.

#### SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Validar a equação Z, indicador de tendência para o ocorrência de sulfetos, de Pomeroy (apud Takahashi, 1983), para a realidade local.
- Realizar ensaio de tratabilidade da matéria-prima e após conformação dos materiais aplicados na indústria do saneamento.
- Realizar os ensaios de permeabilidade e coneficiente de atrito.
- Estudar o comportamento mecânico do polietileno após usinagem com diferentes tipos de ferramentas, associando as temperaturas envolvidas.
- Criar mecanismos de controle e automação das variáveis envolvidas do processo de rotomoldagem.
- Realizar exposição do polietileno rotomoldado, virgem e reciclado, em um tempo maior de ataque químico, retirando as amostras para análise a cada quinze dias.
- Realizar o infravermelho dos materiais após ataque químico, para investigar possíveis alterações nos grupos funcinais do PE.
- Realizar a termoanálises dos PEs, virgem e reciclado, após ataque químico.
- Investigar o aumento de peso do PE após exposição em ácido sulfúrico, utilizando técnicas de ensaio não destritutivos com as medidas cautelares para conferir precisão.
- Realizar análise têrmico dinâmico-mecânico, DMA, antes e depois do ataque químico do polietileno.
- Encontrar a densidade seguindo a ASTM 792-08.
- Determinar ensaio para teste resistência à fissuração, oxidação induzida, dureza *shore D*, flexão e abrasão.
- Realizar estudos de liberação de energia nos ensaios mecânicos, por meio de uma filmadora termográfica de alta resolução.

# REFERÊNCIAS

- [1] PLASTICS EUROPE. Report: An Analysis of European Plastics Production, Demand and Waste for 2011. Belgium, 2013;
- [2] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DO PLASTICO ABIPLAST. **Relatório Perfil 2011**. São Paulo, 2011;
- [3] **GUIA AMBIENTAL** DA INDÚSTRIA DE TRANSFORMAÇÃO E RECICLAGEM DE MATERIAL PLASTICOS. 1. ed. CETESB e SINDIPLAST, 2011;
- [4] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10.004/2004:** Resíduos Sólidos Classificação. Rio de Janeiro, 2004;
- [5] OLIVEIRA, M. C. B. R. **Gestão de Resíduos Plásticos Pós Consumo:** Perspectiva de Reciclagem no Brasil. Dissertação COPPE UFRJ, 2012;
- [6] BRASIL, Constituição (1988). Constituição da República Federativa do Brasil: promulgada em 5 de outubro de 1988. Capítulo VI (Meio Ambiente), artigo 225;
- [7] LEI FEDERAL 11.107, "Normas gerais de contratação de consórcios públicos e dá outras providências", Brasil, 06 de abril de 2005;
- [8] LEI FEDERAL 11.445, "Estabelece diretrizes nacionais para o saneamento básico", Brasil, 05 de janeiro de 2007;
- [9] LEI FEDERAL 12.305, "Institui a política nacional de resíduos sólidos; altera a lei no 9.605, de 12 de fevereiro de 1988; e dá outras providências", Brasil, 02 de agosto de 2010;
- [10] SEROA DA MOTTA, R. Questões Regulatórias do Setor de Saneamento do Brasil. Rio de Janeiro: Notas Técnicas nº5, IPEA, 2004.
  - ; MENDONÇA, M.J.C. Saúde e Saneamento no Brasil. Rio de Janeiro, IPEA, abril de 2005 (Texto para discussão, n. 1081);
- [11] NERI, M. Trata Brasil: **Saneamento e Saúde**. Rio de Janeiro: FGV/IBRE, CPS, 2007. Disponível em:<a href="http://www3.fgv.br/ibrecps/CPS\_infra/texto.pdf">http://www3.fgv.br/ibrecps/CPS\_infra/texto.pdf</a>>
- \_\_\_\_\_\_. Trata Brasil: A Falta que o Saneamento faz. Rio de Janeiro: FGV/IBRE, CPS, 2009.126 p.;
- [12] PEREIRA, J. Almir Rodrigues. **Rede coletora de esgoto sanitário:** projeto, construção e operação. 2. ed. revisada e ampliada. Belém, 2000;
- [13] Barros, Raphael T. de V. *et all*. **Manual de Saneamento e Proteção Ambiental para os Municípios**. Belo Horizonte, MG: Escola de Engenharia da UFMG, 1995;
- [14] TSUTIYA, M. T.. Coleta e Transporte de Esgoto Sanitário. 2. ed. Departamento de Engenharia Hidráulica e Sanitária da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, 2000;

- [15] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9.649/1986:** Projeto de redes coletoras de esgoto sanitário Procedimento. Rio de Janeiro, 1986.
- [16] THOMAZ, E. C. S. Portal da Engenharia de Fortificação e Construção. Disponível em: www.ime.eb.br/~webde2/prof/ethomaz/fissuracao/exemplo126.pdf. Acesso em: 12 de outubro de 2012.
- [17] AKCELRUD, Leni. **Fundamentos da ciência dos polimeros**. 1. ed. Manole. Baruari, SP. 2007.
- [18] CANEVAROLO Jr, S V. Ciência dos Polímeros Um texto básico para tecnólogos e engenheiros. 2. ed. São Paulo: Artliber, 2002.
- [19] DOAK, K. W. *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, John-Wiley & Sons, New York, Volume 6, 1986;
- [20] J. Fried, Polymer Science and Technology, Ed. Prentice Hall PTR. New Jersey, 1995;
- [21] P. C. Hiemenz, *Polymer Chemistry- The basic concepts*. Second edition. Ed. Marcel Dekke. New York, 2007;
- [22] CALLISTER, W. Jr. Ciência e Engenharia de Materiais uma Introdução, 7º Ed. LTC Livros Técnica e Científica Editora S. A. 2002;
- [23] MARK. J. E., *Physical properties of Polymers Handbook*. Ed. *American Institute of Physics*, Woodbury, NY, 1996;
- [24] NEVES, C. J. A. **Resistência Química de PEs a Vários Reagentes Químicos**. Boletim Técnico n°13, OPP Petroquímica S.A. Agosto, 1999;
- [25] E. Hage Junior; L. A. Pessan, **Blendas poliméricas, apostila do curso de aperfeiçoamento em plásticos, módulo 8**. São Carlos, novembro 2002.
- [26] DE PAOLI, M. A. **Degradação e Estabilização de Polímeros**. 2ª Versão, Chemkeys, 2008;
- [27] J.M. Lagorón, N. M. Dixon, D. L. Gerrard, W. Reed, B. J. Kip, Cold-drawn material as model material for the environmental stress cracking (ESC) phenomenon in polyethylene. A Raman spectroscopy study of molecular stress induced by macroscopic strain in drawn polyethylenes and their relation to environmental stress cracking, Macromolecules, vol. 31, p. 5845-5852, 1998;
- [28] J.M. Lagorón, N. M. Dixon, W. Reed, J.M. Pastor, B. J. Kip, *Morphological characterisation of the crystalline structure of cold-drawn HDPE used as a model material for the environmental stress cracking (ESC) phenomenon, Polymer*, vol. 40, p.2569-2586, 1999;
- [29] A. Turnbull, A. S Maxwell, S. Pillai, Comparative assessment of slow strain rate, 4-pt bend and constant load test methods for measuring environment stress cracking of polymers, Polymer Testing, vol 19, p. 117-129, 2000;

