

Estudo da cristalinidade de amostras de polipropileno isotático por difração de raios X e microscopia eletrônica de transmissão

L. F. C. P. Lima¹, W. L. Oliani¹, H. Otaguro¹, D. F. Parra¹, A. B. Lugão¹, R. R. Oliveira¹, H. P. S. Corrêa², M. T. D. Orlando³, L. G. Martinez^{1*}

1- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN/CNEN-SP

2- Universidade Federal do Mato Grosso do Sul - UFMS

3- Universidade Federal do Espírito Santo – UFES

Amostras de polipropileno isotático (iPP) foram estudadas por meio das técnicas de difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de transmissão (MET) para a determinação de seu grau de cristalinidade. As amostras, denominadas A (H210) e B (H803), foram cedidas pela empresa Braskem na forma de grãos com índice de fluidez 24 e 0,5 dg.min⁻¹ e massa molar z-média 580.000 e 1.040.000 g.mol⁻¹, respectivamente. O índice de fluidez foi obtido usando um plastômetro Modular Melt Flow da CEAST, a 230 °C com carga de 2,16 kg e a massa molar por análise de Cromatografia de Permeação em Gel (GPC) de alta temperatura. Os corpos de prova foram obtidos na forma de discos, com espessura de 2 mm e diâmetro de 25 mm, por prensagem dos grãos a 190 °C por 15 min (10 min sem pressão e 5 min com pressão de 8 MPa) seguida de resfriamento em água à temperatura ambiente. Para a análise por MET os corpos de prova foram cortados num micrótomo Leica EM FC6 e apresentaram espessuras aproximadas de 120 nm. As medidas de difração de raios X foram feitas num difratômetro Rigaku modelo Multiflex e também com radiação síncrotron (D12A-XRD1 LNLS). As imagens de MET (Jeol modelo 2010) de alta resolução mostram regiões cristalinas com dimensões entre 10 e 20 nm com reticulado cristalino de espaçamento da ordem de 2 nm. A análise de tamanhos médios de cristalitos por difração de raios X, empregando o método de Scherrer, apresenta resultados similares às dimensões das regiões cristalinas observadas por MET. O cálculo das frações de fase cristalina foi feito através da razão entre a área integrada do perfil de difração da fase cristalina e a área total do difratograma de cada amostra.

Os autores agradecem ao CNPq (proj. CNPq # 480337/2007-1) e ao LNLS.

* lgallego@ipen.br