# 3 **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

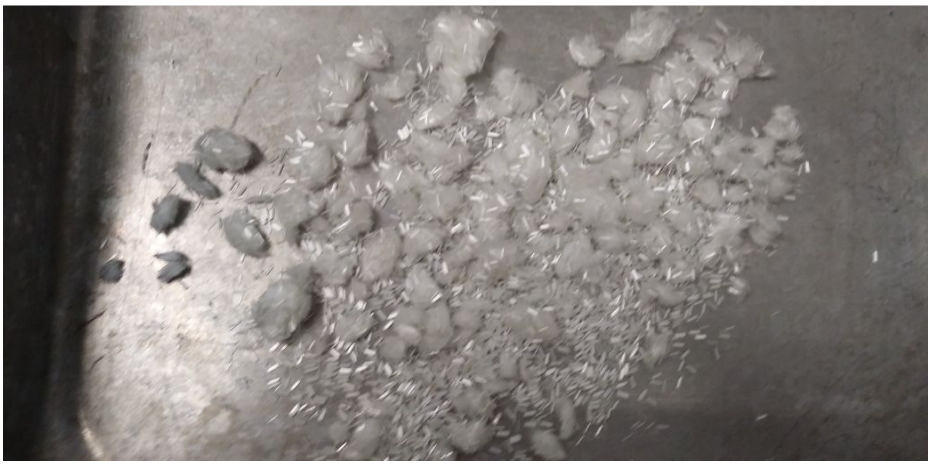
A Figura 4 mostra o aspecto das fibras de vidro antes do tratamento e as Figuras 5 e 6 mostram o aspecto das fibras de vidro após serem tratadas com γ- aminopropil-trietóxi-silano e com solução alcalina de NaOH, respectivamente.

Figura 4 - Fibras de vidro in natura

Fonte: O Autor, 2018.

Devido ao aspecto das fibras de vidro após tratamento com silano e com hidróxido de sódio, como mostrado nas Figuras 5 e 6, o processamento dos compósitos de polietileno de alta densidade e fibras de vidro tratadas foi dificultado. No processamento dos compósitos com a fibra de vidro tratada com silano, pequenos flocos (“novelos”) de fibra de vidro se concentraram no alimentador até o término do processamento. O material que sobrou dentro do alimentador após o processamento é mostrado na Figura 7. A concentração real de carga adicionada foi então determinada por análise termogravimétrica (TGA), como será demonstrado posteriormente.

Figura 5 - Fibras de vidro após tratamento com γ-aminopropil-trietóxi-silano



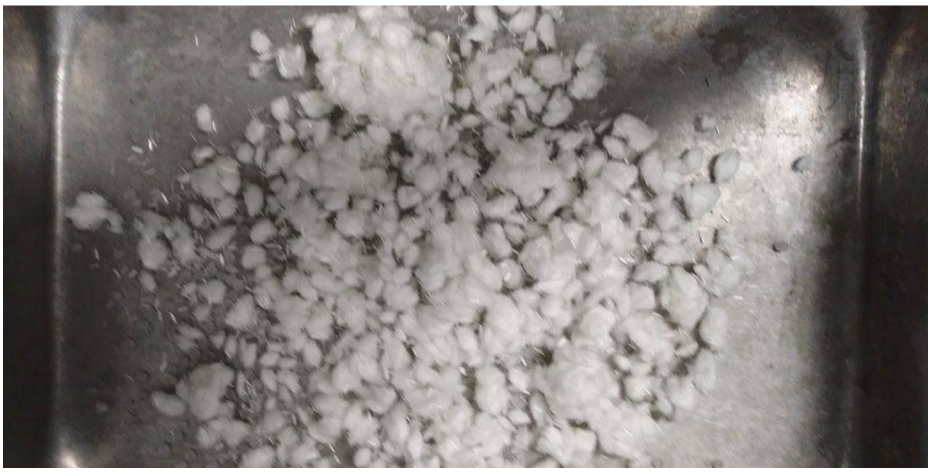
Fonte: O Autor, 2018.

Figura 6 - Fibras de vidro após tratamento com NaOH.

Fonte: O Autor, 2018.

Já no processamento dos compósitos com a fibra de vidro tratada com hidróxido de sódio, grandes “novelos” de fibra de vidro se concentraram no alimentador, e mesmo com a ação de um agitador mecânico não foi possível alimentar o material na extrusora de forma desejável. Além deste problema, um outro problema surgiu: alguns desses “novelos”, ao entrar na extrusora, entupiam a entrada da mesma, o que impossibilitou a produção de compósitos de polietileno de alta densidade com a fibra de vidro tratada com NaOH, como era pretendido inicialmente. Esses problemas podem exercer grande influência sobre a concentração e na dispersão de fibra de vidro nos compósitos e, consequentemente, influência sobre as propriedades dos mesmos.

Figura 7 - Material restante no alimentador após o processamento



Fonte: O Autor, 2018.

Infelizmente, devido ao pouco tempo para realização do trabalho, da impossibilidade da realização de outros tipos de processamento ou mistura e devido à escassez de verba para compra de mais material, não foi possível a realização de novos tratamentos das fibras ou processamentos.

## 3.1 **Análise termogravimétrica (TGA) dos compósitos**

A Tabela 6 e a Figura 8 apresentam os resultados do TGA do PEAD puro e dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro formulados com fibra de vidro não tratada e com fibra de vidro tratada com γ-aminopropil-trietóxi-silano.

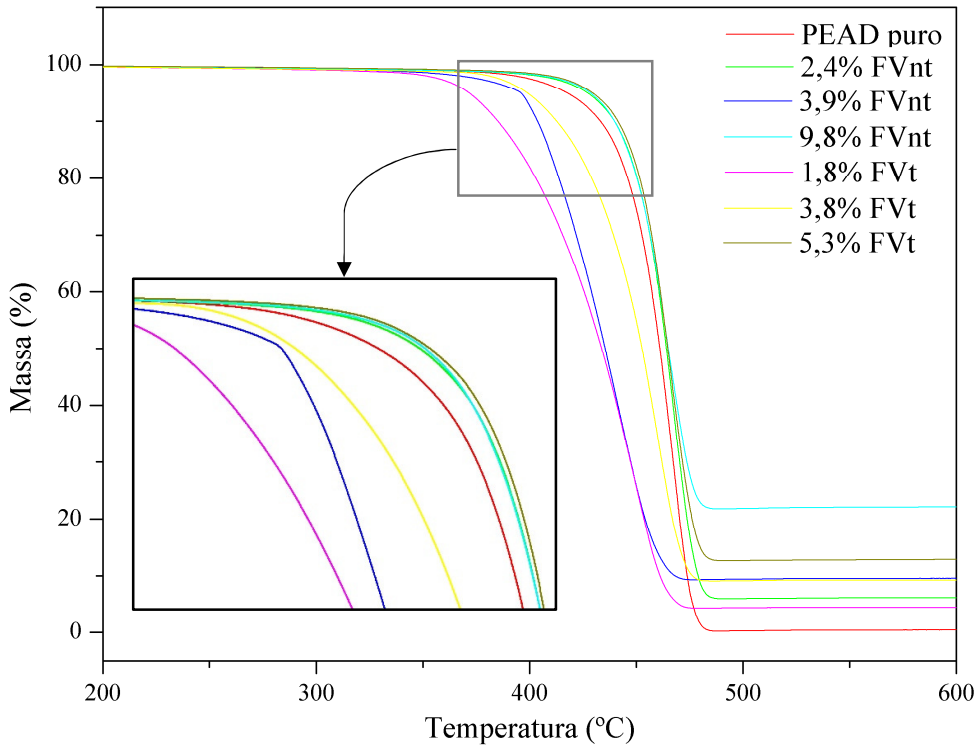
Tabela 6 - Resultados da análise termogravimétrica dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro com resíduos a 700ºC