- [30] A. Ghanbari-Siahkali, P. kingshott, D. W. Breiby, L. Arleth, C. K. Kjeellander, K. Almadal, *Investigating the role of anionic surfactant and polymer morphology on the environmental stress cracking (ESC) of high-density polyethylene, Polymer Degradation and Stability*, vol. 89, p. 442-453, 2005;
- [31] A. Lustiger, R.D. Corneliussen, *The role of crazes in the crack-growth of polyethylene, Journal of Materials Science*, vol. 22 p. 2470-2476,1987;
- [32] D. C. Wright, *Environmental Stress Cracking of Plastic*, Rapra Technology Limited, United Kingdom, 1996.
- [33] L. J. Rose, A.D. Channell, C. J. Frye, G. Capaccio, *Slow crack-growth in polyethylene a novel predictive model-based on the creep of craze fibrils, Journal Applied Polymer Science*, vol. 54, p. 2119-2124, 1994.
- [34] L. F. Al-Saidi, K. Mortensen, K. Almdal, Environmental stress cracking resistance. Behaviour of polycarbonate in different chemicals by determination of the time-dependence of stress at constant strains, Polymer Degradation and Stability, vol. 82, p. 451-461, 2003.
- [35] J. B. P. Soares, R. F. Abbott, J.D. Kim, Environmental stress cracking resistance of polyethylene: The use of CRYSTAF and SEC to establish structure-property relationships, Journal of Polymer Science: Polymer physics, Part B, vol 38, p. 1267-1275, 2000.
- [36] MURANO, M. Desenvolvimento de blendas de polietileno com desempenho aperfeiçoado para utilização no setor elétrico. Tese de doutorado. Paraná, 2007.
- [37] A. Lustiger, R. L. Markham, N. N. Epstien, *Environmental-stress crack-growth in medium-density polyethylene pipe*, *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 26, p. 1049-1056, 1981.
- [38] N. Browon, X. Lu, A fundamental theory for slow crack-growth in polyethylene, *Polymer*, vol. 36, p. 543-548, 1995.
- [39] J. B. Howard, *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*, H. MarK; Ed. Wiley: New York, p. 261, 1964.
- [40] J. Schellenberg, G. Fienhold, *Environmental stress cracking resistance of blends of high-density polyethylene with other polyethylenes, Polymer engineering and science*, vol. 38, p. 1413-1419, 1998.
- [41] J. Cazenave, R. Seguela, B, Sixou, Y. Germain, *Short-term mechanical and structural approaches for the evaluation of polyethylene stress crack resistance*, Polymer, vol. 47, p. 3904-3914, 2006.
- [42] J.J.Strebel, M. Benson, **The effect of processing variables on the environmental stress crack resistance of blow-molded polyethylene bottles**, Polymer Engineering and Science, vol. 36, p. 1266-1271, 1996.
- [43] Y.F. Men, J. Rieger, H. –F. Enderle, D. Lilge, The mobility of the amorphous phase in

- **polyethylene as a determining factor for slow crack**, The European Physical Journal , vol. 15, p 421-425, 2004.
- [44] RIBEIRO, T. F.; LIMA, S. Coleta Seletiva de Lixo Domiciliar. Caminhos de Geografia **Revista on-line do Programa de Pós Graduação em Geografia**, dez, 2000.
- [45] EIGENHEER, E. M (org.). **Coleta seletiva de lixo**. Seminário de Avaliação de Experiências Brasileiras de coleta Seletiva de Lixo, 1998, Rio de Janeiro. ANAIS. Rio de Janeiro: Universidade Federal Fluminense, 1998.
- [46] CICLOSOFT, 2010. Disponível em: <a href="http://www.cempre.org.br/coclosoft\_2010.php">http://www.cempre.org.br/coclosoft\_2010.php</a>
  Acessado em 30 de outubro de 2012.
- [47] ASTM 5033-00, Standard Guide for Development of ASTM Standards Relating to Recycling and Use of Recycled Plastics (Withdrawn 2007)).
- [48] MARQUES, J. L. R.; OLIVEIRA, J.H.R. **Príncipios da Tecnologia da Moldagem Rotacional de Plásticos**. Biblioteca da Associação Brasileira de Engenharia de Produção. Santa Maria-RS.
- [49] UEKI, M. M.; PISANU, L. Fundamentos do Processo de Rotomoldagem. Publicado na **Revista Ferramental,** ano III, número 13, julho/agosto de 2007;
- [50] Disponível na Internet, na URL: http://www.brasita.com.br/blog/0-32/Design+++Tecnologia:+Rotomoldagem, capturado em 15/11/2011 às 22:00.
- [51] LOKENSGAR, Erik. **Plásticos Industriais**. 5. ed. São Paulo: Cengage Learning, 2013.
- [52] DORMER Fresas para usinagem: catálogo. São Paulo, 2001. e14 p.
- [53] DORMER Fresas para usinagem: catálogo. São Paulo, 2001. 107p.
- [54] Disponível na Internet, na URL: http://www.plastecno.com.br/usinagem-de-plasticos.php, capturado em 15/07/2013 às 18:30.
- [55] Fortunato, C.M.; Gomes, C. S.; Andreoli et al. Monitoramento de Reatores Anae-róbios tipo Ralf. In: \_\_\_\_\_.Agres-sividade de Sulfetos ao Concreto dos Ralf's. Curitiba, Isam/PUCPR, 1998. Relatório técnico, n. 5.
- [56] ASTM D 638, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics;
- [57] ASTM D256, Standard Test Method for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics;
- [58] ASTM D1238-10, Standard Test Method for Melt Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion Plastometer;
- [59] ASTM D5630-06, Standard Test Method for Ignition Loss of Cured Reinforced Resins;
- [60] ASTM D2584-11, Standard Test Method for Ash Content in Plastics;
- [61] ASTM D618-13, Standard Practice for Conditioning Plastics for Testing.

- [62] CANEVAROLO Jr, S V. **Técnicas de Caracterização de Polimeros**. 1.ed. São Paulo: Artliber Editora, 2003.
- [63] ASTM D3418-99, Standard Test Method for Transition Temperatures of Polymers By Differential Scanning Calorimetry.
- [64] ASTM D792-08, ASTM D792-08 Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement;
- [65] ASTM D6247-10, Standard Test Method for Determination of Elemental Content of Polyolefins by Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry;
- [66] Disponível na Internet, na URL: http://www.optotherm.com/emiss-table.htm, capturado em 15/07/2013 às 18:30.
- [67] RULAND, W. X-ray determination of crystallity and diffuse disorder scattering. Acta Crystallographycal, v. 14, 11: p. 1180, 1961.
- [68] Disponível na Internet, na URL: http://www.xennia.com/Xennia/uploads/XenInx%20Lazurite.pdf, capturado em 05/01/2014 às 03:30.
- [69] SILVA, J. F. R. Cruzetas para redes de distribuição de energia elétrica à base de polipropileno. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003.
- [70] DANIELETO, José Roberto B. **Manual de Tubulações de Polietileno e Polipropileno:** Caracerísticas, dimensionamento e instalação. São Paulo: Ed. Linha Aberta, 2007.
- [71] BRANDRUP, J. Immergut, EH. *Polymer Handbook*, *Third edition*, Jonh Wiley & Sons, London, New York. 1989.
- [72] COUTINHO, F. M. B.; MELLO, I. L.; DE SANTA MARIA, L. C. Polietileno: Principais tipos, Propriedades e Aplicações. Artigo de Divulgação na **revista Polímeros: Ciência e Tecnologia,** vol. 13, nº 1, p. 1-13, 2003.
- [73] NUVOLARI, A *et all.* **Esgoto Sanitário**: Coleta, Transporte, Tratamento e Reuso. São Paulo: Edgard Blücher, 2003.
- [74] CANDIAN, L. M., DIAS, A. A. Estudo do polietileno de alta densidade reciclado para uso em elementos estruturais. **Cadernos de Engenharia de Estruturas**, São Carlos, v.11, n.51, p.1-16. São Paulo, 2009.

