



Autor: Matheus Dotto End
Orientador: Altair Sória Pereira

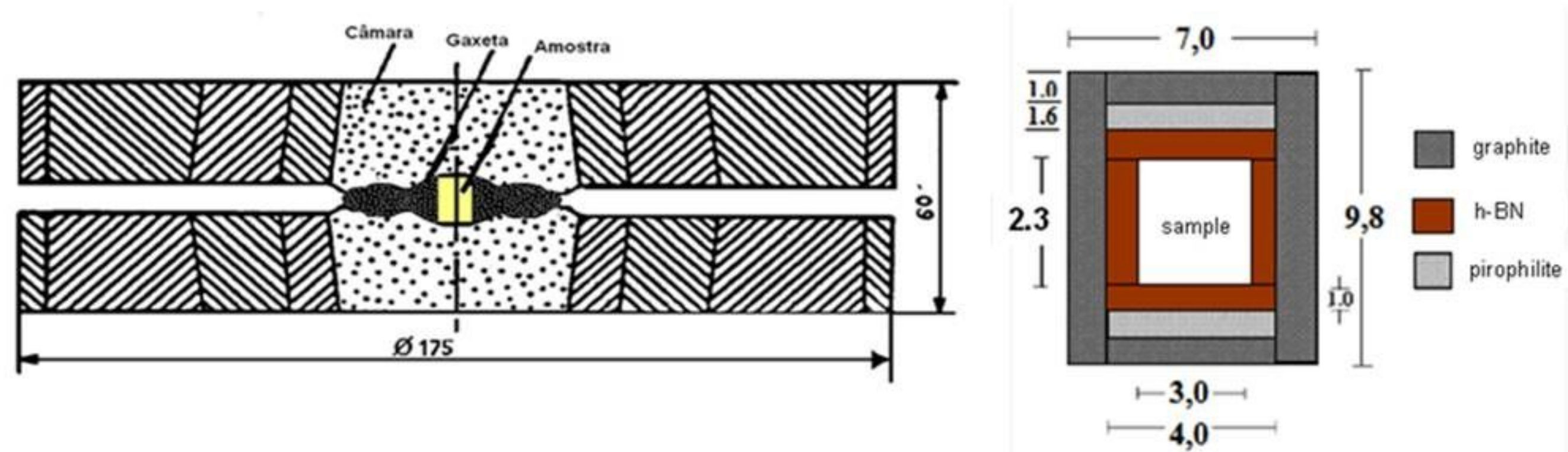


INTRODUÇÃO

Neste trabalho, foram dominados os procedimentos de preparação dos diferentes componentes necessários para processamento de materiais em altas pressões e altas temperaturas usando a técnica de câmaras toroidais e essa técnica foi utilizada para investigar as alterações estruturais produzidas em amostras de poliestireno. A caracterização das amostras foi feita por microespectroscopia Raman.

METODOLOGIA

A geração de altas pressões é feita pela aplicação de uma força elevada, através de uma prensa hidráulica de 400 tonf (previamente calibrada), sobre a amostra que é colocada no interior de uma gaxeta, que é então devidamente encaixada entre as duas metades de uma câmara toroidal de alta pressão.



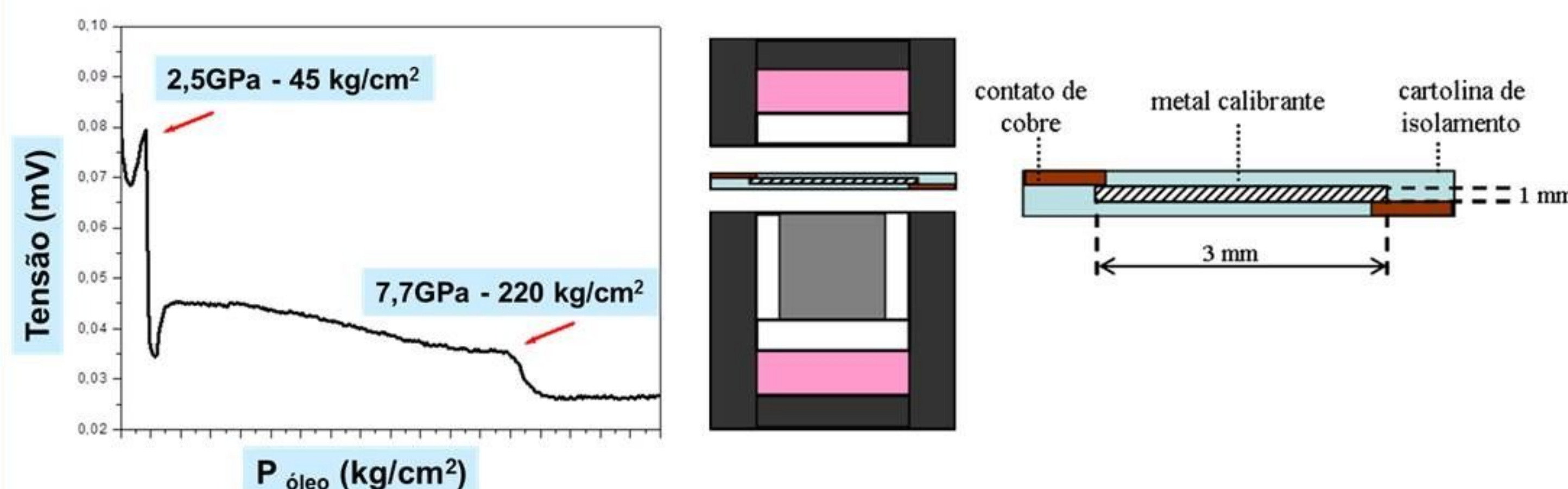
A gaxeta é um dispositivo sólido, fabricado para se encaixar no perfil das câmaras de alta pressão que abriga a amostra, e é capaz de se deformar plasticamente suportando pressões intensas e altas temperaturas. Tem como matéria base CaCO_3 , e tem características cerâmicas.

