

Legenda: (e) - PEAD/3,9%Al₂O₃nt com ampliação de 1000x; (f) - PEAD/3,9%Al₂O₃nt com ampliação de 2000x. Fonte: O Autor, 2018.

Através da análise das micrografias das Figuras 15 e 16 é possível notar que, de uma forma geral, houve uma boa dispersão da carga, porém existem algumas regiões onde grãos maiores de alumina são percebidos, mostrando que houve certa aglomeração da carga inorgânica. A formação de aglomerados se dá, possivelmente, devido à força de atração de van der Waals, existente entre as partículas de alumina⁸⁴. Há uma tendência ao aumento do tamanho dos aglomerados com o aumento do teor de alumina nos compósitos. A alumina parece estar bem distribuída na matriz polimérica.

Resultado similar é descrito na literatura. As micrografias do compósito de PEAD carregado com 2,5% em volume obtida por Lins¹⁰, mostram a formação de pequenos aglomerados de partículas de alumina homogeneamente distribuídas no compósito PEAD/Al₂O₃. A morfologia influi de forma decisiva nas propriedades mecânicas dos materiais obtidos, visto que a formação de aglomerados leva a uma menor área superficial de contato das partículas com a matriz polimérica. Em termos de resistência ao impacto, uma melhor dispersão das partículas gera uma morfologia mais fina, com grãos menores favorecendo a obtenção de propriedades de impacto superiores.

É possível notar a presença de alguns vazios devido à remoção de partículas de alumina durante a fratura e a existência de uma boa distinção entre a carga e a matriz. Estas observações indicam que a interação entre a alumina e o PEAD foi fraca. Esse resultado pode ser atribuído as grandes diferenças de energia de superfície entre a alumina e o PEAD.

Na Figura 17, são apresentadas as micrografias dos compósitos de PEAD e alumina não tratada com uso de agente de acoplamento PE-g-MA com ampliações de 500 e 3000x.



Figura 17 - Micrografias dos compósitos de PEAD e alumina não tratada com uso de agente de acoplamento

Legenda: (a) - PEAD/1,2%Al₂O₃nt/2%MA com ampliação de 500x; (b) - PEAD/1,2%Al₂O₃nt/2%MA com ampliação de 3000x; (c) - PEAD/2,6%Al₂O₃nt/2%MA com ampliação de 500x; (d) -PEAD/2,6%Al₂O₃nt/2%MA com ampliação de 3000x; (e) - PEAD/3,2%Al₂O₃nt/2%MA com ampliação de 500x; (f) - PEAD/3,2%Al₂O₃nt/2%MA com ampliação de 3000x. Fonte: O Autor, 2018.

Através da análise das micrografias da Figura 17, é possível notar que, apesar de ainda existirem alguns aglomerados, houve uma melhoria na adesão interfacial entre a carga e a matriz. A maior molhabilidade da carga pela matriz se tornou visível. O aumento do teor de carga não ficou tão evidente nas micrografias da Figura 17, porém através dos resultados da análise de TGA, já apresentados, foi possível constatar que realmente houve aumento no teor de carga dos compósitos. Nota-se também que as partículas são menos distinguíveis do que aquelas observadas nos compósitos sem agente de acoplamento e que houve uma diminuição drástica da quantidade de vazios devido à remoção de partículas de alumina, o que indica que o PE-g-MA atuou como um agente de acoplamento eficiente promovendo melhor adesão entre a carga e a matriz⁶.

Há trabalhos que relatam que a adição de PE-g-MA melhorou a dispersão da carga na matriz de PE^{89,92}. Zhang et al.¹⁴, em seu estudo sobre compósitos de polietileno e fibras de alumina, notaram que a adição de compatibilizante exerceu influência benéfica na interação da carga com a matriz. Esse resultado foi atribuído ao fato de que o PE-g-MA aumenta a interação interfacial entre a carga e o polímero, principalmente pelas interações polares, como as ligações de hidrogênio entre os grupos polares do compatibilizante com os grupos hidroxila da superfície das fibras de Al₂O₃. Silva⁷ observou que os aglomerados nos compósitos processados com PP-g-MA foram significativamente menores e que as partículas de alumina foram menos distinguíveis do que aquelas observadas nos compósitos processados sem agente de acoplamento.

Na Figura 18 são apresentadas as micrografias dos compósitos de polietileno de alta densidade e alumina tratada com ampliações de 500 e 3000x.



Figura 18 - Micrografias dos compósitos de PEAD e alumina tratada



Através da análise destas micrografias é possível notar uma boa dispersão da carga nos compósitos, porém com a formação de aglomerados. Há formação menor de vazios em

comparação com as micrografias dos compósitos de PEAD carregados com alumina in natura. Os aglomerados, entretanto, parecem ser diferentes dos obtidos nas micrografias anteriores. As partículas que os unem parecem ser menores e há uma certa molhabilidade dos aglomerados pela matriz. Esses resultados indicam que o tratamento com silano melhorou a adesão interfacial entre o PEAD e a carga particulada.

A silanização das nanopartículas de alumina⁴¹ resulta na formação de grupos de hidrocarbonetos na sua superfície. Estas alterações químicas promovem o aumento da hidrofobicidade das cargas inorgânicas, melhorando a compatibilidade entre a carga e a matriz e a dispersão da carga. É difícil evitar a formação de aglomerados, uma vez que a agregação é um fenômeno comum para partículas pequenas, devido à atração direta através das forças de van der Waals ou ligação química entre partículas com energia superficial muito alta.

Na Figura 19 são apresentadas as micrografias dos compósitos de polietileno de alta densidade e alumina tratada com vinil-trietóxi-silano e uso de agente de acoplamento PE-g-MA com ampliações de 500 e 3000x.



Figura 19 - Micrografias dos compósitos de PEAD e alumina tratada com uso de agente de acoplamento

Legenda: (a) - PEAD/1,1%Al₂O₃t/2%MA com ampliação de 500x; (b) - PEAD/1,1%Al₂O₃t/2%MA com ampliação de 1000x; (c) - PEAD/2,3%Al₂O₃t/2%MA com ampliação de 500x; (d) - PEAD/2,3%Al₂O₃t/2%MA com ampliação de 1000x; (e) - PEAD/2,7%Al₂O₃t/2%MA com ampliação de 500x; (f) - PEAD/2,7%Al₂O₃t/2%MA com ampliação de 1000x.
Fonte: O Autor, 2018.

Através da análise destas micrografias praticamente não é possível notar a presença de aglomerados, ou seja, a carga parece estar bem dispersa e distribuída na matriz polimérica. O aumento do teor de carga também não ficou tão evidente nas micrografias apresentadas na Figura 19, porém através dos resultados da análise de TGA, já apresentados, foi possível constatar que realmente houve aumento no teor de carga dos compósitos. Nota-se também que as partículas são menos distinguíveis do que aquelas observadas nos compósitos sem agente de acoplamento e que houve uma diminuição drástica da quantidade de vazios devido à remoção de partículas de alumina, o que indica que o PE-g-MA atuou como um agente de acoplamento eficiente promovendo melhor adesão entre a carga e a matriz⁶. É possível notar, entretanto, que houve ainda alguns descolamentos de partículas. De uma forma geral, as micrografias dos compósitos carregados com alumina tratada e com a adição do PE-g-MA indicam que uma morfologia mais fina do que a dos compósitos carregados com alumina in natura e com adição do compatibilizante foi obtida nesse caso.

Em resumo, é possível observar pelas micrografias a maior eficiência do agente de acoplamento PE-g-MA. Nas composições com PE-g-MA as partículas de alumina estão mais embebidas pela matriz do que naquelas onde não foi utilizado o PE-g-MA. Pode também ser observado que o tratamento superficialmente da alumina com o VTES, promoveu um leve aumento na interação entre a matriz e a carga.

3.5 Propriedades mecânicas dos compósitos

Os resultados das propriedades mecânicas dos compósitos estudados são apresentados a seguir.

3.5.1 Propriedades em tração dos compósitos

As propriedades mecânicas em tração dos compósitos estudados são apresentadas a seguir.

