

Caracterização mecânica dos compósitos de PEBD reforçados com fibras da palmeira

Mechanical characterization of the LDPE reinforced with palm fibers composites

Julia Guedes Rocha¹
Daniella Regina Mulinari^{2,3}

Artigo
Original

Original
Paper

Palavras-chave

Caracterização
Mecânica

Compósitos

PEBD

Fibra da palmeira

Resumo

Neste trabalho foi avaliado o comportamento mecânico dos compósitos de polietileno de baixa densidade reforçados com fibras da palmeira. O polietileno de alta densidade (PEBD) foi utilizado como matriz termoplástica devido ao baixo custo e sua temperatura de processamento menor que a temperatura de degradação da fibra. As fibras “*in natura*” foram caracterizadas pelas técnicas de Difração de Raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de infravermelho (FTIR). Após a caracterização as fibras foram misturadas com o PEBD, nas proporções de 5, 10, 15 e 20% (m/m). As misturas foram realizadas em um misturador termocinético e, em seguida, foram injetadas para a confecção de corpos de prova de tração. Posteriormente, foram avaliadas as propriedades mecânicas dos compósitos. Os resultados obtidos revelaram que foi possível obter materiais mais rígidos e menos deformáveis, com até 20% (m/m) de fibras.

Abstract

In this work was evaluated mechanical behavior low density polyethylene reinforced with palm fibers composites. Low density polyethylene was used as the thermoplastic matrix, considering its low cost and processing temperature which is below the fiber degradation temperature. The fibers were characterized by of X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and infrared spectroscopy. After characterization, fibers were mixed with HDPE, in ratios of 5, 10, 15 and 20% (w/w). The mixture was performed in a thermokinetic mixer and samples prepared by injection molding. The composites were characterized by tensile testing. Analyzing results was possible to obtain a more rigid and less deformable material with up to 20% fiber content.

Keywords

Mechanical
Characterization

Composites

LDPE

Palm fibers

¹ Mestrando do Mestrado Profissional em Materiais do Centro Universitário de Volta Redonda/UniFOA

² Docente do Centro Universitário de Volta Redonda/UniFOA

³ Docente da Universidade do estado do Rio de Janeiro

1. Introdução

Devido à crescente preocupação com o meio ambiente novas pesquisas têm sido direcionadas ao uso de materiais sustentáveis. Os parâmetros de sustentabilidade mais discutidos estão relacionados ao controle do consumo de energia elétrica e à substituição de materiais tradicionais por materiais alternativos.

Desse modo, as empresas passaram a investir na busca de novas técnicas e tecnologias para atividades e a considerar também a variável ambiental em suas estratégias de produção.

Dessa tomada de consciência ambiental, o uso de fibras naturais como reforço em matrizes poliméricas tem sido muito estudado, o que terá impacto do ponto de vista da redução da dependência de materiais provenientes de fontes não renováveis, assim como ambiental e econômico (EL-SABBAGH, 2014). Além disso, o uso de materiais provenientes de fontes renováveis tem sido extensamente estudado, devido às vantagens que os mesmos oferecem quando comparado aos materiais sintéticos (ARRAKHIZ, *et al.*, 2013; NUTHONG *et al.*, 2013; RAMESH *et al.*, 2013).

Um fator importante que favorece o emprego de fibras naturais como insumo renovável é a crescente perspectiva de economia de energia por meio da redução de peso dos componentes, bem como os aspectos ligados à recuperação das matérias-primas e ao reaproveitamento dos materiais no final do ciclo de vida do produto (MULINARI, 2009). Além disso, os resíduos agroindustriais são gerados em grande quantidade e a proposta de utilização desses resíduos, como por exemplo, a palmeira real australiana é muito interessante. A fibra da palmeira real australiana apresenta vantagem com relação à abundância e custo, já que é um subproduto da indústria do palmito. A agroindústria brasileira do palmito é responsável pela maior produção mundial de palmito envasado, gerando como consequência, toneladas de resíduos no meio ambiente.

No entanto, a obtenção de materiais compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais exige condições específicas quanto ao processamento, pois as fibras naturais apresentam estrutura essencialmente hidrofílica, incompatível com matrizes termoplásticas hidrofóbicas, podendo haver a formação de aglomerados de fibras. Para que o reforço

e a matriz atuem conjuntamente em uma determinada aplicação, o contato interfacial tem que ser adequado. Muitos trabalhos indicam a modificação superficial das fibras *in natura* para aumentar a energia superficial, antes de ser incorporada como reforço em matrizes poliméricas visando melhorar a compatibilidade entre fibra e matriz (MULINARI *et al.*, 2010).

Dentro deste contexto, o objetivo deste trabalho foi desenvolver e caracterizar mecanicamente compósitos de polietileno de baixa densidade reforçados com fibras da palmeira real australiana.

