

## **APÊNDICE D – Procedimentos Experimentais para caracterização do PVC**

### **D.1 - ANÁLISE DE DENSIDADE BULK (BD)**

A densidade aparente determina a massa de resina correspondente a um volume conhecido, expresso em g/cm<sup>3</sup>. Este parâmetro é determinado conforme descrito na norma ASTM D-1895, onde um funil de dimensões predeterminadas é carregado com 115 cm<sup>3</sup> de resina, a qual é deixada escoar livremente em um copo de 100 cm<sup>3</sup> de capacidade. Uma vez retirado o excesso de resina do topo desse copo, o mesmo é pesado e a massa de resina acomodada em seu interior é determinada.

#### **Materiais necessários para análise:**

- ✓ Funil de aço inox;
- ✓ Frasco receptor de aço inox;
- ✓ Suporte com base para o funil e frasco receptor;
- ✓ Balança com sensibilidade de 0,001 g;
- ✓ Recipiente plástico;
- ✓ Medidor de nível;
- ✓ Bastão de aço inox;
- ✓ Plaqueta plástica;
- ✓ PVC seco.

#### **Cálculo da BD**

Calcule:  $M_1, M_2 = (B-A)$

$$M = \frac{M_1 + M_2}{2} \quad \text{e} \quad BD = \frac{M}{V} \text{ g/cm}^3 \quad (3.2)$$

onde  $M_1, M_2$  são as massas de amostras pesadas em cada uma das repetições em balança analítica com precisão de 0,001g;

A é o peso do frasco receptor em balança analítica com precisão de 0,001g;

B é o peso do frasco receptor com a amostra em balança analítica com precisão de 0,001g;

BD é a densidade volumétrica;

M é a massa média das duas pesagens;

V é a capacidade do frasco receptor (copo) em  $\text{cm}^3$ .

## **D.2 - ABSORÇÃO DE PLASTIFICANTE A FRIO (CPA)**

O teste de absorção de plastificante a frio com centrifugação consiste na saturação da resina de PVC com plastificante e posterior retirada do excesso não absorvido pelas partículas, por meio da aplicação de força centrífuga. Retirado o excesso de plastificante, determina-se o ganho de massa da resina em termos de porcentagem de plastificante absorvido. A análise de CPA dá uma idéia do volume de poros da partícula de PVC. Esse parâmetro é determinado conforme a norma ASTM D-3367.

### **Materiais necessários para análise:**

- ✓ Balança analítica com precisão de 0,001g;
- ✓ Bureta de 50 ml, graduada em 0,1 ml;
- ✓ Centrífuga;
- ✓ 4 tubos de vidro com fundo cônico e com um furo de 0,8 mm de diâmetro;
- ✓ 4 tubos de nylon;
- ✓ Algodão grau farmacêutico;
- ✓ Tacômetro;
- ✓ DOP (dioctil ftalato).

### **Cálculo do CPA**

Quantidade absorvida pelo algodão:

$$M_0 = M'' - M' \quad (3.3)$$

Determinação da porosidade:

$$P = \frac{(M_3 - M_2) - M_0}{M_2 - M_1} \times 100 \quad (3.4)$$

onde:

$M_0$  é a quantidade de DOP absorvido pelo algodão em gramas;

$M'$  é a massa, em gramas, do tubo + algodão (branco);

$M''$  é a massa, em gramas, do tubo + algodão + DOP absorvido;

$M_1$  é a massa em gramas do tubo + algodão;

$M_2$  é a massa em gramas do tubo + algodão + resina;

$M_3$  é a massa em gramas do tubo + algodão + resina + DOP absorvido;

P é o valor de CPA.

O resultado é expresso em partes de DOP absorvido por 100 partes de resina (*pcr*) com uma casa decimal.

### **D.3 – DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHOS DE PARTÍCULA**

A granulometria do produto foi obtida via ensaio de peneira. Este método consiste em agitar, num tempo fixo, uma massa conhecida de resina de PVC em um conjunto de peneiras postas em ordem decrescentes de abertura de suas malhas. A distribuição granulométrica é determinada conforme a norma ASTM D-1921.

#### **Materiais necessários para análise:**

- ✓ Negro de fumo (carvão de origem mineral finamente granulado);
- ✓ Aparelho ROTAP;

- ✓ Jogo de peneiras com nº 250, 150, 125, 106, 75, 63 micras da série ASTM, mais a tampa e vaso coletor;
- ✓ Balança semi-analítica com precisão de 0,01g;
- ✓ *Becker* de 500 ml;
- ✓ Espátula em aço inox;
- ✓ Bastão de vidro ou de inox.

### **Cálculo da distribuição granulométrica**

Determinar o peso do PVC retido em cada peneira e no coletor na balança com precisão de 0,01g.

$$P = \frac{A - B}{C} \times 100 \quad (3.5)$$

onde:

P é a percentagem da fração de PVC retida em cada peneira;

A é o peso da peneira com a fração retida;

B é o peso da peneira vazia;

C é o peso total da amostra.

### **D.4 - DIÂMETRO MÉDIO DE PARTÍCULA**

O diâmetro médio de partícula pelo ensaio de peneira foi obtido conforme norma ASTM D-1921, utilizando-se a abertura individual máxima da peneira para este cálculo. Em algumas bateladas este parâmetro foi obtido por espalhamento de luz em um equipamento Malvern Mastersizer 2000, acoplado com o acessório Scirocco 2000 que trabalhou com 75% de vibração e 2 bar de pressão. Neste caso não é utilizado solvente e não é necessário preparar a amostra para a análise. O Malvern Mastersizer 2000 utiliza dois tipos de laser (luz) no seu sistema. O laser vermelho, com comprimento de onda na

ordem de 633nm, é utilizado para partículas com diâmetro médio acima de 1µm e o laser azul, com comprimento de onda na ordem de 466nm é utilizado para partículas com diâmetro médio abaixo de 1µm.

#### ***D.5 – DISTRIBUIÇÃO DE MASSAS MOLARES***

As massas molares médias em número e massa e o índice de polidispersão foram determinados por cromatografia de permeação em gel em um cromatógrafo equipado com três colunas lineares (Phenomenex, Torrance, CA) com géis de porosidade na faixa de 1000 a 1000000. Um índice aparelho de medição de índice de refração (SFD RI-2000F, Schambeck, Germany) foi utilizado como detector. A curva de calibração foi construída usando amostras de poliestireno com massa molar conhecida e polidispersão menor que 1,05. Para análises do homopolímero utilizou-se tetrahidrofurano (THF) como fase móvel. Para cada amostra foram solubilizadas aproximadamente cerca de 10-15 mg do polímero seco em aproximadamente 8 ml de THF e a solução filtrada em filtros de membrana porosa. A filtração das amostras é uma medida preventiva, pois evita que material insolúvel cause o entupimento dos poros das colunas. Depois de filtradas, foi injetado para análise um volume de 200 microlitros de cada amostra. Todas as análises foram conduzidas a 40 °C.