A Tabela 10 apresenta as propriedades em tração do PEAD e dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro formulados com fibra de vidro in natura e com fibra de vidro tratada com γ - aminopropil-trietóxi-silano.

Amostras	Módulo de Elasticidade (MPa)	Resistência à Tração (MPa)	Tenacidade (MJ/m³)
PEAD puro	543 ± 50	$25,3 \pm 0,3$	$38,0 \pm 2,8$
PEAD/2,4%FVnt	689 ± 62	$24,9\pm0,2$	$37,1 \pm 3,5$
PEAD/3,9%FVnt	701 ± 64	$24,8\pm0,3$	$37,3 \pm 3,1$
PEAD/9,8%FVnt	810 ± 58	$24,5 \pm 0,2$	$26,5 \pm 2,0$
PEAD/1,8%FVt	593 ± 36	$25,0 \pm 0,4$	$38,1 \pm 2,2$
PEAD/3,8%FVt	620 ± 53	$24,9 \pm 0,3$	$44,6 \pm 2,9$
PEAD/5,3%FVt	663 ± 54	$25,1 \pm 0,2$	$33,9 \pm 1,9$

Tabela 10 - Resultados do ensaio de tração dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro.

Fonte: O Autor, 2018.

Os resultados para o módulo de elasticidade dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro apresentados na Tabela 10, podem ser melhor visualizados na Figura 20.



Figura 20 - Módulo de elasticidade dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro.

Fonte: O Autor, 2018.

Como base nos dados apresentados na Tabela 10 e na Figura 20, observa-se que os compósitos que apresentaram maior módulo de elasticidade foram aqueles nos quais foi utilizado FVnt. Os resultados obtidos mostram que a incorporação de fibra de vidro promove o aumento do módulo do PEAD. Esse resultado era esperado, uma vez que a adição de uma carga rígida restringe a mobilidade da cadeia polimérica, aumentando a rigidez do polímero. A incorporação da fibra de vidro tratada com silano também tende a promover aumento do Módulo de Young do PEAD. Esse efeito, entretanto, é menor do que o observado quando as fibras não tratadas foram adicionadas ao polímero. Há estudos publicados na literatura que mostram que o tratamento da fibra de vidro com silano promoveu o aumento do módulo elástico da matriz polimérica^{80,91}. Esse efeito, entretanto, não foi observado em outros estudos. O compósito que apresentou o valor mais alto foi o PEAD/9,8% FVnt. Esse valor é 50% mais alto do que o PEAD puro.

Alguns autores afirmam que o Módulo de Young não sofre influência do tratamento superficial da carga com agentes de acoplamento. A rigidez dos compósitos carregados com cargas tratadas ou não tratadas é da mesma ordem de grandeza, sendo que as diferenças nos valores obtidos são acompanhadas de alto desvio padrão nas medidas. Esse resultado é atribuído ao fato de o módulo elástico em tração ser medido à baixa deformação e nessas condições deslocamentos na interface não ocorrem. Sendo assim, a resistência na interface não desempenha papel significativo no Módulo de Young, podendo, entretanto, afetar a tensão máxima, uma vez que sob alta deformação a mobilidade da região interfacial influencia no desempenho do compósito⁷⁰. Segundo Eiras et al⁹³, o módulo de elasticidade é função da área da superfície de contato e não depende do tratamento superficial da carga.

A Figura 21 apresenta a resistência à tração no escoamento dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro.



Figura 21 - Resistência à tração no escoamento dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro.

A aplicação de fibra curtas em compósitos poliméricos, segundo estudo publicado na literatura implica em um aumento na resistência à tração, módulo e resistência ao impacto, entretanto, diminui a capacidade de elongação. Com o aumento do teor de fibras observa-se geralmente um aumento no módulo e na tensão máxima, gerado pelo aumento na contribuição da resistência mecânica das fibras nas propriedades resultantes do material⁷⁰.

Pela análise da Figura 21, observa-se que a adição de fibra de vidro tratada ou não tratada não alterou significativamente a resistência à tração do PEAD, embora os resultados demonstrem que o compósito PEAD/9,8% FVnt apresentou 3% de queda da resistência à tração em relação ao do PEAD. Com a incorporação da fibra de vidro tratada, a resistência à tração do PEAD não foi alterada. Esses resultados mostram que a fibra de vidro nas condições utilizadas nesse estudo não atuou como elemento de reforço. A utilização de teores mais elevados de fibra de vidro poderia promover a obtenção de propriedades mecânicas melhores.

A resistência à tração é função da área superficial de contato e da adesão interfacial entre a matriz polimérica e o reforço. As micrografias obtidas mostram que o tratamento com silano promoveu uma melhoria da adesão interfacial que acarretaria em um aumento na tensão máxima. Há, entretanto, uma maior quantidade de fibras quebradas (não arrancadas). O tamanho da fibra pode ter influenciado de forma negativa os resultados.

Uma explicação possível para essa diminuição do tamanho das fibras é que com tratamento realizado com silano, uma fragilização possa ter ocorrido uma vez que o silano que protegia a fibra ("sizing") foi removido, aumentando a quebra da fibra durante o processamento.

A Figura 22 apresenta a tenacidade dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro.



Figura 22 - Tenacidade dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro.

Fonte: O Autor, 2018.

Através da Figura 22, é possível notar um aumento na tenacidade dos compósitos onde foi utilizada a fibra de vidro tratada com o γ- aminopropil-trietóxi-silano, quando comparada à tenacidade dos compósitos onde foi utilizada a fibra de vidro não tratada. Entretanto, o único compósito que apresentou tenacidade superior à do PEAD puro foi o PEAD/3,8%FVt. Podemos observar que para concentrações superiores de fibra de vidro, a tenacidade dos compósitos diminui acentuadamente.

A Tabela 11 apresenta o módulo de elasticidade e a resistência à tração no escoamento dos compósitos PEAD/Al₂O₃, formulados com alumina in natura e com a alumina tratada com

silano. Apresenta também os resultados referentes aos compósitos processados com agente compatibilizante PE-g-MA.

Amostras	Módulo de Elasticidade (MPa)	Resistência à Tração (MPa)	Tenacidade (MJ/m³)
PEAD puro	744 ± 26	$24,0 \pm 0,2$	$24,6 \pm 1,3$
PEAD/1,1%Al2O3nt	744 ± 23	$23,6 \pm 0,2$	$20,3 \pm 1,6$
PEAD/2,4%Al2O3nt	742 ± 32	$22,9 \pm 0,1$	$20,1 \pm 1,5$
PEAD/3,9%Al2O3nt	760 ± 18	$22,7 \pm 0,3$	$18,1 \pm 1,7$
PEAD/1,2Al2O3nt/2%MA	739 ± 26	$23,8 \pm 0,2$	$20,7 \pm 1,9$
PEAD/2,6%Al2O3nt/2%MA	764 ± 18	$24,0\pm0,2$	$16,6 \pm 1,3$
PEAD/3,2%Al2O3nt/2%MA	782 ± 26	$23,8 \pm 0,4$	$16,0 \pm 1,3$
PEAD/1,1%Al2O3t	760 ± 31	$24,1 \pm 0,3$	$18,5 \pm 1,6$
PEAD/2,1%Al2O3t	744 ± 18	$23,3 \pm 0,1$	$17,8 \pm 1,6$
PEAD/3,3%Al2O3t	746 ± 26	$23,4 \pm 0,2$	$18,0 \pm 1,7$
PEAD/1,1%Al2O3t/2%MA	768 ± 24	$23,6 \pm 0,2$	$19,5 \pm 1,5$
PEAD/2,3%Al2O3t/2%MA	746 ± 32	$23,5 \pm 0,1$	$18,3 \pm 1,2$
PEAD/2,7%Al2O3t/2%MA	765 ± 29	$23,8\pm0,2$	$16,8 \pm 1,4$

Tabela 11 - Resultados do ensaio de tração do PEAD e dos compósitos PEAD/Al₂O₃.

Fonte: O Autor, 2018.