2. Materiais e métodos

2.1. Materiais

Para a confecção do compósito foram utilizadas fibras provenientes da palmeira real australiana e polietileno de baixa densidade. A fibra da palmeira real australiana utilizada no projeto foi gentilmente fornecida pela Biosolvit, localizada em Barra Mansa – RJ. Primeiramente as fibras foram cortadas, secas em estufa a 60°C até peso constante, em seguida foram peneiradas em uma peneira de 10, 20 e 40 mesh.

2.2. Análise das Fibras

Para avaliar as propriedades físicas e químicas das fibras provenientes da palmeira real australiana, as mesmas foram caracterizadas pelas técnicas de Difractometria de Raios X (DRX), Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Espectroscopia de infravermelho (FTIR).

Os difratogramas de Raios X das fibras da palmeira real australiana *in natura* foram obtidos para determinar o tipo de estrutura física, ou seja, os parâmetros de redes e os espaçamentos interplanares da rede cristalina do material, permitindo identificá-lo mediante comparação com estruturas cristalinas já conhecidas, determinando se o material é amorfo ou cristalino.

Os difratogramas foram obtidos em um difratômetro de Raios X da marca Shimadzu modelo XDR-6000, disponível no Departamento de Engenharia de Materiais da EEL/USP, com fonte de radiação $\text{CuK}\alpha$, voltagem de 40 kV, corrente de 40 mA, varredura 0,05 (2 θ / 5s) para valores de 2 θ entre 10 e 70°.

Com os resultados obtidos no difratômetro foi possível calcular os índices de cristali-

nidade das fibras por meio da Equação (1) definida pelo método empírico de Segal *et al.* (1959), que fornece um valor aproximado:

$$I_c = \frac{I_{(002)} - I_{(am)}}{I_{(002)}} \times 100 \quad (1)$$

na qual:

I_c → Índice de cristalinidade em porcentagem;

$I_{(002)}$ → Pico de intensidade de difração que representa o material cristalino perto de $2\theta = 22^\circ$;

$I_{(am)}$ → Pico de intensidade da difração que representa o material amorfo perto de $2\theta = 16^\circ$.

As micrografias foram obtidas em um microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM5310, disponível no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais/INPE em São José dos Campos, operando de 15 a 20kV, usando elétrons secundários, a fim de obter informações quanto à morfologia das fibras. As amostras foram fixadas em um suporte com auxílio de uma fita de carbono autocolante dupla face e submetidas ao recobrimento metálico com ouro.

Para avaliar e identificar as vibrações e estiramentos das ligações efetivas das fibras foi realizada uma análise de espectroscopia de infravermelho. Uma mistura de KBr (300mg) e cerca de 1,5mg de amostra foi macerada em gral e pistilo de ágata. As pastilhas foram obtidas no pastilhador utilizando uma pressão de 10kgf.cm^{-2} sob vácuo durante 5min, em seguida foi efetuada a varredura numa faixa espectral de 4000 a 400cm^{-1} com 64 scans. As análises foram realizadas em um espectrofotômetro

da marca Spectrun modelo GX Perkin Elmer, disponível no Departamento de Biotecnologia da Escola de Engenharia de Lorena/USP.

2.3. Obtenção dos Compósitos

Os compósitos (5-20% em massa de reforço) foram obtidos em um homogeneizador para plásticos (Dryser). Inicialmente o reforço e a matriz foram secos em estufas a 50°C por cerca de 2h. Após mistura entre reforço e matriz no homogeneizador “Dryser”, o material foi moído em moinho granulador e novamente seco em estufa a 50°C por 2h. Os compósitos moídos previamente secos foram injetados em molde contendo cavidades com dimensões específicas para ensaios mecânicos, utilizando uma injetora RAY RAM - modelo TSMP, disponível no Laboratório de Processamento de Materiais do Centro Universitário de Volta Redonda. Os compósitos foram obtidos com diferentes proporções de fibras como relacionados na Tabela 1.

Tabela 1. Descrição dos compósitos de PEBD reforçados com diferentes proporções de fibras e do PEBD puro

Amostra	Tipo de fibra reforçada	Quantidade de PEBD (% m/m)	Quantidade de reforço (% m/m)
PEBD	---	100	---
CP5%	Fibra <i>in natura</i>	95	5
CP10%	Fibra <i>in natura</i>	90	10
CP20%	Fibra <i>in natura</i>	80	20

CP (compósitos reforçados com fibras da palmeira *in natura*).

2.4. Ensaios Mecânicos dos Materiais Compósitos

Os ensaios de tração foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Centro

Universitário de Volta Redonda - UniFOA, em um equipamento da marca EMIC, com célula de carga de 50kN. Para cada compósito avaliado, foram ensaiados cinco corpos de prova com dimensões de acordo com a norma ASTM D 638 – 03.