## Anexo A – Resultados dos ensaios de fluorescencia de raios X

Tabela A.1 – Resultados dos ensaios de fluorescência de raios X nas etapas de investigação e caracterização dos materiais, percentual por peso da amostra

		Percentual dos elementos presentes															
	Numero de	Titânio	Cobre	Cálcio	Zinco	Ferro	Cloro	Potássio	Silício	Alumínio	Enxofre	Fosforo	Vanádio	Chumbo	Bromo	Prata	Molibdênio
Fases da investigação	elementos	Ti	Cu	Ca	Zn	Fe	Cl	K	Si	Al	S	Р	٧	Pb	Br	Ag	Mo
Fluorescência da Matéria Prima PE Virgem	9	44,79%	9,55%	18,06%	2,54%	9,44%	0,74%	-	7,13%	4,27%	3,48%	-	-	-	-	-	-
Fluorescência da Matéria Prima PE Reciclado	7	62,66%	11,87%	10,33%	4,36%	6,79%	2,25%	1,75%	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Fluorescência PE Virgem antes ataque	7	31,96%	4,30%	25,70%	-	11,52%	-	-	13,70%	8,80%	4,03%	-	-	-	-	-	-
Fluorescência PE Reciclado antes ataque		61,49%	12,99%	11,13%	4,58%	5,56%	1,91%	2,34%	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Fluorescência PE Virgem depois do ataque	8	51,53%	5,72%	29,37%	3,25%	-	0,91%	2,75%	-	-	3,90%	2,57%	-	-	-	-	-
Fluorescência PE Reciclado depois do ataque	8	55,80%	10,81%	10,21%	3,19%	7,60%	2,51%	-	6,40%	3,48%	-	-	-	-	-	-	-
Fluorescência do teor de Carga PE Virgem	14	56,63%	12,67%	10,06%	4,21%	3,84%	1,45%	0,41%	4,33%	2,08%	0,96%	0,44%	2,48%	0,40%	0,06%	-	-
Fluorescência do teor de Carga PE Reciclado	13	40,29%	9,26%	21,16%	3,82%	1,16%	0,28%	0,93%	9,74%	6,88%	5,79%	0,50%	-	-	-	0,15%	0,04%

Fonte: Próprio autor

Obs.: Os resultados são expressos percentual de massa da amostra ensaiada.

## Anexo B – Medidas dimensionais dos corpos de prova para ensaios mecânicos

Tabela B.1 – Síntese das informações dos corpos de prova de tração ensaiados

			3		_	3		
		Virg	em	Recic	lado			
Ensaio	Resultados	Sem Ataque	Com Ataque	Sem Ataque	Com Ataque	Total Parcial	Total	
etro	Testes	81	13	34	0	12		
Com extensômetro	Não válidos	12	6	11	3	32	68	
exte	Válidos	5	7	7	5	24		
etro	Testes	$2^2$	0	0	0	2		
Sem extensômetro	Não válidos	1	5	8	2	16	34	
exte	Válidos	5	4	4	3	16		
	Total parcial 1:	33	23	33	13			
Total parcial 2:		56	ó	46	j			
	Total:							

Fonte: Próprio autor.

Legenda: 1: velocidade testadas, sendo: seis com 450 mm/min, um com 80 mm/min e um com 55,88 mm/min;

Obs.: A velocidade adotada para os ensaios válidos e não válidos, com e sem extensômetro, foi 70 de mm/min.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>: velocidades testadas, duas com 450 mm/min;

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>: velocidade testada de 55 mm/min;

<sup>4:</sup> velocidade testadas, sendo: uma de 65 mm/min, uma de 70 mm/min e uma de 80 mm/min.

	Tabela B.2 - PE* virgem para ensaio de tração											
No	Tino	ID			essura (r					rgura (m	m)	
IN.	Tipo	ID	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
1		V_2-1	4,45	4,39	4,37	4,41	4,53	12,92	12,93	12,92	12,92	12,9
2		V_2-2	4,38	4,35	4,32	4,41	4,44	12,92	12,9	12,89	12,9	12,91
3		V_2-5	4,01	3,98	3,94	3,75	3,69	12,63	12,65	12,71	12,66	12,52
4		V_4-1	4,79	4,80	4,80	4,73	4,64	12,96	12,91	12,93	12,96	12,95
5		V_4-5	4,03	4,03	4,15	4,18	4,20	12,98	12,98	12,97	12,98	12,98
6		V_4-6	3,90	3,92	3,93	4,07	4,10	12,92	12,91	12,93	12,93	12,95
_ 7		V_5-4m	3,75	3,67	3,58	3,56	3,59	12,81	12,89	12,83	12,89	12,86
8		V_5-7t	4,23	4,26	4,30	4,35	4,34	12,9	12,93	12,93	12,92	12,9
9		V_10-1	3,76	3,62	3,61	3,73	3,61	12,97	12,95	12,99	12,98	13,01
10		V_10-2	4,07	3,86	3,84	3,75	3,76	12,98	12,97	12,98	12,99	13,02
11		V_10-3	4,29	4,43	4,42	4,40	4,40	13,02	12,99	13,02	13,01	13,02
12		V_10-4	3,45	3,53	3,51	3,60	3,53	13	12,99	12,98	12,97	13,01
13 14		V_10-5 V_11-1	3,72	3,81	3,72	3,59	3,72 3,89	13,03	13 12,94	13,02 12,92	13,05 12,94	13,04
15		V_11-1 V_11-3	4,12 3,84	4,05 3,91	3,99 4,06	3,95 4,38	4,46	12,95 12,94	12,94	12,92	12,94	12,92 12,94
16	0	V_11-5 V_11-5	4,59	4,63	4,60	4,61	4,64	12,94	12,91	12,94	12,93	12,94
17	nic	VF_1	3,82	3,83	3,78	3,86	3,78	12,92	12,92	12,91	12,93	12,92
18	Jufi	VF_2	3,98	3,94	3,93	3,88	3,86	12,98	12,97	12,95	12,88	12,85
19	Sem ataque químico	VF_3	3,72	3,79	3,80	3,76	3,71	12,98	12,97	12,96	12,97	12,99
20	tad	VF 4	3,75	3,75	3,68	3,68	3,70	12,94	12,94	12,94	12,91	12,95
21	n a	VF_5	3,64	3,71	3,78	3,87	3,78	12,96	12,9	12,97	12,98	12,95
22	Ser	VF_6	3,53	3,53	3,55	3,41	3,49	12,97	12,98	12,96	13,01	12,97
23		VF_7	4,02	4,08	4,06	4,03	4,11	12,98	12,97	12,96	12,95	12,97
24		VF_8	3,99	3,95	3,95	4,07	3,94	13,02	12,97	12,99	12,89	12,88
25		VF_9	3,83	3,86	3,82	3,76	3,81	12,97	12,96	12,95	12,97	12,93
26		VF_10	3,61	3,68	3,77	3,62	3,57	12,89	12,91	12,93	12,91	12,99
27		VF_11	3,58	3,55	3,55	3,48	3,48	12,97	12,88	12,93	12,93	12,91
28		VF_12	4,55	4,53	4,46	4,39	4,41	13,01	12,99	12,98	12,99	12,96
29		VF_13	4,07	3,99	3,99	4,05	4,03	12,97	12,96	12,95	12,91	12,92
30		VF_14	3,59	3,50	3,58	3,63	3,38	12,98	12,99	12,96	12,99	12,97
31		VF_15	3,90	4,01	4,12	3,97	3,93	12,89	12,91	12,93	12,95	12,98
32		VF 16	3,73	3,81	3,77	3,75	3,86	12,91	12,88	12,87	12,91	12,9
33		VF 17	4,40	4,40	4,51	4,47	4,38	12,02	12,99	12,95	13,01	12,96
34		VF_18	3,57	3,59	3,54	3,62	3,62	13,02	12,99	13,01	13	12,99
35		VF_19	4,27	4,27	4,36	4,28	4,24	12,9	12,91	12,96	12,96	12,98
36		VF_20	3,87	3,83	3,76	3,79	3,76	12,55	12,59	12,88	12,91	12,83
37			3,83	3,73	3,68	3,60	3,48	12,82	12,94	13	13,02	13,01
38		 V_II	3,49	3,47	3,48	3,54	3,63	12,93	12,99	13,02	12,94	12,92
39		V_III	3,40	3,45	3,50	3,59	3,76	12,95	12,98	13,06	13,01	12,99
40	0	V_IV	3,08	3,13	3,32	3,37	3,49	12,95	13,01	13,04	13,09	12,92
41	nic	V_V	4,37	4,43	4,47	4,51	4,57	13,03	13,05	13,06	12,92	12,9
42	Juír	V_VI	4,54	4,49	4,38	4,34	4,28	12,97	12,99	12,94	12,98	13,03
43	ne c	V_VII	4,31	4,29	4,35	4,42	4,44	13,01	12,97	12,95	12,96	12,97
44	Com ataque químico	V_VIII	4,39	4,28	4,31	4,25	4,24	13,03	12,97	12,94	13,01	13,01
45	n a	V_IX	4,36	4,37	4,38	4,30	4,33	12,98	13,08	13,01	12,95	12,93
46	Cor	V_X	4,34	4,36	4,29	4,29	4,28	12,94	12,94	12,92	13,05	13
47		V_XI	3,73	3,77	3,90	3,87	3,95	12,95	12,84	12,85	13,01	13,02
48		V_XII	3,95	3,84	3,83	3,82	3,77	13,13	13,09	12,91	12,91	12,97
<u>49</u> 50		V_XIII V_XIV	4,53 4,38	4,54 4,36	4,65 4,39	4,71 4,32	4,75 4,35	13,02 12,92	13,02 12,96	13,03 12,97	12,95 13,02	12,89 12,91
30		V_A1V	4,38	4,30	4,39	4,32	4,33	12,92	12,90	12,97	13,02	