Os resultados para o módulo de elasticidade dos compósitos $PEAD/Al_2O_3$ apresentados na Tabela 11, podem ser melhor visualizados na Figura 23. A ordem dos compósitos, apresentada na Figura 23, foi escolhida de forma a facilitar a visualização do efeito do tratamento da alumina sobre o módulo de elasticidade dos compósitos.



Figura 23 - Módulo de elasticidade dos compósitos PEAD/Al₂O₃.

Fonte: O Autor, 2018.

É possível notar, pela análise da Tabela 11 e da Figura 23, que a adição da alumina tratada ou não tratada, na presença ou na ausência do PE-g-MA não promoveu alteração significativa do módulo de elasticidade do PEAD. Silva⁷ observou uma tendência ao aumento do módulo do polipropileno com a adição da alumina. A adição de uma carga inorgânica rígida, que reduz a mobilidade molecular do polímero de uma forma geral promove o aumento do Módulo de Young. Lins observou um aumento do Módulo de Young do PEAD com a adição de 1,2% de fibra de vidro em volume. A adição de teores mais elevados, 2,5%, entretanto, não promoveu o aumento do Módulo de Young. Os dados de grau de cristalinidade obtidos no presente trabalho, mostram que de uma forma geral o grau de cristalinidade do PEAD diminuiu com a adição de carga, e talvez esse decréscimo possa ter interferido no Módulo de Young.

Os resultados do módulo de elasticidade dos compósitos carregados com alumina não tratada com PE-g-MA apresentam uma tendência a um aumento do seu valor com o aumento do teor de carga, levando a um valor médio mais alto do que o obtido pelo PEAD. Resultado similar foi obtido por Silva⁷. Considerando o valor médio, o compósito que apresentou o módulo mais alto foi o PEAD/3,2%Al₂O₃nt/2%PE-g-MA.

Segundo Grison¹⁷, as micrografias de compósitos de PEBD/alumina obtidas utilizando silano como agente compatibilizante mostraram que houve uma boa interação entre a matriz polimérica e a face externa da alumina. Quando o polietileno graftizado com anidrido maleico foi utilizado como compatibilizante, houve, entretanto, uma maior penetração do polímero no interior da alumina, o que pode ter contribuído em resultados superiores para propriedades mecânicas. As micrografias obtidas no presente trabalho, mostram uma boa interação da matriz com a carga quando as partículas foram tratadas com silano. Quando o PE-g-MA foi adicionado ao PEAD carregado com alumina tratada ou não tratada, uma morfologia mais fina foi obtida, e com menor formação de aglomerados. A tendência ao aumento do módulo elástico em tração dos compósitos carregados com alumina não tratada na presença do compatibilizante talvez possa ser atribuída a esse efeito. Nos compósitos carregados com alumina tratada e compatibilizante esse efeito, entretanto, não foi observado. Silva⁷ observou que o tratamento do polipropileno com alumina tratada com silano e com adição de compatibilizante promoveu a obtenção de propriedades mecânicas inferiores as obtidas quando a alumina não tratada foi utilizada com o PP-g-MA. Segundo Silva⁷ não há um efeito sinergético entre a alumina tratada e o PP-g-MA.

A Figura 24 apresenta a resistência à tração dos compósitos PEAD/Al₂O₃.





Fonte: O Autor, 2018.

A resistência à tração dos compósitos é fortemente dependente do grau de adesão entre a carga e a matriz⁹⁴. Silva⁷ observou que o tratamento da alumina com vinil-trietóxi-silano não provocou alterações significativas na resistência a tração dos compósitos de polipropileno carregado com alumina. Esse resultado foi atribuído ao fato que o tratamento da alumina com silano provavelmente não foi muito eficaz na melhoria da adesão interfacial para os compósitos analisados no presente estudo⁷⁰. Os resultados obtidos mostram que há uma tendência a se obter valores mais altos da resistência à tração nos compósitos carregados com alumina tratada. Com a adição do PE-g- MA essa tendência, de uma forma geral, se inverte. Silva⁷ também observou que todos os compósitos carregados com alumina não tratada e processados com o agente compatibilizante- PP-g-MA apresentaram valor médio da resistência à tração superior aos processados com alumina tratada.

Os resultados obtidos indicam que se a resistência à tração for um parâmetro de desempenho, qualquer um dos compósitos poderia ser escolhido em virtude de apresentarem dentro da faixa de erros o mesmo resultado, inclusive igual ao do PEAD. Nesse caso, considerando os custos e a alumina mais barata do que o PEAD, o material escolhido seria o PEAD/15%/Al₂O₃. Considerando o valor médio de módulo de elasticidade, o compósito escolhido seria o PEAD/15%Al₂O₃/2% PE-g-MA.

Há na literatura trabalhos nos quais foi observado um aumento na resistência à tração dos compósitos com o uso de silano, nos quais o silano atuou como um elo entre a carga e a matriz^{70,94}.

O uso do agente de acoplamento PE-g-MA provocou tendência ao aumento da resistência à tração no escoamento para todos os compósitos analisados, o que é compatível com resultados encontrados na literatura^{15,95}. Este aumento na resistência pode ser explicado pela melhoria da adesão interfacial entre a carga e a matriz⁹⁵. O aumento do teor de alumina provocou tendência a redução da resistência à tração no escoamento dos compósitos onde não foi utilizado o PE-g-MA. Por outro lado, nos compósitos onde foi utilizado o PE-g-MA, o aumento do teor de alumina provocou tendência a o aumento da resistência à tração no escoamento. Alguns autores também observaram redução na resistência à tração com o aumento do teor de carga^{10,70,94}, em outros trabalhos, no entanto, o efeito contrário foi observado^{15,39}.

É válido ressaltar que, os valores de resistência à tração dos compósitos PEAD/Al₂O₃ e PEAD/Fibra de Vidro se encontram na mesma faixa. Esses resultados mostram que se obtêm materiais mais resistentes (módulo de elasticidade alto e resistência à tração alta) apenas processando o polímero com 20% de fibra de vidro.

A Figura 25 apresenta a tenacidade dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro.



Figura 25 - Tenacidade dos compósitos PEAD/ Al₂O₃.

Através da Figura 25, é possível notar uma tendência à diminuição na tenacidade dos compósitos com o aumento da carga de alumina. A tenacidade dos compósitos com adição de alumina tratada com VTES não apresentou variação significativa, se comparada a tenacidade dos compósitos com a adição de alumina não tratada. Com a utilização do agente compatibilizante é possível notar uma queda mais acentuada na tenacidade dos compósitos com o aumento do teor de carga.

3.5.2 Propriedades em impacto dos compósitos

As propriedades mecânicas em impacto dos compósitos estudados são apresentadas a seguir.

Fonte: O Autor, 2018.

A Tabela 12 e a Figura 26 apresentam a resistência ao impacto do PEAD e dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro formulados com fibra de vidro in natura e com fibra de vidro tratada com γ - aminopropil-trietóxi-silano.

Amostras	Resistência ao Impacto (J/m)			
PEAD puro	55,7 ± 3,1			
PEAD/2,4%FVnt	$45,2 \pm 1,5$			
PEAD/3,9%FVnt	$45,7 \pm 1,5$			
PEAD/9,8%FVnt	$47,0 \pm 1,4$			
PEAD/1,8%FVt	$43,1 \pm 2,0$			
PEAD/3,8%FVt	$44,2 \pm 2,0$			
PEAD/5,3%FVt	$46,8 \pm 1,2$			

Tabela	12	-	Resistência	ao	impacto	do	PEAD	e	dos
		coi	npósitos PEA	ND/F	Fibra de Vi	idro.			

Fonte: O Autor, 2018.

Figura 26 - Resistência ao impacto dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro.



Fonte: O Autor, 2018.

Há resultados publicados que indicam que a adição de fibra de vidro diminui drasticamente a resistência ao impacto dos compósitos^{7,96}, devido ao fato da fibra de vidro ser uma carga inorgânica frágil. Outros autores, entretanto, relatam a aumento da resistência ao impacto do PP resultante da incorporação de fibras de vidro ao polipropileno^{97,98}.