| **Amostras** | **$T_{onset}$ (°C)** | **$T_{90}$ (°C)** | **$T_{50}$ (°C)** | **$T_{pico}$ (°C)** | **Teor de carga incorporado (%)** | **Fração Volumétrica (%)** |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **PEAD puro** | 447 | 433 | 461 | 469 | 0,3 | --- |
| **PEAD/10%FVnt** | 449 | 440 | 464 | 467 | 6,0 | 2,4 |
| **PEAD/15%FVnt** | 406 | 404 | 435 | 442 | 9,6 | 3,9 |
| **PEAD/20%FVnt** | 446 | 440 | 465 | 465 | 22,0 | 9,8 |
| **PEAD/10%FVt** | 403 | 385 | 434 | 449 | 4,6 | 1,8 |
| **PEAD/15%FVt** | 430 | 413 | 453 | 461 | 9,2 | 3,8 |
| **PEAD/20%FVt** | 448 | 441 | 465 | 466 | 12,7 | 5,3 |

Fonte: O Autor, 2018.

Foi realizada apenas uma análise termogravimétrica para cada compósito, devido ao equipamento que realizou esta análise ser de outra instituição. Como os valores incorporados aos compósitos divergiram muito daqueles pretendidos, as amostras serão nomeadas de acordo com a porcentagem em volume de fibra de vidro incorporada na matriz.

Figura 8 - Análise termogravimétrica dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro




Fonte: O Autor, 2018.

Com a adição de fibra de vidro ao polímero, era esperado um efeito positivo na estabilidade térmica, uma vez que o calor específico da fibra de vidro é bem inferior ao do polímero, 810 J/kg.K e 1850 J/kg.K respectivamente, e os valores para a condutividade térmica de fibra de vidro maiores do que os valores para o PEAD, respectivamente iguais a 1,3 W/m.K e 0,48 W/m.K[20]. Sendo assim era esperado que os compósitos PEAD/FV absorvessem preferencialmente a energia, fazendo com que as cadeias de polietileno degradassem em temperaturas mais elevadas.

A análise da Tabela 6 e da Figura 8, mostram que de forma geral, a adição de fibra de vidro não melhorou de forma significativa a estabilidade térmica dos compósitos. Resultado anômalo foi obtido quando 3,9% de fibra de vidro não tratada foi incorporado ao PEAD. O tratamento da fibra de vidro com silano também não contribuiu de forma significativa para o

aumento da estabilidade do polímero para as concentrações estudadas. Um leve aumento na estabilidade térmica pôde ser percebido em 3 compósitos, sendo eles: PEAD/3,9% FVnt, PEAD/9,8% FVnt e PEAD/5,3% FVt. Pode ser observado uma tendência ao aumento da estabilidade térmica com o aumento do teor de fibra de vidro para os compósitos reforçados com fibra de vidro tratadas com o γ-aminopropil-trietóxi-silano. Para os compósitos processados com fibra de vidro in natura, com exceção de resultado anômalo (PEAD/3,9%FVnt), as curvas te TGA são praticamente coincidentes.

Estudo, no qual as propriedades de compósitos de polietileno reforçados com fibras de juta foram comparadas com as propriedades de polietileno reforçados com fibras de vidro, mostrou que os compósitos com fibra de vidro apresentam melhor estabilidade térmica[75]. Aumento da estabilidade térmica devido à adição de fibras de vidro à matriz composta de misturas de polietileno e poli (ácido láctico) também foi verificado em estudo publicado na literatura[76].

Muylaert et al.[7] observaram que o teor de fibra de vidro assim como o tratamento da fibra de vidro com silanos não teve influência significativa sobre a estabilidade térmica dos compósitos de polipropileno reforçados com fibra de vidro. Há, entretanto, relatos na literatura que demonstram que a temperatura de degradação térmica do polipropileno aumenta com o aumento da incorporação de fibra de vidro[83,84].

É válido ressaltar que nesses estudos a concentração de fibra de vidro na qual se percebia um aumento significativo da estabilidade térmica do polímero eram mais altas do que as utilizadas nesse trabalho.

A análise da Tabela 6 mostra que os teores de fibra de vidro não tratada com silano incorporados ao polímero foram muito diferentes dos teores desejáveis. Esse resultado, se deve, ao problema de incorporação das fibras na extrusora como mencionado anteriormente. Para os compósitos carregados com FVnt, os teores de fibra de vidro determinados através da análise termogravimétrica, também diferiram dos percentuais de carga adicionados às amostras antes do processamento. Esse resultado pode ser atribuído a perda do material durante a alimentação.

É válido ressaltar que a análise termogravimétrica utiliza uma quantidade muito pequena de material, e por este motivo e devido a uma possível má distribuição da carga na amostra, os percentuais reais de fibra de vidro nessas amostras sejam um pouco diferentes dos encontrados pela TGA. Seria aconselhável a realização de várias análises termogravimétricas para cada amostra, o que não foi possível neste trabalho por se tratar de um equipamento de outra instituição. Outra possível solução para obtenção de resultados mais confiáveis para os

teores de carga incorporados é realizar a calcinação das amostras, entretanto, no presente estudo também não foi possível a realização desta análise.

A Tabela 7 apresenta os resultados do TGA dos compósitos PEAD/$Al_2O_3$, formulados com alumina in natura e com a alumina tratada com VTES. Apresenta também os resultados referentes aos compósitos processados com agente compatibilizante PE-g-MA.

