

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA E MATERIAIS

TATIANE APARECIDA GRASSI SENDERSKI

**EFEITO DO AGENTE COMPATIBILIZANTE PE-G-MAH EM BLENDAS  
POLIMÉRICAS HÍBRIDAS LSZH/HDPE**

DISSERTAÇÃO

Curitiba  
2016

TATIANE APARECIDA GRASSI SENDERSKI

**EFEITO DO AGENTE COMPATIBILIZANTE PE-G-MAH EM BLENDAS  
POLIMÉRICAS HÍBRIDAS LSZH/HDPE**

Dissertação apresentada como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Materiais do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Área de concentração: Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Elaine de Azevedo

Curitiba

2016

**TERMO DE APROVAÇÃO**  
TATIANE APARECIDA GRASSI SENDERSKI

**EFEITO DO AGENTE COMPATIBILIZANTE PE-G-MAH EM BLENDAS  
POLIMÉRICAS HÍBRIDAS LSZH/HDPE**

Esta Dissertação de Mestrado foi julgada como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração em Engenharia de Materiais, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais.

---

Prof. Dr. Paulo César Borges  
Coordenador do Programa

**Banca Examinadora**

---

Prof<sup>a</sup>. Elaine de Azevedo, Dr<sup>a</sup>  
UTFPR – Orientadora

---

Prof. Carlos Mauricio Lepiensi, Dr.  
PUC-PR

---

Prof. Neri Volpato, PhD  
UTFPR

---

Prof. Ricardo Fernandes da Silva, Dr.  
UTFPR

Curitiba, 15 de dezembro de 2016

Dedico este trabalho ao meu marido  
Ricardo Grassi Dias, por todo amor,  
carinho, incentivo e apoio.

## **AGRADECIMENTOS**

À Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Elaine Azevedo, pela orientação, e por ter disponibilizado seu tempo por vários domingos para me auxiliar.

Aos meus familiares, pelo amor, apoio e paciência.

Ao Prof. Dr. Leonardo Bresciani Canto da UFSCar, por estar sempre disposto a ajudar.

Ao Prof. Dr. Neri Volpato e ao Prof. Dr. Walmor Godoi, por terem participado da minha banca de qualificação e contribuído de maneira bastante significativa no andamento do trabalho.

A todos do Laboratório de Polímeros e Compósitos da UTFPR, em especial aos colegas Richard Molleken e Caroline Rodrigues.

A todos os professores e alunos do PPGEM, em particular ao João Victor Vieira, por ter se disponibilizado a ajudar com a fabricação das amostras.

A Furukawa Industrial S.A., pela oportunidade de ter realizado o trabalho de mestrado com o uso dos recursos da empresa.

À chefe do Departamento de Materiais da Furukawa Raquel Maia de Andrade, por ter aceito que meu trabalho na Furukawa tivesse horários diferenciados para possibilitar minha presença nas aulas.

Ao laboratorista Mário Aparecido de Mello, pelo auxílio com os ensaios laboratoriais por várias sextas-feiras depois do expediente.

Ao técnico do laboratório do Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais da UTFPR, Alexandre Jose Gonçalves, pelas micrografias em MEV.

À CAPES, ao CNPq e à Fundação Araucária, pelo apoio financeiro aos laboratórios envolvidos.

A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho.

## RESUMO

Senderski, Tatiane. Efeito do agente compatibilizante PE-g-MAH em blenda polimérica híbrida LSZH/HDPE. 2016. 82 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2016.

Este trabalho apresenta um estudo sobre o efeito do agente compatibilizante de anidrido maleico (PE-g-MAH) nas propriedades da blenda polimérica híbrida contendo o composto *low smoke zero halogen* e polietileno de alta densidade (LSZH/HDPE), visando a obtenção de um material adequado para uso em cruzetas separadoras de cabos de telecomunicações. Os requisitos exigidos a esta função são capacidade de isolamento elétrico, para evitar que os campos magnéticos gerados pelos pares condutores causem interferência na transmissão de dados dos pares adjacentes, e resistência à flamabilidade, devido à crescente preocupação sobre os riscos à saúde e ambientais no caso de incêndios. Os compostos LSZH são utilizados na fabricação de cabos por serem materiais resistentes à chama e livres de halogênios, porém não detém capacidade de isolamento elétrico. O HDPE é um material dielétrico, mas não possui a resistência à flamabilidade. O PE-g-MAH é um agente compatibilizante que melhora a resistência a flamabilidade de blendas poliméricas híbridas pelo aumento da dispersão das cargas antichama. A blenda LSZH/HDPE foi analisada com a adição de diferentes proporções de compatibilizante com o objetivo de se obter a proporção que apresenta propriedades mais adequadas à aplicação em cruzetas separadoras. Foram fabricadas amostras contendo 75% de LSZH-A (índice de oxigênio 33 %) com aplicação de 8%, 10% e 12% de PE-g-MAH, e amostras contendo 75% do LSZH-B (índice de oxigênio 37 %) com a aplicação de 10% e 12 % de PE-g-MAH em blendas. Observou-se que a adição do compatibilizante aumenta a dispersão das cargas antichama, melhora a resistência a flamabilidade e diminui a capacidade de isolamento elétrico da blenda. A proporção 75/13/12 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH apresentou as propriedades mais apropriada para emprego em cruzetas separadoras, com índice de oxigênio de 33,6%, constante dielétrica em 1 MHz de 3,06, resistividade volumétrica de  $3,05 \cdot 10^{15}$  Ohm.cm, resistência a tração de 14,47 MPa e alongamento a ruptura de 412 %.

**Palavras-chave:** blendas híbridas, compatibilizante, anidrido maleico.

## ABSTRACT

Senderski, Tatiane. Effect of PE-g-MAH compatibilizing on the properties of the hybrid polymeric blend LSZH/HDPE. 2016. 82 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2016.

This paper presents a study on the effect of the compatibilizing PE-g-MAH on the properties of the hybrid polymer blends of low smoke zero halogen and high density polyethylene LSZH / HDPE, aiming at obtaining a suitable material for use in cross web of telecommunication cables. The requirements for this function are electrical insulation capability, to avoid electromagnetic interference between the conductor pair's constituent of the cable, and resistance to flammability, due to the growing concern about the health and environmental risks in the event of fires. LSZH compounds are used in the manufacture of cables because they are flame-resistant and halogen-free materials, but have no electrical insulation capacity. HDPE is a dielectric material, but it lacks the flammability resistance. PE-g-MAH is a compatibilizing that improves the flammability resistance of hybrid polymer blends by increasing the dispersion of the flame retardant loads. The LSZH / HDPE blend was analyzed with the addition of different proportions of PE-g-MAH in order to obtain the proportion that presents properties more suitable for the application in cross web. Samples containing 8%, 10% and 12% PE-g-MAH were prepared in blends containing 75% LSZH-A (LOI 33 %) and 10% and 12% PE-g-MAH samples in blends containing 75% of LSZH- B (LOI 37 %). It was observed that the addition of PE-g-MAH increases the dispersion of the flame-retardants, improves the flammability resistance and decreases the electrical insulation capacity of the blender. The ratio 75/13/12 LSZH-B / HDPE / PE-g-MAH presented the most suitable properties for use in cross web, with oxygen index of 33.6%, dielectric constant at 1 MHz of 3.06, resistivity 3.05.10<sup>15</sup> Ohm.cm, tensile strength of 14.47 MPa and elongation at break of 412%.

**Keywords:** hybrid blends, compatibilizer, maleic anhydride.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Elementos do cabo categoria 6.....	14
Figura 2 - Mecanismo do processo de coalescência.....	21
Figura 3 - Compatibilização de <i>cargas</i> em blenda polimérica híbrida .....	22
Figura 4 - Esquema representativo de possíveis morfologias em blendas poliméricas .....	23
Figura 5 - Possíveis morfologias de blendas poliméricas contendo cargas: a) cargas na fase dispersa, b) cargas na interfase entre polímeros, c) cargas na fase contínua .....	24
Figura 6 - Esquema simplificado de extrusora: a) alimentação, b) rosca e canhão e c) cabeçote e matriz .....	26
Figura 7 - Esquema ilustrativo da composição do LSZH.....	27
Figura 8 - Representação da molécula de HDPE.....	28
Figura 9 - Desenho esquemático de carga inorgânica compatibilizada com PE-g-MAH .....	29
Figura 10 - Estrutura molecular do compatibilizante PE-g-MAH .....	29
Figura 11- Fluxograma de atividades .....	36
Figura 12 - Prensa marca Shoji, modelo 3 stages, utilizada na preparação dos corpos de prova.....	39
Figura 13 – Unidade de flamabilidade Station Red Croft – modelo MM34 C2 .....	40
Figura 14 – Capacímetro Indutímetro Agilent, modelo 4285A.....	41
Figura 15 – Impedanciometro HP, modelo 4339B.....	42
Figura 16 – Máquina de ensaios universal Schopper, modelo C1T5T .....	42
Figura 17 - Equipamento de calorimetria diferencial exploratoria.....	43
Figura 18 – Microscópio eletrônico de varredura .....	44
Figura 19 - Amostras das blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH: a) Blenda 0; b) Blenda 1; c) Blenda 2; d) Blenda 3; e) Blenda 4; f) Blenda 5.....	45
Figura 20 – Superfície da Blenda 04 .....	46
Figura 21 – Resultados de índice de oxigênio em função da concentração de PE-g-MAH .....	48

Figura 22 - Formação de cinzas das blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH: a) Blenda 0; b) Blenda 1; c) Blenda 2; d) Blenda 3; e) Blenda 4; f) Blenda 5.....	50
Figura 23 – Resultados de constante dielétrica a 1 MHz em função das diferentes proporções do compatibilizante PE-g-MAH.....	52
Figura 24 – Gráfico de resultados de resistividade volumétrica pela concentração de compatibilizante PE-g-MAH.....	55
Figura 25 – Gráfico de resultados de resistência a tração para diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH.....	58
Figura 26 - Micrografia em MEV da Blenda 0 apresentando pontos de alongamento da matriz polimérica .....	62
Figura 27 – Micrografia em MEV da Blenda 1 apresentando pontos de alongamento da matriz polimérica .....	63
Figura 28 - Micrografia em MEV da Blenda 2 apresentando pontos de alongamento da matriz polimérica .....	63
Figura 29 - Micrografia em MEV da Blenda 3 apresentando pontos de alongamento da matriz polimérica .....	64
Figura 30 - Micrografia em MEV da Blenda 4 apresentando pontos de alongamento da matriz polimérica .....	64
Figura 31 - Micrografia em MEV da Blenda 5 apresentando pontos de alongamento da matriz polimérica .....	65
Figura 32 - Micrografia em MEV da Blenda 0 apresentando aglomerados de cargas na matriz polimérica .....	67
<i>Figura 33 - Micrografia em MEV da Blenda 1 apresentando aglomerados de cargas na matriz polimérica .....</i>	<i>68</i>
<i>Figura 34 - Micrografia em MEV da Blenda 2 apresentando aglomerados de cargas na matriz polimérica .....</i>	<i>68</i>
<i>Figura 35 - Micrografia em MEV da Blenda 3 apresentando aglomerados de cargas na matriz polimérica .....</i>	<i>69</i>
<i>Figura 36 - Micrografia em MEV da Blenda 4 apresentando aglomerados de cargas na matriz polimérica .....</i>	<i>69</i>
<i>Figura 37 - Micrografia em MEV da Blenda 5 apresentando aglomerados de cargas na matriz polimérica .....</i>	<i>70</i>

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades antichama e dielétricas de diferentes blendas LSZH/HDPE .....	31
Tabela 2 - Requisitos para cruzetas separadoras de cabos categoria 6 .....	32
Tabela 3 - Propriedades dos compostos LSZH .....	37
Tabela 4 - Propriedades do HDPE .....	37
Tabela 5 - Propriedades do compatibilizante .....	38
Tabela 6 - Proporções das blendas LSZH/HDPE/PE-g-MAH .....	39
Tabela 7 - Índice de oxigênio para as blendas LSZH/HDPE com diferentes concentrações de PE-g-MAH e valor de referência .....	47
Tabela 8 – Resultados de índice de oxigênio para diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH .....	47
Tabela 9 – Resultados de constante dielétrica a 1 MHz para as diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH .....	51
Tabela 10 – Resultados da análise de variância: Correlação entre constante dielétrica a 1 MHz e concentração de compatibilizante .....	52
Tabela 11 – Resultados de resistividade volumétrica para diferentes proporções do compatibilizante PE-g-MAH .....	54
Tabela 12 – Resultados da análise de variância: Correlação entre resistividade volumétrica e concentração de compatibilizante .....	55
Tabela 13 – Resultados de resistência a tração e alongamento a ruptura para diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH .....	56
Tabela 14 – Resultados da análise de variância: Correlação entre resistência a tração e concentração de compatibilizante .....	57
Tabela 15 – Resultado da análise de variância: Correlação entre alongamento e concentração de compatibilizante .....	59
Tabela 16 - Pontos de amolecimento das blendas LSZH HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH (°C) .....	61
Tabela 17- Comparativo sobre a forma de ruptura das blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH .....	66
Tabela 18 - Comentários sobre aspecto das blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH .....	71

Tabela 19 - Comparativo propriedades das blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH.....	74
--	----

## LISTA DE SIGLAS

AR	Alongamento à ruptura
ATH	Alumina tri-hidratada
CPR	Regulamentação de construção de produtos ( <i>construction products regulation</i> )
DSC	Calorimetria diferencial exploratória ( <i>differential scanning calorimetry</i> )
EVA	Acetato de vinila ( <i>ethylene-vinyl acetate</i> )
HDPE	Polietileno de alta densidade ( <i>high density polyethylene</i> )
LDPE	Polietileno de baixa densidade ( <i>low density polyethylene</i> )
LSZH	Sem halogênios e baixa emissão de fumaça ( <i>low smoke zero halogen</i> )
MDH	Di-hidróxido de magnésio ( <i>magnesium dihydroxides</i> )
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
Mw	Peso molecular ( <i>molecular weight</i> )
PC	Polycarbonato
PE-g-MAH	Polietileno funcionalizado com anidrido maleico ( <i>polyethylene-grafted maleic anhydride</i> )
PMMA	Polimetilmetacrilato
PP	Polipropileno
PVA	Poliacetato de vinila
PVP	Polivinilpirrolidona
RoHS	Restrição de substâncias perigosas ( <i>restriction of hazardous substances</i> )
RT	Resistência à tração
RV	Resistividade volumétrica
SiO <sub>2</sub>	Dióxido de silício

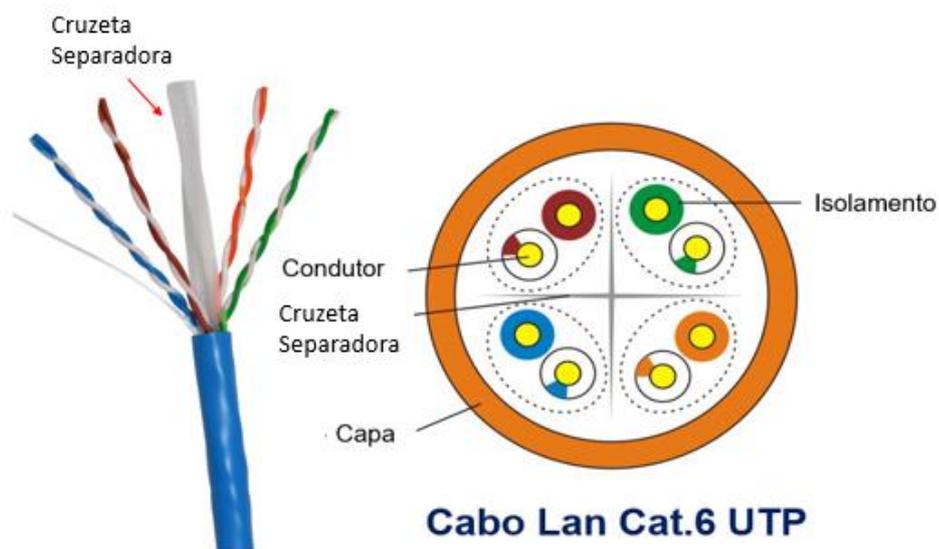
## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>14</b>
1.1 IDENTIFICAÇÃO DA OPORTUNIDADE DE PESQUISA .....	16
1.2 OBJETIVO GERAL.....	16
1.3 JUSTIFICATIVA .....	17
1.4 ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO .....	17
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>19</b>
2.1 BLENDA POLIMÉRICAS .....	19
2.1.1 Miscibilidade e compatibilidade .....	19
2.1.2 Separação de fases.....	20
2.1.3 Blandas poliméricas híbridas.....	22
2.1.4 Morfologia.....	23
2.1.5 Compatibilização .....	24
2.1.6 Método de mistura.....	25
2.2 BLENDA LSZH/HDPE/PE-g-MAH .....	26
2.2.1 LSZH.. .....	26
2.2.2 HDPE.....	27
2.2.3 PE-g-MAH .....	28
2.2.4 Aplicação .....	29
2.3 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO.....	32
2.3.1 Resistência à flamabilidade .....	32
2.3.2 Propriedades dielétricas .....	33
2.3.3 Propriedades mecânicas .....	34
2.3.4 Análise morfológica .....	35
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>36</b>
3.1 FLUXOGRAMA DE ATIVIDADES .....	36
3.2 MATERIAIS .....	37
3.3 CONFECÇÃO DAS AMOSTRAS .....	38
3.4 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO.....	40
3.4.1 Índice de oxigênio.....	40
3.4.2 Constante dielétrica .....	41
3.4.3 Resistividade volumétrica .....	41
3.4.4 Resistência a tração e alongamento à ruptura .....	42
3.4.5 Calorimetria diferencial exploratória .....	43

3.4.6 Microscopia eletrônica de varredura.....	43
3.4.7 Análise estatística.....	44
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>	<b>45</b>
4.1 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS .....	45
4.2 ÍNDICE DE OXIGÊNIO .....	46
4.3 CONSTANTE DIELETRICA .....	51
4.4 RESISTIVIDADE VOLUMÉTRICA .....	53
4.5 RESISTÊNCIA A TRAÇÃO E ALONGAMENTO À RUPTURA.....	56
4.6 CALORIMETRIA DIFERENCIAL EXPLORATÓRIA .....	60
4.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	61
4.8 CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	72
<b>5 CONCLUSÕES .....</b>	<b>75</b>
<b>6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>77</b>
<b>7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>78</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Cabos eletrônicos categoria 6 são utilizados para transmissão de dados, imagens e voz, com frequências de até 250 MHz. Esta frequência de transmissão pode causar interferência eletromagnética entre os pares condutores, devido ao campo magnético gerado durante a transmissão de dados, e prejudicar o fluxo de informações. Uma das medidas adotadas para evitar esta interferência entre os pares condutores é distanciá-los com uma cruzeta separadora fabricada com material polimérico (MOHAWK, 2005). A Figura 1 apresenta um esquema representativo da estrutura dos cabos categoria 6.



**Figura 1 - Elementos do cabo categoria 6**  
**Fonte: Mohawk (2005).**

O material da cruzeta precisa ter propriedades de isolamento elétrico, para evitar que os campos magnéticos gerados pelos pares condutores causem interferência na transmissão de dados nos pares adjacentes. Também precisa ter resistência à flamabilidade, devido à crescente preocupação com os riscos promovidos pelos cabos em casos de incêndio. Os cabos sem resistência à flamabilidade podem ser os responsáveis pela propagação do fogo para diferentes ambientes e andares em um imóvel (FURUKAWA, 2015).

Os polímeros disponíveis para uso em cruzetas separadoras possuem aditivos antichama halogenados, na maioria bromados ou clorados, sendo o mais utilizado o ndecabromodifenila. Estes aditivos geram gases ácidos durante o processo de combustão, que são tóxicos e corrosivos (RODA, 2014).

Os compostos poliméricos contendo retardantes à chama a base de halogênios estão sendo restringidos por diretivas ambientais, como é o caso da diretiva RoHS (*Rescriptions of Hazardous Substances*) que restringe o uso de halogenados e outras substâncias perigosas (RoHS GUIDE, 2006).

A partir de julho de 2017, entrará em vigor a regulamentação CPR (Constructions Products Regulation), que tornará obrigatório na Europa o uso de materiais antichama não halogenados e com baixa emissão de fumaça no cabeamento de qualquer construção civil, o que deixará ainda mais restrito o uso de materiais antichama halogenados (COMISSÃO EUROPEIA, 2011).

Os aditivos antichama não halogenados podem ser a base de alumina tri-hidratada, hidróxido de magnésio e cianurato de melamina, e promovem retardo da chama por possuírem reação de decomposição endotérmica e com liberação de água (RODA, 2014).