No presente estudo, como mencionado anteriormente, a resistência ao impacto do PEAD foi reduzida pela incorporação de fibra de vidro, independentemente do tratamento realizado na fibra.

Alguns estudos relatam que o tratamento superficial da fibra de vidro com silanos promove o aumento da resistência ao impacto da matriz polimérica resultante da melhor adesão interfacial entre as fibras e a matriz^{97,98}. Silva⁷, entretanto, não observou melhoria nas propriedades de impacto quando as fibras de vidro foram tratadas superficialmente com γ -aminopropil-trietóxi-silano.

Observa-se também que a resistência ao impacto apresenta tendência ao aumento com o aumento do teor de carga. Sun et al.³⁷ observaram um aumento da resistência ao impacto dos compósitos com o aumento do teor de fibra de vidro, porém não disseram a qual fenômeno este aumento foi atribuído.

A Tabela 13 apresenta a resistência ao impacto dos compósitos PEAD/Al₂O₃, formulados com alumina não tratada e com a alumina tratada com silano. Apresenta também os resultados referentes aos compósitos processados com agente compatibilizante PE-g-MA.

Amostras	Resistência ao Impacto (J/m)
PEAD puro	$57,9 \pm 1,4$
PEAD/5%Al2O3nt	$39,4 \pm 1,6$
PEAD/10%Al2O3nt	$38,8 \pm 1,9$
PEAD/15%Al2O3nt	$37,6 \pm 1,6$
PEAD/5%Al2O3nt/2%MA	$50,3 \pm 0,8$
PEAD/10%Al2O3nt/2% MA	$49,9 \pm 1,1$
PEAD/15%Al2O3nt/2%MA	$48,6 \pm 1,2$
PEAD/5%Al2O3t	$37,1 \pm 1,1$
PEAD/10%Al2O3t	$36,1 \pm 1,7$
PEAD/15%Al2O3t	$36,3 \pm 2,1$
PEAD/5%Al2O3t/2%MA	$42,3 \pm 1,0$
PEAD/10%Al2O3t/2%MA	$39,6 \pm 0,7$
PEAD/15%Al2O3t/2%MA	$38,3 \pm 0,8$

Tabela 13 - Resistência ao impacto do PEAD e dos compósitos PEAD/Al₂O₃.

Fonte: O Autor, 2018.

Os resultados apresentados na Tabela 13, podem ser melhor visualizados na Figura 27.



Figura 27 - Resistência ao impacto dos compósitos PEAD/Al₂O₃.

Fonte: O Autor, 2018.

Através da Tabela 13 e da Figura 27 nota-se que a adição de alumina tratada ou não tratada e com ou sem adição de compatibilizante provocou uma drástica redução da resistência ao impacto. Resultado similar foi obtido por Silva⁷.

Akil et al⁴⁰ verificaram que melhores propriedades de impacto do polipropileno foram obtidas quando a alumina foi tratada com 1,5 m/m de silano. A comparação das propriedades de impacto dos compósitos carregados com alumina tratada com silano e com alumina não tratada, mostram que o tratamento com silano não melhorou as propriedades de impacto.

As propriedades de impacto de polímeros carregados com cargas particuladas dependem significativamente da efetiva dispersão da carga, uma vez que aglomerados maiores atuam como concentradores de tensão, produzindo um decréscimo da resistência ao impacto. As micrografias obtidas mostraram que com exceção das amostras nas quais o anidrido maleico foi adicionado todas as amostras de compósitos analisadas apresentaram aglomerados. Nesse trabalho se verificou que a adição do compatibilizante promoveu a obtenção de melhores propriedades de impacto, entretanto ainda mais baixa do que a do PEAD.

3.5.3 Propriedades em flexão dos compósitos

As propriedades mecânicas em flexão dos compósitos estudados são apresentadas a seguir.

A Tabela 14 apresenta as propriedades em flexão do PEAD e dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro formulados com fibra de vidro in natura e com fibra de vidro tratada com γ - aminopropil-trietóxi-silano.

Amostras	Módulo de Flexão (MPa)	Resistência à Flexão (MPa)
PEAD puro	848 ± 42	$30,3 \pm 0,9$
PEAD/2,4%FVnt	1059 ± 36	$32,2 \pm 0,4$
PEAD/3,9%FVnt	1295 ± 30	$34,3 \pm 0,2$
PEAD/9,8%FVnt	1550 ± 25	$35,6 \pm 0,3$
PEAD/1,8%FVt	933 ± 25	$31,0 \pm 0,5$
PEAD/3,8%FVt	1041 ± 19	$31,9 \pm 0,3$
PEAD/5,3%FVt	1259 ± 33	$33,5 \pm 0,4$

Tabela 14 - Resultados do ensaio de flexão dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro

Fonte: O Autor, 2018.

A Figura 28 apresenta graficamente os resultados obtidos para o módulo de flexão do PEAD e dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro.



Figura 28 - Módulo de flexão dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro

Como base nos dados apresentados na Tabela 14 e na Figura 28, observa-se que os compósitos que apresentaram maior módulo de flexão foram aqueles nos quais foi utilizada FVnt. Esses resultados reforçam a hipótese de que o tratamento da fibra de vidro com γ -aminopropil-trietóxi-silano, apesar de melhorar a interação entre a fibra de vidro e a matriz polimérica, fragilizou a fibra de vidro.

Nota-se também, que com o aumento do teor de fibra de vidro houve aumento no módulo de flexão dos compósitos, como já esperado. Há na literatura estudos que corroboram este resultado^{37,85}. É válido ressaltar que, todos os compósitos de PEAD com fibra de vidro apresentaram valores de módulo de flexão médios superiores ao do polímero puro. O compósito PEAD/9,8%FVnt foi o que apresentou, entre os compósitos de PEAD e fibra de vidro, o maior módulo de flexão, sendo este valor 83% superior ao do polímero puro.

A Figura 29 apresenta a resistência à flexão dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro.

Fonte: O Autor, 2018.



Figura 29 - Resistência à flexão dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro

Pela análise da Figura 29, observa-se que os compósitos carregados com FVnt apresentaram a maior resistência à flexão entre os compósitos de PEAD e fibra de vidro. Diferentemente do observado no presente estudo, Xie et al.⁵⁵ observaram que o tratamento da fibra de vidro com alquil-trimetóxi-silano promoveu o aumentou a resistência à flexão dos compósitos, em comparação com a fibra de vidro sem tratamento. Nota-se também que, houve um aumento da resistência à flexão com o aumento do teor de fibra de vidro. Há na literatura estudos que também relatam aumento da resistência à flexão com o aumento do teor de fibra de vidro^{37,85,97}. É válido ressaltar que, o compósito de PEAD/9,8%FVnt foi também o que apresentou, entre os compósitos de PEAD e fibra de vidro, a maior resistência à flexão, sendo este valor 17,5% superior ao do polímero puro.

A Tabela 15 apresenta o módulo de flexão e a resistência à flexão do PEAD e dos compósitos PEAD/Al₂O₃, formulados com alumina in natura e com a alumina tratada com VTES. Apresenta também os resultados referentes aos compósitos processados com agente compatibilizante PE-g-MA.

Amostras	Módulo de Flexão (MPa)	Resistência à Flexão (MPa)
PEAD puro	623 ± 11	$24,8 \pm 0,2$
PEAD/1,1%Al2O3nt	626 ± 24	$24,8 \pm 0,4$
PEAD/2,4%Al2O3nt	609 ± 26	$24,5 \pm 0,4$
PEAD/3,9%Al2O3nt	642 ± 34	$25,1 \pm 0,6$
PEAD/1,2Al2O3nt/2%MA	616 ± 26	$24,7 \pm 0,5$
PEAD/2,6%Al2O3nt/2%MA	624 ± 28	$24,9 \pm 0,5$
PEAD/3,2%Al2O3nt/2%MA	618 ± 26	$24,7 \pm 0,5$
PEAD/1,1%Al2O3t	645 ± 26	$25,3 \pm 0,5$
PEAD/2,1%Al2O3t	622 ± 17	$24,8 \pm 0,3$
PEAD/3,3%Al2O3t	681 ± 13	$25,8 \pm 0,2$
PEAD/1,1%Al2O3t/2%MA	614 ± 18	$24,7 \pm 0,3$
PEAD/2,3%Al2O3t/2%MA	594 ± 26	$24,3 \pm 0,5$
PEAD/2,7%Al2O3t/2%MA	632 ± 25	$25,1 \pm 0,4$

Tabela 15 - Resultados do ensaio de flexão dos compósitos PEAD/Al₂O₃

Fonte: O Autor, 2018.