Tabela 7 - Resultados da análise termogravimétrica dos compósitos PEAD/$Al_2O_3$ com resíduos a 700ºC

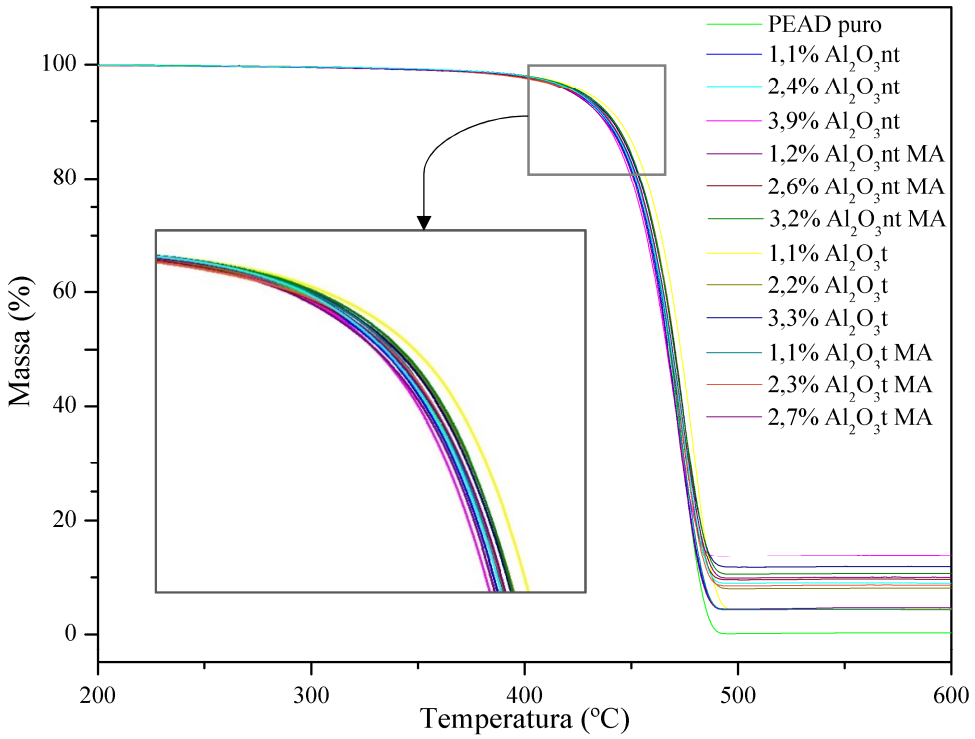
| Amostras | $T_{onset}$ (°C) | $T_{90}$ (°C) | $T_{50}$ (°C) | $T_{pico}$ (°C) | Teor de carga incorporado (%) | Fração Volumétrica (%) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **PEAD puro** | 452 | 439 | 468 | 474 | 0,08 | --- |
| **PEAD/5% $Al_2O_3$nt** | 450 | 439 | 467 | 473 | 4,30 | 1,1 |
| **PEAD/10% $Al_2O_3$nt** | 450 | 439 | 469 | 474 | 8,75 | 2,4 |
| **PEAD/15% $Al_2O_3$nt** | 447 | 437 | 467 | 469 | 13,73 | 3,9 |
| **PEAD/5% $Al_2O_3$nt/2%MA** | 450 | 438 | 467 | 472 | 4,37 | 1,2 |
| **PEAD/10% $Al_2O_3$nt/2% MA** | 450 | 440 | 469 | 475 | 9,35 | 2,6 |
| **PEAD/15% $Al_2O_3$nt/2%MA** | 451 | 442 | 470 | 474 | 11,52 | 3,2 |
| **PEAD/5% $Al_2O_3$t** | 456 | 445 | 473 | 479 | 4,36 | 1,2 |
| **PEAD/10% $Al_2O_3$t** | 453 | 441 | 471 | 475 | 7,95 | 2,2 |
| **PEAD/15% $Al_2O_3$**t | 452 | 441 | 470 | 475 | 11,75 | 3,3 |
| **PEAD/5% $Al_2O_3$t/2%MA** | 451 | 440 | 468 | 474 | 4,18 | 1,1 |
| **PEAD/10% $Al_2O_3$t/2%MA** | 451 | 440 | 469 | 474 | 8,40 | 2,3 |
| **PEAD/15% $Al_2O_3$t/2%MA** | 450 | 440 | 469 | 473 | 9,71 | 2,7 |

Fonte: O Autor, 2018.

Como os valores incorporados aos compósitos divergiram daqueles pretendidos, as amostras serão nomeadas de acordo com a porcentagem em volume de alumina incorporada na matriz.

Os resultados do TGA dos compósitos PEAD/$Al_2O_3$ apresentados na Tabela 7, podem ser também visualizados na Figura 9.

Figura 9 - Análise termogravimétrica dos compósitos PEAD/$Al_2O_3$




Fonte: O Autor, 2018.

Como o calor específico da alumina é bem inferior ao do polímero, 775 J/kg.K e 1850 J/kg.K, respectivamente, e os valores de condutividade térmica da alumina maiores do que os do PEAD, respectivamente iguais a 39 W/m.K e 0,48 W/m.K[20]. Seria esperado que a adição de alumina causasse um aumento na estabilidade térmica dos polímeros. Os resultados obtidos (Tabela 7 e Figura 9) mostram que aparentemente, com exceção da amostra PEAD/1,1% $Al_2O_3$t, a estabilidade térmica dos polímeros não foi alterada em função da adição da alumina ou da adição do agente compatibilizante. O tratamento da alumina com silano parece promover um aumento na estabilidade térmica do PEAD, mas somente a amostra PEAD/1,1% $Al_2O_3$t apresenta um aumento real da estabilidade térmica do polímero.

Lins[10], em seu estudo de compósitos híbridos de PEAD carregado com alumina e reforçado com fibra de vidro, observou uma redução da temperatura de degradação térmica do polímero em consequência da incorporação de teores de alumina. Esse resultado, segundo o autor, pode estar associado a redução do grau de cristalinidade que poderia minimizar o efeito de blindagem dos cristais, contribuindo para um decréscimo da estabilidade térmica com a adição da carga particulada, associado ao fato das partículas de alumina poderem ter se posicionado nos espaços interlamelares do polímero, ficando em contato com a superfície das

lamelas. Sendo assim, devido às propriedades térmicas intrínsecas da alumina, essas partículas atingiriam temperaturas mais elevadas mais rapidamente do que a matriz, causando uma degradação precipitada do polímero em temperaturas mais baixas. Malucelli et al. (2010) atribuíram a redução de 10% observada na temperatura de degradação do polietileno (LDPE), quando carregado com 5% em massa de α-alumina, à cristalização heterogênea do polietileno na superfície das partículas de alumina, que, neste caso, atuam como agentes nucleantes. No presente trabalho, como será mostrado adiante, os dados de calorimetria exploratória diferencial não mostraram que as partículas de alumina atuaram como agentes nucleantes. Segundo Lins, a redução da estabilidade térmica do polímero promovida pela adição da alumina pode estar associada a presença de impurezas contidas na alumina, como o óxido de ferro $Fe_2O_3$.