Os compostos *Low Smoke Zero Halogen* (LSZH) são utilizados na fabricação de cabos por serem materiais resistentes à chama e livres de halogênios. São formados por uma blenda de acetato de vinila (EVA) e polietileno de baixa densidade (LDPE), compatibilizada com cerca de 60% de carga antichama à base de alumina ou hidróxido de magnésio. Estes compostos possuem resistência à flamabilidade adequada à fabricação de cruzetas separadoras, porém não detém capacidade de isolamento elétrico adequada para a aplicação (FURUKAWA, 2014).

O polietileno de alta densidade (HDPE) é um material dielétrico, mas não possui resistência a flamabilidade (COUTINHO; MELLO, 2003).

Em 2013, a empresa fabricante de cabos Furukawa Industrial S.A. avaliou a possibilidade de uso de uma blenda de LSZH/HDPE em cruzetas separadoras dos cabos categoria 6. Verificou-se que as cargas antichama presentes no LSZH melhoram a resistência à flamabilidade, mas prejudicam a capacidade de isolamento elétrico. O melhor resultado obtido neste estudo foi a blenda 75/25 LSZH-A/HDPE, que apresentou índice de oxigênio de 28% e constante dielétrica de 2,83 a 1 MHz, sendo que o adequado para a utilização em cruzetas separadores é índice de oxigênio mínimo 30% e constante dielétrica máxima 3,0 a 1 MHz (FURUKAWA, 2014).

A aplicação de compatibilizantes melhora a resistência a flamabilidade de blendas poliméricas híbridas pelo aumento da dispersão das cargas antichama (TAQUET, 2014).

O polietileno funcionalizado com anidrido maleico (PE-g-MAH) é um compatibilizante de cargas utilizado na fabricação de blendas poliméricas híbridas e pode melhorar a resistência à flamabilidade pelo aumento da dispersão e sinergia das cargas com os polímeros (LI, 2003). Optou-se em estudar o efeito do PE-g-MAH nas propriedades de isolamento elétrico e antichama da blenda 75/25 LSZH/HDPE, visando o desenvolvimento de um material para uso na fabricação de cruzetas separadoras de cabos categoria 6.

## 1.1 IDENTIFICAÇÃO DA OPORTUNIDADE DE PESQUISA

O estudo de materiais antichama, sem halogênios, com baixa emissão de fumaça e capacidade de isolamento elétrico apresenta-se como uma necessidade devido a crescente preocupação com o uso de materiais antichama halogenados, os quais formam gases ácidos no processo de combustão. Os compostos antichama não halogenados disponíveis para fabricação de cabos, os LSZHs, não possuem capacidade de isolamento elétrico adequada à aplicação, impossibilitando o uso em cruzetas separadoras.

## 1.2 Objetivos

Analisar o efeito do compatibilizante PE-g-MAH nas propriedades mecânicas, dielétricas e antichama da blenda polimérica híbrida LSZH/HDPE, visando o desenvolvimento de um material com propriedades adequadas ao uso em cruzeta separadora de cabos metálicos para telecomunicação, seguindo as seguintes etapas:

- Obtenção de blendas LSZH/HDPE contendo diferentes proporções do compatibilizante PE-g-MAH;

- Análise da influência do compatibilizante PE-g-MAH sobre o índice de oxigênio, constante dielétrica e resistividade volumétrica e propriedades mecânicas da blenda LSZH/HDPE;
- Análise da influência do compatibilizante PE-g-MAH sobre a morfologia da blenda LSZH/HDPE, utilizando ensaios em MEV e DSC.

### 1.3 Justificativa

Os polímeros disponíveis para uso em cruzetas separadoras possuem aditivos antichama halogenados, que liberam gases ácidos tóxicos e corrosivos durante o processo de combustão. Os aditivos antichama a base de bromo, que são os mais comuns entre os aplicados na indústria de eletro-eletrônicos, causam diversos efeitos na saúde humana, como desordens hormonais, nervosas e reprodutivas. Ao serem descartados em ambientes abertos ou próximos a córregos, são responsáveis pela contaminação do solo e da água, retornando ao homem e causando impactos ambientais (LINHARES, 2012).

A blenda LSZH/HDPE/PE-g-MAH pode ser uma alternativa de material antichama, não halogenado e com baixa emissão de fumaça para fabricação de cruzetas separadoras. A adição de PE-g-MAH tem a função de aumentar a dispersão das cargas antichama na matriz polimérica. O estudo do efeito do compatibilizante PE-g-MAH visa definir a proporção de PE-g-MAH que causa a dispersão mais adequada de cargas, de modo a melhorar a resistência a flamabilidade sem prejudicar a capacidade isolamento elétrico da blenda.

### 1.4 ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO

No capítulo 2 são apresentados os conceitos envolvendo blendas poliméricas híbridas e uso de compatibilizantes. No Capítulo 3 são apresentados os materiais e métodos utilizados na obtenção e caracterização das blendas híbridas. No capítulo 4

são apresentados os resultados e discussões. No capítulo 5 são colocadas as conclusões e no capítulo 6 sugestões para trabalhos futuros.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo, serão apresentados os conceitos básicos envolvendo blendas poliméricas híbridas, a utilização de compatibilizantes, a blenda LSZH/HPDE e os ensaios necessários para caracterizá-la.

### 2.1 BLENDA POLIMÉRICAS

Blenda polimérica é a mistura física de dois ou mais polímeros e/ou copolímeros, sem que haja elevado grau de reação química entre eles. Por definição, a concentração dos componentes deve ser superior a 2% em massa (UTRACKI, 1990).

As blendas poliméricas apresentam-se como uma possível tecnologia para a produção de uma grande variedade de sistemas poliméricos, pois permitem a combinação das propriedades de cada componente da mistura, resultando em materiais com características não encontradas em um único polímero (NEWMAN, 1978).

#### 2.1.1 Miscibilidade e compatibilidade

Blendas poliméricas podem ser classificadas como miscíveis, parcialmente miscíveis ou imiscíveis (PAOLI, 2009).

- Blenda miscível é aquela na qual os componentes são capazes de formar uma única fase. Elas apresentam uma única temperatura de transição vítrea.
- Blendas parcialmente miscíveis apresentam solubilização parcial de um componente no outro e, conseqüentemente, formação de duas fases. Dois pontos de amolecimento ( $T_m$ ) podem ser verificados.

- Blenda imiscível não apresenta nenhuma solubilização entre os componentes, formando-se duas fases bem distintas, apresentando dois ou mais pontos de amolecimento.

Uma blenda não precisa ser completamente miscível para que seja possível o seu uso. Mesmo quando existe miscibilidade parcial ou até imiscibilidade, pode ocorrer certo grau de compatibilidade entre as fases que possibilita a formação de blendas estáveis para uso. Com isso, as blendas também podem ser classificadas de acordo com o seu grau de compatibilidade, podendo ser compatível, semi-compatível ou incompatível (GARBIM, 2003).

- As blendas compatíveis são aquelas em que ocorre uma boa interação molecular entre os componentes, a qual permite que o material se comporte de modo homogêneo em toda a sua extensão (PAOLI, 2009).
- Nas blendas com semi-incompatibilidade, ocorre interação incompleta entre seus componentes (GARBIM, 2003).
- As blendas que apresentam total incompatibilidade, não ocorre interação entre os materiais, percebe-se a presença de duas fases e propriedades não-homogêneas em sua extensão. Neste caso, podem ser utilizados compatibilizantes para melhorar a interação e a dispersão entre as fases. Isso torna a blenda mais estável e com propriedades homogêneas (GARBIM, 2003).

O que define uma blenda compatível é a similaridade entre os componentes. Quanto mais parecidas forem a estrutura, o peso molecular e a polaridade dos materiais utilizados, melhor será a compatibilidade entre eles. No caso de existir pouca ou nenhuma similaridade, pode ocorrer separação de fases após a mistura dos dois polímeros (GARBIM, 2003).

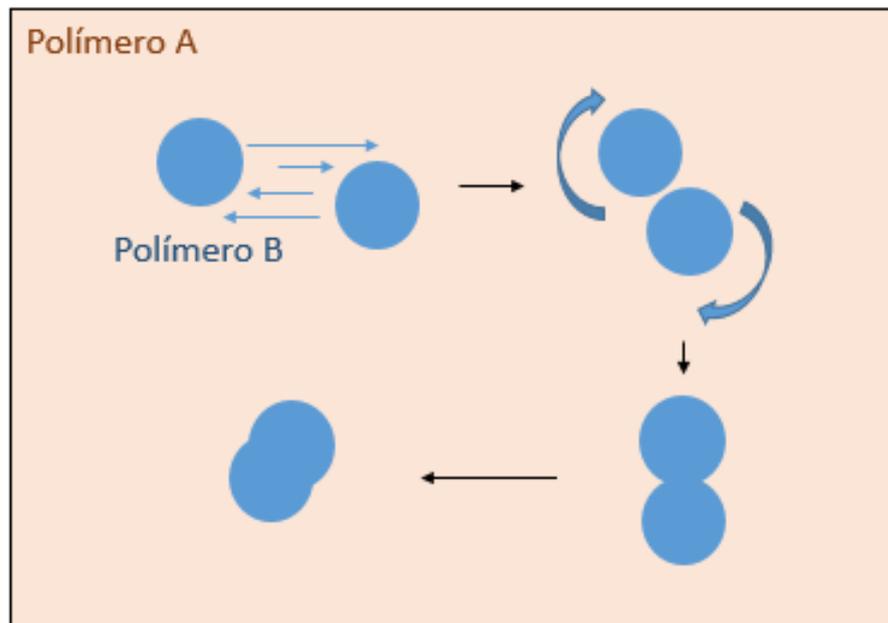
### 2.1.2 Separação de fases

A separação de fases em blendas poliméricas pode ocorrer por coalescência dos componentes poliméricos ou por aglutinação de cargas no caso de blendas poliméricas contendo cargas (PAOLI, 2009).

A coalescência é o fenômeno de encontro de partículas, durante ou após o processo de dispersão de fases (SUNDADARAJA; MACOSKO, 1995).

Quando dois polímeros imiscíveis são misturados, existem interações desfavoráveis entre os segmentos moleculares dos componentes, conduzindo a grande tensão interfacial na massa fundida com baixa dispersão dos componentes um no outro, ocorrendo deste modo o fenômeno de coalescência (TAGUET, 2014).

A Figura 2 apresenta uma representação do processo de coalescência. O polímero A (em rosa) representa o polímero da fase contínua e o polímero B (em azul) representa o polímero da fase dispersa de uma blenda.



**Figura 2 - Mecanismo do processo de coalescência.**  
**Fonte: Macosko (1995).**

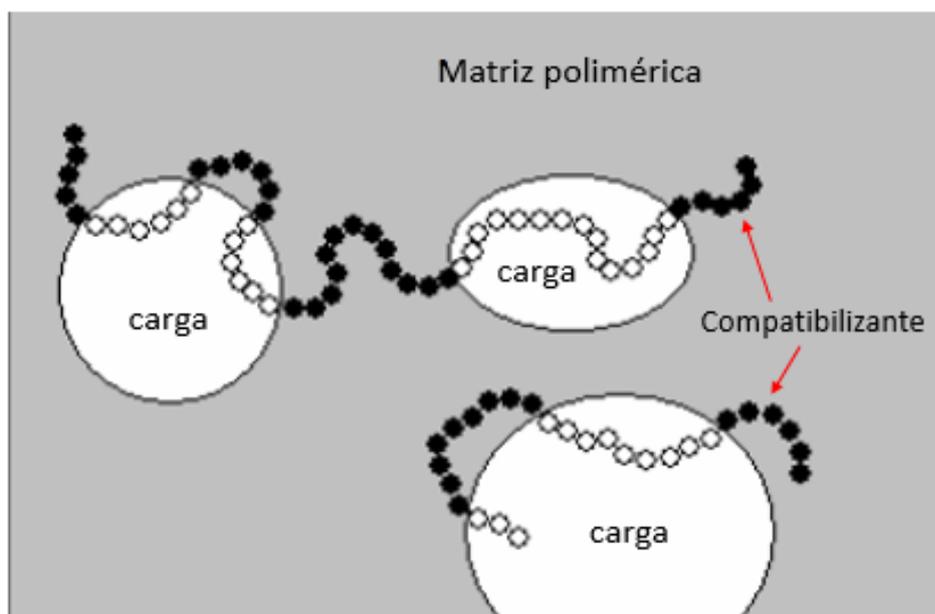
Quando ocorre separação de fases por coalescência, percebe-se a presença de duas fases e propriedades não-homogêneas em sua extensão, o que dificulta o uso do material (GARBIM, 2003).

No caso de blendas poliméricas contendo cargas, pode ocorrer aglutinação das cargas pela falta de compatibilidade química entre as cargas e a matriz polimérica, o que também promove propriedades não-homogêneas na extensão do material, dificultando o uso (PAOLI, 2009).

### 2.1.3 Blendas poliméricas híbridas

Blendas poliméricas híbridas são materiais compostos por pelo menos uma fase contínua e uma fase descontínua. A fase contínua é formada pelos polímeros da blenda e é denominada de matriz polimérica. A fase descontínua é denominada carga, e pode ser adicionada com a função de reduzir custos, aumentar da resistência a esforços mecânicos, melhorar a resistência à chama dos polímeros, entre outros dependendo de sua natureza e quantidade aplicada (PAOLI, 2009).

As cargas não possuem afinidade química com a matriz polimérica, visto que os polímeros são de natureza predominantemente apolar e as cargas são de natureza polar. Com isso, faz-se necessária a adição de um agente compatibilizante para tornar a blenda com morfologia mais homogênea e estável (PAOLI, 2009). Os agentes compatibilizantes de cargas possuem parte da molécula com afinidade a materiais polares, e parte com afinidade por materiais apolares. A adição de compatibilizantes evita aglutinação de cargas e facilita a dispersão na matriz polimérica (GARIBIM, 2003). A Figura 3 mostra uma representação esquemática da atuação de um compatibilizante interagindo com os componentes da blenda.

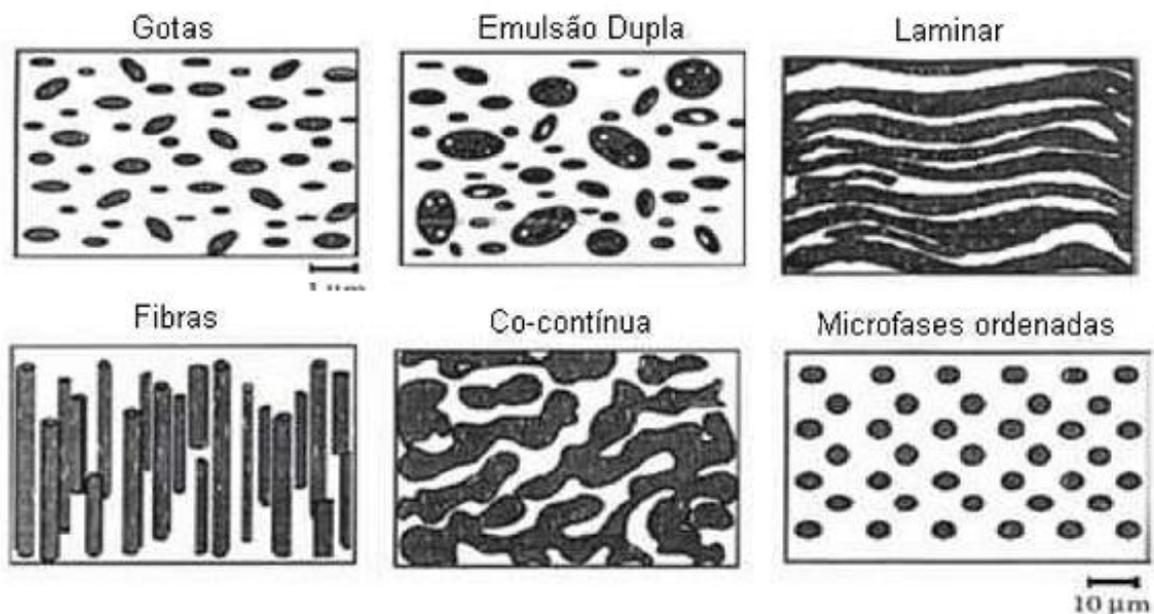


**Figura 3 - Compatibilização de cargas em blenda polimérica híbrida**  
Fonte: Paoli (2009).

#### 2.1.4 Morfologia

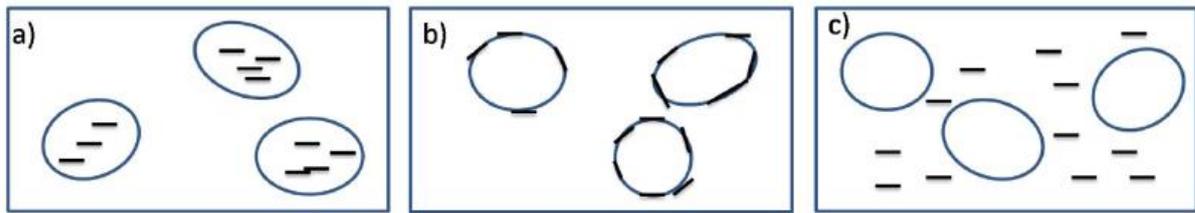
A morfologia de blendas representa de que modo as fases estão dispersas uma na outra. Ela depende de vários fatores intrínsecos dos materiais utilizados, como natureza química dos componentes, presença de cargas inorgânicas, peso molecular, e também das condições de mistura empregadas, como tipo de equipamento de mixagem, tempo, temperatura, proporção dos componentes e método de adição (TAGUET, 2014).

A Figura 4 apresenta um esquema representativo dos tipos de morfologia de fases mais comuns em blendas poliméricas (HARRATS; THOMAS, 2006).



**Figura 4 - Esquema representativo de possíveis morfologias em blendas poliméricas**  
**Fonte: Harrats (2006).**

A Figura 5 apresenta um esquema com as três possíveis variações na localização das cargas em blendas poliméricas híbridas (FENG; CHAN; LI, 2003).



**Figura 5 - Possíveis morfologias de blendas poliméricas contendo cargas: a) cargas na fase dispersa, b) cargas na interfase entre polímeros, c) cargas na fase contínua**  
 Fonte: Feng (2003).

A Figura 5a mostra o polímero PMMA na fase dispersa apresenta baixa viscosidade ( $M_w = 25.000$ ). Nesse caso, as cargas ficaram localizadas apenas na fase dispersa, de menor viscosidade. No esquema b) o PMMA da fase dispersa apresenta viscosidade intermediária ( $M_w = 82.720$ ) e a localização das cargas foi na interface das fases. No esquema c) o PMMA apresenta alta viscosidade ( $M_w = 350.000$ ) e a localização das cargas foi na matriz polimérica, que apresentava menor viscosidade que a fase dispersa (FENG, 2003).

Além das características físico-químicas dos componentes, a qualidade da mistura também interfere na morfologia das blendas poliméricas (WILEY; WEINHEIM, 2003).

A morfologia das blendas também pode ser afetada pela falta de afinidade química entre os componentes, que pode acarretar separação de fases por coalescência dos componentes poliméricos ou aglutinação das cargas. É possível evitar a separação de fases com o uso de aditivos compatibilizantes (GARBIM, 2003).

### 2.1.5 Compatibilização

Os agentes de compatibilização desempenham duas funções principais quando adicionados a um composto que possui mais de uma fase polimérica ou presença de cargas inorgânicas (TAGUET, 2014):

- Reduzir a tensão interfacial, promovendo assim a separação das gotículas ou partículas durante o processamento (papel de emulsificação);
- Ajudar a evitar a coalescência das gotículas ou aglutinação das cargas, estabilizando a mistura.

Os compatibilizantes são classificados como não reativos e reativos (GARBIM, 2003).

- Os compatibilizantes não reativos são polímeros em blocos, nos quais cada bloco tem afinidade química por uma das fases da blenda, sem envolver estruturas com grupos reativos (GARBIM, 2003).
- Os compatibilizantes reativos são polímeros funcionalizados com agentes reativos. Estes agentes possuem polaridade em uma parte de sua molécula, deste agente é solúvel à fase apolar, causando melhor adesão e dispersão entre as fases (GARBIM, 2003). a qual reage com os componentes polares da blenda. A parte polimérica

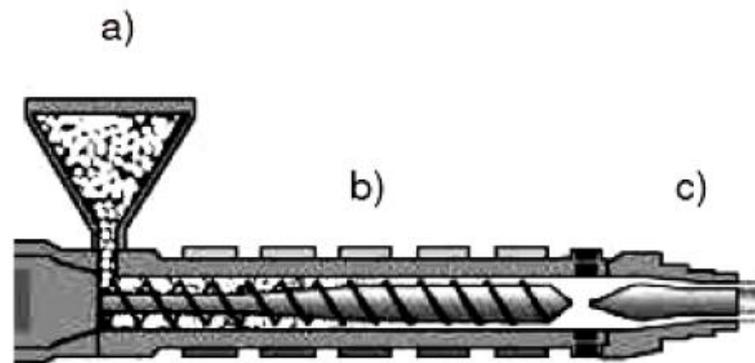
#### 2.1.6 Método de mistura

Tem sido prática comum a utilização de processo de extrusão para a fabricação de blendas de polímeros e compostos poliméricos. A escala de dispersão (estruturação) que tais processos podem alcançar estão na ordem de alguns micrômetros (WILEY & WEINHEIM, 2003).