Os resultados para o módulo de flexão dos compósitos PEAD/Al₂O₃ apresentados na Tabela 15, podem ser melhor visualizados na Figura 30.



Figura 30 - Módulo de flexão dos compósitos PEAD/Al₂O₃

Fonte: O Autor, 2018.

Os resultados obtidos e apresentados na Tabela 15 e Figura 30 mostram que a adição da alumina tende a promover em concentrações mais elevadas o aumento do módulo de flexão do polímero. Aumento real foi observado devido ao tratamento da alumina com o VTES, que provocou o aumento no módulo de flexão nas amostras de cerca de 9,5%, quando um teor de 3,3 % v/v de carga foi utilizado. Quando o agente compatibilizante PE-g-MA foi utilizado, o módulo de flexão não mostrou alteração significativa, permanecendo iguais dentro da faixa de erro. Para os compósitos com até 2,4% de alumina, a adição da carga provocou tendência a redução do módulo de flexão; no entanto, para amostras com valores acima de 2,5% de alumina, a adição de carga provocou tendência ao aumento do módulo.

Mai et al.¹⁰⁰ notaram que a adição de alumina e o aumento do teor de carga resultaram em um aumento do módulo de flexão, devido ao efeito de enrijecimento da carga. Aumento real do módulo só foi obtido em teor mais elevado de alumina tratada. A presença de aglomerados ou a dispersão ineficiente da alumina na matriz pode ser responsável pelo fato de não se ter verificado um aumento real do módulo em outras concentrações. A amostra PEAD/3,3% Al₂O₃t apresentou, entretanto, morfologia diferente que sugere que apesar da formação de aglomerados, esses ficaram embebidos pela matriz, melhorando a molhabilidade da carga pela matriz. Esse efeito, entretanto, não foi verificado nos resultados dos ensaios de tração. Deve se ressaltar que o ensaio de flexão envolve tensões de tração e de compressão. As tensões compressivas podem ter afetado de forma diferente a microestrutura obtida.

Os resultados mostram também que valores mais altos de módulo de flexão são obtidos através da incorporação da fibra de vidro no polímero do que com a incorporação de alumina. Os compósitos PEAD/Fibra de Vidro apresentaram, de forma geral, maiores valores de módulo de flexão do que os apresentados pelos compósitos PEAD/Al₂O₃.

A Figura 31 apresenta a resistência à flexão dos compósitos PEAD/Al₂O₃



Figura 31 - Resistência à flexão dos compósitos PEAD/Al₂O₃.

Fonte: O Autor, 2018.

Analisando-se a Figura 31, observa-se que os efeitos da adição de carga, do tratamento da carga e do uso de agente de acoplamento sobre a resistência à flexão foram muito similares aos respectivos efeitos sobre o módulo de flexão. O tratamento e o uso de agente de acoplamento provocaram uma fraca tendência a redução desta propriedade. Aumento real da resistência á flexão foi observado para a amostra PEAD/3,3%Al₂O₃t. Akil et al.⁴⁰ verificaram que a resistência à flexão dos compósitos carregados com alumina tratada com silano foi maior (4%) que a resistência dos compósitos polipropileno carregados com alumina não tratada.

Mai et al.¹⁰⁰ observaram diminuição da resistência à flexão para os compósitos de polipropileno e alumina. No entanto, Zhang et al.¹⁰¹, que estudaram compósitos de PP e fibras de alumina, observaram que a resistência à flexão dos compósitos aumentou com o teor de carga e que a resistência à flexão dos compósitos de alumina com anidrido maleico como agente de acoplamento foi maior do que sem agente de acoplamento. No presente trabalho, a adição do PE-g-MA não promoveu melhoria das propriedades de flexão dos compósitos PEAD carregados com alumina in natura ou alumina tratada.

CONCLUSÃO

O tratamento das fibras de vidro com o γ-aminopropil-trietóxi-silano não provocou a obtenção de compósitos com propriedades superiores as do PEAD sendo, portanto, preferível utilizar compósitos de PEAD com fibras de vidro não tratadas, se os parâmetros de desempenho requeridos do material forem a obtenção de melhores propriedades mecânicas em flexão e tração. O compósito que apresentou melhores propriedades, dentre os compósitos carregados com fibra de vidro, foi o PEAD/9,8%FVnt.

O tratamento da alumina com o VTES não promoveu alterações significativas nas propriedades térmicas, com exceção de um aumento na estabilidade térmica do compósito onde 1,1% v/v de alumina tratada foi incorporada a matriz de PEAD.

Com relação as propriedades mecânicas, o tratamento da alumina não provocou alterações no módulo de elasticidade, mas aumentou, em relação a alumina não tratada, a resistência a tração, o módulo de flexão e a resistência à flexão dos compósitos produzidos, entretanto, somente houve um aumento nas propriedades de flexão quando comparadas às do PEAD puro. Em relação à resistência ao impacto, o tratamento das cargas provocou uma redução dessa propriedade. O compósito que apresentou melhores propriedades, dentre os compósitos carregados com alumina, foi o PEAD/3,3%Al₂O₃t.

A utilização do agente compatibilizante não mostrou alterações significativas nas propriedades térmicas e mecânicas obtidas, embora, a análise morfológica dos compósitos com utilização do agente compatibilizante aparentemente mostrou que houve uma melhor interação entre a matriz e as cargas.

REFERÊNCIAS

- 1. KHANAM, P.N. et al. Processing and characterization of polyethylene-based composites. <u>Advanced manufacturing: Polymer& Composites Science</u>, v.1, n. 2, p. 63-79, 2015.
- 2. CULBERT, S. et al. Development and Characterization of Plastic Composites. <u>New</u> Jersey's Governor's School of Engineering and Technology, 27 jul. 2018.
- 3. POURIMAN, M. et al. Morphological and physicomechanical analysis of high-density polyethylene filled with Salago fiber. Journal of Applied Polymer Science, v. 135, n. 28:46479, mar. 2018.
- 4. AGRAWAL, A. et al. Thermal and dielectric behaviour of polypropylene composites reinforced with ceramic fillers. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, v. 26, n. 1, p 103-112, jan. 2015.
- BONELLI, C.M.C. et al. Comportamento Térmico, Mecânico e Morfológico de Compósitos de Polietileno de Alta Densidade Reciclado com Fibra de Piaçava. Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 15, n. 4, p. 256-260, 2005.
- PÉREZ, E. et al. A comparative study of the effect of different rigid fillers on the fracture and failure behavior of polypropylene based composites. <u>Composites: Part B</u>, v. 52, p. 72–83, 2013.
- SILVA, Raquel Muylaert Camargo da. <u>Desenvolvimento de compósitos híbridos de</u> polipropileno carregados com alumina e reforçados com fibra de vidro. 2018. 104 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia dos Materiais) – Instituto Politécnico do Rio de Janeiro, Universidade Estadual do Rio de Janeiro, Nova Friburgo, 2018.
- 8. KURUVILLA, J. et al. Effect of chemical treatment on the tensile properties of short sisal fibre-reinforced polyethylene composites. <u>Polymer</u>, vol. 37, n. 23, p. 5139-5149, 1996.
- MACEDO, Katharina Rodrigues Malafaia. <u>Compósitos híbridos de polipropileno</u> reciclado e entulho de obra micronizado. 2016. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Polímeros) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016.
- LINS, Sergio Augusto Barcellos. <u>Desenvolvimento de compósitos híbridos de polietileno</u> <u>carregados com alumina e reforçados com fibra de vidro</u>. 2017. 81 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia dos Materiais) – Instituto Politécnico do Rio de Janeiro, Universidade Estadual do Rio de Janeiro, Nova Friburgo, 2017.
- HUANG, R. et al. High density of polyethylene composites reinforced with hybrid inorganic fillers: morphology, mechanical and thermal expansion performance. <u>Materials</u>, v. 6, n. 9, p. 4122-4138, set. 2013.