Continuação

Tabela B.2 - PE\* virgem para ensaio de tração (conclusão)

<b>&gt;</b> TO	) IO   III   ID			Esp	essura (r			Largura (mm)				
Nº	o Tipo	ID	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
51		V_XV	4,30	4,17	4,18	4,21	4,24	13	12,98	12,92	12,91	12,9
52		V_XVI	3,76	3,83	3,86	3,90	4,00	12,97	12,98	12,93	12,99	12,91
53	9	V_XVII	3,76	3,80	3,96	3,95	3,95	12,9	12,9	12,97	12,95	12,96
54	químico	V_XVIII	3,75	3,77	3,79	3,85	3,96	12,91	12,94	12,75	12,89	12,93
55	nb	V_XIX	3,77	3,74	3,67	3,48	3,38	12,89	12,86	12,81	12,88	12,85
56	ane	V_XX	4,80	4,74	4,68	4,62	4,55	12,85	12,93	12,91	12,87	12,87
57	ataque	V_XXI	4,46	4,50	4,49	4,63	4,65	12,92	12,9	12,94	12,87	12,88
58	Com	V_XXII	4,04	4,06	4,16	4,20	4,31	12,83	12,91	12,86	12,87	12,89
59	ŭ	V_XXIII	4,03	4,09	4,02	3,98	3,99	12,96	12,98	12,95	13,01	13,02
60		V_XXIV	4,87	4,85	4,88	4,76	4,79	12,96	12,91	13	12,96	12,98
61		V_XXV	4,32	4,34	4,35	4,46	4,43	12,94	12,94	13	12,96	12,9

Legenda: PE\*: Polietileno; ID\*\*: Identificação dos corpos de prova, conforme placas extraídas da caixa de TRANSBINS (aonde V são das laterais e VF é do fundo da caixa).

Obs.: A medições de espessura foram feitas com um micrômetro com precisão de 3 casas decimais, já as medições de largura foram feitas com um paquímetro com precisão de 2 casas decimais.

Tabela B.3 –PE\* reciclado para ensaio de tração

	Espessura (mm)  Largura (mm)  Largura (mm)											
Nº	Tipo	ID				1	l _			rgura (m		
	-L, ~		1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
1		R3_1	4,22	4,18	4,16	4,21	4,41	12,94	12,94	12,98	12,96	12,98
2		R3_2	3,96	3,98	4,12	4,30	4,18	12,98	12,97	12,96	12,99	12,98
3		R3_3	4,04	3,90	3,97	3,77	3,73	12,98	12,97	12,96	12,95	12,94
4		R3_4	3,94	3,95	4,10	4,25	4,08	12,95	12,97	12,98	12,96	12,98
5		R3_5	3,85	3,91	3,77	3,71	3,59	12,96	12,94	12,97	12,98	12,99
6		R3_6	3,58	3,58	3,73	3,70	3,76	12,94	12,96	12,94	12,98	12,99
_ 7		R4_1	4,37	4,32	4,20	4,14	4,13	12,84	12,85	12,88	12,89	12,89
8		R4_4	4,87	7,83	4,79	4,86	4,69	12,85	12,84	12,86	12,88	12,89
9		R4_8	5,08	4,97	4,94	4,99	5,00	12,85	12,83	12,86	12,83	12,85
10		R6_1	4,28	4,28	4,35	4,36	4,36	12,87	12,87	12,86	12,87	12,88
11		R6_4	4,03	4,09	3,97	3,81	3,77	12,89	12,87	12,85	12,89	12,85
12		R6_7	4,18	4,07	4,13	3,88	3,80	12,84	12,85	12,88	12,85	12,89
13		R11_6	3,49	3,62	3,73	3,80	3,92	12,87	12,87	12,86	12,87	12,88
14		R11_7	3,74	3,72	3,80	3,80	3,96	12,85	12,81	12,85	12,88	12,89
15		R13_1	4,63	4,61	4,63	4,78	4,75	12,86	12,9	12,89	12,85	12,87
16	ico	R13_3	4,03	4,09	3,94	3,98	4,02	12,84	12,84	12,88	12,87	12,89
17	uím	R13_5	4,19	4,08	4,02	4,17	4,05	12,85	12,89	12,88	12,84	12,84
18	Sem ataque químico	RF 1	3,78	3,83	3,83	3,95	3,99	12,94	12,88	12,95	12,95	12,89
19	aqu	RF 2	4,21	4,16	4,11	4,07	3,88	12,95	12,88	12,88	12,9	12,91
20	n at	RF 3	4,62	4,50	4,41	4,41	4,53	12,86	12,89	12,9	12,91	12,93
21	Ser	RF 4	4,07	4,05	4,14	4,16	4,20	12,93	12,89	12,87	12,85	12,88
22		RF 5	3,81	3,93	4,05	3,97	4,04	12,88	12,91	12,88	12,85	12,87
23		RF 6	4,26	4,40	4,36	4,39	4,37	12,95	12,94	12,99	12,95	12,95
24		RF 7	3,80	3,93	4,03	4,07	4,02	12,93	12,93	12,95	12,94	12,93
25		RF 8	4,09	4,19	4,11	4,00	4,03	12,92	12,93	12,93	12,93	12,95
26		RF 9	4,20	4,05	4,18	4,14	3,97	12,97	12,92	12,95	12,94	12,93
27		RF 10	4,28	4,28	4,31	4,35	4,46	12,97	12,98	13,06	12,98	12,99
28		RF 11	4,12	3,99	4,04	3,96	3,99	12,86	12,91	12,93	12,94	12,95
29		RF 12	4,44	4,32	4,33	4,28	4,30	12,87	12,88	12,85	12,87	12,92
30		RF 13	4,02	4,07	4,01	4,04	3,92	12,99	12,97	12,92	13,01	12,96
31		RF 14	4,29	4,19	4,19	4,28	4,20	12,91	12,92	12,94	12,95	12,94
32		RF 15	4,00	4,35	4,34	4,28	4,32	12,95	12,93	12,95	12,94	12,94
33 34		RF 16 RF 17	4,20	4,26 3,96	4,29 3,83	4,37	4,37 3,88	12,88	12,89	12,91	12,95	12,97 12,88
35		RF 17	4,15 4,09	4,17	3,83	3,93	3,78	12,95 12,78	12,96 12,85	12,97 12,79	12,91 12,77	12,88
36		RF 19	3,88	4,08	4,02	3,99	4,06	12,76	12,97	13,01	12,77	13,01
37		RF 20	3,93	4,01	4,12	3,99	4,00	12,88	12,91	12,91	12,93	12,88
38		R4_2 (I)	4,44	4,34	4,36	4,50	4,29	13,08	13,08	13,11	13,1	13,07
39	ico	R4_3 (II)	4,54	4,56	4,50	4,52	4,46	12,94	12,95	12,92	12,93	12,98
40	uím	R4_5 (III)	4,96	4,86	4,88	4,80	4,78	12,94	12,92	12,95	12,97	12,92
41	ie di	R4_6 (IV)	4,77	4,75	4,83	4,94	4,88	13	13,07	13,03	13	13,08
42	Com ataque químico	R4_7 (V)	4,91	4,94	4,84	4,84	4,68	12,92	12,92	12,97	12,94	12,97
43	n at	R6_2 (VI)	4,30	4,34	4,47	4,40	4,40	13,13	12,96	12,9	12,85	12,82
44	Con	R6_3 (VII)	4,38	4,46	4,45	4,55	4,44	13,01	13,02	13,03	12,97	12,94
45		R6_5 (VIII)	3,75	3,85	3,91	3,94	3,97	12,94	12,88	12,92	12,87	12,88
	ı	_ ` '	, -	, -	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	<u> </u>				ı <u>'</u>		tinuação