O equipamento de extrusão funciona como câmara de mistura ou de homogeneização para a preparação de composições poliméricas. A extrusora pode ainda atuar como câmara de reação, modificando a estrutura do polímero e ampliando suas possibilidades de uso (MANO, 2004).

A fabricação de blendas por mistura termo-mecânica em extrusoras é um método de custo relativamente baixo para obter novos compostos poliméricos a partir de polímeros já existentes no mercado. A síntese de novos monômeros, o desenvolvimento de sua polimerização e o projeto de novos reatores teriam um custo mais elevado que os recursos necessários para o desenvolvimento de uma blenda (PAOLI, 2009).

As extrusoras são compostas por três regiões: a região de alimentação, na qual ocorre a entrada dos polímeros, a rosca e o canhão, local onde ocorre o amolecimento e mistura dos polímeros alimentados, e o cabeçote e matriz para a saída dos polímeros da extrusora.



**Figura 6 - Esquema simplificado de extrusora: a) alimentação, b) rosca e canhão e c) cabeçote e matriz**  
**Fonte: Paoli (2009).**

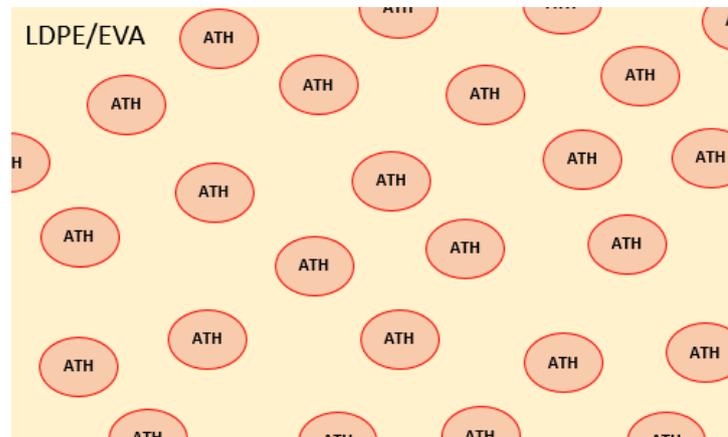
## 2.2 BLENDA LSZH/HDPE/PE-g-MAH

A mistura LSZH/HDPE/PE-g-MAH é uma blenda polimérica híbrida, ou seja, uma blenda polimérica contendo cargas. As cargas são as partículas antichama de alumina tri-hidratada (ATH) provenientes do LSZH. Estas partículas estão dispersas na matriz polimérica, formada por EVA e LDPE, que são a base do LSZH, e também pelo HDPE (FURUKAWA, 2014). O compatibilizante PE-g-MAH é responsável pela dispersão do antichama na matriz polimérica, estado presente na interfase polímero/carga (GARBIM, 2003).

### 2.2.1 LSZH

LSZH, é um composto com resistência à chama e livre de halogênios aplicado na fabricação de fios e cabos. É constituído por uma matriz polimérica, que comumente é uma blenda de EVA/LDPE, compatibilizada com cerca de 60% de carga antichama à base de nano partículas de ATH e/ou hidróxido de magnésio (MDH), sendo a alumina geralmente utilizada por sua disponibilidade no mercado e menor custo. Além disso, o LSZH pode conter compatibilizantes de carga, aditivos de resistência a raios ultra violetas e aditivos de cor (SAUERWEIN, 2002).

A Figura 7 apresenta um esquema ilustrativo da composição do LSZH.



**Figura 7 - Esquema ilustrativo da composição do LSZH**

O mecanismo de resistência à chama do LSZH é baseado na temperatura de decomposição térmica da ATH, que corre entre 200-400 ° C. Durante este processo, que é uma reação endotérmica, a alumina libera a água que está quimicamente ligada (34,6% em massa), enquanto o correspondente óxido de alumínio permanece como resíduo de carvão. O vapor de água liberado ajuda a retirar a energia calorífica da zona de queima, resfriando o sistema. Este vapor ocupa a área circundante, diminuindo assim a concentração de oxigênio do sistema.

A reação abaixo representa o processo combustão alumina tri-hidratada.

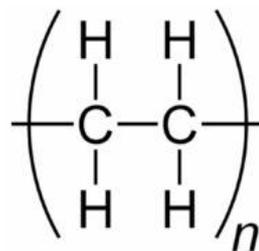


Os resíduos de carvão formam uma camada protetora na superfície do material em combustão, que colabora para dificultar a entrada de oxigênio e calor no sistema. Finalmente, devido à elevada área superficial específica da camada do carvão formado, ocorre absorção de fumaça e outros componentes parcialmente tóxicos, que são produtos da decomposição, tornando a ATH um supressor de fumaça muito eficaz.

A principal função do LSZH na blenda é a resistência à chama (SAUERWEIN, 2002). Em contrapartida, a adição das cargas prejudica as propriedades dielétricas do material, visto que a polaridade das cargas facilita a mobilidade dos elétrons no sistema (BEE; HASSAN; RATNAN, 2014).

### 2.2.2 HDPE

O HDPE é um termoplástico obtido a partir de eteno, cujo principal consumo está no mercado de embalagens. Este material possui características dielétricas adequadas para uso em cruzetas de cabos para telecomunicação, por ser um polímero puro, constituído apenas por ligações covalentes, sendo este um sistema que não contribui para a mobilidade dos elétrons. Contudo, este material não apresenta nenhum mecanismo de resistência à chama (COUTINHO, 2003). A Figura 8 mostra uma representação da molécula de HDPE.



**Figura 8 - Representação da molécula de HDPE**  
**Fonte: Coutinho (2003).**

### 2.2.3 PE-g-MAH

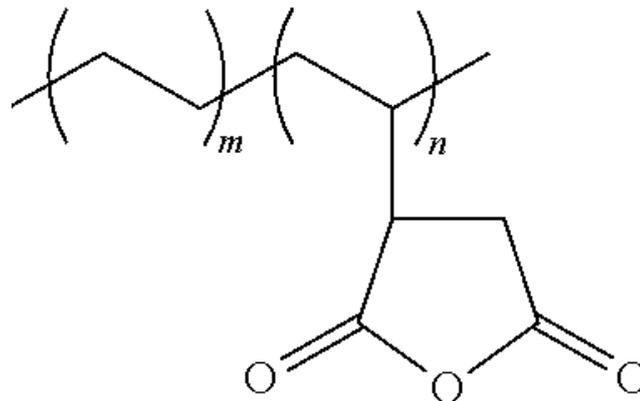
O PE-g-MAH é um compatibilizante reativo muito comum para uso na compatibilização de cargas inorgânicas presentes em matrizes poliméricas, ficando presente na interfase polímero/carga, evitando aglutinação das partículas de carga e melhorando a sinergia do composto, promovendo melhorias na resistência a flamabilidade e nas propriedades mecânicas (TAGUET, 2014).

A Figura 9 apresenta um desenho esquemático da compatibilização de cargas inorgânicas em matriz polimérica com o uso de PE-g-MAH. Por possuir afinidade química tanto com o polímero quanto com as cargas, este compatibilizante envolve as partículas de antichama, evitando aglutinação e melhorando a adesão e a sinergia entre os componentes da blenda (GARBIM, 2003).



**Figura 9 - Desenho esquemático de carga inorgânica compatibilizada com PE-g-MAH**

A Figura 10 apresenta a estrutura molecular do compatibilizante PE-g-MAH.



**Figura 10 - Estrutura molecular do compatibilizante PE-g-MAH**  
**Fonte: Furukawa (2014)**

Brito e Oliveira (2007) mostraram a influência da adição de anidrido maleico como compatibilizante em nano compósitos de argila organofílica com matriz de polietileno de alta densidade. Os resultados mostraram que o uso de 1% de polietileno funcionalizado com anidrido maleico diminuiu a velocidade de queima em torno de 10% com relação ao nano compósito sem compatibilizante.

#### 2.2.4 Aplicação

Cabos eletrônicos categoria 6 são utilizados para transmissão de imagens, dados e voz em frequências capazes de causar interferência eletromagnética entre os pares condutores do cabo. Este fenômeno é conhecido como *crosstalk*. Uma das medidas para reduzir o *crosstalk* é distanciar os pares condutores com uma cruzeta separadora fabricada com material polimérico, o qual precisa ter capacidade de isolamento elétrico e resistência a flamabilidade (MOHAWK, 2005).

Os polímeros disponíveis para uso em cruzetas separadoras contêm aditivos antichama halogenados, os mais comumente utilizados são os bromados e clorados, sendo o decabromodifenila um dos mais aplicados. Este tipo de aditivo libera halogênios durante o processo de queima, que reagem com os radicais livres que alimentam a combustão, reduzindo sua disponibilidade para queima, porém formando neste processo moléculas de ácidos fortes, como HBR e HCl, que podem causar efeitos de corrosividade e toxicidade (RODA, 2014).

O uso de compostos poliméricos contendo retardantes a chama a base de halogênios estão sendo restringidos por diretivas ambientais. A diretiva RoHS (*Restrictions of Hazardous Substances*) originada na Europa restringe o uso de dez substâncias perigosas em produtos eletro-eletrônicos, sendo elas chumbo, mercúrio, cádmio, cromo hexavalente, bifenilos polibromados, difenil éteres polibromados, ftalato de bis (2-etil-hexilo), ftalato de benzil butilo, ftalato de dibutilo e ftalato de diisobutilo (RoHS GUIDE, 2006)

Desde 2013, a empresa Furukawa Industrial S.A., fabricante de fios e cabos para telecomunicações, está em busca de um material livre de halogênios e baixa emissão de fumaça para uso em cruzetas de cabos para telecomunicação categoria 6. Com o objetivo de encontrar um material adequado, foram avaliadas as propriedades dielétricas e antichama de várias blendas LSZH/HDPE, fabricadas em diferentes proporções, utilizando-se os materiais disponíveis na empresa (FURUKAWA, 2014).

Na Tabela 1 são apresentados os resultados de índice de oxigênio, constante dielétrica e resistividade volumétrica de diferentes blendas LSZH/HDPE obtidas pela Furukawa Industrial S.A. Os resultados foram comparados ao do material atualmente utilizado na fabricação de cruzetas separadoras, que é um polietileno contendo bromados como carga antichama, o FRPE, e também aos valores de referência, que são os requisitos para a aplicação (FURUKAWA, 2014).

De acordo com os dados da Tabela 1, a blenda 75/25-A apresentou a maior resistência a flamabilidade, com índice de oxigênio de 28%. Esta blenda foi fabricada

com 75/25 LSZH-A/HDPE. A constante dielétrica e a resistividade volumétrica desta blenda ficaram dentro dos requisitos necessários. Estes resultados indicam que a proporção 75/25 LSZH/HDPE é a que apresenta resultados que mais se aproximam aos requisitos exigidos.

**Tabela 1 - Propriedades antichama e dielétricas de diferentes blends LSZH/HDPE**

<b>Código</b>	<b>Índice de oxigênio (%) ASTM D2863</b>	<b>Constante dielétrica (1MHZ) ASTM D150</b>	<b>Resistividade volumétrica (Ohm.cm) ASTM D257</b>
Referência	Mínimo 30%	Máximo 3,0	Mínimo $5 \times 10^{15}$
FRPE	30,0	2,35	$2,57 \times 10^{16}$
75/25 - A	28,0	2,83	$1,75 \times 10^{16}$
75/25 - B	22,5	x	x
75/25 - C	25,5	x	x
60/40 - C	24,5	2,57	$5,34 \times 10^{15}$
75/25 - D	27,5	3,00	$5,18 \times 10^{15}$
75/25 - E	27,0	3,04	$6,37 \times 10^{15}$
60/40 - E	23,5	2,74	$3,36 \times 10^{16}$
65/35 - E	24,0	2,81	$3,52 \times 10^{15}$

**Fonte: Furukawa (2014).**

A Tabela 2 apresenta um resumo das propriedades requeridas para o uso do em cruzetas separadoras de cabos categoria 6.

**Tabela 2 - Requisitos para cruzetas separadoras de cabos categoria 6**

Propriedades	Material para cruzeta
Índice de oxigênio (%) ASTM D2863	Mínimo 30
Resistência à tração (MPa) ASTM D638	Mínimo 10
Alongamento à ruptura (%) ASTM D638	Mínimo 150
Resistividade volumétrica (Ohm.cm) ASTM D257	Mínimo $5 \times 10^{15}$
Constante dielétrica (-, 1MHZ) ASTM D150	Máximo 3,0

**Fonte: Furukawa (2014).**

Os limites apresentados na Tabela 2 foram definidos a partir de necessidades de projeto dos cabos da Furukawa Industrial S.A. Os motivos são para a definição de cada limite são informações confidenciais da empresa.

## 2.3 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO

Neste item são apresentadas as propriedades avaliadas nas blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH.

### 2.3.1 Resistência à flamabilidade

A resistência à chama de um material é a capacidade que o material apresenta em resistir à processos de ignição (GALLO; AGNELLI, 1998). Pode ser verificada pelo seu índice de oxigênio e por ensaios de termo gravimétricos sob atmosfera de ar (LONGCHAO; BAOJUN; ZHENJIN, 2006).

O índice de oxigênio é uma medida da facilidade com que os materiais poliméricos sofrem ignição. Ele mede a menor concentração de oxigênio na qual o polímero é capaz de propagar uma chama. Quanto menor seu valor, maior a facilidade com que o material sofre ignição (GALLO; AGNELLI, 1998).

O índice de oxigênio é medido conforme o procedimento padrão ASTM D2863. Inicialmente, procede-se ensaios exploratórios, testando várias concentrações de oxigênio na mistura de nitrogênio e oxigênio até se encontrar uma concentração na qual o material queimará a uma taxa lenta e uniforme após ser submetido à chama. Em seguida se procede a testes adicionais, reduzindo-se gradativamente a concentração de oxigênio, até o primeiro ponto em que a queima auto extingue em menos de três minutos de propagação, não queimando mais que 50 mm da amostra. A concentração de oxigênio, necessária para se atingir a referida situação é conhecida como o índice de oxigênio do material (GALLO; AGNELLI, 1998).

A análise termogravimétrica indica a temperatura de decomposição térmica do material. Quanto maiores forem as temperaturas de decomposição apresentadas pelos componentes do material, melhor será sua resistência a chama (LAOTID; FERRY; CUESTA, 2006).

Longchao e Baojun (2006) verificam as propriedades de resistência a chama de compostos LSZH com e sem adição de calcita utilizando os ensaios de índice de oxigênio e análise termogravimétrica. Foi observado que a calcita aumenta a resistência a chama dos compostos em torno de 6%.

Haurie et al (2007) comparou a resistência a inflamabilidade de blendas poliméricas híbridas LDPE/EVA/ATH em diferentes proporções com a análise de índice de oxigênio e formação de cinzas, verificando que estas duas propriedades são diretamente proporcionais.

### 2.3.2 Propriedades dielétricas

Quando um sinal elétrico trafega por um cabo de pares trançados, gera ao redor deste um campo eletromagnético. A medida da interferência elétrica gerada em um par pelo sinal que está trafegando num par adjacente dentro do mesmo cabo recebe o nome de Diafonia ou Crosstalk. Quanto menor a interferência medida entre os pares de um cabo, melhor será o desempenho do cabeamento da rede. A diafonia excessiva pode atingir níveis tais que, um receptor conectado no par que sofre a indução do ruído, no extremo oposto do cabo, responda como se houvesse algum sinal de dados na linha, provocando falhas de comunicação na rede. A diafonia pode ser evitada com

a separação dos pares condutores utilizando-se um polímero com propriedades dielétricas. O comportamento dielétrico de um material pode ser verificado com a análise de sua constante dielétrica e também da sua resistividade volumétrica. O ensaio de constante dielétrica é realizado de acordo com a ASTM D150. É razão entre a carga obtida em um capacitor contendo o material, e a carga que existiria se os eletrodos estivessem separados pelo vácuo. A resistividade volumétrica é medida de acordo com a ASTM D257, aplicando-se uma tensão no material contido entre as placas de um capacitor (GOSWAMI; DESHPANDE; KUMAR, 2010).

Liebscherm e Tzounis (2013) estudaram a influência da viscosidade dos materiais na condutividade elétrica de uma blenda PC/SAN contendo nano tubos de carbono. Eles aplicaram o ensaio de resistividade volumétrica e verificaram que a viscosidade dos componentes interfere diretamente a dispersão das cargas e, conseqüentemente, nas propriedades elétricas do material. A dispersão é menos efetiva em materiais com viscosidade baixa, e isto torna o material menos condutivo.

Vaisakh e Hassanzadeh (2014) avaliaram o efeito de cargas de alumina nas propriedades dielétricas da resina epóxi. Eles concluíram que a blenda com nano partículas é mais condutiva que a blenda com micropartículas.

### 2.3.3 Propriedades mecânicas

O ensaio de resistência a tração e alongamento à ruptura é comum na avaliação de blendas poliméricas e pode servir como base de comparação do desempenho mecânico, e também para avaliar dos efeitos decorrentes de modificações, como adição de reforços, cargas e plastificante (PAOLI, 2009). Este ensaio consiste na aplicação de uma carga uniaxial e crescente ao corpo de prova, ao mesmo tempo em que são medidas as variações no comprimento.

Uma resistência a tração elevada em blendas poliméricas híbridas indica boa adesão na interface polímero/carga. Uma fratura com alongamento elevado indica que a força de tração está sendo transferida para a base polimérica (TAQUET, 2014).

Bee (2014) obteve aumento da resistência a tração de 8% e diminuição no alongamento de 68 % em blenda LDPE/EVA/ATH/NMMT com adição de 12% de

compatibilizante LDPE-g-MAH, confirmando a correlação entre adição de compatibilizante e propriedades mecânicas.

#### 2.3.4 Análise morfológica

A análise morfológica busca determinar o número de fases presentes na blenda e como estão dispersos os seus componentes (LIEBSHER, 2013).

A curva térmica obtida em equipamento de calorimetria diferencial exploratória (DSC) auxilia na determinação do número de fases poliméricas presentes na blenda. Cada ponto de amolecimento obtido na análise térmica representa uma fase da blenda polimérica. É possível verificar o número de fases existentes na blenda correlacionando esse número à quantidade de pontos de amolecimento (CANEVAROLO, 2006).

A microscopia eletrônica por Transmissão (MET) é uma técnica que permite a visualização da dispersão de fases em blendas poliméricas híbridas, porém exige conhecimento e experiência em técnicas de preparação da amostra. É necessária a realização de corte ultrafino nas amostras para verificação da dispersão das cargas, caso contrário uma camada de cargas irá se sobrepor a outra, impossibilitando a verificação da dispersão. A crioultramicrotomia é a técnica de corte mais indicada para materiais, pois as baixas temperaturas utilizadas irão garantir melhor a preservação das estruturas morfológicas.

A técnica de MEV exige a realização de ataque químico na amostra, para dissolução de uma das fases presentes para possibilitar a visualização da dispersão, visto que o MEV não diferencia fases poliméricas (DEDAVID, 2007). Uma alternativa à esta técnica é a análise em MEV do ponto de ruptura do ensaio de resistência à tração ou impacto. Como a ruptura ocorre de formas distintas nas cargas e na matriz polimérica, é possível ter uma ideia de dispersão das cargas com a análise dos pontos de ruptura das blendas.

Oliveira (2013) verificou a morfologia de compostos HDPE/OMMT em MEV com a análise do ponto de ruptura do ensaio de impacto, conseguindo distinguir por esta técnica diferenças de dispersão entre amostras com diferentes proporções de OMMT.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são descritos o fluxograma de atividades, os materiais utilizados, os métodos de preparação das amostras e os ensaios de caracterização.

#### 3.1 FLUXOGRAMA DE ATIVIDADES

A Figura 11 mostra o fluxograma de atividades deste trabalho.