- FAIZ, S. et al. Studies on thermal, mechanical, morphological and viscoelastic properties of polybenzimidazole fiber reinforced high density polyethylene composites. <u>Polymer</u> <u>Composites</u>, v. 37, n. 1, p. 1-9, jul. 2014.
- Glass fiber reinforced and high flame retardancy modified polyethylene composite material method. Patent CN1083849024A. nov. 2014. Disponível em: http://www.google.com/patents/CN103849023A?cl=en>. Acesso em: 15 maio 2018.
- ZHANG, S. et al. The effects of particle size and content on the thermal conductivity and mechanical properties of Al₂O₃/high density polyethylene (HDPE) composites. <u>Express</u> <u>Polymer Letters</u>, v. 5, n. 7, p. 581-590, jan. 2011.
- 15. JAWAID, M. et al. Cellulosic/synthetic fibre reinforced polymer hybrid composites: A review. <u>Carbohydrate Polymers</u>, v. 86, n. 1, p. 1-18, 2011.
- ATAGUR, M. Mechanical, thermal, and viscoelastic investigations on expanded perlite– filled high-density polyethylene composite. <u>Journal of Elastomers & Plastics</u>, v. XX, n. X, p. 1-15, mar. 2018.
- 17. GRISON, Karine. <u>Desenvolvimento, caracterização e avaliação das propriedades</u> <u>mecânicas, térmicas e morfológicas de compósitos de polietileno de alta densidade</u> <u>reforçados com pó de Pinus taeda e/ou alumina calcinada</u>. 2015. 68 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processos) - Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2015.
- MALUCELLI, G. et al. Effect of various alumina nano-fillers on the thermal and mechanical behavior of low-density polyethylene-Al₂O₃ composites. <u>Polymer</u> <u>International</u>, v. 59, n. 8, p. 1084-1089, ago. 2010.
- SCHACKELFORD, James F. <u>Ciência dos Materiais</u>. 6.ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2008. 556 p.
- 20. CALLISTER, William D. <u>Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução</u>. 8.ed. Rio de Janeiro: LTC- Livros Técnicos e Científicos Editora S A, 2012. 817 p.
- SILVA, CD. et al. Análise do Mecanismo de dano em compósitos híbridos, tipo sanduiche utilizando fibras naturais. <u>Anais do XVI Congresso Brasileiro de Engenharia e</u> <u>Ciência dos Materiais</u>. Porto Alegre, 2004.
- 22. PATEL, AK. et al. Processing and mechanical characterization of compression molded ultra high molecular weight polyethylene biocomposite reinforced with aluminum oxide. Journal of Nanoscience, Nanoengineering&Applications, v. 4, n. 3, p. 1-11, 2014.
- ARES, A. et al. Effects of silane functionalization of alumina whiskers on high-density polyethylene composites. <u>Journal of Composite Materials</u>, v. 48, n. 5, p. 3141-3151, 2014.
- 24. LI, G. et al. Mechanical and fracture properties of nano-Al₂O₃ alumina. Journal of Materials Science Letters, v. 15, p. 1713-1715, 1996.

- 25. LOPES, PE. et al. Influência das condições de processamento nas propriedades mecânicas de compósitos de polipropileno com fibras de vidro. <u>Polímeros: Ciência e Tecnologia</u>, v. 9, n. 1, p. 85-96, 1999.
- YUAN, Q. et al. High electrical conductivity and elastic modulus composites comprising glass-fiber reinforced carbon-filled high density polyethylene. Journal of Thermoplastic Composites Materials, v. 26, n. 1, p. 30-43, 2013.
- 27. ALWARDT, Tony Lynn. An investigation of recycled high density polyethylene reinforced by short glass fibers. 1994. 55 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia), Eastern Illinois University, Charleston, Illinois, 1994.
- GHASEMZADEH-BARVARZ, M. et al. Mechanical, water absorption, and aging properties of polypropylene/flax/glasses fiber hybrid composites. <u>Journal of Composites</u> <u>Materials</u>, v. 40, n. 30, p. 781-3798, 2015.
- 29. BAE, JH. et al. Fatigue strengths of particulate filler composites reinforced with fibers. Dental Mater J, v. 23, n. 3, p. 166-174, 2004.
- MARINUCCI, Gerson. <u>Materiais Compósitos Poliméricos</u>. 1.ed. São Paulo: Art Liber Editora, 2011. 333 p.
- 31. SHUBHRA, Q. et al. Mechanical properties of polypropylene composites: A review. Journal of Thermoplastic Composite Materials, v. 26, n. 3, p. 362–391, 2011.
- SPINACÉ, MAS. Poliolefinas Reforçadas com Fibras Vegetais Curtas: Sisal vs. Curauá. <u>Polímeros</u>, vol. 21, n. 3, p. 168-174, 2011.
- NEWELL, James A. <u>Fundamentos da Moderna Engenharia e Ciência dos Materiais</u>. 1.ed. Rio de Janeiro: Livro Técnicos e Científicos Editora Ltda., 2010. 316 p.
- 34. FREIRE, E. et al. Propriedades mecânicas de compósitos de polipropileno com fibras de vidro. <u>Polímeros: Ciência e Tecnologia</u>, v. 4, n. 3, p. 25-32, 1994.
- 35. ALAM, AKMM. et al. Preparation and characterization of natural silk-fiber reinforced polypropylene and synthetic E-glass fiber-reinforced polypropylene composites: a comparative study. Journal of Composite Materials, v. 45, n. 22, p. 2301-2308, 2011.
- 36. COUTINHO, FMB. et al. Polietileno: principais tipos, propriedades e aplicações. <u>Polímeros: Ciência e Tecnologia</u>, v. 13, n.1, p. 6-13, 2003.
- 37. SUN, J. et al. Effect of glass fibers on the mechanical and thermal conductivity properties of PP/Alumina Composites. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON MECHATRONICS, ELECTRONIC, INDUSTRIAL AND CONTROL ENGINEERING, 2015, Shenyang, China. Proceedings of the ... Shenyang, China, 2015.
- ZHAO, H. et al. Crystallization, Mechanical, and Fracture Behaviors of Spherical Alumina-Filled Polypropylene Nanocomposites. <u>Journal of Polymer Science Part B:</u> <u>Polymer Physics</u>, v. 43, n. 24, p.3652-3664, 2005.