Continuação

Tabela B.3 -PE\* reciclado para ensaio de tração (conclusão)

Nº	Tino	ID		Espes	ssura (mi	n)		Largura (mm)				
	Tipo	ID	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
46		R6_6 (IX)	4,03	4,03	3,82	3,88	3,70	12,92	12,85	12,98	12,98	12,91
47	químico	R11_3 (X)	4,47	4,58	4,58	4,55	4,74	12,99	12,96	13,08	12,89	12,97
48	luím	R11_4 (XI)	4,60	4,53	4,76	4,72	4,72	12,87	12,93	12,94	12,96	12,99
49	atue q	R11_5 (XII)	4,62	4,73	4,71	7,82	4,81	12,88	12,87	13	12,95	13
500		R11_8 (XIII)	3,46	3,62	3,68	3,79	3,87	13,06	13,11	13,27	13,06	12,95
51	Com	R11_1 (XIV)	3,61	3,70	3,86	3,87	3,88	12,89	12,85	12,9	12,99	12,9

Legenda: PE\*: Polietileno; ID\*\*: Identificação dos corpos de prova, conforme placas extraídas da caixa de TRANSBINS (aonde V são as laterais e VF é o fundo da caixa).

Obs.: A medições de espessura foram feitas com um micrômetro com precisão de 3 casas decimais, já as medições de largura foram feitas com um paquímetro com precisão de 2 casas decimais.

Tabela B.4 -PE\* Virgem para ensaio de impacto IZOD

ID**	Tipo	Comprimento (mm)	Espessura (mm)		
V1		62,84	4,026		
V1_1		64,6	4,432		
V1_5		64,5	4,426		
V3_2		64	4,984		
V3_12	nico	64,2	3,777		
V3_18	Sem ataque químico	63,7	4,687		
V4	dne	62,89	4,256		
V5	ı ata	62,56	3,114		
V7	Sen	61,77	4,076		
V8		63,49	3,809		
V9_2		60,97	4,032		
V9_5		63,91	3,645		
V11		61,6	4,155		
V2 (I)		62,66	3,814		
V3 (II)		64,1	3,921		
V6(III)		62,85	3,027		
V9 (IV)	micc	63,97	3,327		
V10 (V)	quíi	64,01	4,19		
V1_2 (VI)	dne	64,98	3,889		
V1_3 (VII)	Com ataque químico	62,92	4,427		
V1_4 (VIII)		61,99	4,137		
V9_1 (IX)		62,41	3,734		
V9_3 (X)		63,45	3,708		
V9_4 (XI)		63,14	3,797		

Legenda: ID\*\*: Identificação dos corpos de prova, conforme placas extraídas da caixa de TRANSBINS.

Obs.: A medições de espessura foram feitas com um micrômetro com precisão de 3 casas decimais, já as medições de comprimento foram feitas com um paquímetro com precisão de 2 casas decimais.

Tabela B.5 -PE\* Reciclado para ensaios de impacto IZOD

ID**	Tipo	Comprimento (mm)	Espessura (mm)
R2		63,12	4,253
R3		63,56	3,855
R8		62,72	4,377
R8_7		63,37	3,958
R9	micc	63,09	3,87
R9_1	Sem ataque químico	63,36	3,719
R9_6	dne	63,09	4,613
R9_7	ata	62,89	4,58
R9_8	Sem	64,2	4,9
R9_9		62,1	4,55
R9_13		63,8	4,687
R10		63,14	3,838
R10_1		62,93	4,739
R1 (I)		63,74	4,261
R6 (II)		62,66	4,358
R4 (III)	0	63,5	4,309
R5 (IV)	mice	64,09	3,684
R7 (V)	quíi	62,88	4,296
R9_1 (VI)	dne	63,92	4,343
R9_2 (VII)	ı ata	63,17	4,929
R9_3 (VIII)	Com ataque químico	64,22	4,891
R9_4 (IX)		64,59	4,998
R9_5 (X)		64,03	4,461
R10_2 (XI)		63,27	4,428

Legenda:  ${\rm ID}^{**}$ : Identificação dos corpos de prova, conforme placas extraídas da caixa de TRANSBINS.

Obs.: A medições de espessura foram feitas com um micrômetro com precisão de 3 casas decimais, já as medições de comprimento foram feitas com um paquímetro com precisão de 2 casas decimais.

## Anexo C – Fotos dos corpos de prova para ensaio de tração, válidos.

**Anexo C.1** – PE Virgem.

**Figura C.1.1** – Foto do C.P. Virgem V10-3, sem ataque químico.



**Figura C.1.2** – Foto do C.P. Virgem V10-4, sem ataque químico.



Figura C.1.3 – Foto do C.P. Virgem VF-2, sem ataque químico.