A amostra é abrigada em um conjunto de elementos que garantem a igual distribuição de pressão e temperatura, que é montado dentro da gaxeta. Ela é envolta por um cilindro de h-BN, com duas tampas de pirofilite na parte superior e inferior, que por si é envolto por um cilindro de grafite. Montado o conjunto, ele é então encaixado na gaxeta e processado na pressão desejada.

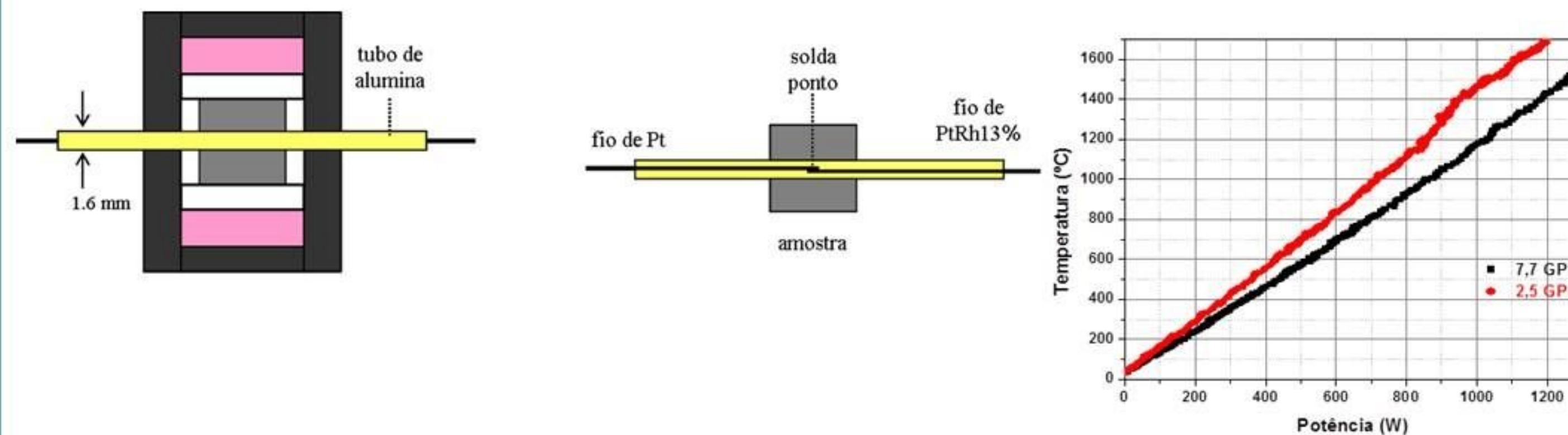
A determinação da pressão de processamento é feita a partir de uma curva de calibração obtida pela medida da pressão de óleo necessária para provocar variações abruptas na resistência elétrica de pequenos pedaços de Bi. Essas alterações ocorrem em pressões bem estabelecidas: 2,5 GPa e 7,7 GPa.

A determinação da temperatura de processamento é feita a partir de curvas de calibração, que correlacionam a potência elétrica de aquecimento com a temperatura medida através de um termopar inserido na região da amostra.