- SILVA, G. D. A. et al. Effect of Alumina Ceramic Powder Dispersion on Mechanical Properties of Polypropylene Polymers. <u>Materials Science Forum</u>, v. 727-728, p. 1729-1733, 2012.
- 40. TRUONG, L. T. et al. Morphology of syndiotactic polypropylene/alumina nanocomposites. <u>Polymer</u>, v. 52, n. 4, p.1116-1123, 2011.
- 41. TRUONG, L. T. et al. Dispersibility of silane-functionalized alumina nanoparticles in syndiotactic polypropylene. <u>Surface and Interface Analysis</u>, v. 42, n. 6-7, p.1046- 1049, 2010.
- 42. MOSAVIAN, MTH. Influence of alumina particles on thermal behavior of high density poliethylene. <u>Polymer-Plastics Technology and Engineering</u>, v. 51, p. 214-219, 2012.
- PRADO, LASA. et al. Surface modification of alumine nanoparticles with silane coupling agents. <u>Journal of the Brazilian Chemical Society</u>, v. 21, n. 12, p. 2238-2245, 2010.
- 44. MWAIKAMBO, L. Y. et al. Kapok/cotton fabric- polypropylene composites. Polym <u>Test</u>, v. 19, p. 905–918, 2000.
- 45. YUANJIAN, T. et al. Hemp fiber reinforced unsaturated polyester composites. <u>Adv</u> <u>Mater Res</u>, v. 11-12, p. 521–524, 2006.
- PRACELLA, M. et al. Functionalization, compatibilization and properties of polypropylene composites with hemp fibres. <u>Compos Sci Technol</u>, v. 66, p. 2218–2230, 2006.
- SEUNG-HWAN, L. et al. Evaluation of interphase properties in a cellulose fiberreinforced polypropylene composite by nanoindentation and finite element analysis. <u>Compos Part A</u>, v. 38, n. 6, p. 1517–1524, 2007.
- 48. LJUNGBERG, N. et al. Nanocomposites of isotactic polypropylene reinforced with rodlike cellulose whiskers. <u>Polymer</u>, v. 47, n. 18, p. 6285–6292, 2006.
- 49. HAN-SEUNG, Y. et al. Properties of lignocellulosic material filled polypropylene biocomposites made with different manufacturing processes. <u>Polym Test</u>, v. 25, p. 668–676, 2006.
- 50. TARTAKOWSKI, Z. et al. Resistance of high-content polypropylene/wood composites to low-current arc discharges. <u>Polym Test</u>, v. 25, p. 342–346, 2006.
- 51. GEUM-HYUN, D. et al. Thermal behavior of liquefied wood polymer composites (LWPC). <u>Compos Struct</u>, v. 68, p. 103–108, 2005.
- 52. BORYSIAK, S. et al. Flammability of wood polypropylene composites. <u>Polym Degrad</u> <u>Stabil</u>, v. 91, p. 3339–3343, 2006.
- 53. THI-THU-LOAN, D. et al. Jute/polypropylene composites, I. Effect of matrix modification. <u>Compos Sci Technol</u>, v. 66, p. 952–963, 2006.

- RANAA, A. K. et al. Short jute fiber reinforced polypropylene composites: Effect of compatibiliser, impact modifier and fiber loading. <u>Compos Sci Technol</u>, v. 63, p. 801– 806, 2003.
- 55. VAN DE VELDE, K. et al. Effect of material and process parameters on the mechanical properties of unidirectional and multidirectional flax/polypropylene composites. <u>Compos</u> <u>Struct</u>, v. 62, p. 443–448, 2003.
- 56. JONN, A. F. et al. Enzyme-retted flax fiber and recycled polyethylene composites. J Polym Environ, v. 12, n. 3, p. 171–165, 2004.
- 57. ANGELOV, I. et al. Pultrusion of a flax/polypropylene yarn. <u>Compos Part A</u>, v. 38, n. 5, p. 1431–1438, 2007.
- 58. GRÍNIA, M. N. et al. Preparation and characterization of ethanol-treated silk fibroin dense membranes for biomaterials application using waste silk fibers as raw material. <u>Biores Technol</u>, v. 101, n. 21, p. 8446–8451, 2010.
- 59. FUNG, K. L. et al. An investigation on the processing of sisal fibre reinforced polypropylene composites. <u>Compos Sci Technol</u>, v. 63, p. 1255–1258, 2003.
- JOSEPH, P. V. et al. Effect of processing variables on the mechanical properties of sisal fiber-reinforced polypropylene composites. <u>Compos Sci Technol</u>, v. 59, p. 1625–1640, 1999.
- KIM, H. H. et al. Effect of Silane Coupling Agent on the Flexural Property of Glass Fiber Reinforced Composite. <u>Journal of Materials Science and Chemical Engineering</u>, v. 2, p. 38-42, 2014.
- 62. SILVA, Humberto Sartori Pompeo da. <u>Desenvolvimento de compósitos poliméricos com</u> <u>fibras de curauá e híbridos com fibras de vidro</u>. 2010. 72 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - UFRGS, Porto Alegre, 2010.
- 63. MESQUITA, Fábio Agnelli. <u>Modificação das propriedades do polietileno de alta densidade por diferentes condições de extrusão</u>. 2010. 96 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.
- 64. ROY, S. et al. Characterization of silane coated hollo sphere alumina-reinforced ultra high molecular weight polyethylene composite as a possible bone substitute material. <u>Bull. Mater. Sci.</u>, v. 25, n. 7, p. 609-612, 2002.
- 65. MURTY, MVS. et al. Influence of metallic additive on thermal degradation and liquefaction of high density polyethylene. <u>Polym. Deg. Stab.</u>, v. 61, p. 421-430, 1998.
- 66. CHEE CY. et al. Characterization of mechanical properties: Low- density polyethylene nanocomposite using nanoalumina particle as filler. Journal of Nanomaterials, p. 1-6, 2012.

- 67. XIE, Y. et al. Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review. <u>Composites: Part A</u>, v. 41, n. 7, p. 806–819, 2010.
- 68. BODHAK, S. et al. Friction and wear properties of novel HDPE-HAp-Al₂O₃ biocomposites against alumina counterface. J. Biomater Appl., v. 23, n. 5, p. 407-433, 2009.
- 69. GUPTA, A. et al. Compression molded ultra high molecular weight polyethylenehydroxiapatite- aluminun oxide -carbon nanotube for hard tissue replacements. Journal of <u>Materials Science& Technology</u>, v. 29, n. 6, p. 514-522, 2013.
- 70. FÉLIX, Afonso Henrique Oliveira. Compósitos de Polipropileno com Fibra de Vidro utilizando Viniltrietoxisilano como Agente de Adesão. 2002. 115 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2002.
- ALWARDT, Tony Lynn. An investigation of recycled high density polyethylene reinforced by short glass fibers. 1994. 55 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia), Eastern Illinois University, Charleston, Illinois, 1994.
- 72. GOMES TS. et al. Estudo das propriedades térmicas e mecânicas do compósito de fibra de vidro e PEAD pós consumo. in: Congresso Brasileiro de Química, Rio de Janeiro, 2008.
- 73. FÜLLGRABE, Stephan. Butt-Fusion of PE-GF. Disponível em: < https://www.krah.net/en/news/331-butt-fusion-of-glass-fiber-reinforced-polyethylenpipes-pe-gf >. Acesso em: 07 de abril de 2018.
- MANICKAM, R. et al. Comparison of jute fiber over glass fiber and carbon fiber reinforced plastic material composites used for civil structure. <u>IOJER</u>. v. 1, n. 1, p. 26-30, 2015.
- JAHAN, A. et al. Optical, electrical and thermal properties of juta and glass fiber reinforced LDPE composites. <u>International Journal of Basics and Applied Sciences</u>, v. 10, n. 3, p. 482-490, 2013.
- 76. LU, X. et al. Morphology and properties of bio-based poly (lactic acid)/high density polyethylene blends and their glass fiber reinforced composites. <u>Polymer Testing</u>, v. 54, p. 90-97, 2016.
- 77. ALMAÁDEED, MA. et al. Mechanical, morphological and thermal properties of LDPE/glass, MDPE/glass and HDPE/glass fibre reinforced composites. <u>Energy and environment</u>, 2012.
- 78. ORTEGA, Z. et al. Rotationally moulded natural fibre reinforced polyethyelene. Disponível em: < https://rotoworldmag.com/rotationally-moulded-natural-fibrereinforced-polyethylene >. Acesso em: 10 de maio de 2018.
- 79. ALKAN, U. et al. Effect of temperature and time on mechanical and electrical properties of HDPE/glass fiber composites. <u>Fibers and Polymers</u>, v. 14, n. 1, p. 115-120, 2013.