**Figura C.1.4** – Foto do C.P. Virgem VF-11, sem ataque químico.



**Figura C.1.5** – Foto do C.P. Virgem VF-12, sem ataque químico.



**Figura C.1.6** – Foto do C.P. Virgem VF-13, sem ataque químico.



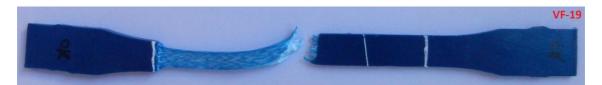
**Figura C.1.7** – Foto do C.P. Virgem VF-14, sem ataque químico.



**Figura C.1.8** – Foto do C.P. Virgem VF-18, sem ataque químico.



Figura C.1.9 – Foto do C.P. Virgem VF-19, sem ataque químico.



**Figura C.1.10** – Foto do C.P. Virgem VF-20, sem ataque químico.



Figura C.1.11 – Foto do C.P. Virgem V2-4 (X), com ataque químico.



Figura C.1.12 – Foto do C.P. Virgem V2-6 (XI), com ataque químico.



Figura C.1.13 – Foto do C.P. Virgem V3-7 (XII), com ataque químico.



Figura C.1.14 – Foto do C.P. Virgem V4-3 (XIV), com ataque químico.



**Figura C.1.15** – Foto do C.P. Virgem V4-4 (XV), com ataque químico.



Figura C.1.16 – Foto do C.P. Virgem V7-1 (I), com ataque químico.

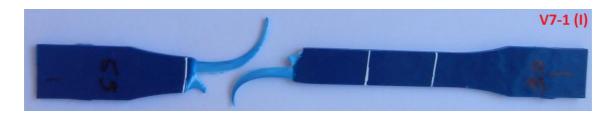


Figura C.1.17 – Foto do C.P. Virgem V7-2 (II), com ataque químico.



Figura C.1.18 – Foto do C.P. Virgem V7-3 (III), com ataque químico.



Figura C.1.19 – Foto do C.P. Virgem V7-5 (V), com ataque químico.



Figura C.1.20 – Foto do C.P. Virgem V11-2 (XXIII), com ataque químico.



Figura C.1.21 – Foto do C.P. Virgem V11-4 (XXIV), com ataque químico.



Figura C.1.22 – Foto do C.P. Virgem V11-6 (XXV), com ataque químico.



#### **Anexo C.2** – PE reciclado.

**Figura C.2.1** – Foto do C.P. Reciclado R3-2, sem ataque químico.



Figura C.2.2 – Foto do C.P. Reciclado R3-5, sem ataque químico.



**Figura C.2.3** – Foto do C.P. Reciclado R3-6, sem ataque químico.



Figura C.2.4 – Foto do C.P. Reciclado RF-1, sem ataque químico.



Figura C.2.5 – Foto do C.P. Reciclado RF-2, sem ataque químico.



**Figura C.2.6** – Foto do C.P. Reciclado RF-4, sem ataque químico.



Figura C.2.7 – Foto do C.P. Reciclado RF-6, sem ataque químico.



**Figura C.2.8** – Foto do C.P. Reciclado RF-1, sem ataque químico.



Figura C.2.9 – Foto do C.P. Reciclado RF-8, sem ataque químico.



Figura C.2.10 – Foto do C.P. Reciclado RF-9, sem ataque químico.



Figura C.2.11 – Foto do C.P. Reciclado RF-10, sem ataque químico.



Figura C.2.12 – Foto do C.P. Reciclado RF-12, sem ataque químico.



Figura C.2.13 – Foto do C.P. Reciclado RF-16, sem ataque químico.



**Figura C.2.14** – Foto do C.P. Reciclado R4-2 (I), com ataque químico.



Figura C.2.15 – Foto do C.P. Reciclado R4-3 (II), com ataque químico.



Figura C.2.16 – Foto do C.P. Reciclado R4-6 (IV), com ataque químico.



Figura C.2.17 – Foto do C.P. Reciclado R6-2 (VI), com ataque químico.



Figura C.2.18 – Foto do C.P. Reciclado R6-6 (IX), com ataque químico.



Figura C.2.19 – Foto do C.P. Reciclado R11-1 (X), com ataque químico.



**Figura C.2.20** – Foto do C.P. Reciclado R11-3 (XI), com ataque químico.

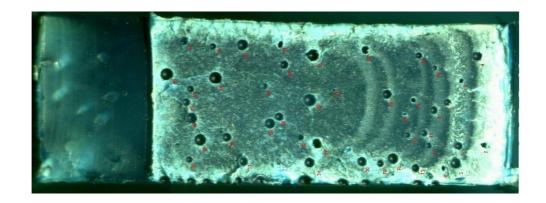


Figura C.2.21 – Foto do C.P. Reciclado R11-8 (XIV), com ataque químico.

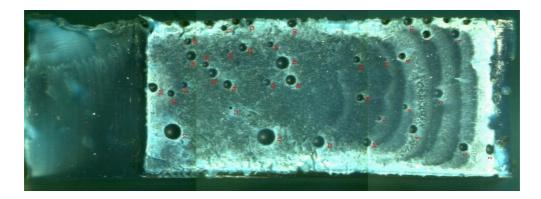


# Anexo D – Fotos da seção de fratura dos corpos de prova de ensaio de impacto, válidos. Anexo D.1 – PE Virgem

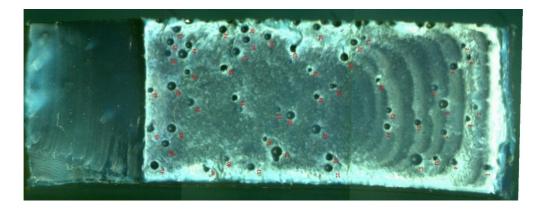
Figura D.1.1 – Foto do C.P. Virgem V1, sem ataque químico.



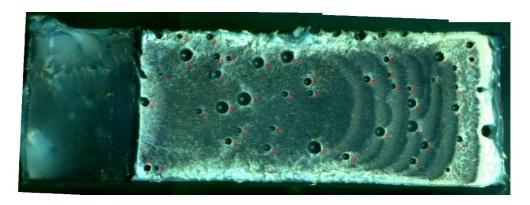
**Figura D.1.2** – Foto do C.P. Virgem V1\_1, sem ataque químico.



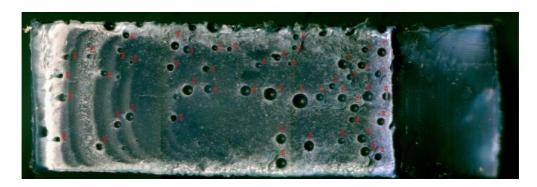
**Figura D.1.3** – Foto do C.P. Virgem V1\_5, sem ataque químico.



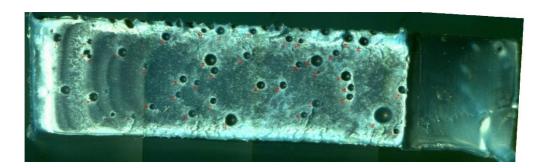
**Figura D.1.4** – Foto do C.P. Virgem V1\_11, sem ataque químico.



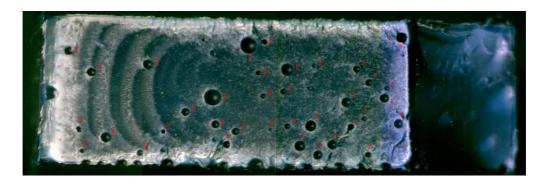
**Figura D.1.5** – Foto do C.P. Virgem V4, sem ataque químico.



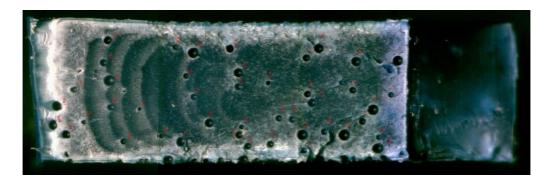
**Figura D.1.6** – Foto do C.P. Virgem V5, sem ataque químico.