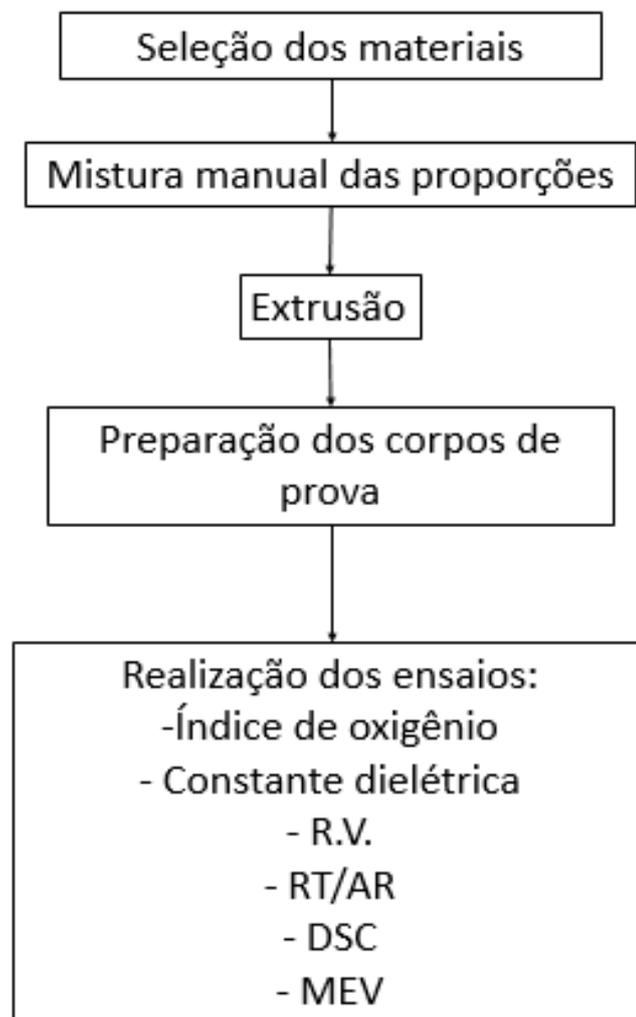


Figura 11- Fluxograma de atividades

### 3.2 MATERIAIS

Neste trabalho foram utilizados compostos LSZH, HDPE e PE-g-MAH fornecidos pela Furukawa Industrial S.A. A composição exata dos compostos LSZH, com % de alumina, EVA e LDPE é uma informação confidencial do fabricante e não foi disponibilizada.

Na Tabela 3 são apresentadas as propriedades de catalogo dos compostos LSZH-A e LSZH-B, A principal diferença entre estes composto está no índice de oxigênio.

**Tabela 3 - Propriedades dos compostos LSZH**

Propriedades	LSZH-A	LSZH-B
Densidade (g/cm <sup>3</sup> ) ASTM D972	1.43 - 1.47	1.48 - 1.52
Índice de oxigênio (%) ASTM D2863	33 +/- 0,2	37 +/- 0,2
Resistência à tração (MPa) ASTM D638	Mínimo 10	Mínimo 10,5
Alongamento à ruptura (%) ASTM D638	Mínimo 150	Mínimo 180
Resistividade volumétrica (Ohm.cm) ASTM D257	10 <sup>14</sup>	10 <sup>15</sup>
Constante dielétrica (-, 1MHZ) ASTM D150	3,4	3,7

**Fonte: Furukawa (2014).**

Na Tabela 4 são apresentadas as propriedades do HDPE.

**Tabela 4 - Propriedades do HDPE**

Propriedades	HDPE
Densidade (g/cm <sup>3</sup> ) ASTM D972	0,943 – 0,947
Índice de oxigênio (%) ASTM D2863	17
Resistência à tração (MPa) ASTM D638	Mínimo 18
Alongamento à ruptura (%) ASTM D638	Mínimo 400
Resistividade volumétrica (Ohm.cm) ASTM D257	Mínimo 10 <sup>15</sup>
Constante dielétrica (-, 1MHZ) ASTM D150	2,31 – 2,36

**Fonte: Furukawa (2014).**

Na Tabela 5 são apresentadas as propriedades do PE-g-MAH.

**Tabela 5 - Propriedades do compatibilizante**

Propriedades	PE-g-MAH
Densidade (g/cm <sup>3</sup> ) ASTM D972	0,870
Índice de Fluidez (190°C/2.16g) (g/ 10 min) ASTM D1238	17
Nível de anidrido maleico	Alto

**Fonte: Furukawa (2014).**

### 3.3 CONFECÇÃO DAS AMOSTRAS

A Tabela 6 apresenta as proporções das amostras fabricadas.

As proporções de LSZH-A e HDPE foram definidas a partir dos estudos realizados pela Furukawa industrial S.A., descritos no item 2.2.4.

As proporções de PE-g-MAH foram escolhidas a partir de indicações do fabricante, tendo como base a quantidade de anidrido maleico presente no aditivo.

O LSZH-A teve sua fabricação descontinuada em agosto de 2016. Com isso, optou-se em adicionar duas novas amostras a este trabalho contendo o material substituto, o LSZH-B, aplicando-se nas amostras as duas proporções que apresentaram melhores resultados nos ensaios realizados com as blendas contendo LSZH-A. A Tabela 6 apresenta as proporções utilizadas para as blendas LSZH/HDPE/PE-g-MAH.

A mistura dos componentes das blendas foi realizada manualmente durante 5 minutos. As amostras foram fabricadas em extrusora de rosca simples, modelo 35 mm, da marca Nextron da Furukawa Industrial S.A.

As condições de processo para fabricação do extrudado foram as seguintes:

- Perfil de temperatura: 140°C/150°C/160°C/160°C/160C.
- Condições da rosca: 20 m/min - 166 Bar - 5,5A - 15 rpm.
- Condições de resfriamento: calhas com água em temperatura ambiente.

As blendas foram retiradas da extrusora em forma de veias de diâmetro 2 mm. Sendo retiradas cerca de 1 kg de extrudado de cada blenda.

**Tabela 6 - Proporções das blendas LSZH/HDPE/PE-g-MAH**

Blenda	Proporções
Blenda 0	75/25 LSZH-A/HDPE
Blenda 1	75/17/8 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH
Blenda 2	75/15/10 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH
Blenda 3	75/13/12 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH
Blenda 4	75/15/10 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH
Blenda 5	75/13/12 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH

A preparação dos corpos de prova foi realizada com a prensagem a quente do extrudado a 160°C por 20 min, em placas de espessuras de 3 mm para a preparação dos corpos de prova para ensaio de índice de oxigênio, e 1 mm para uso nos ensaios de constante dielétrica, resistividade volumétrica, resistência a tração e alongamento a ruptura, em prensa da marca Shoji, modelo 3 stages, e posterior estampagem de acordo com as dimensões indicadas na descrição de cada ensaio.

A Figura 12 apresenta a foto da prensa utilizada para a preparação dos corpos de prova.



**Figura 12 - Prensa marca Shoji, modelo 3 stages, utilizada na preparação dos corpos de prova**

### 3.4 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO

Este item apresenta as técnicas e equipamentos que foram utilizados na caracterização das amostras com a realização dos ensaios de índice de oxigênio, constante dielétrica, resistividade volumétrica (RV), resistência à tração (RT) e alongamento à ruptura (AR), calorimetria diferencial exploratória (DSC) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

#### 3.4.1 Índice de oxigênio

O ensaio de índice de oxigênio foi realizado utilizando a unidade de flamabilidade modelo MM34 C2, marca Station Red Croft da empresa Furukawa Industrial S.A., de acordo com a ASTM D2863-13. Foram realizadas 3 repetições para cada proporção de blenda avaliada (ASTM, 2013), de acordo com o método descrito no item 2.3.1.



Figura 13 – Unidade de flamabilidade Station Red Croft – modelo MM34 C2

### 3.4.2 Constante dielétrica

O ensaio para determinação da constante dielétrica foi realizado utilizando o capacitômetro indutímetro modelo 4285A, marca Agilent da Furukawa Industrial S.A., de acordo com a ASTM D150-11. Foram realizadas 3 repetições para cada proporção de blenda avaliada. O ensaio foi realizado a frequência de sinal 1 MHz (ASTM, 2011), descrito no item 2.3.2



Figura 14 – Capacímetro Indutímetro Agilent, modelo 4285A

### 3.4.3 Resistividade volumétrica

O ensaio de resistividade volumétrica foi realizado utilizando o impedanciômetro modelo 4339B, marca HP da empresa Furukawa Industrial S.A., de acordo com a ASTM D257-14. Foram realizadas 3 repetições para cada blenda a 500V/500 $\mu$ A. O ensaio foi realizado em (ASTM, 2014a).



Figura 15 – Impedanciometro HP, modelo 4339B

#### 3.4.4 Resistência a tração e alongamento à ruptura

O ensaio de resistência a tração e alongamento à ruptura foi realizado utilizando máquina de ensaios universal modelo C1T5T, Da marca Shopper da Furukawa Industrial S.A., de acordo com a ASTM D638-14. Foram realizadas 5 repetições para cada blenda e corpos de prova no formato de gravatinha tipo V. A velocidade de ensaio foi 100 mm/min, com entre marcas 10 mm (ASTM, 2014b).



Figura 16 – Máquina de ensaios universal Schopper, modelo C1T5T

### 3.4.5 Calorimetria diferencial exploratória

O ensaio de calorimetria diferencial exploratória foi realizado em DSC da marca TA Instruments da Furukawa Industrial S.A., de acordo com a ASTM D3418-15. Taxa de aquecimento de 10 C/ mim até 230 °C (ASTM, 2015).



**Figura 17 - Equipamento de calorimetria diferencial exploratoria**

### 3.4.6 Microscopia eletrônica de varredura

Foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura modelo EVO MA 15 da marca Zeiss do Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais – CMCM da Universidade Tecnológica Federal do Paraná. A análise foi realizada nos pontos de ruptura das amostras submetidas ao ensaio de resistência a tração e alongamento a ruptura.



**Figura 18 – Microscópio eletrônico de varredura**

#### 3.4.7 Análise estatística

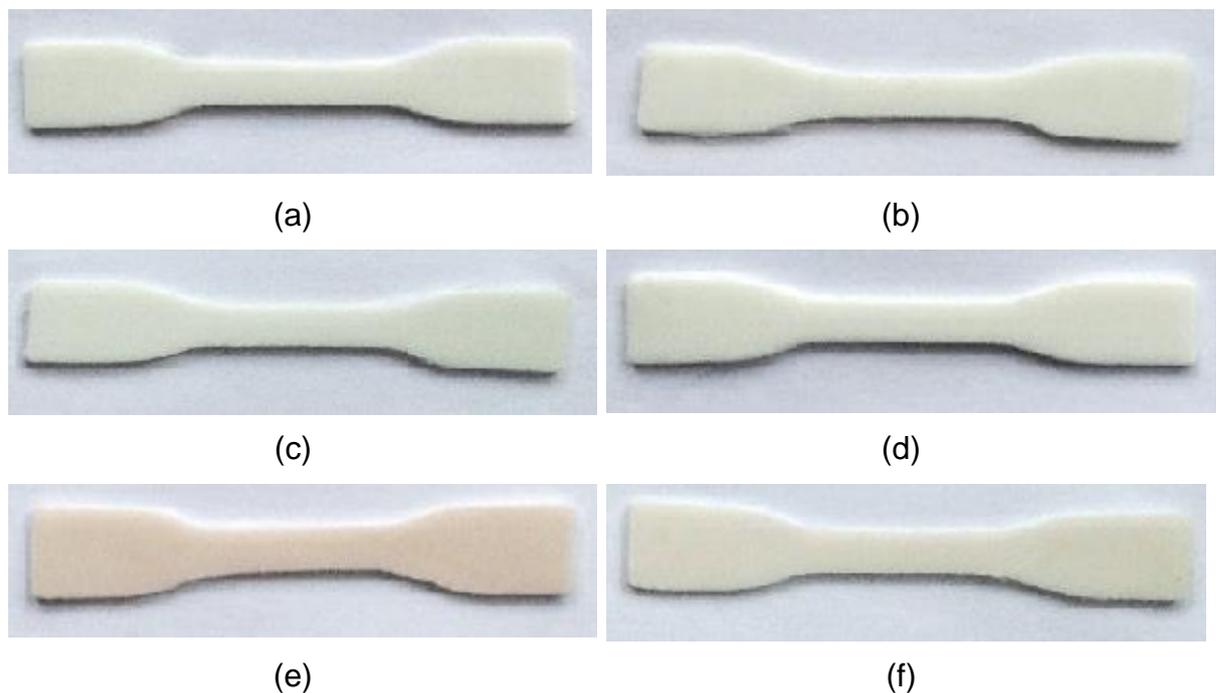
Foi utilizado o método estatístico de análise de variância ANOVA com intervalo de confiança de 95% (MONTGOMERY, 2004).

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Este capítulo apresenta uma descrição das amostras obtidas, os resultados dos ensaios de caracterização e a análise das propriedades das blendas LSZH/HPDE com diferentes proporções do compatibilizante PE-g-MAH.

### 4.1 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS

A preparação das amostras foi realizada de acordo com o procedimento apresentado no item 3.3. A Figura 19 apresenta exemplares dos corpos de prova de das blendas com diferentes proporções de compatibilizante.



**Figura 19 - Amostras das blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH: a) Blenda 0; b) Blenda 1; c) Blenda 2; d) Blenda 3; e) Blenda 4; f) Blenda 5**

Na análise da Figura 19, observa-se que a blenda 04 apresentou coloração destoante das demais, com tonalidade avermelhada.

A Figura 20 apresentam detalhes da coloração da blenda 04. As setas- indicam variações de tonalidade na amostra, o que indica ocorrência de separação de fases.

Garbim (2003) afirma que quando ocorre separação de fases, percebe-se a presença de propriedades não-homogêneas na extensão do material, porém não especificou alterações de coloração.



**Figura 20 – Superfície da Blenda 04**

## 4.2 ÍNDICE DE OXIGÊNIO

A Tabela 7 apresenta os resultados do ensaio de índice de oxigênio para as blendas com diferentes proporções de compatibilizante. Apresenta também um valor de referência para esta propriedade, que é o requisito necessário para fabricação de cruzetas dos cabos categoria 6.

**Tabela 7 - Índice de oxigênio para as blendas LSZH/HDPE com diferentes concentrações de PE-g-MAH e valor de referência**

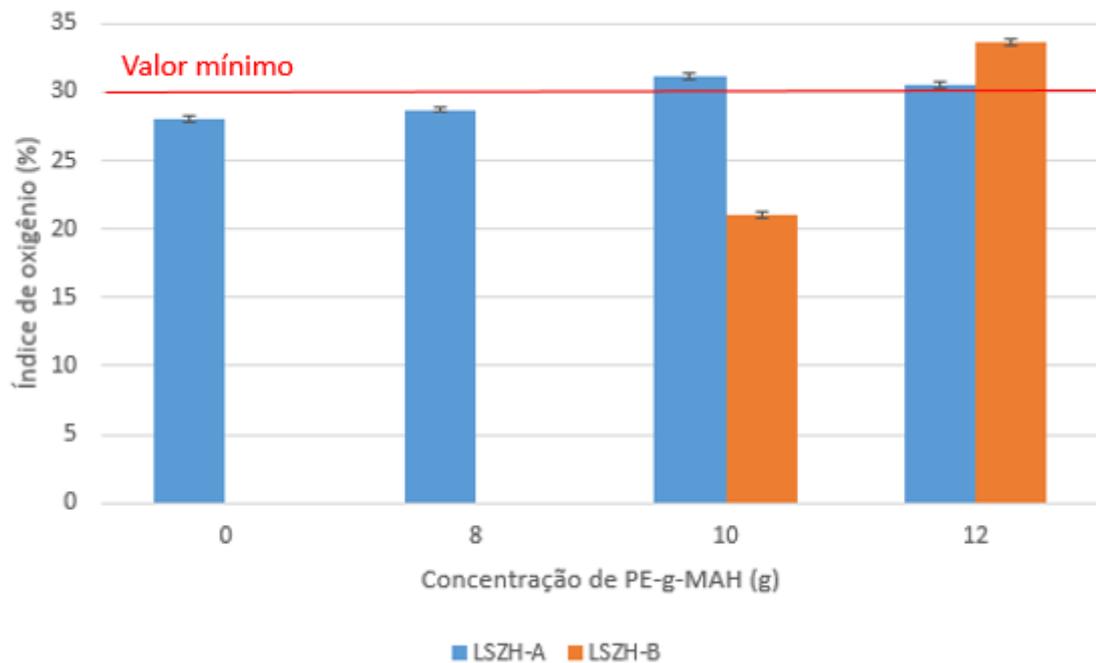
Blenda	Proporções	Índice de oxigênio
Referência	Limite	Mínimo 30 +/- 0,2 %
Blenda 0	75/25 LSZH-A/HDPE	28,0 +/- 0,2 %
Blenda 1	75/17/8 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	28,7 +/- 0,2 %
Blenda 2	75/15/10 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	31,1 +/- 0,2 %
Blenda 3	75/13/12 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	30,5 +/- 0,2 %
Blenda 4	75/15/10 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	Inferior a 21 %
Blenda 5	75/13/12 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	33,6 +/- 0,2 %

De acordo com os resultados da Tabela 7, observa-se um aumento do índice de oxigênio das blendas LSZH-A/HDPE com a adição do PE-g-MAH. A análise de variância ANOVA confirma estatisticamente esta correlação. A Tabela 8 apresenta os resultados da análise estatística ANOVA.

**Tabela 8 – Resultado da análise de variância: Correlação entre índice de oxigênio e concentração de compatibilizante.**

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma dos quadrados	Média quadrada	Fatores estatísticos
Entre grupos: Concentração de compatibilizante	3	19,3	6,43	F = 160,7
Dentro dos grupos: Índice de oxigênio	8	0,3	0,04	F crítico = 4,07
Total	11	19,6		
Análise	F maior que F crítico: Há evidências sobre a influência da concentração de compatibilizante no Índice de oxigênio.			

A Figura 21 apresenta um gráfico que mostra a variação do índice de oxigênio com a adição de PE-g-MAH.



**Figura 21 – Resultados de índice de oxigênio em função da concentração de PE-g-MAH**

A Figura 21 mostra que a adição de 8 % de PE-g-MAH promoveu um aumento de 2,5% no índice de oxigênio. Com a adição de 10%, o aumento do índice de oxigênio foi de 11,1%. Já para adição de 12% de PE-g-MAH, o índice de oxigênio teve um acréscimo de 8,9% em relação à blenda sem compatibilizante. Este resultado indica que 10 % é a melhor quantidade de PE-g-MAH entre as estudadas para a compatibilização das cargas antichama presente nas blendas contendo 75% do LSZH-A.

Longchao (2006) obteve um aumento do índice de oxigênio de 6% com a adição de compatibilizante em compostos LSZH, obtendo índice de oxigênio de 37% em composto contendo 60% de alumina tri-hidratada.

Bee (2014) obteve índice de oxigênio de 27% em blenda LDPE/EVA/ATH/NMMT com 40% de alumina tri-hidratada e 12% de compatibilizante LDPE-g-MAH, resultado 8% superior ao obtido com a blenda sem compatibilizante.

Mouzeng (2004) atingiu índice de oxigênio de 39% em composto LSZH contendo 8% de compatibilizante, valor 11% superior a mesma blenda sem compatibilizante.

Os resultados das blendas contendo LSZH-B mostram que a blenda 4 apresentou índice de oxigênio inferior a 21 %, o que indica que ocorreu perda da propriedade de resistência a flamabilidade. Garbim (2003) afirma que a perda de propriedades é um indicativo de separação de fases. O resultado obtido com a blenda 04 indica que pode

ter ocorrido aglutinação das cargas antichama, ou seja, separação de fases, pela adição de quantidade inadequada de compatibilizante, o que prejudicou a resistência a flamabilidade. Prof. Ricardo pergunto qual seria a sua explicação

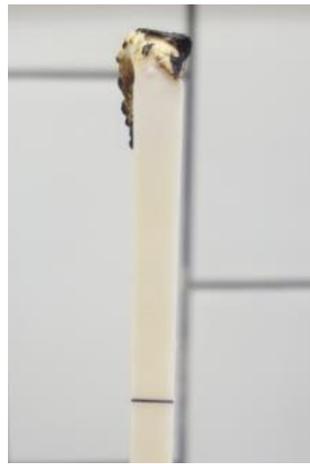
A Blenda 5, também fabricada com LSZH-B, apresentou a melhor resistência a flamabilidade, com índice de oxigênio de 33,6 %. Este resultado ocorre devido ao maior índice de oxigênio do LSZH-B (37%) em relação ao LSZH-A (33%), conforme apresentado no item 3.2, e adição de quantidade adequada de compatibilizante PE-g-MAH.

É possível observar que para as blendas contendo LSZH-A, a melhor resistência a flamabilidade foi obtida com o uso de 10% de PE-g-MAH. Já para as blendas com LSZH-B, o melhor resultado foi obtido com o uso de 12%. Isto ocorre porque o LSZH-B contém uma maior quantidade de cargas antichama, com isso, necessita também que uma quantidade superior de compatibilizante para uma dispersão adequada das cargas.