Silva[7], no entanto, observou que a adição de alumina melhorou a estabilidade térmica do polímero, mas que o aumento da concentração de carga, o tratamento da alumina com VTES e o uso do PP-g-MA como compatibilizante não exerceram influência significativa sobre a estabilidade térmica do material.

Observa-se também que, os percentuais de alumina dos compósitos obtidos através da perda de massa foram mais próximos aos percentuais de carga das amostras antes do processamento, o que pode evidenciar que de uma forma geral, não houve muita perda de carga durante o processamento.

A diferença entre os valores de $T_{onset}$, $T_{90}$, $T_{50}$ e $T_{pico}$ para o PEAD puro encontrados nas Tabela 6 e 7 é devido aos diferentes antioxidantes utilizados no processamento do PEAD, assim como as diferenças encontradas nas demais caracterizações dos compósitos. O PEAD puro da Tabela 6 foi processado utilizando irganox como antioxidante, da mesma forma que os compósitos PEAD/Fibra de Vidro. O PEAD puro da Tabela 7 foram processados utilizando óleo de uva como antioxidante da mesma forma que os compósitos PEAD/$Al_2O_3$.

De uma forma geral, os resultados de TGA mostram que se o aumento da estabilidade térmica for considerado um parâmetro de desempenho dos materiais obtidos, os compósitos de PEAD reforçados com 2,4% e 9,8% de fibra de vidro não tratada, o reforçado com 5,3 % de fibra de vidro tratada com γ-aminopropil-trietóxi-silano e o carregado com 1,1% de alumina tratada com VTES atenderiam a esse requisito. Nos outros compósitos estudados praticamente não houve variação da estabilidade térmica do polímero devido à incorporação da alumina ou houve uma queda na estabilidade térmica devido à incorporação das fibras de vidro.

## 3.2 **Calorimetria exploratória diferencial (DSC) dos compósitos**

A Tabela 8 apresenta os resultados da calorimetria exploratória diferencial do PEAD e dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro formulados com fibra de vidro in natura e com fibra de vidro tratada com silano.

Tabela 8 - Resultados da calorimetria exploratória diferencial dos compósitos PEAD/Fibra de Vidro

| Amostras | $T_f$ (°C) | $\Delta H_f$ (J/g) | $T_c$ (°C) | $\chi_c$ (%) |
|---|---|---|---|---|
| **PEAD puro** | 133 | 223 | 117 | 76 |
| **PEAD/2,4% FVnt** | 133 | 196 | 117 | 71 |
| **PEAD/3,9% FVnt** | 132 | 194 | 117 | 73 |
| **PEAD/9,8% FVnt** | 132 | 180 | 118 | 79 |
| **PEAD/1,8% FVt** | 134 | 183 | 116 | 66 |
| **PEAD/3,8% FVt** | 134 | 201 | 116 | 77 |
| **PEAD/5,3% FVt** | 133 | 189 | 117 | 74 |

Fonte: O Autor, 2018.

As temperaturas de fusão e de cristalização do PEAD praticamente não foram alteradas com a incorporação da fibra de vidro in natura ou com a fibra de vidro tratada. Resultado similar foi obtido por Silva[7], quando avaliou o efeito da incorporação de fibras de vidro submetidas a tratamentos superficiais com silano e hidróxido de sódio ao polipropileno.

Os resultados da tabela 8 mostram que o grau de cristalinidade das amostras tende a aumentar com o aumento do teor de fibra de vidro, sendo maior do que o do polietileno de alta densidade carregado com uma fração volumétrica de fibra de vidro igual a 0,098. Esse resultado sugere, que quando teores mais elevados de fibra de vidro são incorporados ao PEAD, a fibra pode estar atuando como agente nucleante. A temperatura de cristalização, entretanto, em relação a do PEAD só aumentou de 1°C.

Há autores que relatam que a incorporação de fibra de vidro não afeta de forma significativa a temperatura de cristalização do polipropileno[80,85]. Outros autores, entretanto, verificaram um aumento da temperatura de cristalização, $T_c$ com a incorporação de fibra de vidro[83,86,87,88], indicando que as fibras poderiam atuar como agente nucleante para a matriz de polipropileno.

A incorporação de fibra de vidro não tratada, nos teores utilizados nesse trabalho, não promoveu o aumento do grau de cristalinidade do PEAD.

A Tabela 9 apresenta os resultados da calorimetria exploratória diferencial dos compósitos PEAD/$Al_2O_3$, formulados com alumina in natura e com a alumina tratada com silano. Apresenta também os resultados referentes aos compósitos processados com agente compatibilizante PE-g-MA.

Tabela 9 - Resultados da calorimetria exploratória diferencial dos compósitos PEAD/$Al_2O_3$

| Amostras | $T_f$ (°C) | $\Delta H_f$ (J/g) | $T_c$ (°C) | $\Delta H_c$ (J/g) | $\chi_c$ (%) |
|---|---|---|---|---|---|
| **PEAD puro** | 132 | 189,5 | 117 | 201,8 | 69 |
| **PEAD/1,1% $Al_2O_3$nt** | 133 | 175,9 | 118 | 179,9 | 64 |
| **PEAD/2,4% $Al_2O_3$nt** | 133 | 176,1 | 117 | 180,2 | 67 |
| **PEAD/3,9% $Al_2O_3$nt** | 132 | 141,9 | 118 | 145,7 | 58 |
| **PEAD/1,2% $Al_2O_3$nt/2%MA** | 133 | 185,7 | 117 | 193,7 | 69 |
| **PEAD/2,6% $Al_2O_3$nt/2%MA** | 133 | 170,8 | 118 | 169,0 | 63 |
| **PEAD/3,2% $Al_2O_3$nt/2%MA** | 132 | 160,5 | 118 | 167,0 | 65 |
| **PEAD/1,1% $Al_2O_3$t** | 132 | 186,4 | 117 | 191,4 | 68 |
| **PEAD/2,1% $Al_2O_3$t** | 132 | 182,5 | 117 | 186,7 | 70 |
| **PEAD/3,3% $Al_2O_3$t** | 133 | 171,6 | 117 | 171,0 | 66 |
| **PEAD/1,1% $Al_2O_3$t/2%MA** | 133 | 178,7 | 117 | 186,4 | 66 |
| **PEAD/2,3% $Al_2O_3$t/2%MA** | 132 | 177,5 | 118 | 179,6 | 67 |
| **PEAD/2,7% $Al_2O_3$t/2%MA** | 133 | 162,6 | 117 | 166,4 | 63 |

Fonte: O Autor, 2018.