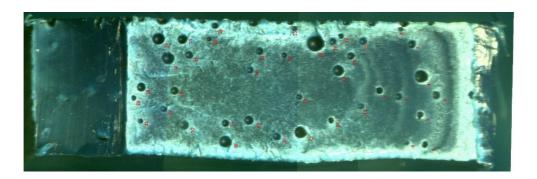
**Figura D.1.7** – Foto do C.P. Virgem V7, sem ataque químico.



**Figura D.1.8** – Foto do C.P. Virgem V8, sem ataque químico.



**Figura D.1.9** – Foto do C.P. Virgem V9\_2, sem ataque químico.



**Figura D.1.10** – Foto do C.P. Virgem V9\_5, sem ataque químico.

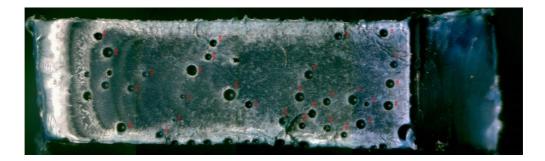


Figura D.1.11 – Foto do C.P. Virgem V2 (I), com ataque químico.

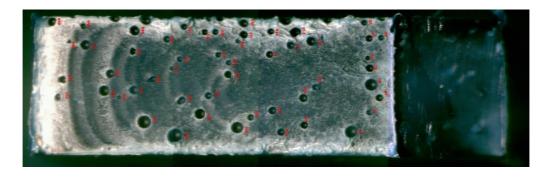


Figura D.1.12 – Foto do C.P. Virgem V3 (II), com ataque químico.

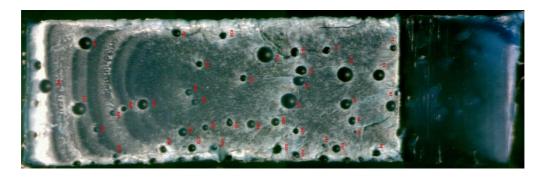


Figura D.1.13 – Foto do C.P. Virgem V6 (III), com ataque químico.

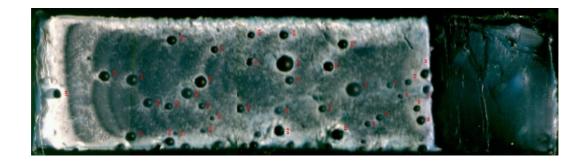


Figura D.1.14 – Foto do C.P. Virgem V9 (IV), com ataque químico.

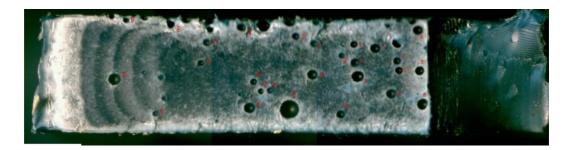
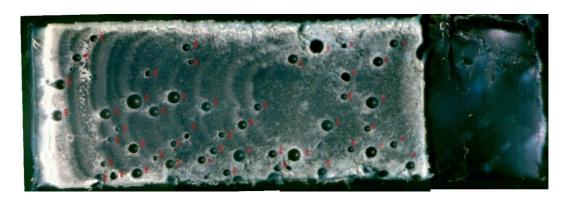


Figura D.1.15 – Foto do C.P. Virgem V10 (V), com ataque químico.



**Figura D.1.16** – Foto do C.P. Virgem V1\_2 (VI), com ataque químico.

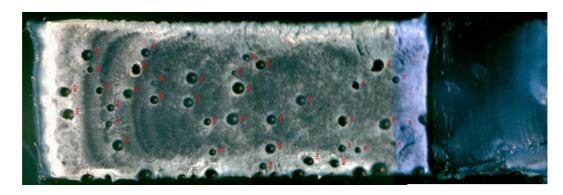
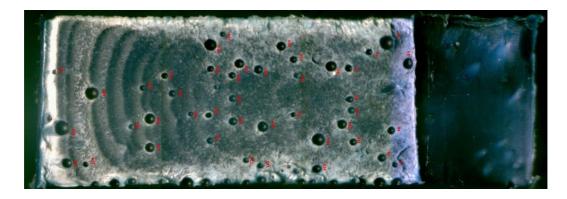
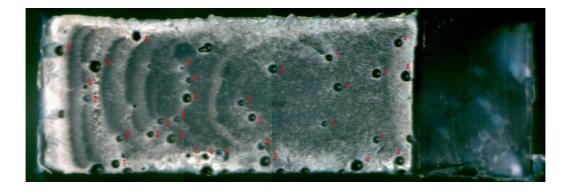


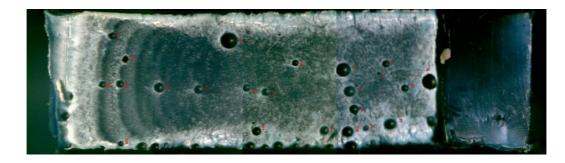
Figura D.1.17 – Foto do C.P. Virgem V1\_3 (VII), com ataque químico.



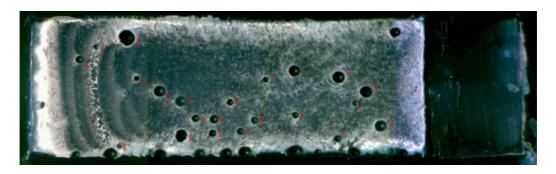
**Figura D.1.18** – Foto do C.P. Virgem V1\_4 (VIII), com ataque químico.



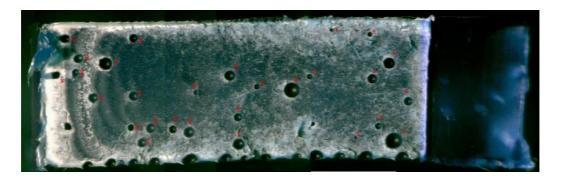
**Figura D.1.19** – Foto do C.P. Virgem V9\_1 (IX), com ataque químico.



**Figura D.1.20** – Foto do C.P. Virgem V9\_3 (X), com ataque químico.

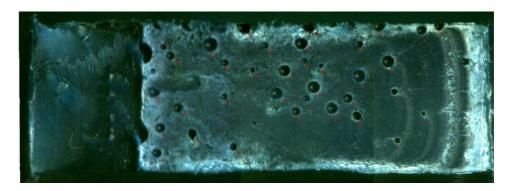


**Figura D.1.21** – Foto do C.P. Virgem V9\_4 (XI), com ataque químico.



## **Anexo D.2** – PE Reciclado

Figura D.2.1 – Foto do C.P. Reciclado R2, sem ataque químico.



**Figura D.2.2** – Foto do C.P. Reciclado R3, sem ataque químico.

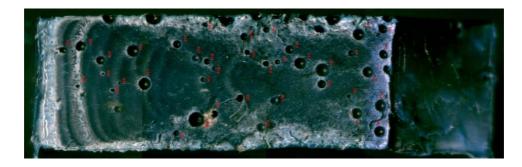
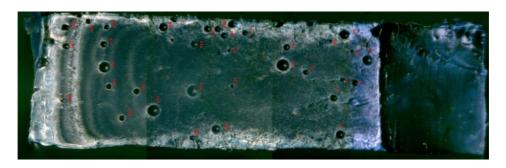


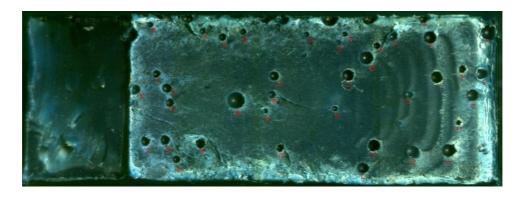
Figura D.2.3 – Foto do C.P. Reciclado R8, sem ataque químico.