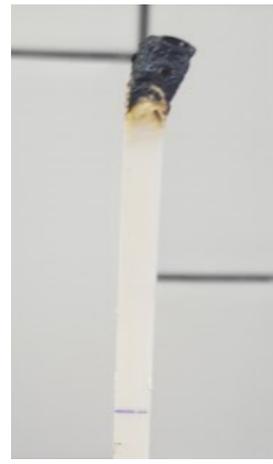
Taquet (2014) afirma que a adição de compatibilizante melhora a sinergia entre os componentes da blenda, que pode ser observada pelo aumento da formação de cinzas em blendas compatibilizadas adequadamente.

A Figura 22 apresenta a formação de cinzas após o ensaio de índice de oxigênio para as blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH. Nota-se que quanto maior o índice de oxigênio, maior é a formação de cinzas observadas após o processo de queima.

Haurie et al (2007) comparou a resistência a flamabilidade de blendas poliméricas híbridas LDPE/EVA/ATH em diferentes proporções com a análise de índice de oxigênio e formação de cinzas, verificando que estas duas propriedades são diretamente proporcionais.



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)



(f)

**Figura 22 - Formação de cinzas das blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH: a) Blenda 0; b) Blenda 1; c) Blenda 2; d) Blenda 3; e) Blenda 4; f) Blenda 5**

### 4.3 CONSTANTE DIELÉTRICA

A constante dielétrica é uma propriedade que mostra o comportamento elétrico de um material quando submetido a uma diferença de potencial. É razão entre a carga obtida em um capacitor contendo o material, e a carga que existiria se os eletrodos estivessem separados pelo vácuo (GOSWAMI, 2010).

A Tabela 9 apresenta os resultados do ensaio de constante dielétrica em 1 MHz para as blendas estudadas. Apresenta também um valor de referência para esta propriedade, que é o requisito necessário para fabricação de cruzetas separadoras de cabos categoria 6 da Furukawa Industrial S.A.

**Tabela 9 – Resultados de constante dielétrica a 1 MHz para as blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH**

Blenda	Proporções	Constante dielétrica 1 MHz
Referência	Limite	Máximo 3
Blenda 0	75/25 LSZH-A/HDPE	2,83 +/- 0,05
Blenda 1	75/17/8 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	3,08 +/- 0,08
Blenda 2	75/15/10 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	3,14 +/- 0,10
Blenda 3	75/13/12 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	3,06 +/- 0,06
Blenda 4	75/15/10 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	2,82 +/- 0,05
Blenda 5	75/13/12 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	3,06 +/- 0,08

Os resultados obtidos para as blendas contendo LSZH-A mostram o aumento da constante dielétrica com a adição do PE-g-MAH. A análise de variância ANOVA comprova estatisticamente esta correlação.

A Tabela 10 apresenta os resultados da análise estatística ANOVA para as blendas contendo LSZH-A.

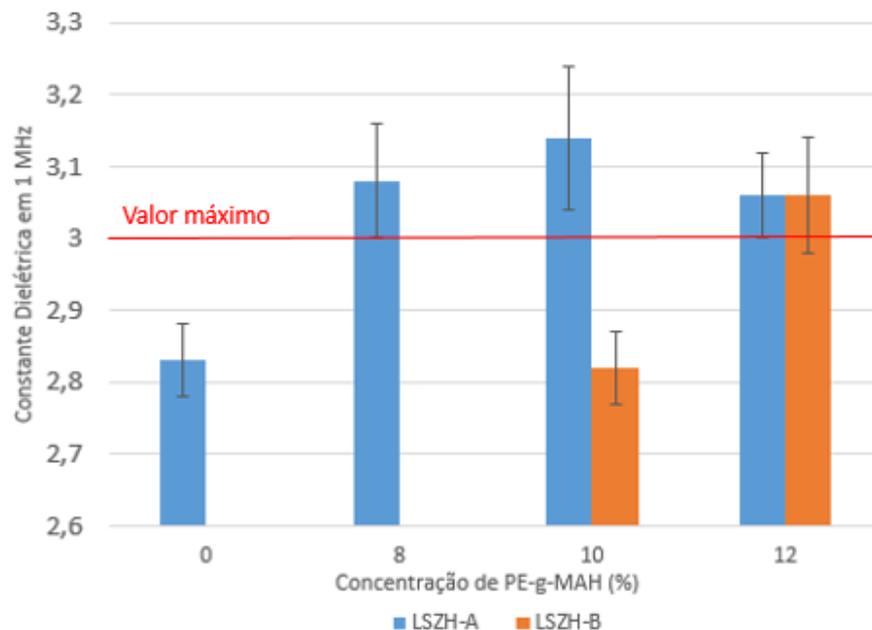
Os estudos da Furukawa Industrial S.A (2013) mostraram que a constante dielétrica aumenta com o aumento da quantidade de carga antichama. Sendo a quantidade de carga antichama a mesma para todas as amostras contendo o LSZH-A, os resultados obtidos indicam que o aumento da constante dielétrica foi obtido pela melhor dispersão das cargas ocorrida com a adição do PE-g-MAH.

**Tabela 10 – Resultados da análise de variância: Correlação entre constante dielétrica a 1 MHz e concentração de compatibilizante**

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma dos quadrados	Média quadrada	Fatores estatísticos
Entre grupos: Concentração de compatibilizante	3	0,17	0,06	F = 10,0
Dentro dos grupos: Constante dielétrica	8	0,04	0,01	F crítico = 4,07
Total	11	0,21		
Análise	F maior que F crítico: Há evidências sobre a influência da concentração de compatibilizante na constante dielétrica.			

Taquet (2014) afirma que a obtenção de fase contínua em um sistema polímero/carga, com a máxima dispersão das cargas, torna o material mais condutor.

A Figura 23 apresenta a variação da constante dielétrica com diferentes proporções de PE-g-MAH.



**Figura 23 – Resultados de constante dielétrica a 1 MHz em função das diferentes proporções do compatibilizante PE-g-MAH**

Pode-se observar na Figura 23 que a adição de 8 % de PE-g-MAH causou um aumento de 8,8% na constante dielétrica. Com adição de 10%, o aumento da constante dielétrica foi de 10,9%. Já adição de 12% de PE-g-MAH, o aumento da

constante dielétrica 8,1% em relação a amostra sem compatibilizante. Este resultado indica que 10 % é a quantidade de PE-g-MAH que ocasiona a melhor dispersão de cargas nas blendas avaliadas contendo LSZH-A.

Em relação as blendas contendo LSZH-B, a Blenda 4 apresentou a menor constante dielétrica entre as amostras contendo PE-g-MAH, este resultado indica que esta blenda apresentou baixa dispersão das cargas das cargas antichama.

A Blenda 5, que também contém o LSZH-B, apresentou valor de constante dielétrica igual ao máximo aceitável nos requisitos Furukawa, este resultado indica que a dispersão de cargas desta blenda foi máxima possível sem prejudicar as propriedades dielétricas a ponto de impossibilitar o uso da blenda.

Kadian et al (2016) obteve aumento da constante dielétrica da blenda PC/PMMA com a adição de 5% e 10 % de alumina tri-hidratada, com resultados de 0,8 (50 Hz - 10 KHz) para blenda sem alumina tri-hidratada,  $1,6 \times 10^7$  (50 Hz - 10 KHz) para a blenda com 5% de alumina tri-hidratada, e  $8 \times 10^5$  (50 Hz - 10 KHz) para a blenda contendo 10% de alumina tri-hidratada. Kadian et al atribuíram a diminuição da constante dielétrica com a alteração da concentração de alumina de 5% para 10% ao aumento das partículas de alumina pela aglutinação das cargas.

Deshmukh et al (2017) avaliou a constante dielétrica da blenda blea PVA/PVB com a adição do compatibilizante  $\text{SiO}_2$  nas proporções 5%, 10%, 15%, 20% e 25%, com resultados de constante dielétrica diretamente proporcionais a quantidade de compatibilizante, sendo 26,94 ( $10^{-2}$  Hz, 150°C) para a blenda sem  $\text{SiO}_2$  e 125,18 ( $10^{-2}$  Hz, 150°C) para a blenda contendo 25% de  $\text{SiO}_2$ .

#### 4.4 RESISTIVIDADE VOLUMÉTRICA

A resistividade volumétrica é a propriedade que define o quanto um material dificulta a passagem de corrente elétrica, de modo que quanto maior for a resistividade volumétrica, mais dielétrico será o material (GOSWAMI, 2010).

A Tabela 11 apresenta os resultados do ensaio de resistividade volumétrica para as blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções do compatibilizante PE-g-MAH. Apresenta também um valor de referência para esta propriedade, que é o requisito

necessário para o uso do material em cruzetas dos cabos categoria 6 fabricados pela Furukawa Industrial S.A.

Os resultados obtidos para as blendas contendo LSZH-A mostram diminuição da resistividade volumétrica com a adição do PE-g-MAH. A análise de variância ANOVA comprova estatisticamente a alteração da resistividade volumétrica das blendas contendo LSZH-A pela adição de PE-g-MAH.

A Tabela 12 apresenta os resultados da análise estatística ANOVA para as blendas contendo LSZH-A.

**Tabela 11 – Resistividade volumétrica das blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções do compatibilizante PE-g-MAH**

Blenda	Proporções	Resistividade Volumétrica
		Ohm.cm
Referência	Requisito Furukawa	Mínimo $1.10^{15}$
Blenda 0	75/25 LSZH-A/HDPE	$(1,75 \pm 0,36).10^{16}$
Blenda 1	75/17/8 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	$(4,65 \pm 0,61).10^{15}$
Blenda 2	75/15/10 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	$(4,12 \pm 0,60).10^{15}$
Blenda 3	75/13/12 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	$(6,93 \pm 0,87).10^{15}$
Blenda 4	75/15/10 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	$(8,24 \pm 7,26).10^{15}$
Blenda 5	75/13/12 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	$(3,05 \pm 1,05).10^{15}$

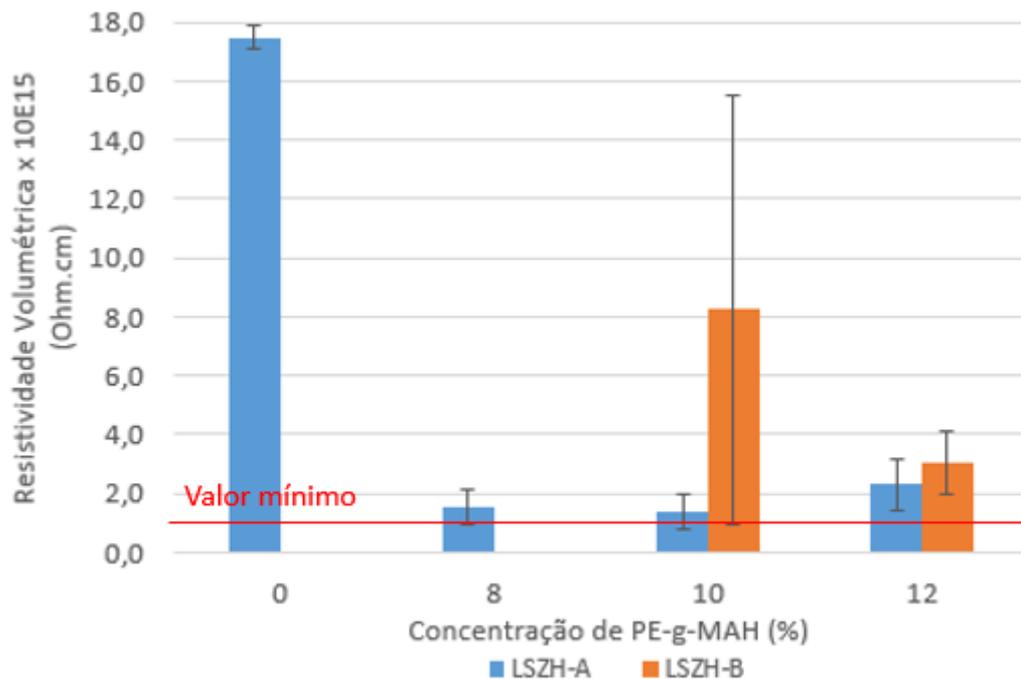
Estudos da Furukawa Industrial S.A (2013) mostraram que a resistividade volumétrica diminui com o aumento da quantidade de carga antichama. Sendo a quantidade de carga antichama a mesma para todas as amostras contendo o LSZH-A, os resultados obtidos indicam que a diminuição da resistividade volumétrica ocorreu pela melhor dispersão das cargas ocasionada com a adição do PE-g-MAH. Este resultado indica que o aumento da dispersão das cargas antichama teve efeito negativo nas propriedades dielétricas das blendas contendo LSZH-A.

Taquet (2014) afirma que a obtenção de fase contínua em um sistema polímero/carga, com a máxima dispersão das cargas, torna o material mais condutor.

**Tabela 12 – Resultados da análise de variância: Correlação entre resistividade volumétrica e concentração de compatibilizante**

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma dos quadrados	Média quadrada	Fatores estatísticos
Entre grupos: Concentração de compatibilizante	3	$5,6 \cdot 10^{32}$	$1,87 \cdot 10^{32}$	$F=52,20$
Dentro dos grupos: Resistividade Volumétrica	8	$2,9 \cdot 10^{31}$	$5,25 \cdot 10^{30}$	$F_{\text{crítico}} = 4,07$
Total	11	$5,9 \cdot 10^{32}$		
Análise	F maior que $F_{\text{crítico}}$ : Há evidências sobre a influência da concentração de compatibilizante na resistividade volumétrica			

A Figura 24 apresenta a variação da resistividade volumétrica com diferentes proporções de PE-g-MAH.



**Figura 24 – Gráfico de resultados de resistividade volumétrica pela concentração de compatibilizante PE-g-MAH**

Pela análise da Figura 24, observa-se que a adição de 8 % de PE-g-MAH causou diminuição de 91,4% na resistividade volumétrica. Com a adição de 10%, a resistividade volumétrica teve diminuição de 92,2%. Já com a adição de 12%, a resistividade volumétrica teve diminuição de 87% em relação a blenda sem

compatibilizante. Este resultado mostra que a presença de compatibilizante afeta a resistividade volumétrica das blendas contendo LSZH-A de maneira significativa.

Os resultados das blendas contendo LSZH-B mostram que a Blenda 4 apresentou a maior resistividade volumétrica entre as amostras contendo PE-g-MAH, este resultado indica que esta blenda apresentou baixa dispersão das cargas antichama. O desvio padrão obtido na avaliação da blenda 4 foi o mais elevado, o que corrobora com a ocorrência de separação de fases.

A Blenda 5, que também contém LSZH-B, apresentou valor de resistividade volumétrica igual ao mínimo aceitável de acordo com os requisitos da Furukawa, este resultado indica que a dispersão de cargas desta blenda foi a máxima possível sem prejudicar as propriedades dielétricas a ponto de impossibilitar o uso da blenda.

Bee (2014) obteve decréscimo 82% da resistividade volumétrica de em blenda LDPE/EVA/ATH/NMMT com 40% de alumina tri-hidratada e 12% de compatibilizante LDPE-g-MAH, com valores de  $32 \times 10^{14}$  ohm.cm para a blenda sem compatibilizante, e  $6 \times 10^{14}$  ohm.cm com compatibilizante.

#### 4.5 RESISTÊNCIA A TRAÇÃO E ALONGAMENTO À RUPTURA

O ensaio de resistência a tração e alongamento a ruptura em blendas poliméricas híbridas possibilita a verificação da sinergia entre as fases e da força de adesão entre cargas e matriz polimérica. Taquet (2014) afirma que uma resistência a tração elevada indica boa adesão na interface polímero/carga. Uma fratura com alongamento elevado indica que a força de tração está sendo transferida para a base polimérica.

A Tabela 13 apresenta os resultados da resistência a tração e alongamento à ruptura para as blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH. Apresenta também um valor de referência para essas propriedades, que são os requisitos necessários para fabricação de cruzetas dos cabos categoria 6.

Os resultados da Tabela 13 mostram que para as blendas contendo LSZH-A, ocorre um aumento da resistência a tração com a adição do PE-g-MAH. A análise de variância ANOVA confirma estatisticamente esta correlação

**Tabela 13 - Resistência a tração e alongamento a ruptura das blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH**

Blenda	Proporções	Resistência à Tração (Mpa)	Alongamento à ruptura (%)
Referência	Requisito Furukawa	Mínimo 10	Mínimo 150
Blenda 0	75/25 LSZH-A/HDPE	16,50 +/- 0,49	378 +/- 94
Blenda 1	75/17/8 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	16,99 +/- 0,56	360 +/- 31
Blenda 2	75/15/10 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	18,00 +/- 0,23	322 +/- 19
Blenda 3	75/13/12 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	17,87 +/- 0,52	340 +/- 12
Blenda 4	75/15/10 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	14,25 +/- 0,73	434 +/- 30
Blenda 5	75/13/12 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	14,74 +/-0,35	412 +/- 26

A Tabela 14 apresenta os resultados da análise estatística ANOVA.

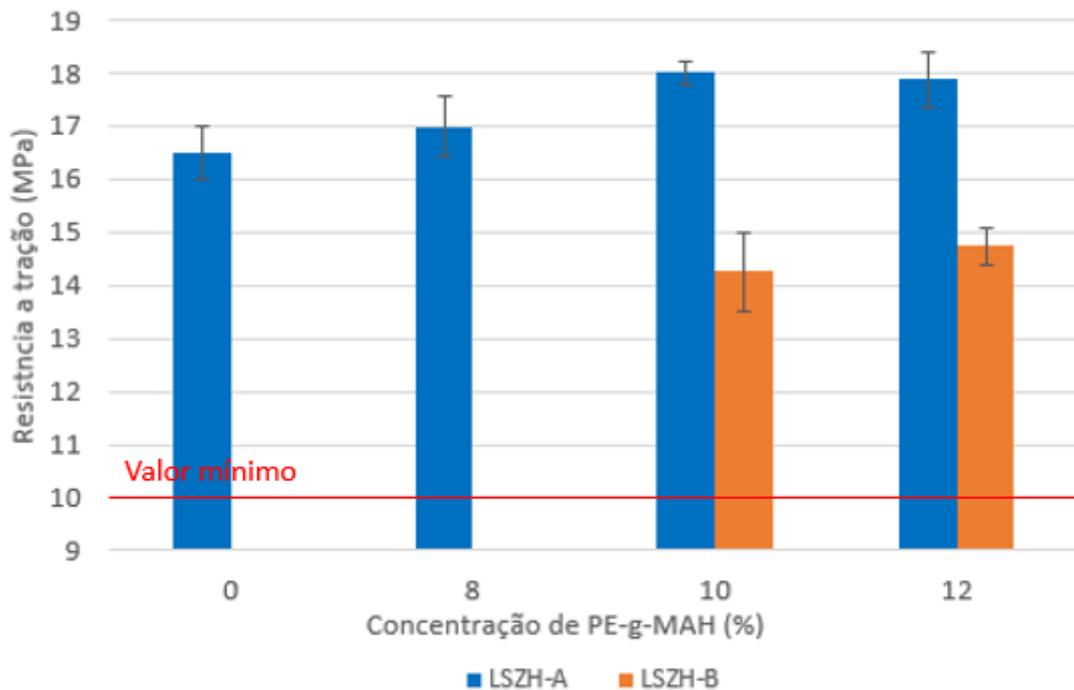
**Tabela 14 – Resultados da análise de variância: Correlação entre resistência a tração e concentração de compatibilizante**

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma dos quadrados	Média quadrada	Fatores estatísticos
Entre grupos: Concentração de compatibilizante	5	7,69	1,54	F =6,9
Dentro dos grupos: Resistência a tração	16	3,54	0,22	F crítico = 2,85
Total	21	11,23		
Análise	F maior que F crítico: Há evidências sobre a influência da concentração de compatibilizante na resistência a tração.			

O aumento da resistência a tração com a adição de PE-g-MAH indica que este aditivo ocasionou melhor adesão das cargas antichama com a matriz polimérica, aumentando a resistência a tração. Garbim (2003) afirma que, se a tensão de ruptura conseguida com um composto carregado for elevada, significa que a matriz polimérica transferiu parte das tensões internas para as partículas de carga, como a resistência a ruptura da carga é superior a do polímero, a resistência à tração é capaz de

aumentar nos casos em que existe uma adesão adequada das cargas com a matriz polimérica.

A Figura 25 apresenta um gráfico que mostra a variação da resistência a tração com a adição de PE-g-MAH.



**Figura 25 – Gráfico de resultados de resistência a tração para diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH**

Na Figura 25, observa-se que a adição de 8 % de PE-g-MAH causa aumento de 3% na resistência a tração da blenda. Com adição de 10%, o aumento da resistência a tração foi de 9,1%. Já na adição de 12%, a resistência a tração teve um aumento de 8,3% em relação a blenda sem compatibilizante. Este resultado indica que 10 % de PE-g-MAH é quantidade de compatibilizante que promove a maior adesão das cargas na matriz polimérica das blendas contendo LSZH-A.