As temperaturas de fusão e de cristalização do PEAD não foram alteradas com a incorporação de alumina in natura, alumina submetida a tratamento superficial com VTES ou com a adição do agente compatibilizante PE-g-MA. Na literatura há trabalhos publicados que relatam que a incorporação de alumina ao PEAD promove o aumento da temperatura de cristalização[38,89]. Há outros, entretanto, que mostram que a adição de alumina reduziu a temperatura de cristalização[90].

Lins[10] não observou alteração significativa das temperaturas de fusão e de cristalização do PEAD com a adição de alumina ao polímero.

De uma forma geral, a incorporação de alumina e os tratamentos superficiais aos quais foi submetida não promoveu o aumento do grau de cristalinidade do PEAD, mostrando que essa carga nas condições utilizadas nesse trabalho não atuou como agente nucleante[38,89]. Os

compósitos PEAD/1,2% $Al_2O_3$nt/2%MA e PEAD/2,1% $Al_2O_3$t apresentaram grau de cristalinidade similar ao do PEAD puro.

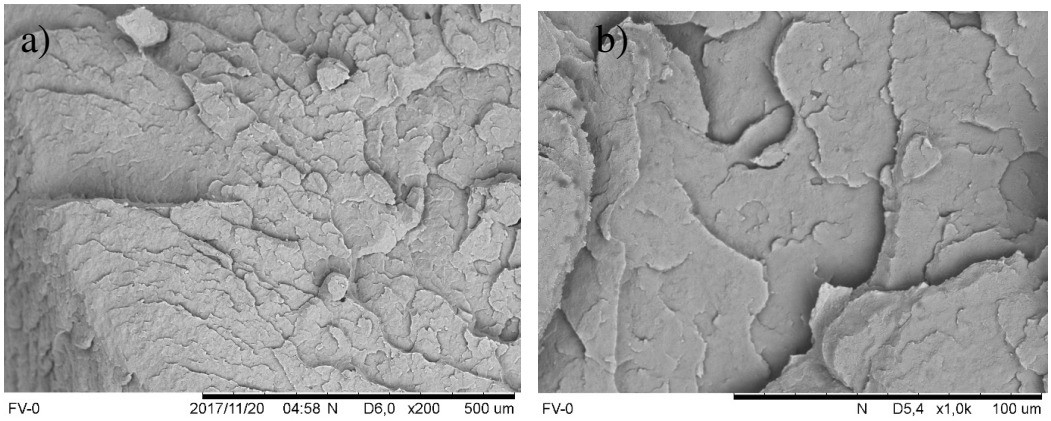
Lins[10] observou um decréscimo inicial do grau de cristalinidade do PEAD com a incorporação de 5% de alumina. A adição de teores crescentes de alumina ao polímero, entretanto, promoveu o aumento do grau de cristalinidade, que, entretanto, não foi maior do que a do PEAD. Foi observado que entre todos os materiais analisados, o compósito de PEAD reforçado com 9,8% de fibra de vidro não tratada foi o que apresentou o maior valor de grau de cristalinidade. A diferença entre os valores de cristalinidade para o PEAD puro encontrados nas Tabela 6 e 7 é devido aos diferentes antioxidantes utilizados no processamento do PEAD.

As curvas de DSC do PEAD puro e dos compósitos que apresentaram melhores propriedades mecânicas e térmicas são apresentadas em apêndice no final deste trabalho.

## 3.3 **Análise morfológica dos compósitos PEAD/ Fibra de Vidro**

A Figura 10 apresenta a micrografia do PEAD puro processado da mesma forma que os compósitos PEAD/Fibra de Vidro e analisados com ampliações de 200 e 1000x.

