

OXIDATIVE-INDUCTION TIME OF NON-STABILIZED POLYPROPYLENE - A NEW METHOD

Ademar B. Luga^a, Elisabeth C.L. Cardoso^a, Beatriz Hutzler^b, Luci D. B. Machado^a

^a Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN-CNEN/SP, Cidade Universitária, Travessa R 400, São Paulo, Brazil

^b EMBRARAD – Jurubatuba – São Paulo, Brazil
abluga@net.ipen.br

Keywords: Non-stabilized polyolefins, oxidation, DSC

The determination of oxidative-induction time (OIT) of polyolefins is a well-established technique. It is really useful to compare stabilization systems of polyolefins due to the simplicity, reliability and low operational cost associated at very fast results. It follows standard test methods like ASTM D 3895 – 95 for polyolefins or NBR 14300 (1999) for PE pipes. These procedures use melted samples. The temperature is set at 200°C (typically between 180 and 220°C) under nitrogen and the apparatus runs isothermally 5 min to reach equilibrium. After the elapsed time oxygen is introduced at such temperature.

OIT, in spite of its usefulness, has been applied to polypropylene only for stabilized systems due to the very fast oxidation and consequent fast degradation of pure samples or samples with previous aging. Those samples are frequently found in recycled system where the stabilizers are nearly gone. Another important application is the evaluation of the number of new polyolefins that are being introduced in the market, all very fragile to oxidation unless stabilizers were present. The experiments were conducted using different procedures, as follows:

- the standard methodology;
- lower isothermal set point, at 180°C;
- melted samples held isothermally below the melting point;
- solid samples below the melting point.

Fractional times for pure PP were achieved at 200°C and even at 180°C, showing that further decrease in temperature was necessary. Nonetheless, such low temperature interferes with the need of isothermal run, as it goes backward to the fusion.

Oxidative-induction times of the order of 3 to 5 min were achieved using below or at fusion temperatures, both isothermally, melted or solid. Those times were found compatible with the OIT found for normal stabilized PP running under the conventional procedure. This methodology showed promising results and will be further exploited using other temperatures and simultaneous DTA and TGA equipment.

(PADCT - CDT - FAPESP –OPP Petroquímica)

PRODUÇÃO TÉCNICO CIENTÍFICA

DO IPEN

DEVOLVER NO BALCÃO DE

EMPRESTIMO

220

ANÁLISE TÉRMICA DE CELULOSE IRRADIADA COM LUZ ULTRAVIOLETA

Françiane Z. Campanerut (IC), Nelson Durán Caballero* (PQ) e
Edgardo A. Gómez Pineda (PQ)

Departamento de Química, Universidade Estadual de Maringá – UEM,

E-mail: eagpineda@uem.br

* Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP

Palavras-chaves: Celulose, irradiação UV, termogravimetria

A celulose sofre degradação por irradiação ultra violeta, no entanto existe pouca informação a respeito da cinética de pirólise da celulose irradiada.

Neste trabalho foi estudada a cinética de pirólise de papel Whatman N°1 irradiado com luz UV de 254 nm a uma fluência de 108 mJ m⁻² s⁻¹, na presença e ausência do sensibilizador Dg-1. Os termogramas foram obtidos em atmosfera de nitrogênio num fluxo de 10mL/min, numa taxa de aquecimento de 10°C/min em termobalança Perkin Elmer DSC-2. Para esta análise foram considerados 13 mecanismos diferentes e em todos os casos o D3 foi o que se ajustou melhor aos dados experimentais. Para avaliar mudanças de cristalinidade foi calculada a relação das intensidades de bandas do espectro infravermelho: A1370/A2900 (celulose tipo I e II). Também foi determinado o teor de glicose após a hidrólise enzimática das amostras. Os resultados obtidos se apresentam na Tabela I.

Tabela I. E_a aparente da pirólise da celulose irradiada com luz UV (λ 254 nm)

Tempo de Irradiação (min)	Mecanismo	E _a (KJ mol ⁻¹)
0	D3	362
1	D3	622
5	D3	422
10	D3	471
1 c/ sens	D3	237
5 c/ sens	D3	199
10 c/ sens	D3	216

O teor de glicose diminui significativamente quando a amostra de celulose é irradiada por 5–10 min, indicando que na superfície ocorrem mudanças de cristalinidade. Nessa reação somente a fração amorfa é hidrolisada. Essa diminuição é confirmada pelo aumento do valor de A1370/A2900, indicando aumento de cristalinidade. Os dados de Ea mostram oscilações, para as amostras irradiadas com sensibilizador o valor é menor comparadas com a amostra não irradiada, enquanto que com as amostras irradiadas sem sensibilizador acontece o contrário. Conclui-se que a Ea deve ser sensível também a outras propriedades.

(DOI-UEM)

221