Observando-se os resultados das blendas contendo LSZH-B, é possível verificar que a Blenda 4 apresentou a menor resistência a tração entre as blendas contendo PE-g-MAH. Este resultado indica que ocorreu menor adesão entre as cargas e a matriz polimérica nesta blenda, provavelmente pela adição de uma quantidade de compatibilizante inferior a necessária para promover a adesão de todas as cargas presentes. Com o aumento de 10% para 12% de PE-g-MAH aplicado na fabricação da blenda 5, ocorre alteração não significativa na resistência a tração, de 14,25 MPa

para 14,74 MPa, o que indica que não houve aumento na adesão das cargas com a alteração da concentração de compatibilizante de 10% para 12%.

Em relação ao alongamento à ruptura, com a análise dos resultados obtidos para as blendas contendo LSZH-A, observa-se uma tendência de diminuição do alongamento a ruptura com a adição do PE-g-MAH. Não foi possível confirmar estatisticamente pela análise de variância ANOVA a relação entre o aumento do alongamento e proporção de compatibilizante. A Tabela 15 apresenta os resultados da análise estatística ANOVA.

**Tabela 15 – Resultado da análise de variância: Correlação entre alongamento e concentração de compatibilizante**

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma dos quadrados	Média quadrada	Fatores estatísticos
Entre grupos: Concentração de compatibilizante	5	8840	1768	F = 0,7
Dentro dos grupos: Alongamento	16	41560	2597	F crítico = 2,85
Total	21	50400		
Análise	F menor que F crítico: Não há evidências sobre a influência da concentração de compatibilizante na resistência a tração.			

A tendência de diminuição do alongamento à ruptura nas blendas contendo LSZH-A não pode ser confirmada estatisticamente pelo alto desvio padrão obtido no ensaio. Taquet (2014) afirma que blendas com menor quantidade de compatibilizante possuem menor adesão entre polímero carga, com isto, esta interfase torna-se mais frágil que a base polimérica e as tensões geradas durante o ensaio são transferidas aos polímeros, responsáveis por promover um maior alongamento à blenda.

A concentração de 10 % de PE-g-MAH é a proporção de compatibilizante que apresentou menor alongamento entre as blendas contendo LSZH-A. Este resultado indica que 10 % é a quantidade de aditivo que promove a melhor adesão das cargas antichama presentes nas blendas contendo LSZH-A.

A Blenda 4 apresentou o maior alongamento a ruptura, este resultado indica que a compatibilização entre as cargas e os polímeros desta blenda não foi adequada e a

baixa força baixa adesão entre as cargas e matriz promoveu a transferência das tensões aos polímeros, responsáveis pelo alongamento apresentado. Com o aumento de 10% para 12% de PE-g-MAH aplicado na fabricação da blenda 5, ocorre diminuição não significativa do alongamento a ruptura, de 432% para 412%. Este resultado indica que não houve aumento significativo na adesão das cargas com a alteração da concentração de compatibilizante de 10% para 12%.

Bee (2014) obteve resistência a tração de 10 MPa em blenda LDPE/EVA/ATH/NMMT com 40% de alumina tri-hidratada e 12% de compatibilizante LDPE-g-MAH, resultado 8% superior ao obtido com a blenda sem compatibilizante. Com relação ao alongamento a ruptura, Bee (2014) obteve 140% em blenda LDPE/EVA/ATH/NMMT com 40% de alumina tri-hidratada e 12% de compatibilizante LDPE-g-MAH, resultado 68% inferior ao obtido em blenda sem compatibilizante.

#### 4.6 CALORIMETRIA DIFERENCIAL EXPLORATÓRIA

A análise térmica das blendas avaliadas foi realizada em equipamento de calorimetria diferencial exploratória de acordo com o método apresentado no item 3.4.5.

O objetivo de deste ensaio foi verificar a quantidade de pontos de amolecimento presentes em cada blenda avaliada. Canevarolo (2006) afirma que cada ponto de amolecimento observado na análise térmica representa uma fase polimérica presente no composto, com isso, é possível verificar o número de fases existentes na blenda correlacionando esse número à quantidade de pontos de amolecimento.

A Tabela 16 apresenta os pontos de amolecimento observados na análise térmica das blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH.

**Tabela 16 - Pontos de amolecimento das blendas LSZH HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH (°C)**

Blenda	Proporções	Ponto de amolecimento
Blenda 0	75/25 LSZH-A/HDPE	1 ponto = 128,74°C
Blenda 1	75/17/8 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	1 ponto = 126,28°C
Blenda 2	75/15/10 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	1 ponto = 126,36°C
Blenda 3	75/13/12 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	1 ponto = 126,89°C
Blenda 4	75/15/10 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	1 ponto = 128,09°C
Blenda 5	75/13/12 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	1 ponto = 127,04°C

A Tabela 16, mostra que todas as blendas apresentaram um único ponto de amolecimento. Este resultado indica que o HDPE e a base polimérica contida no composto LSZH, formada por EVA e LDPE, são miscíveis e formam uma única fase polimérica. Este resultado indica que todas as blendas LSZH/HDPE avaliadas são compostas apenas de 2 fases, uma delas contendo a base polimérica e a outra contendo as cargas antichama. Com isso, a separação de fases indicada nos resultados obtidos na blenda 4 é referente à separação das cargas de sua matriz polimérica, visto que o fenômeno de separação de fases não poderá ocorrer na matriz polimérica, visto que os polímeros desta blenda são miscíveis.

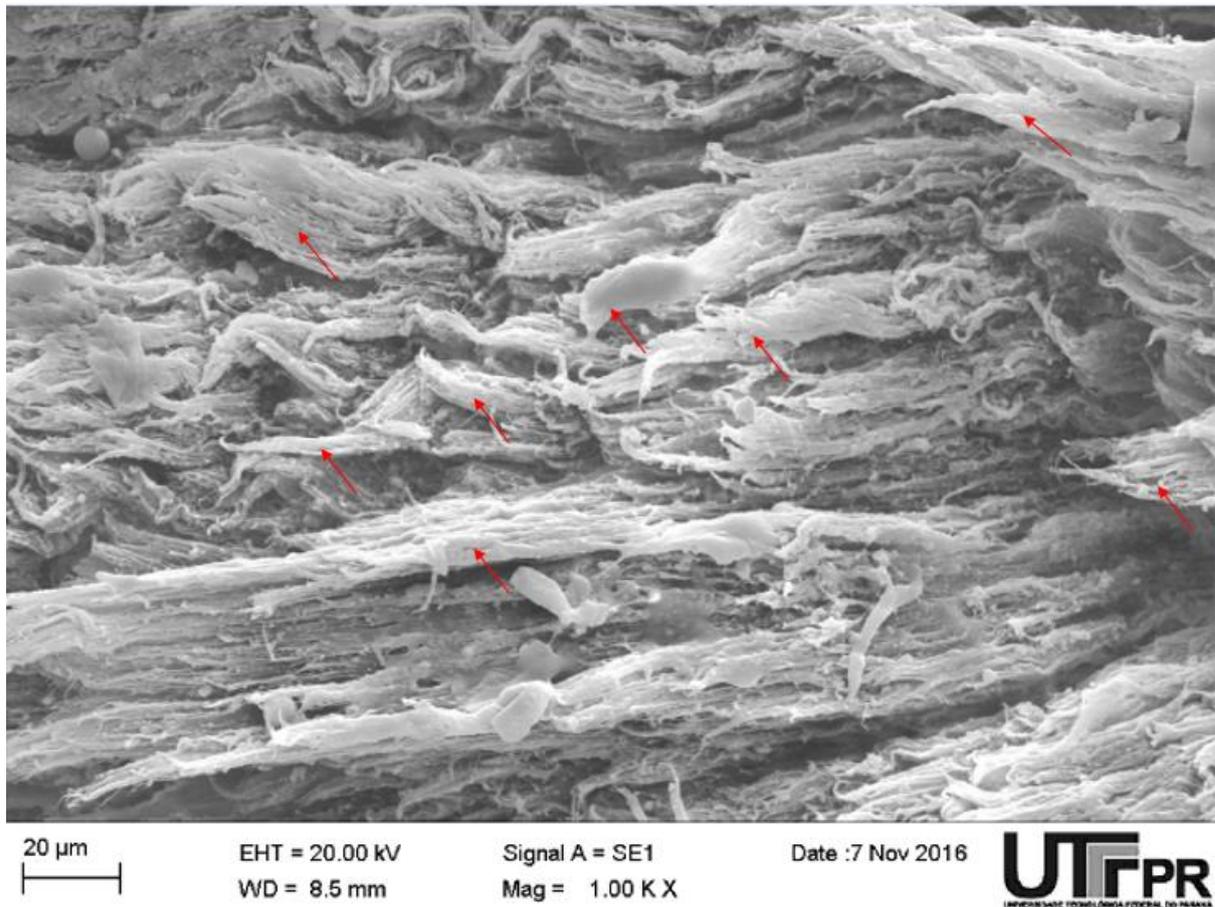
#### 4.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A análise das blendas em microscopia eletrônica de varredura foi realizada no ponto de ruptura dos corpos de prova submetidos ao ensaio de tração, conforme indicado no item 3.4.7.

Como a ruptura ocorre de formas distintas nas cargas e na matriz polimérica, é possível ter uma ideia de dispersão das cargas com a análise dos pontos de ruptura das blendas. A base polimérica apresenta material alongado no ponto de ruptura. Já nos pontos onde ocorre presença de carga, a ruptura ocorre sem alongamento (OLIVEIRA, 2012).

As Figuras 26 a 31 apresentam micrografias obtidas em MEV nas quais é possível verificar as diferenças na ruptura entre as blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH. As setas vermelhas indicam pontos de alongamento da matriz polimérica.

A Tabela 17 apresenta um comparativo com comentários sobre a forma de ruptura das blendas com diferentes proporções de compatibilizante.



**Figura 26 - Micrografia em MEV da Blenda 0 apresentando pontos de alongamento da matriz polimérica**

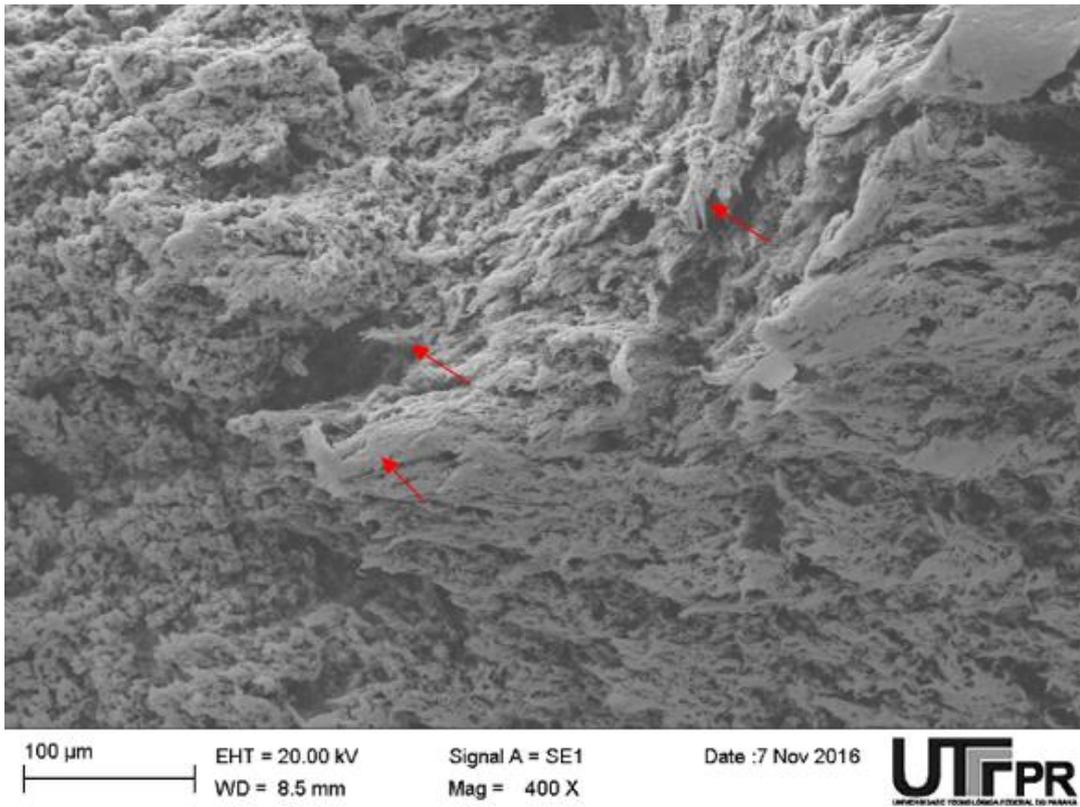


Figura 27 – Micrografia em MEV da Blenda 1 apresentando pontos de alongamento da matriz polimérica

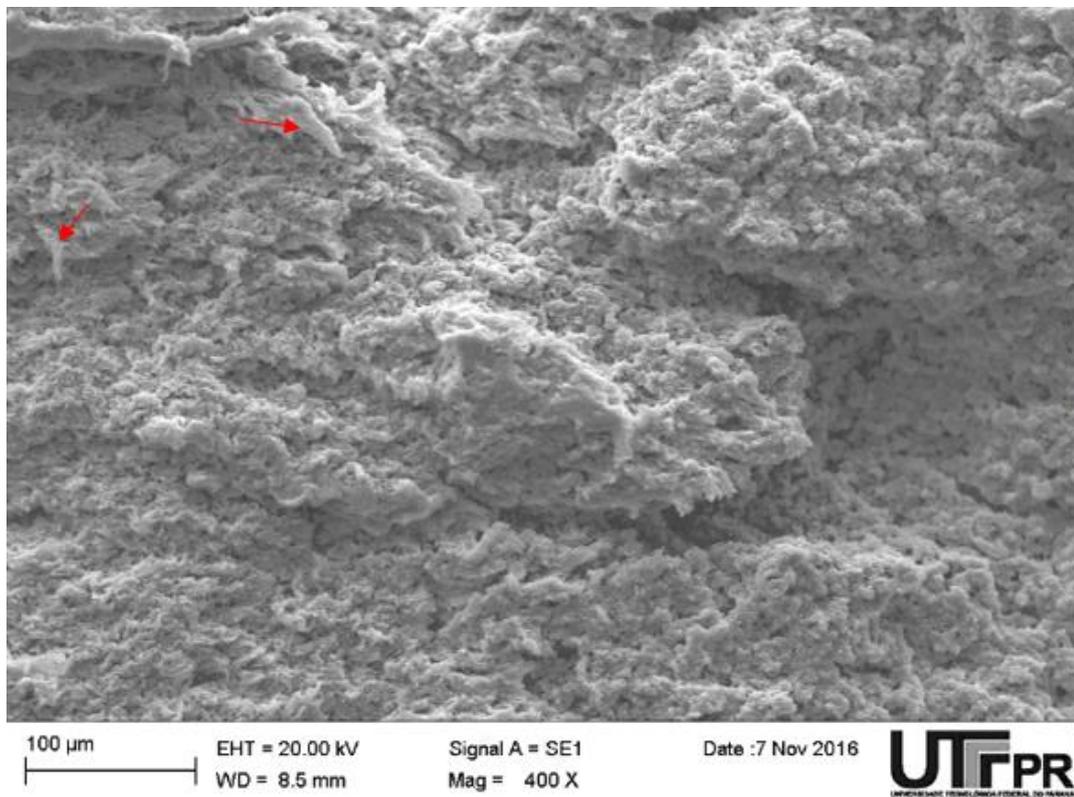


Figura 28 - Micrografia em MEV da Blenda 2 apresentando pontos de alongamento da matriz polimérica

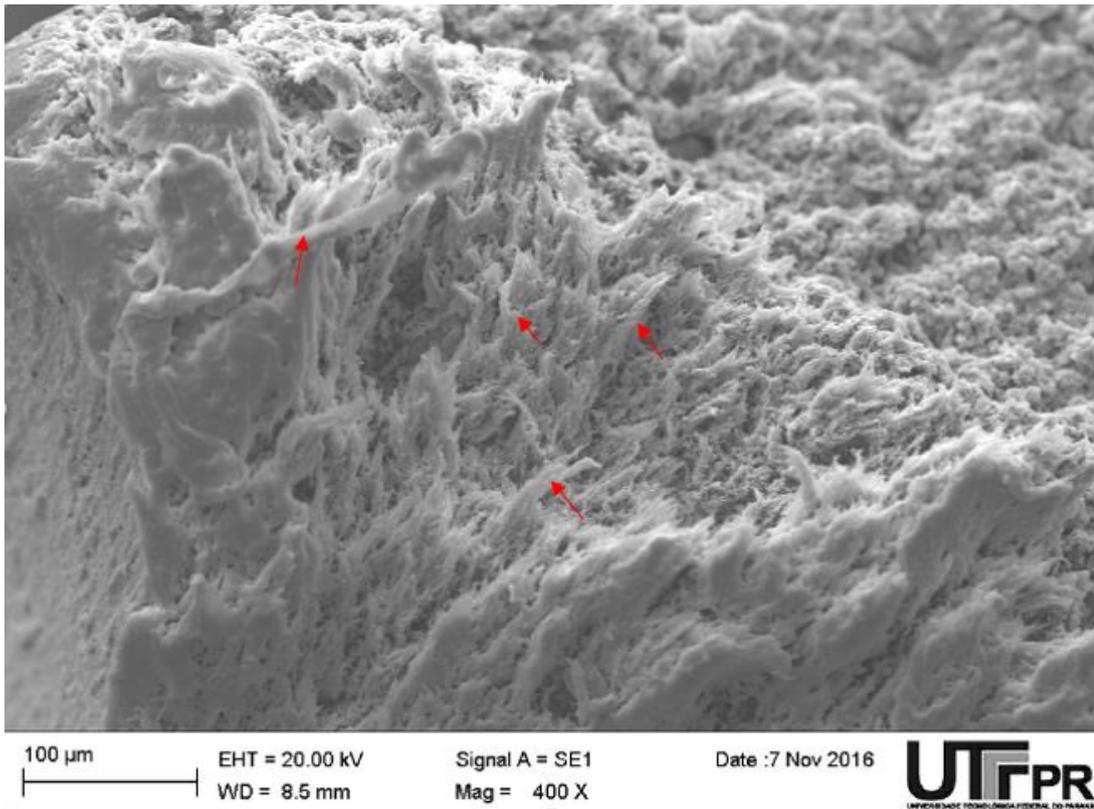


Figura 29 - Micrografia em MEV da Blenda 3 apresentando pontos de alongamento da matriz polimérica