Calibração de pressão: $P_{\text{amostra}} \times P_{\text{óleo}}$

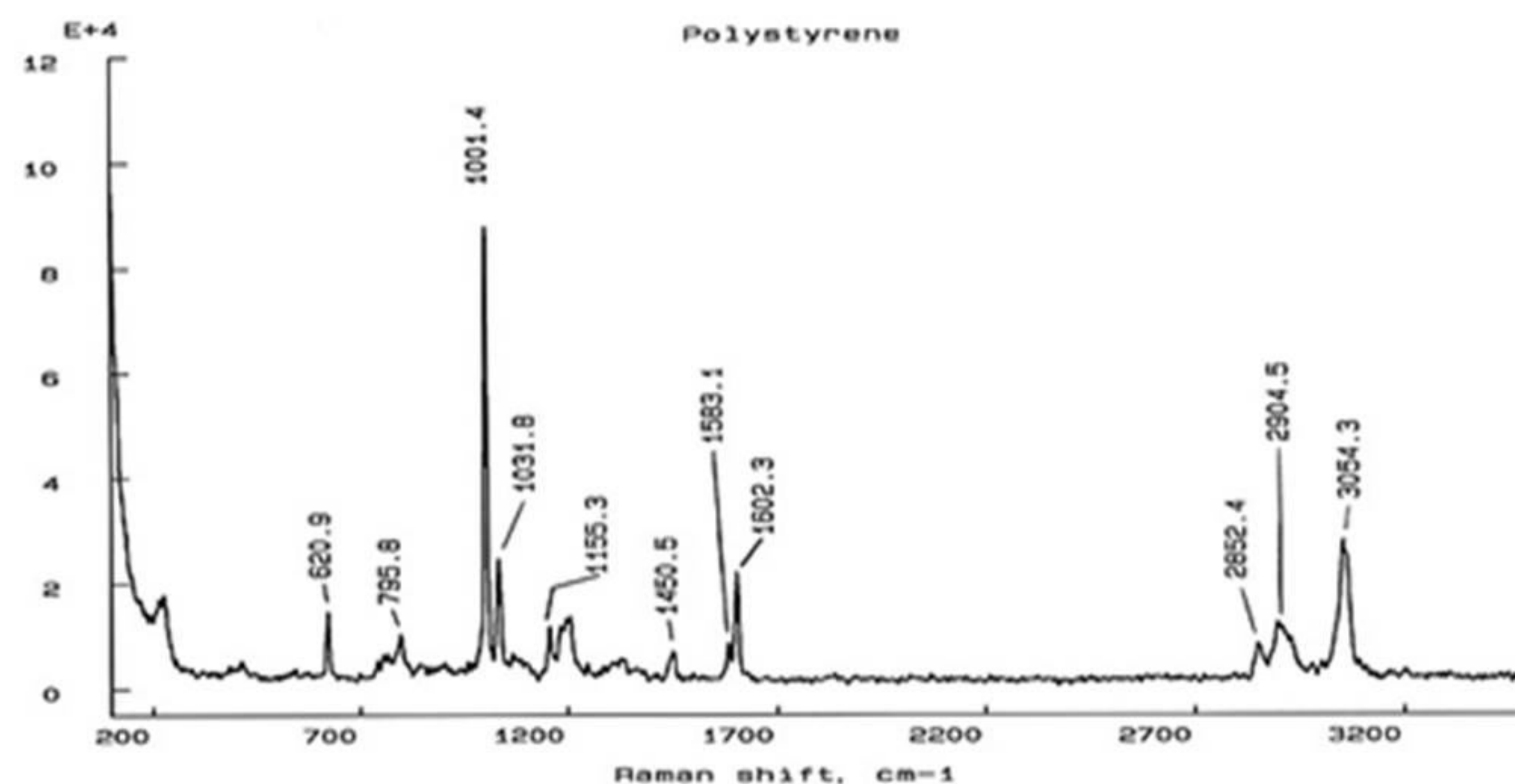


Calibração de temperatura: $T_{\text{amostra}} \times P_{\text{elétrica}}$



EXEMPLO DE APLICAÇÃO

As amostras de poliestireno, um polímero atático e amorfo, investigadas foram processadas em 2,5 GPa e 7,7 GPa, em temperaturas entre 900 e 1000° C e tempos entre 1 e 10 min. Os espectros Raman obtidos apresentaram uma banda entre 1330 e 1350 cm^{-1} (banda D), associada a defeitos no material, uma banda por volta de 1580 cm^{-1} (banda G), e uma banda fraca em torno de 1620 cm^{-1} (banda G'). Esse conjunto de bandas está de acordo com o previsto pela literatura para materiais grafiticos, indicando que o processamento em altas pressões e temperaturas induziu a uma quebra nas ligações originais do carbono e, conseqüentemente, a uma reorganização da estrutura.



CONCLUSÕES

A técnica de processamento em altas pressões e temperaturas, usando câmaras do tipo toroidal, foi devidamente dominada durante o curso deste trabalho em todas as suas etapas, da fabricação das gaxetas ao processamento. Seu uso se mostrou bastante efetivo para induzir, de forma reprodutível, alterações estruturais em amostras de poliestireno, demonstrando suas amplas possibilidades de aplicação, tanto em pesquisa como em indústria no estudo e na alteração das propriedades físico-químicas de diferentes compostos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

L. G. Khvostantsev, V. N. Slesarev, V. V. Brazhkin, High Pressure Research 24, 371 (2004).

AGRADECIMENTOS

ProPesq | Pró-Reitoria de Pesquisa