Figura 10 - Micrografias do PEAD puro

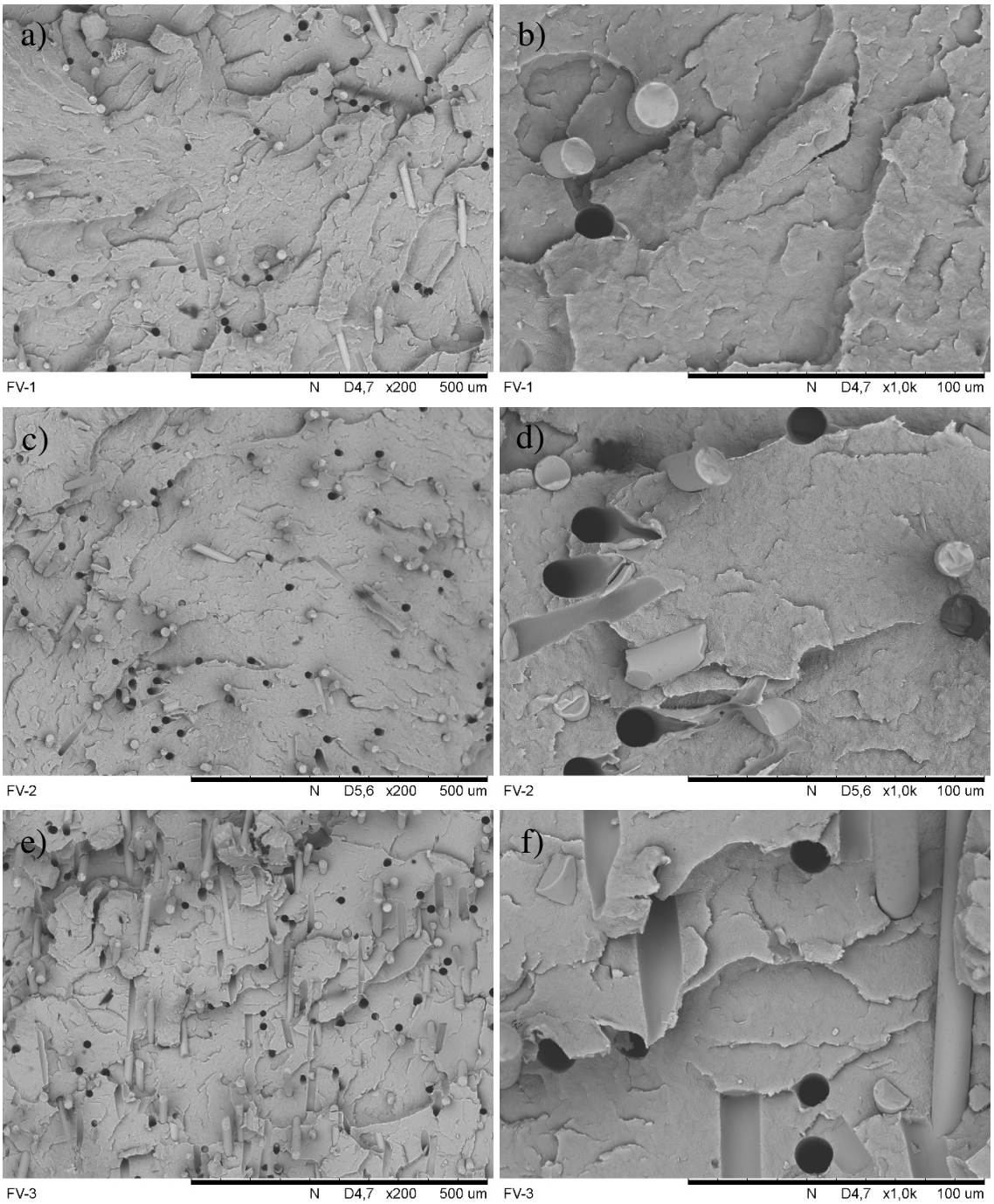



Legenda: (a) - PEAD puro com ampliação de 200x; (b) - PEAD puro com ampliação de 1000x.

Fonte: O Autor, 2018.

Na Figura 11 são apresentadas as micrografias dos compósitos de polietileno de alta densidade e fibra de vidro in natura com ampliações de 200 e 1000x.

Figura 11 - Micrografias dos compósitos de PEAD e fibra de vidro in natura




Legenda: (a) - PEAD/2,4% FVnt com ampliação de 200x; (b) - PEAD/2,4% FVnt com ampliação de 1000x; (c) - PEAD/3,9% FVnt com ampliação de 200x; (d) - PEAD/3,9% FVnt com ampliação de 1000x; (e) - PEAD/9,8% FVnt com ampliação de 200x; (f) - PEAD/9,8% FVnt com ampliação de 1000x.

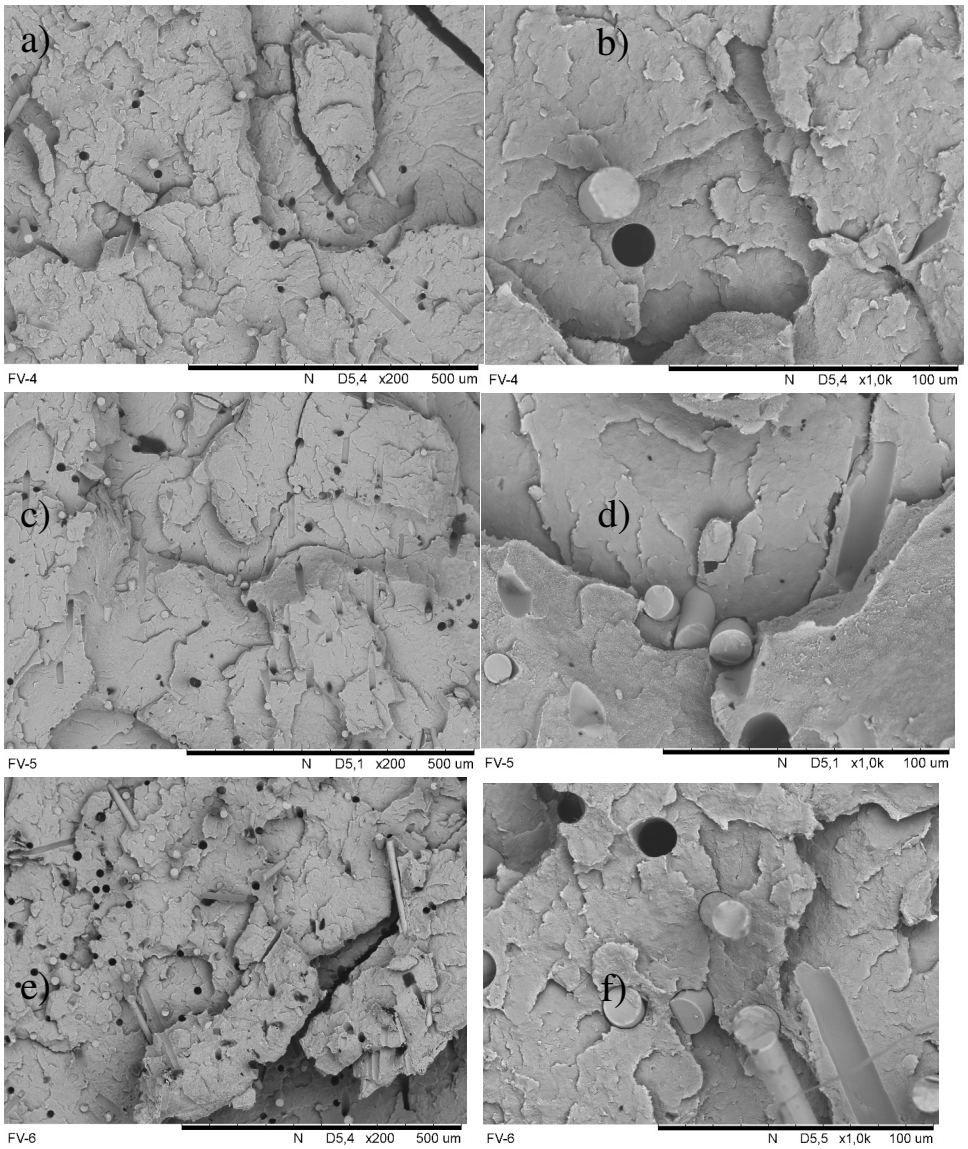
Fonte: O Autor, 2018.

Através da análise das micrografias da Figura 11, é possível notar a presença de vários vazios devido a remoção e da quebra de fibras de vidro durante a fratura. Observa-se também que com o aumento da concentração de fibras incorporadas a matriz, houve uma melhor distribuição das fibras. Não foram observados aglomerados de fibra em nenhuma das concentrações, indicando uma boa dispersão das fibras. Pode ser observado também um certo grau de orientação das fibras na direção de injeção, efeito que que diminui com aumento da concentração do reforço. As fibras de vidro apresentam aspecto limpo e liso, o que indica uma fraca adesão interfacial entre as fibras de vidro e a matriz de polietileno de alta densidade [87, 91, 97]. Percebe-se também que houve um descolamento (a existência de interstícios) entre algumas fibras de vidro e a matriz. Vários pesquisadores, ao estudarem compósitos de polietileno de alta densidade carregados com fibras de vidro in natura, relataram a fraca adesão interfacial existente entre as fibras e a matriz, corroborada com micrografias que indicam que várias fibras são retiradas da matriz durante a fratura. Esses estudos indicam que a descolagem interfacial se mostrou o mecanismo de falha dominante[85-88].