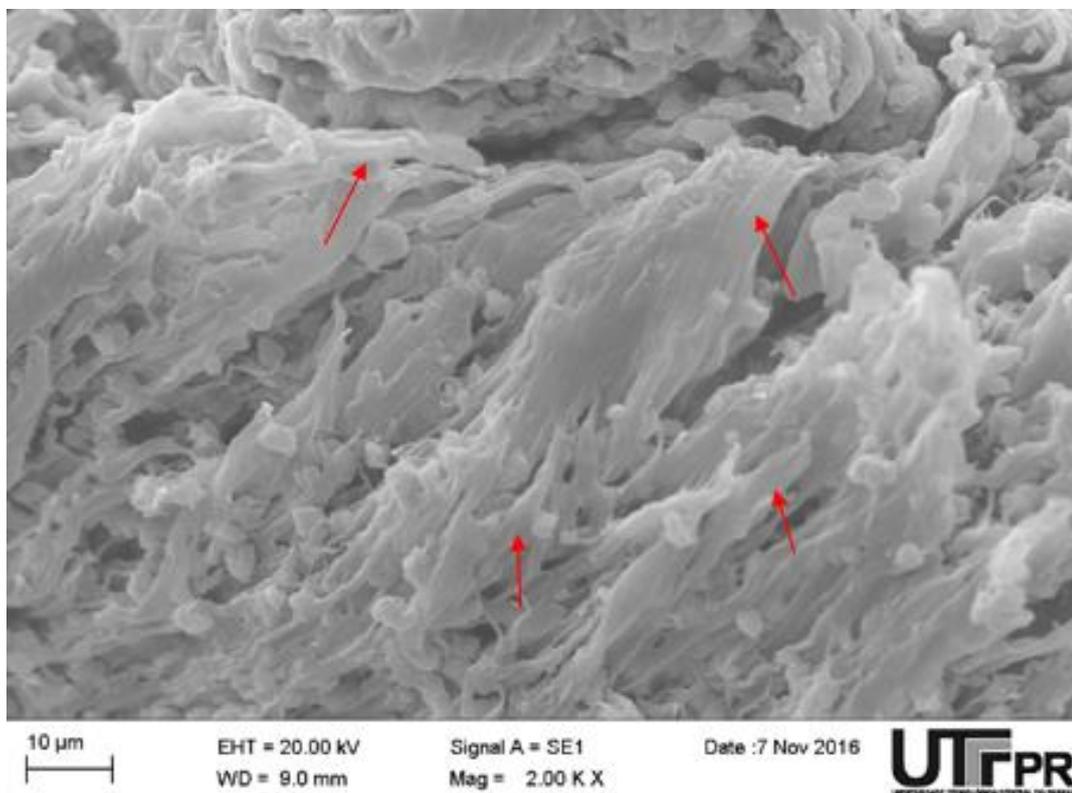
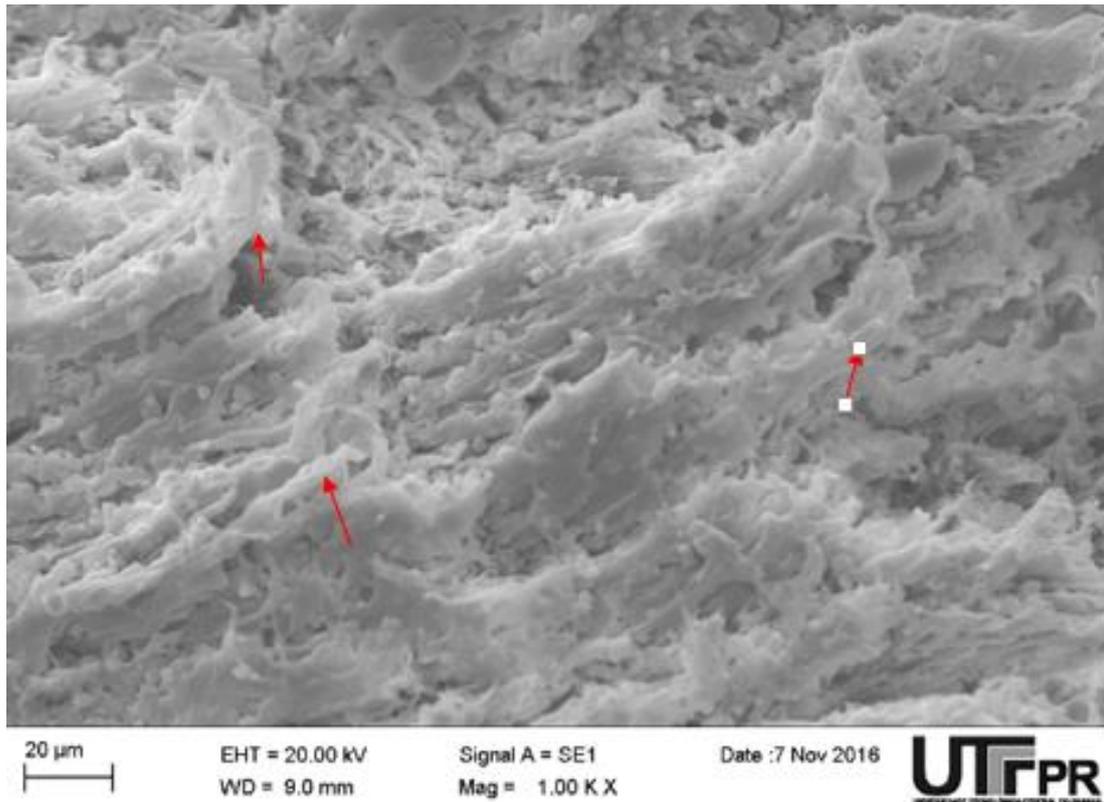


Figura 30 - Micrografia em MEV da Blenda 4 apresentando pontos de alongamento da matriz polimérica



**Figura 31 - Micrografia em MEV da Blenda 5 apresentando pontos de alongamento da matriz polimérica**

Taquet (2014) afirma que as blendas com menor quantidade de compatibilizante possuem menor adesão entre polímero carga, com isto, esta interfase torna-se mais frágil que a base polimérica e as tensões geradas durante o ensaio são transferidas aos polímeros, responsáveis por promover um maior alongamento à blenda. Conforme apresentado na Tabela 17, ponto de alongamento foram mais perceptíveis na blenda 0, fabricada sem compatibilizante, e na blenda 04, na qual a quantidade de compatibilizante não foi suficiente para promover uma adesão adequada das cargas.

**Tabela 17- Comparativo sobre a forma de ruptura das blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH**

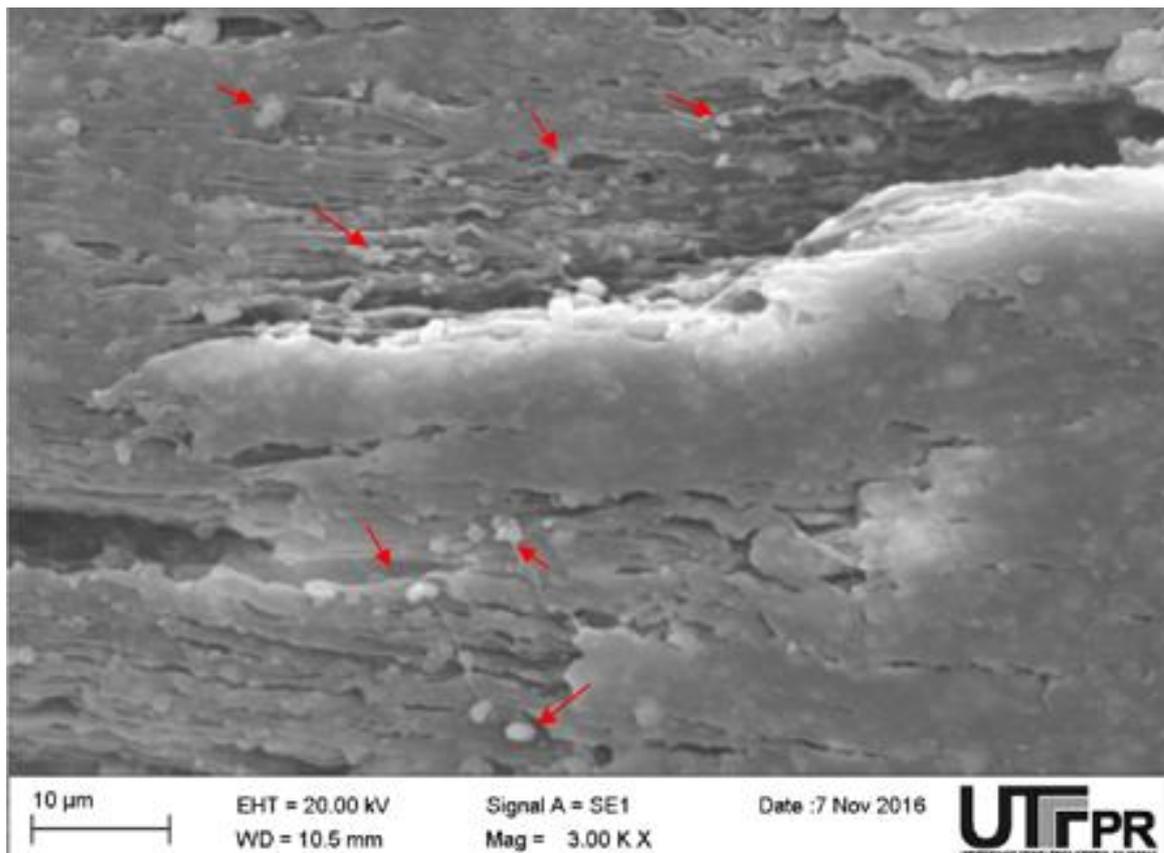
Blenda	Proporções	Observações
Blenda 0	75/25 LSZH-A/HDPE	Matriz polimérica apresentando muitos pontos de alongamento, indicando transferência de tensões para matriz polimérica pela baixa adesão das cargas na matriz. Figura 26.
Blenda 1	75/17/8 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	Matriz polimérica apresentando com pontos de alongamento menos perceptíveis, indicando pouca transferência de tensões para matriz polimérica pela baixa adesão das cargas na matriz. Figura 27.
Blenda 2	75/15/10 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	Matriz polimérica com pontos de alongamento menos perceptíveis, indicando boa dispersão das cargas e alta adesão das cargas na matriz. Figura 28.
Blenda 3	75/13/12 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	Matriz polimérica com poucos pontos de alongamento perceptíveis, indicando boa dispersão das cargas e alta adesão das cargas na matriz. Figura 29.
Blenda 4	75/15/10 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	Matriz polimérica apresentando muitos pontos de alongamento, indicando transferência de tensões para matriz polimérica pela baixa adesão das cargas na matriz. Figura 30.
Blenda 5	75/13/12 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	Matriz polimérica apresentando alguns pontos de alongamento, indicando transferência de parte das tensões para matriz. Figura 31.

Nas blendas 02 e 03 os pontos de alongamento foram menos perceptíveis. Este resultado indica que as quantidades de PE-g-MAH aplicadas nestas blendas foram as mais adequadas para promover a adesão das cargas na matriz polimérica.

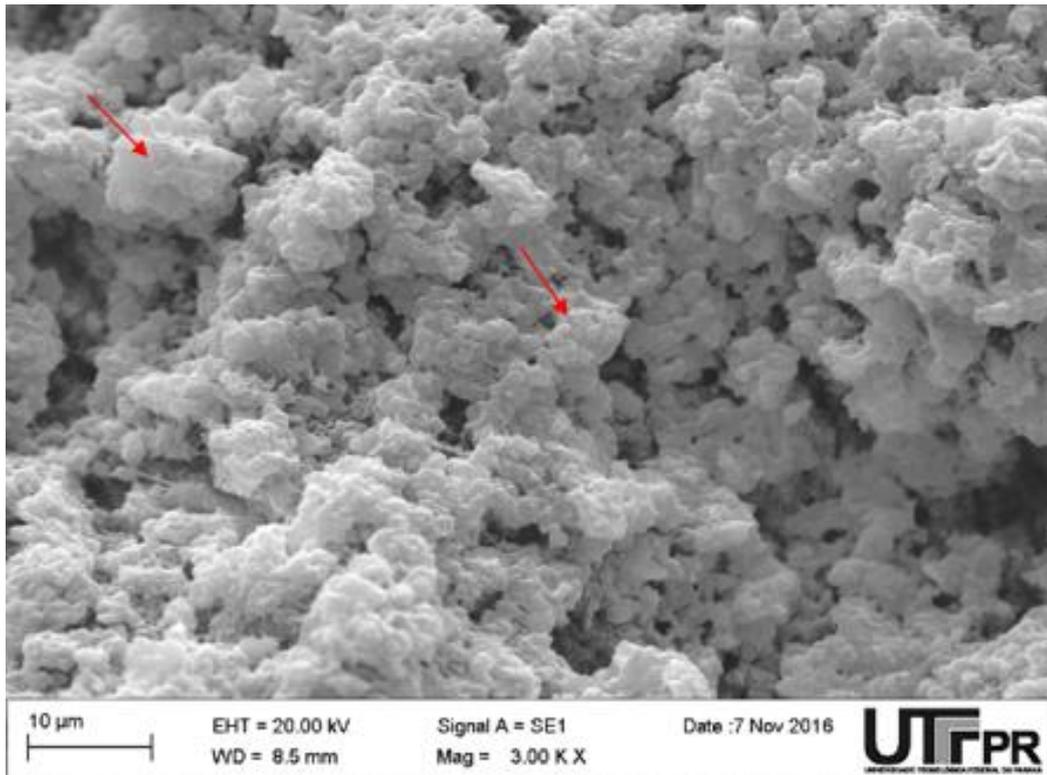
Uma outra forma de verificação da eficiência da adição do agente compatibilizante é com a análise da homogeneidade das amostras. O agente compatibilizante tem a função de dispersar as cargas na matriz polimérica, tornando a blenda mais homogênea. Assim, quanto mais homogênea for uma blenda, mais efetiva foi a ação do compatibilizante (GARBIM, 2003).

As Figuras 32 a 37 apresentam micrografias de ruptura realizadas em MEV nas quais é possível verificar a homogeneidade das blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções do compatibilizante PE-g-MAH. As setas vermelhas nas micrografias indicam a presença de aglomerados, que são responsáveis por causar um aspecto heterogêneo às blendas.

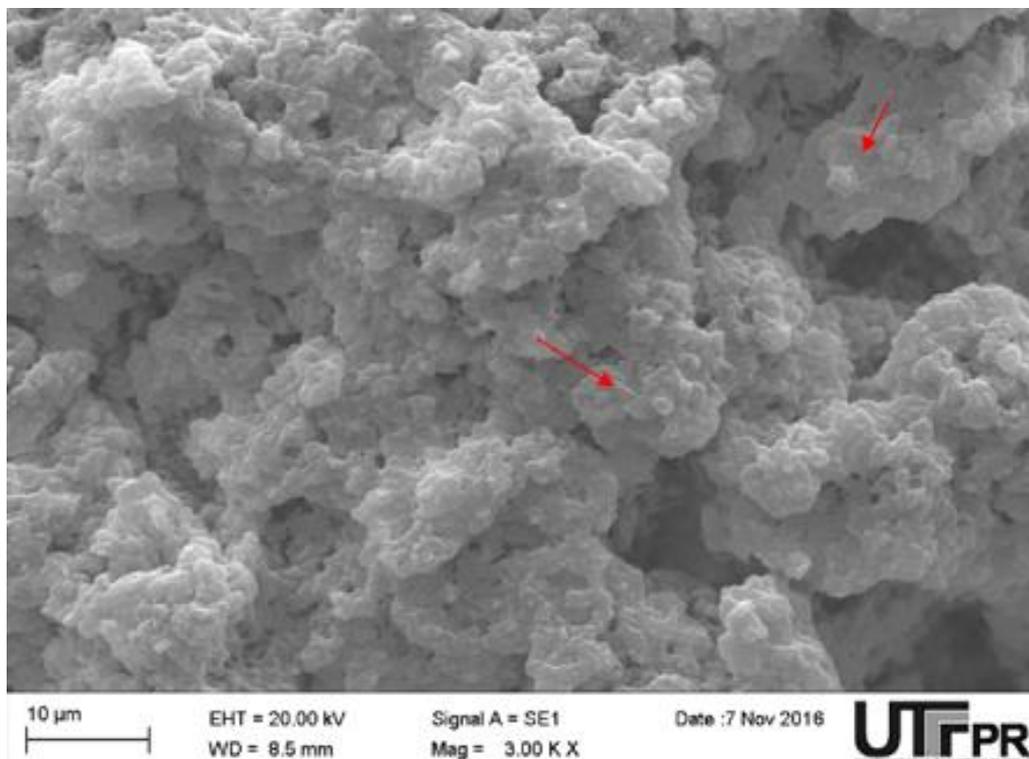
A Tabela 18 apresenta um comparativo com comentários sobre aspecto das blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH.



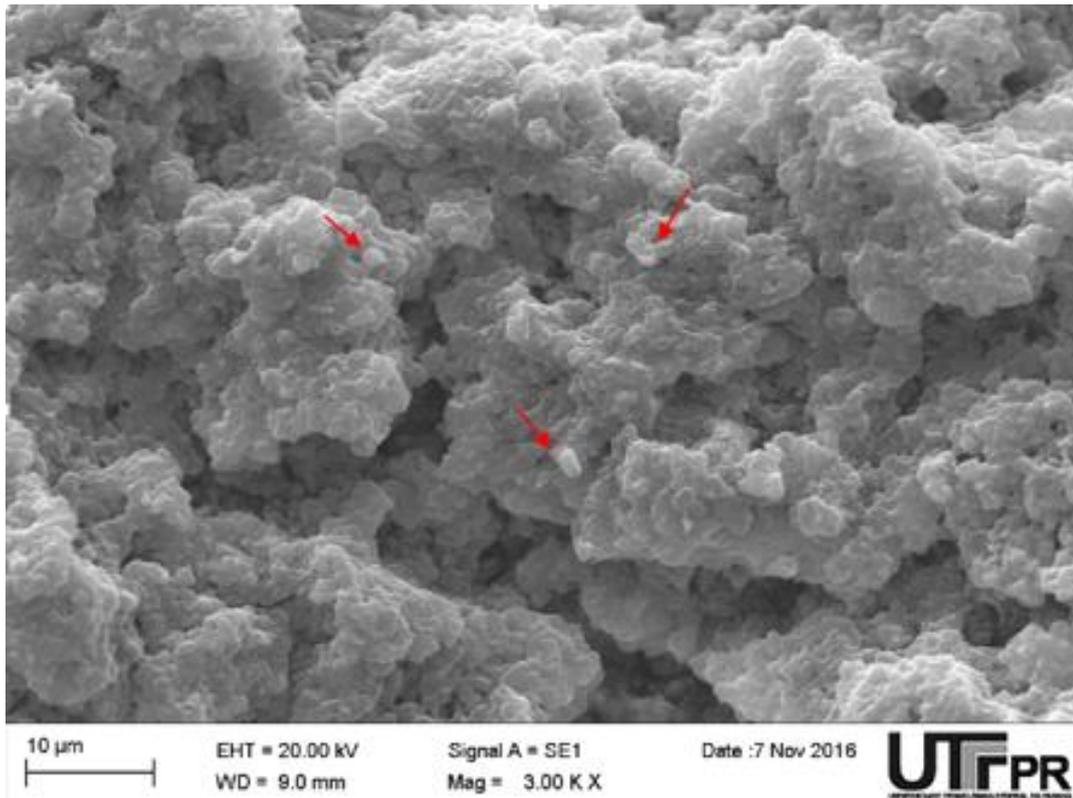
**Figura 32 - Micrografia em MEV da Blenda 0 apresentando aglomerados de cargas na matriz polimérica**



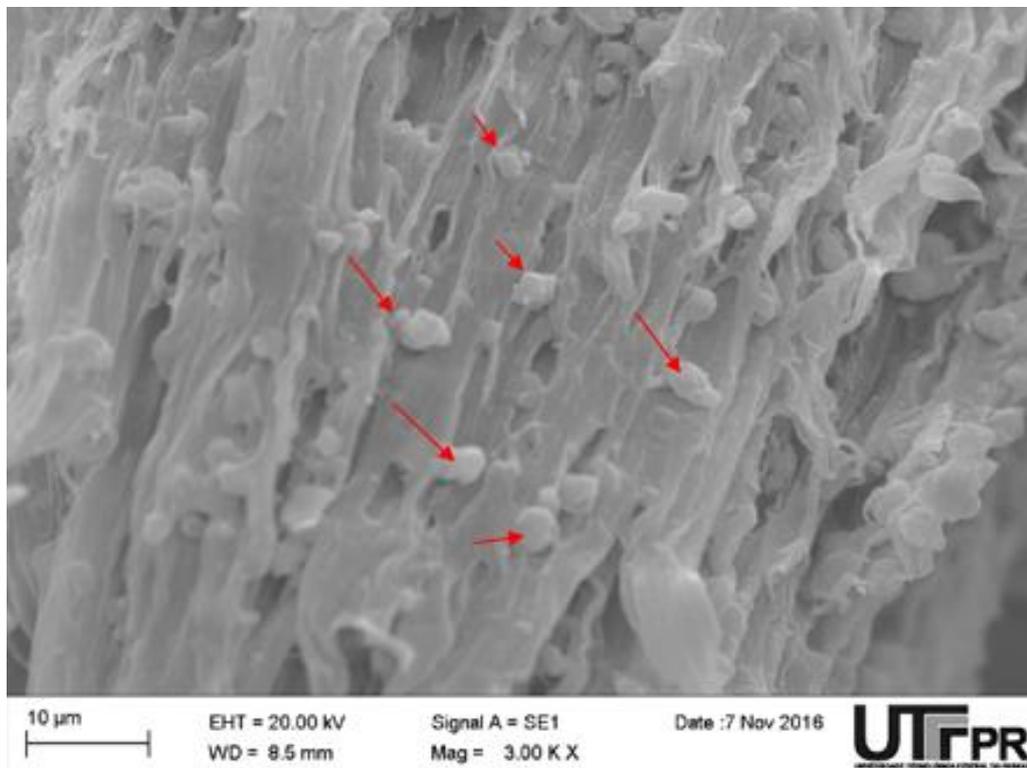
**Figura 33** - Micrografia em MEV da Blenda 1 apresentando aglomerados de cargas na matriz polimérica