- 80. SUN, J. et al. Effect of glass fibers on the mechanical and thermal conductivity properties of PP/Alumina Composites. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON MECHATRONICS, ELECTRONIC, INDUSTRIAL AND CONTROL ENGINEERING, 2015, Shenyang, China. Proceedings of the ... Shenyang, China, 2015.
- 81. RIBEIRO DE OLIVEIRA, C. I. Nova Friburgo: Laboratório de Tecnologia de Polímeros, Instituto Politécnico do Rio de Janeiro, UERJ, 2018. Informação Verbal.
- COSTA, H.M. et al. Análise térmica e propriedades mecânicas de resíduos de polietileno de alta densidade (PEAD). <u>Polímeros</u>, jul. 2015.
- 83. JACOB, S. et al. Modification of Polypropylene/Glass Fiber Composites with Nanosilica. <u>Macromolecular Symposia</u>, v. 277, n. 1, p.138-143, 2009.
- 84. RASANA, N. et al. Polypropylene/short glass fiber/nanosilica hybrid composites: evaluation of morphology, mechanical, thermal, and transport properties. <u>Polymer Bulletin</u>, v. 75, n. 6, p.2587-2605, 2018.
- 85. HASSAN, A. et al. Extrusion and injection-molding of glass fiber/MAPP/polypropylene: effect of coupling agent on DSC, DMA, and mechanical properties. Journal of Reinforced Plastics and Composites, v. 30, n. 14, p. 1223-1232, 2011.
- LIN, JH. et al. Polypropylene/Short Glass Fibers Composites: Effects of Coupling Agents on Mechanical Properties, Thermal Behaviors, and Morphology. <u>Materials, Basel</u>, v. 8, n. 12, p.8279-8291, 2015.
- PEDRAZZOLI, D. et al. Hybridization of short glass fiber polypropylene composites with nanosilica and graphite nanoplatelets. Journal of Reinforced Plastics and <u>Composites</u>, v. 33, n. 18, p.1682-1695, 2014.
- ROUX, C. et al. Parameters regulating interfacial and mechanical properties of short glass fiber reinforced polypropylene. <u>Journal of Applied Polymer Science</u>, v. 78, n. 12, p. 2047-2060, 2018.
- STRELLER, RC. et al. Isotactic Poly(propylene) Nanocomposites Based upon Boehmite Nanofillers. <u>Macromol. Mater. Eng.</u>, v. 293, p. 218–227, 2008.
- ORELLANA, F. et al. Synthesis and Characterization of Polypropylene-Silica, Alumina and Titania Nanoparticles, Prepared by Melting. <u>Journal of the Chilean Chemical Society</u>, v. 59, n. 1, p.2389-2393, 2014.
- 91. ZEBARJAD, S. et al. Investigation of Deformation Mechanism in Polypropylene/Glass Fiber Composite. Journal of Applied Polymer Science, v. 87, n. 13, p. 2171-2176, 2003.
- 92. MAJID, R.A. et al. Effects of PE-g-MA on Tensile Properties, Morphology and Water Absorption of LDPE/Thermoplastic Sago Starch Blends. <u>Polymer-Plastics Technology</u> <u>and Engineering</u>, n. 48, p. 919–924, 2009.

- 93. EIRAS, D. et al. Mechanical Properties of Polypropylene/Calcium Carbonate Nanocomposites. <u>Materials Research</u>, v. 12, n. 4, p. 517-522, 2009.
- PLENTZ, RS. et al. Effect of a Macromolecular Coupling Agent on the Properties of Aluminum Hydroxide/PP Composites. Journal of Applied Polymer Science, v. 101, p. 1799–1805, 2006.
- 95. RAO, VS. et al. Combined effect of nanoclay and alumina addition on structure, TGA, DMA characteristics of nanoclay, and alumina-filled polypropylene nanocomposites. <u>Journal of Thermoplastic Composite Materials</u>, v. 25, n. 7, p.851-863, 2012.
- 96. KARSLI, NG. et al. Effect of hybrid carbon nanotube/short glass fiber reinforcement on the properties of polypropylene composites. <u>Composites Part B</u>, v. 63, p. 154-160, 2014.
- XIE, H. et al. An efficient way to improve the mechanical properties of polypropylene/short glass fiber composites. <u>Journal of Applied Polymer Science</u>, v. 96, n. 4, p. 1414-1420, 2005.
- 98. BIKIARIS, D. et al. Use of silane agents and poly(propylene □g□maleic anhydride) copolymer as adhesion promoters in glass fiber/polypropylene composites. Journal of Applied Polymer Science, v. 81, n. 3, p. 701-709, 2001.
- AKIL, H. Md. et al. Effect of Various Coupling Agents on Properties of Alumina-filled PP Composites. <u>Journal of Reinforced Plastics and Composites</u>, v. 25, n. 7, p. 745-759, 2006.
- MAI, K. et al. Mechanical Properties and Fracture Morphology of Al (OH)₃/Polypropylene Composites Modified by PP Grafting with Acrylic Acid. <u>Journal of</u> <u>Applied Polymer Science</u>, v. 80, p. 2617–2623, 2001.
- ZHANG, S. et al. Effect of Al₂O₃ Fibers on the Thermal Conductivity and Mechanical Properties of High-Density Polyethylene with the Absence and Presence of Compatibilizer. Journal of Applied Polymer Science, v. 124, n. 6, p. 4874-4881, 2012.

	Gangzahl S number of threads p nombre de lobes p numero di principi p número de filetes p aantal windingen w antal växlax s	chneckensteigung itch as asso coclea aso del husillo vormsteek kruvstigning	Elementlänge length of element longueur des elements lunghezza segmental longitud del element lengte element skruvelementlängd	X - Nut L= rücktördemd L= back-conveying L= contre- flux L= transporto sinistrorso L= transporte en sentido contrario L= afvoerend L= atertransporterande
G= gleichlauf G= co-rotating G= corotating G= rotazione concord G= paralelo G= gellijkloop G= parallellkörning	F= fördernd F= conveying F= transport F= di transporto F= transporte F= transporterend F= transporterend	A= auskämmend A= free-meshing A= entgrenant A= pettinante A= engranado A= uitkammend A= inskärning	F= freigeschritten F= freely cut F= gros volume F= spogliata F= no gulado F= vrigesneden F= friskuren	M- Mischelemente M- mixing element M- élément de mélangeage M- elemento di mescolazione M- elemento mezclador M- mengelement M- blandningselement
	ANNUAL F			
KB	X - X -	XXX	- XX -	XX
Knetblock Knetblock kneading block bloc de pétrissage blocco impastatore bloque de amasado kneedklock knadblock	X - X - Gangzahl number of threads nombre de lobes numero di principi número de filetes santal windingen antal växlax	Elementlänge length of element longueur des elemen lunghezza segmen longitud del element lengte element skruvelementlängd	 XXX - Verdrehwinkel der er twisting angle of the angle deorientatin d angolo di stalsamen ángulo de torsion de verdraaiingshoek va de enskilda knadseg 	inzelnen Knetsegmente individual kneeding segments es elements de pétrissage to dei singoli segmenti impastatori e los distintos segmentos de amasado n de afzondertijke kneedsegmenten gmentens torsionsvinkei

Figura 32 - Designação dos elementos do parafuso da extrusora de rosca dupla

Fonte: LEISTRITZ., [s.d.].



Fonte: LEISTRITZ., [s.d.].

APÊNDICE - Curvas de DSC das amostras de relevância



Figura 34 - Curvas de DSC do PEAD puro com irganox



Figura 35 - Curvas de DSC do PEAD puro com óleo de uva

Fonte: O Autor, 2018.



Figura 36 - Curvas de DSC do compósito PEAD/2,4%FVnt

Fonte: O Autor, 2018.



Figura 37 - Curvas de DSC do compósito PEAD/9,8%FVnt

Fonte: O Autor, 2018.



Figura 38 - Curvas de DSC do compósito PEAD/3,8%FVt

Fonte: O Autor, 2018.



Figura 39 - Curvas de DSC do compósito PEAD/5,3%FVt

Fonte: O Autor, 2018.



Figura 40 - Curvas de DSC do compósito PEAD/1,1%Al₂O₃t

Fonte: O Autor, 2018.



Figura 41 - Curvas de DSC do compósito PEAD/3,3%Al₂O₃t

Fonte: O Autor, 2018.



Figura 42 - Curvas de DSC do compósito PEAD/1,2%Al2O3nt/2%MA

Fonte: O Autor, 2018.



Figura 43 - Curvas de DSC do compósito PEAD/2,6%Al₂O₃nt/2%MA

Fonte: O Autor, 2018.



Figura 44 - Curvas de DSC do compósito PEAD/3,2%Al₂O₃nt/2%MA

Fonte: O Autor, 2018.