Silva[7], observou em seu estudo de compósitos de polipropileno carregados com alumina e reforçados com fibra de vidro, a orientação de grande parte das fibras de vidro na direção de injeção. Esta orientação das fibras é benéfica para o aumento das propriedades mecânicas na direção de injeção.

A Figura 12 apresentada as micrografias dos compósitos de polietileno de alta densidade e fibra de vidro tratada com γ-aminopropil-trietóxi-silano com ampliações de 200 e 1000x.

Figura 12 - Micrografias dos compósitos de PEAD e fibra de vidro tratada com γ-aminopropil-trietóxi-silano




Legenda: (a) - PEAD/1,8% FVSilano com ampliação de 200x; (b) - PEAD/1,8% FVSilano com ampliação de 1000x; (c) - PEAD/3,8% FVSilano com ampliação de 200x; (d) - PEAD/3,8% FVSilano com ampliação de 1000x; (e) - PEAD/5,3% FVSilano com ampliação de 200x; (f) - PEAD/5,3% FVSilano com ampliação de 1000x.

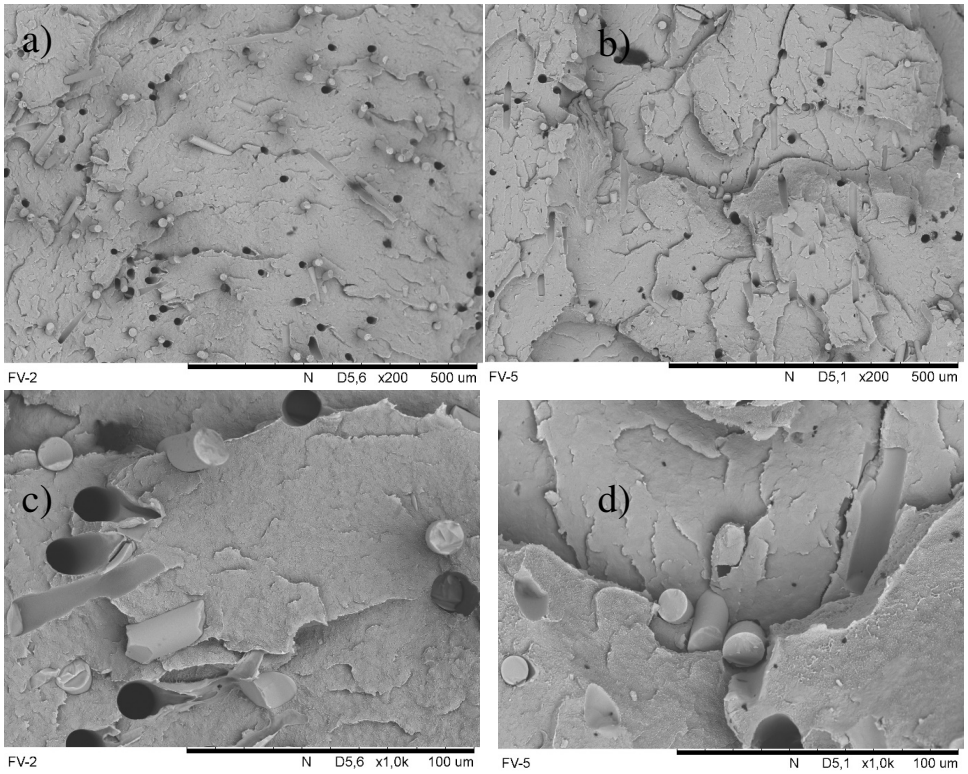
Fonte: O Autor, 2017.

Através da análise das micrografias da Figura 12, é possível notar uma grande quantidade de vazios devido a remoção e quebra de fibras de vidro durante a fratura, o que foi observado também para os compósitos com fibras de vidro in natura. Para os compósitos de polietileno de alta densidade e fibras de vidro tratadas com silano também se observa que as fibras de vidro apresentaram aspecto liso. Estas observações indicam que as fibras de vidro tratadas com γ-aminopropil-trietóxi-silano também não apresentam uma adesão interfacial

satisfatória com a matriz. Para estes compósitos também foi observado um certo grau de orientação das fibras de vidro na direção de injeção e boa dispersão e distribuição das fibras de vidro na matriz. Também pôde ser observado através das micrografias dos compósitos de polietileno de alta densidade e fibras de vidros tratadas com γ-aminopropil-trietóxi-silano o descolamento entre algumas fibras de vidro e a matriz, o que também sinaliza a fraca adesão interfacial. De uma forma geral, entretanto, as micrografias indicam que as amostras de PEAD carregadas com fibra de vidro tratadas apresentaram fibras mais bem dispersas e distribuídas na matriz.

A Figura 13 apresentada para fins de comparação as micrografias com ampliações de 200 e 1000x dos compósitos PEAD/3,9% FVnt e PEAD/3,8% FVSilano, os quais apresentam teores de fibra de vidro próximos, cerca de 9,5 % em massa, de acordo com análise termogravimétrica.

Figura 13 - Micrografia dos compósitos PEAD/3,9% FVnt e PEAD/3,8% FVSilano




Legenda: (a) - PEAD/3,9% FVnt com ampliação de 200x; (b) - PEAD/3,8% FVSilano com ampliação de 200x; (c) - PEAD/3,9% FVnt com ampliação de 1000x; (d) - PEAD/3,8% FVSilano com ampliação de 1000x;

Fonte: O Autor, 2018.

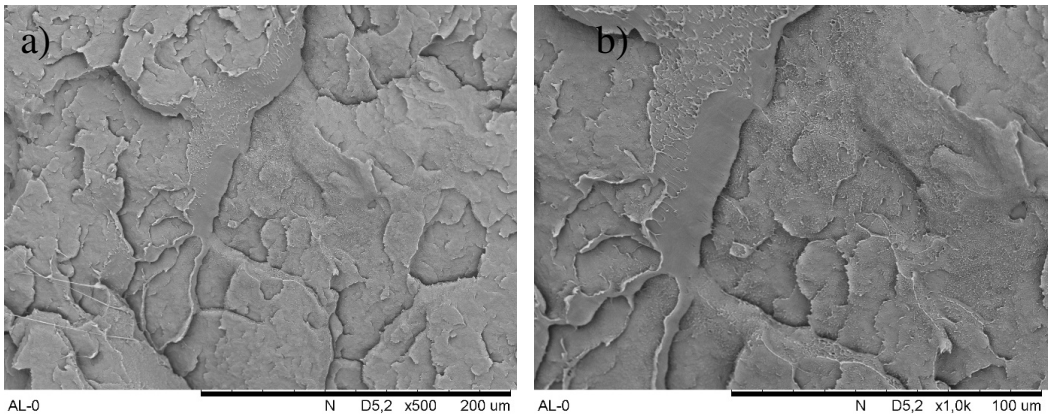
Através da análise das micrografias da Figura 13 é possível notar que houve uma pequena diminuição na quantidade dos vazios e das fibras arrancadas da matriz.