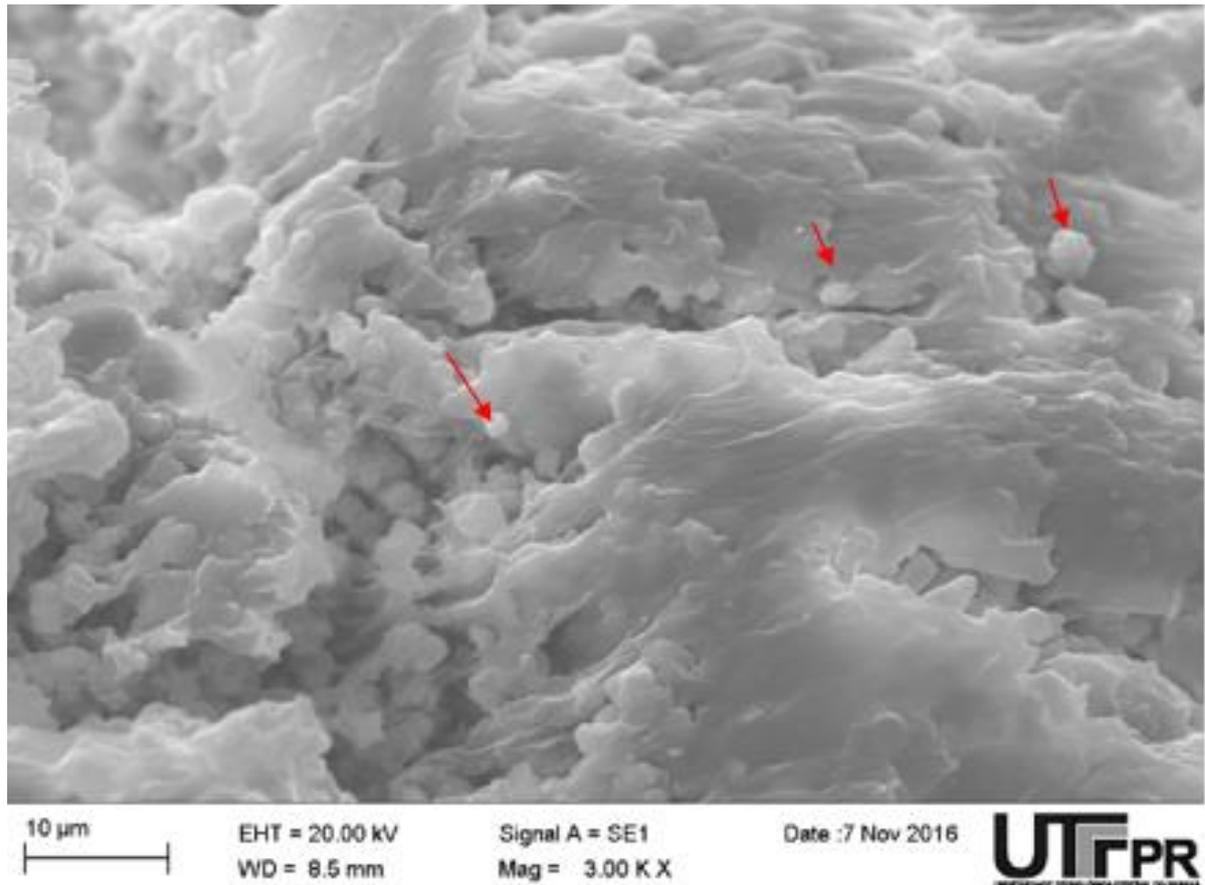
**Figura 34** - Micrografia em MEV da Blenda 2 apresentando aglomerados de cargas na matriz polimérica



**Figura 35** - Micrografia em MEV da Blenda 3 apresentando aglomerados de cargas na matriz polimérica



**Figura 36** - Micrografia em MEV da Blenda 4 apresentando aglomerados de cargas na matriz polimérica



**Figura 37 - Micrografia em MEV da Blenda 5 apresentando aglomerados de cargas na matriz polimérica**

A blenda 0, fabricada sem compatibilizante, apresenta vários pequenos aglomerados, que indicam presença de cargas antichama não dispersa na matriz polimérica.

Nas blendas 02 e 03, a presença de aglomerados não é perceptível e não é possível identificar a localização das cargas na matriz. Este resultado indica que as quantidades de PE-g-MAH aplicadas foram nestas blendas foram a mais adequadas para promover a dispersão das cargas na matriz polimérica, tomando as blendas mais homogêneas.

**Tabela 18 - Comentários sobre aspecto das blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH**

Blenda	Proporções	Observações
Blenda 0	75/25 LSZH-A/HDPE	Base polimérica alongada e presença de pequenos aglomerados, que podem ser carga não dispersa. Figura 32.
Blenda 1	75/17/8 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	Não é possível observar presença de aglomerados. Dificuldades na identificação do que seria carga e polímero. Figura 33.
Blenda 2	75/15/10 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	Não é possível observar presença de aglomerados. Dificuldades na identificação do que seria carga e polímero. Figura 34.
Blenda 3	75/13/12 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	Não é possível observar presença de aglomerados. Dificuldades na identificação do que seria carga e polímero. Figura 35.
Blenda 4	75/15/10 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	Base polimérica alongada e presença de vários pequenos aglomerados, que podem ser de carga não dispersa. Figura 36.
Blenda 5	75/13/12 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	Base polimérica alongada e presença de alguns pequenos aglomerados, que podem ser de carga não dispersa. Figura 37.

A blenda 04, que apresentou características de separação de fases, apresentou muitos aglomerados perceptíveis nas micrografias de MEV, que podem ser cargas antichama não dispersas na matriz polimérica.

A blenda 5 também apresentou alguns aglomerados, o que indica que a dispersão das cargas nesta blenda não foi completa.

Oliveira (2012) verificou a morfologia de compostos HDPE/OMMT em MEV com a análise do ponto de ruptura do ensaio de impacto, e conseguiu observar aglomerados de argila organofílica na matriz polimérica.

#### 4.8 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A Blenda 5 apresentou as propriedades mais adequadas a aplicação em cruzetas separadoras. O resultado de constante dielétrica foi igual ao máximo aceitável de acordo com os requisitos da Furukawa. A resistência a flamabilidade foi a maior entre as blendas LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH. A resistência a tração, o alongamento a ruptura e a resistividade volumétrica apresentaram valores adequados.

Estes resultados indicam que a Blenda 5 foi a que apresentou a dispersão de cargas mais adequada, a qual promoveu a resistência a flamabilidade máxima possível sem prejudicar a propriedade dielétrica ao ponto de impossibilitar o uso da blenda.

As micrografias obtidas por MEV mostraram que a blenda 5 apresentou alguns aglomerados, indicando que a dispersão de cargas não foi tão efetiva quanto a obtida para as blendas 02 e 03, porém esta característica pode ser considerada positiva, pelo fato da baixa dispersão de cargas contribuir para capacidade de isolamento elétrico do material.

A adição de compatibilizante PE-g-MAH em proporção adequada nas blendas LSZH/HDPE apresenta os seguintes efeitos nas propriedades:

- Melhoria da resistência a flamabilidade, com o aumento da sinergia entre os componentes da blenda;
- Diminuição da capacidade de isolamento elétrico, pelo aumento da dispersão de cargas;
- Aumento da resistência a tração, com a melhora da adesão entre polímero e carga.

- Diminuição do alongamento a ruptura, pela transferência das tensões de ruptura para as cargas;

A Tabela 19 apresenta um resumo dos resultados obtidos para as diferentes blendas obtidas.

**Tabela 19 - Comparativo de propriedades da blenda LSZH/HDPE com diferentes proporções de compatibilizante PE-g-MAH**

Blenda	Proporções	Índice de oxigênio (%)	Constante dielétrica (-)	Resistividade volumétrica (Ohm.cm)	Resistencia a tração (Mpa)	Alongamento a ruptura (%)	Ponto de amolecimento (°C)
Referência	Requisitos Furukawa	Mínimo 30 %	Máximo 3,0	Mínimo $1.10^{15}$	Mínimo 10	Mínimo 150	-
Blenda 0	75/25 LSZH-A/HDPE	28,0 +/- 0,2 %	2,83 +/- 0,05	$(1,75 +/- 0,36).10^{16}$	16,50 +/- 0,49	378 +/- 94	128,74
Blenda 1	75/17/8 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	28,7 +/- 0,2 %	3,08 +/- 0,08	$(4,65 +/- 0,61).10^{15}$	16,99 +/- 0,56	360 +/- 31	126,28
Blenda 2	75/15/10 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	31,1 +/- 0,2 %	3,14 +/- 0,10	$(4,12 +/- 0,60).10^{15}$	18,00 +/- 0,23	322 +/- 19	126,36
Blenda 3	75/13/12 LSZH-A/HDPE/PE-g-MAH	30,5 +/- 0,2 %	3,06 +/- 0,06	$(6,93 +/- 0,87).10^{15}$	17,87 +/- 0,52	340 +/- 12	126,89
Blenda 4	75/15/10 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	Inferior a 21 %	2,82 +/- 0,05	$(8,24 +/- 7,26).10^{15}$	14,25 +/- 0,73	434 +/- 30	128,09
Blenda 5	75/13/12 LSZH-B/HDPE/PE-g-MAH	33,6 +/- 0,2 %	3,06 +/- 0,08	$(3,05 +/- 1,05).10^{15}$	14,47 +/- 0,35	412 +/- 26	127,04

## 5 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos neste trabalho, pode-se concluir que a adição de PE-g-MAH em proporção adequada nas blendas LSZH/HDPE apresenta os seguintes efeitos nas propriedades:

- Melhoria da resistência a flama, com o aumento da sinergia entre os componentes da blenda;
- Diminuição da capacidade de isolamento elétrico, pelo aumento da dispersão de cargas;
- Aumento da resistência a tração, com a melhora da adesão entre polímero e carga.
- Diminuição do alongamento a ruptura, pela transferência das tensões de ruptura para as cargas;

A proporção adequada de PE-g-MAH depende da quantidade de cargas antichama presentes no composto LSZH utilizado. Para o LSZH-A, a proporção mais adequada de compatibilizante foi de 10%, conforme os resultados da blenda 02. Para o LSZH-B a proporção mais adequada foi de 12%, conforme os resultados da blenda 05.

A adição de PE-g-MAH em proporções insuficientes para a compatibilização das cargas pode acarretar aglutinação das cargas antichama pela falta de sinergia entre os componentes da blenda, alterando as propriedades de interesse do material, como por exemplo, a resistência a flama, conforme o ocorrido com a blenda 04.

A análise térmica DSC demonstrou que o HDPE e a base polimérica contida no composto LSZH são compatíveis e formam uma única fase polimérica. Com este resultado, é possível afirmar que todas as blendas LSZH/HDPE avaliadas são compostas de apenas de 2 fases, uma delas contendo a base polimérica e a outra contendo as cargas antichama. Com isso, a separação de fases indicada nos resultados obtidos na blenda 4 é referente à separação entre cargas e matriz polimérica, visto que o fenômeno de separação de fases não ocorre entre polímeros miscíveis.

Com as micrografias de ruptura realizadas em MEV foi possível identificar a presença de pequenos aglomerados nas blendas 0 e 4. A blenda 0 foi fabricada sem compatibilizante, o que sugere que os aglomerados podem ser de cargas antichama não compatibilizadas com a matriz polimérica. A blenda 04 apresentou características

de separação de fases, o que sugere que os graus perceptíveis nas imagens de MEV são cargas antichama não compatibilizadas com a matriz polimérica

A Blenda 5 apresentou valor de constante dielétrica igual ao máximo aceitável e a maior resistência a flamabilidade entre as blendas avaliadas. Este resultado indica que a Blenda 5 apresenta a dispersão de cargas mais adequada entre as blendas avaliadas, a qual promoveu resistência a flamabilidade máxima possível sem prejudicar a propriedade dielétrica a ponto de impossibilitar o uso da blenda.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

No decorrer deste trabalho, foram levantadas as seguintes possibilidades de análise para serem realizadas em trabalhos futuros.

- Efeito do método de mistura nas propriedades dielétricas e antichama da blenda LSZH/HDPE.

- Efeito de diferentes tipos de cargas antichama nas propriedades dielétricas e antichama da blenda LSZH/HDPE.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ASTM. (2011). ASTM D150-11 Standard Test Methods for AC Loss Characteristics and Permittivity (Dielectric Constant) of Solid Electrical Insulation. In 10.01. West Conshohocken. <http://doi.org/10.1520/D0150-11>
- ASTM. (2013). ASTM D2863-13 Standard Test Method for Measuring the Minimum Oxygen Concentration to Support Candle-Like Combustion of Plastics (Oxygen Index). In 08.01. West Conshohocken. <http://doi.org/10.1520/D2863>
- ASTM. (2014a). ASTM D257-14 Standard Test Methods for DC Resistance or Conductance of Insulating Material. In 10.01. West Conshohocken. Retrieved from [www.astm.org](http://www.astm.org)
- ASTM. (2014b). ASTM D638-14 Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. In 08.01. West Conshohocken. <http://doi.org/10.1520/D0638-14>
- ASTM. ASTM D3418-15 Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry, 08.02 (2015). West Conshohocken. <http://doi.org/10.1520/D3418-15>
- BEE, S. T., HASSAN, A., RATNAN, C. T., TEE, T.-T., & SIN, L. T. (2014). Investigation of enhancing effect of nano-montmorillonite on fire-retardant added low-density polyethylene-ethylene vinyl acetate hybrid system. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 27(11), 1515–1529. <http://doi.org/http://dx.doi.org/10.1177/0892705712474978>
- BRITO, G. F., OLIVEIRA, A. D. De, & SOUZA, D. D. (2007). Influencia do compatibilizante PE-g-MA e da argila organofílica em nanocompositos. In 9º Congresso Brasileiro de Polímeros.
- CANEVAROLO, S. V. (2006). *Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros*. (E. Artliber, Ed.) (2º edição). São Paulo.
- COMISSÃO EUROPÉIA. (2011). Construction Products Regulation (CPR). Retrieved from [https://ec.europa.eu/growth/sectors/construction/product-regulation\\_pt](https://ec.europa.eu/growth/sectors/construction/product-regulation_pt)
- COUTINHO, F. M. B., & MELLO, I. L. (2003). Polietileno: principais tipos, propriedades e aplicações. *Polímeros*, 13 (1), 1–13. <http://doi.org/10.1590/S0104-1428200300010000>

- DEDAVID, B. (2007). Microscopia eletrônica de varredura. (PUC-RS Rio Grande do Sul). Porto Alegre.
- DESHMUKH, K., Ahamed, M. B., & Sadasivuni, K. (2017). Fumed SiO<sub>2</sub> nanoparticle reinforced biopolymer blend nanocomposites with high dielectric constant and low dielectric loss for flexible organic electronics, 44427, 1–11. <http://doi.org/10.1002/app.44427>
- FENG, J., CHAN, C. M., & LI, J. X. (2003). A method to control the dispersion of carbon black in an immiscible polymer blend. *Polym Eng Sci*.
- Fu, M., & Qu, B. (2004). Synergistic flame retardant mechanism of fumed silica in ethylene-vinyl acetate/magnesium hydroxide blends. *Polymer Degradation and Stability*, 85(1), 633–639. <http://doi.org/10.1016/j.polyimdegradstab.2004.03.002>
- FURUKAWA. (2013). Relatório Técnico Furukawa: Material alternativo para cruzeta de cabos cat. 6. Curitiba. Acesso restrito.
- FURUKAWA. (2015). Catalogo de Produtos Furukawa. Retrieved March 1, 2016, <http://www.furukawa.com.br/ao/rede-furukawa/materiais-de-apoio/catalogos-69>
- GALLO, J., & AGNELLI, J. (1998). Aspectos do Comportamento Polímeros em Condições de Incêndio. *Revista Polímeros: Ciência e Tecnologia*, 23-38. Jan/Mar 98.
- GARBIM, V. J. (2003). Polimeros termoplásticos - aditivos de compatibilidade e agentes de acoplamento. <http://pt.slideshare.net/Borrachas/aditivos-compatibilizacao-acoplamento>.
- GOSWAMI, M., DESHPANDE, S. K., & KUMAR. (2010). Electrical behaviour of Li<sub>2</sub>O-ZnO-SiO<sub>2</sub> glass and glass-ceramics system. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 71(5), 739–744. <http://doi.org/10.1016/j.jpics.2010.01.014>
- HARRATS, C., & THOMAS, S. (2006). *Micro and Nanostructured Multiphase Polymer Blend Systems*. CRC Taylor & Francis,.
- HAURIE, L., FERNANDEZ, A. I., VELASCO, J. I., CHIMENOS, J. M., LOPEZ, J. M., & ESPIELLI, F. (2007). Thermal stability and flame retardancy of LDPE/EVA blends filled with synthetic hydromagnesite/aluminium hydroxide/montmorillonite and

magnesium hydroxide/aluminium hydroxide/montmorillonite mixtures. *Polymer Degradation and Stability*. <http://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2007.02.014>

KADIAN, A., ARORA, S., SHAMA, A., JOSHI, G. M., PANDEY, M., Thomas, P. (2016). Improved dielectric constant of thermoplastic blend as a function of alumina loading. *Measurement*, 90, 461–467. <http://doi.org/10.1016/j.measurement.2016.05.023>

LAOUTID, F., FERRY, L., LEROY, E., & LOPEZ, J. M. (2006). Intumescent mineral fire retardant systems in ethylene-vinyl acetate copolymer: Effect of silica particles on char cohesion. *Polymer Degradation and Stability*, 91(9), 2140–2145. <http://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2006.01.010>

LI, C., & ZHANG, Y. (2003). Melt grafting of maleic anhydride onto low-density polyethylene/polypropylene blends. *Polymer Testing*, 22(2), 191–195. [http://doi.org/10.1016/S0142-9418\(02\)00079-X](http://doi.org/10.1016/S0142-9418(02)00079-X)

LIEBSHER, M., TZOUNIS, L., & HEINRICH, G. (2013). Influence of the viscosity ratio in PC/SAN blends filled with MWCNTs on the morphological, electrical, and melt rheological properties. *Polymer (United Kingdom)*, 54 (25), 6801–6808. <http://doi.org/10.1016/j.polymer.2013.10.040>

LINHARES, S. (2012). Os resíduos eletroeletrônicos: uma análise comparativa acerca da percepção ambiental. III Congresso Brasileiro de Gestão Ambiental. Goiania.

LONGCHAO, D., BAOJUN, Q., & ZHENJIN, X. (2006). Flammability characteristics and synergistic effect of hydrotalcite with microencapsulated red phosphorus in halogen-free flame retardant EVA composite. *Polymer Degradation and Stability*, 91(5), 995–1001. <http://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2005.08.004>

MANO, E. B. (2004). *Introdução a polímeros*. (E. Blusher, Ed.) (2° ed.). São Paulo.

MOHAWK, C. (2005). *Category 6 Cable Designs Using Fillers or Separators*. [http://www.mohawk-cable.com/images/support/category 6 separators ta.pdf](http://www.mohawk-cable.com/images/support/category%206%20separators%20ta.pdf)

MONTGOMERY, D. C. (2004). *Diseño y análisis de experimentos*. (Limusa, Ed.) (2° ed.). México.

OLIVEIRA, S. ., SILVA, M. C., & BARBOSA, J. M. B. (2012). *Caracterização estrutural do PEAD e seus sistemas de nanocompositos*. Campina Grande

- PAOLI, M.-A. (2009). *Degradação E Estabilização De Polímeros*. Editora Altiber, 109-135.
- RODA. (2014). Aditivos retardantes de chama. Retrieved July 15, 2016, <http://www.tudosobreplasticos.com/aditivos/antichamas.asp>
- RoHS GUIDE. (2006). RoHS Compliant. Retrieved June 20, 2008, <http://www.rohsguide.com/rohs-faq.htm>. em portugues
- SAUERWEIN, R. (2002). New ATH developments drive flame retardant cable compounding. *Plastics, Additives and Compounding*, 4(12), 22–29. [http://doi.org/10.1016/S1464-391X\(02\)80163-5](http://doi.org/10.1016/S1464-391X(02)80163-5)
- SUNDADARAJA, U., & MACOSKO, C. W. (1995). Drop Breakup and Coalescence in Polymer Blends: The Effects of Concentration and Compatibilization. *Macromolecules*, 28, p. 2647.
- TAGUET, A., CASSAGNAU, P., & CUESTA, J. (2014). Structuration, selective dispersion and compatibilizing effect of (nano)fillers in polymer blends. *Progress in Polymer Science*, 39(3), 435–444.
- UTRACKI, L. A. (1990). *Polymer Alloys and Blends: Thermodynamics and rheology*. (H. Publishers, Ed.). New York.
- VAISAKH, S. S., & METZ, R. (2014). Effect of nano/micro-mixed ceramic fillers on the dielectric and thermal properties of epoxy polymer composites. *Polymers for Advanced Technologies*, 25(2), 240–248. <http://doi.org/10.1002/pat.3230>
- WILEY, V., & WEINHEIM, C. (2003). Extruder processing for nanoblends and nanocomposites, *Macromol. Symp.* 195, 303-308.