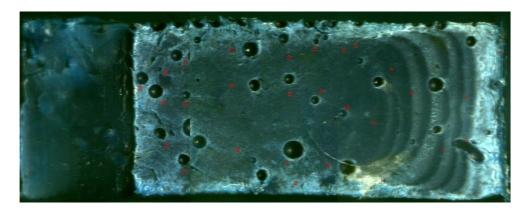
Figura D.2.4 – Foto do C.P. Reciclado R9, sem ataque químico.



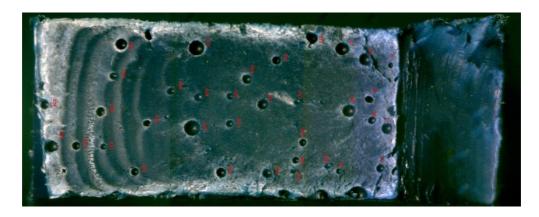
**Figura D.2.5** – Foto do C.P. Reciclado R9\_6, sem ataque químico.



**Figura D.2.6** – Foto do C.P. Reciclado R9\_7, sem ataque químico.



**Figura D.2.7** – Foto do C.P. Reciclado R9\_8, sem ataque químico.



**Figura D.2.8** – Foto do C.P. Reciclado R9\_9, sem ataque químico.

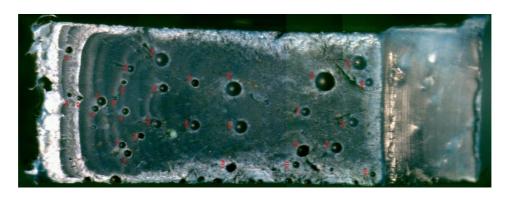


Figura D.2.9 – Foto do C.P. Reciclado R10, sem ataque químico.

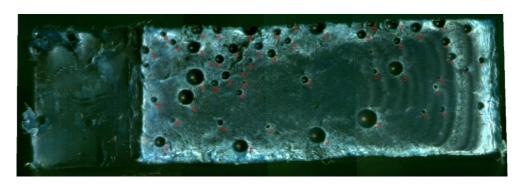


Figura D.2.10 – Foto do C.P. Reciclado R10\_1, sem ataque químico.

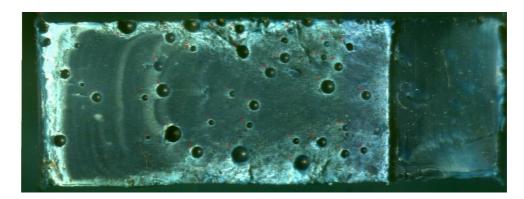


Figura D.2.11 – Foto do C.P. Reciclado R1 (I), com ataque químico.

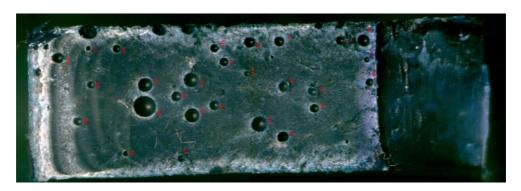


Figura D.2.12 – Foto do C.P. Reciclado R6 (II), com ataque químico.

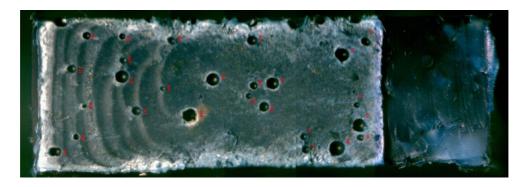


Figura D.2.13 – Foto do C.P. Reciclado R4 (III), com ataque químico.

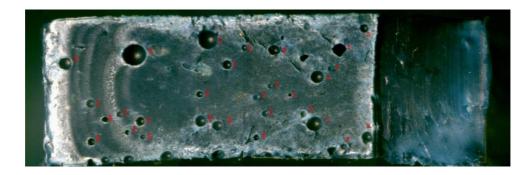


Figura D.2.14 – Foto do C.P. Reciclado R5 (IV), com ataque químico.

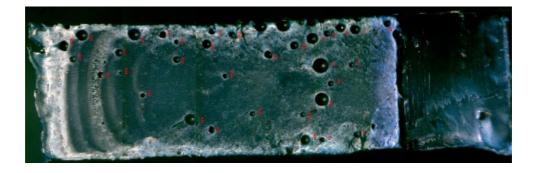
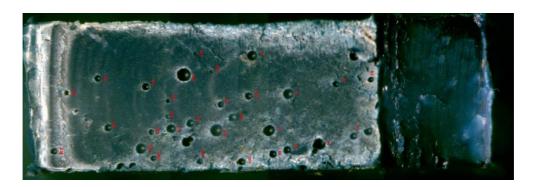
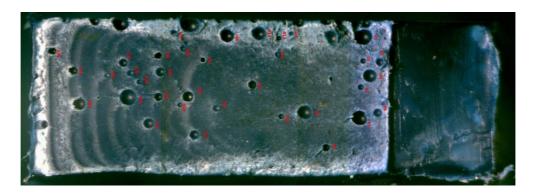


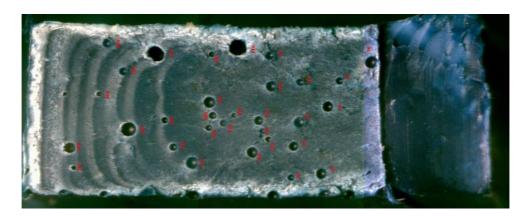
Figura D.2.15 – Foto do C.P. Reciclado R7 (V), com ataque químico.



**Figura D.2.16** – Foto do C.P. Reciclado R9\_1 (VI), com ataque químico.



**Figura D.2.17** – Foto do C.P. Reciclado R9\_2 (VII), com ataque químico.



**Figura D.2.18** – Foto do C.P. Reciclado R9\_3 (VIII), com ataque químico.

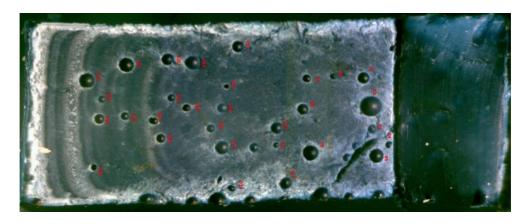
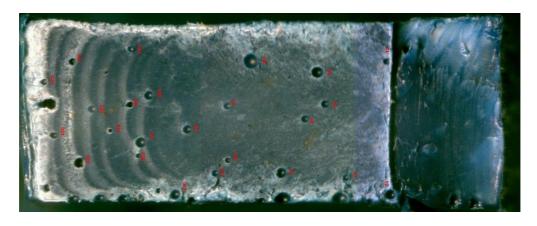
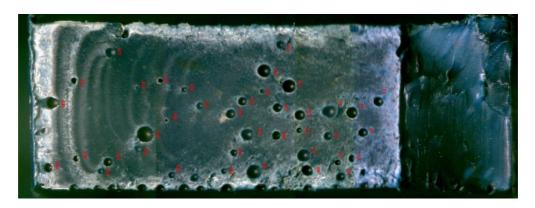


Figura D.2.19 – Foto do C.P. Reciclado R9\_4 (IX), com ataque químico.



**Figura D.2.20** – Foto do C.P. Reciclado R9\_5 (X), com ataque químico.



**Figura D.2.21** – Foto do C.P. Reciclado R10\_2 (XI), com ataque químico.