Sun et al.[80], em seu estudo sobre compósitos híbridos de polipropileno carregados com alumina e fibra de vidro, relatam que o uso de fibras de vidro tratadas com solução alcalina de NaOH promove melhor adesão entre as fibras e a matriz do que o uso de fibras de vidro tratadas com silano. Estes pesquisadores também observaram que, os compósitos híbridos de PP e alumina reforçados com FVnt apresentaram um maior número de fibras que foram retiradas da matriz de PP do que aqueles reforçados com fibra de vidro tratada com silano KH550 ou com NaOH, indicando que houve menor contato superficial da carga com o polímero e menor interação entre as fibras não tratadas e o polipropileno. Zebarjad et al.[91] também observaram que as fibras de vidro tratadas superficialmente com silano apresentaram uma superfície áspera, indicando a forte adesão entre as fibras e a matriz.

## 3.4 **Análise morfológica dos compósitos PEAD/$Al_2O_3$**

A Figura 14 apresenta a micrografia do PEAD puro com ampliações de 500 e 1000x.

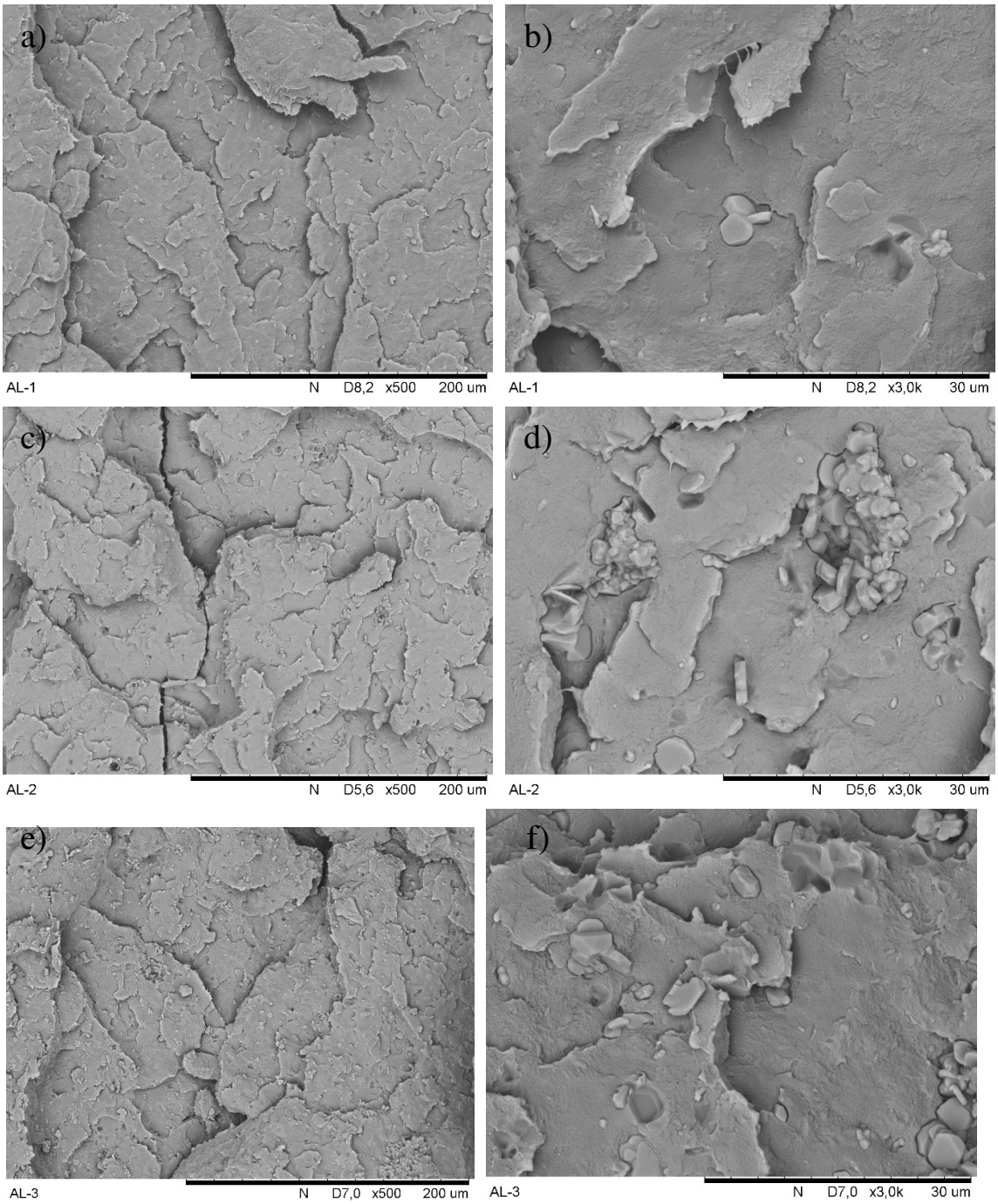
Figura 14 - Micrografias do PEAD puro




Legenda: (a) - PEAD puro com ampliação de 500x; (b) - PEAD puro com ampliação de 1000x.
Fonte: O Autor, 2017.

Na Figura 15 são apresentadas as micrografias dos compósitos de polietileno de alta densidade carregado com alumina não tratada com ampliações de 500 e 3000x.

Figura 15 - Micrografias dos compósitos de PEAD e alumina não tratada




Legenda: (a) - PEAD/1,1%$Al_2O_3$nt com ampliação de 500x; (b) - PEAD/1,1%$Al_2O_3$nt com ampliação de 3000x; (c) - PEAD/2,4%$Al_2O_3$nt com ampliação de 500x; (d) - PEAD/2,4%$Al_2O_3$nt com ampliação de 3000x; (e) - PEAD/3,9%$Al_2O_3$nt com ampliação de 500x; (f) - PEAD/3,9%$Al_2O_3$nt com ampliação de 3000x.
Fonte: O Autor, 2018.

Na Figura 16 são apresentadas as micrografias do compósito PEAD/15%$Al_2O_3$nt com ampliações de 1000 e 2000x.