3. Resultados

3.1. Análise das Fibras

O difratograma de Raios X das fibras da palmeira *in natura* (Figura 1) apresenta comportamento típico de estrutura semicristalina,

o qual evidencia dois picos bem definidos referentes às fases amorfa e cristalina dos materiais. O pico de menor intensidade (I_{am}) é referente à fase amorfa e se encontra próximo de $2\theta = 16^\circ$, já, o pico mais elevado ($I_{(002)}$) está relacionado à fração cristalina e está próximo de $2\theta = 22^\circ$.

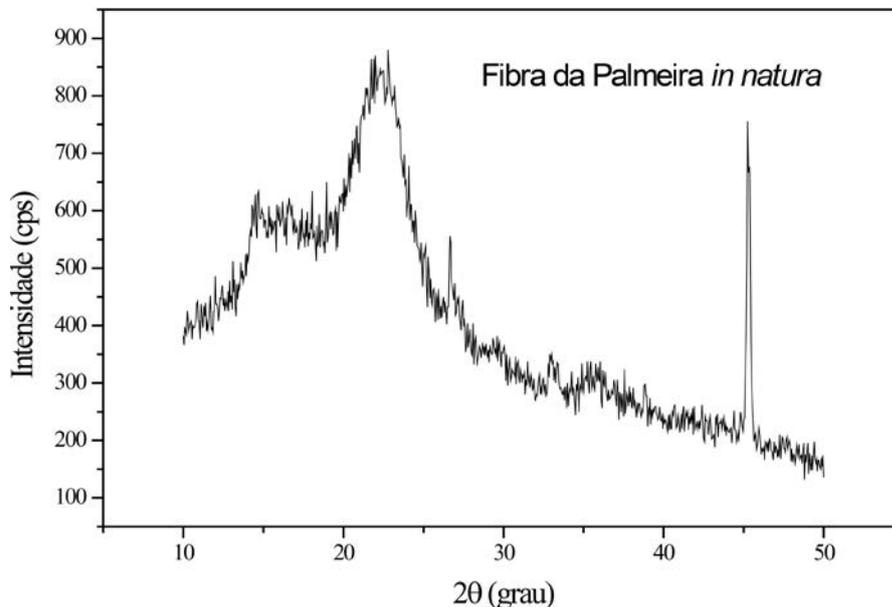


Figure 1. Difratograma de Raios X das fibras da palmeira *in natura*.

O índice de cristalinidade obtido das fibras está apresentado na Tabela 2.

MATERIAL	I_{am}	$I_{(002)}$	I_c
FIBRA <i>IN NATURA</i>	615,1	854,9	28%

Analisando o índice de cristalinidade obtida das fibras observou-se um valor inferior quando comparados a outras fibras, tais como, fibras do coco verde e fibras do bagaço de cana (BENINI, 2011). Esse fato ocorreu devido à presença de extrativos na superfície das fibras. A técnica de microscopia eletrônica de varredura e caracterização química evidencia a presença de extrativos.

A técnica de microscopia eletrônica de varredura teve por objetivo determinar as

características das fibras quanto à morfologia e ao aspecto superficial. As micrografias das fibras da palmeira *in natura* evidenciam fragmentos achatados e cilíndricos dispostos de forma ordenada, os quais apresentam uma superfície porosa e homogênea devido à presença dos extrativos, assemelhando-se a uma cera, que ainda estão presentes nas fibras, além dos constituintes amorfos como a lignina e a hemicelulose (Figura 3).

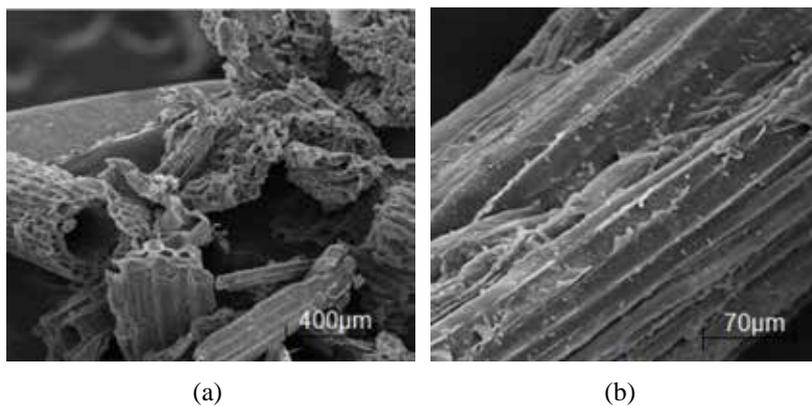


Figura 3. MEV das fibras da palmeira *in natura*.

Além disso, foi possível observar a presença de “pits” dispostos ao longo de toda a parede celular. Os “pits” servem para o crescimento e manutenção da planta que é transportar água e nutrientes ao longo das várias células até as raízes e folhas. Mulinari (2009)

também observou a presença de “pits” nas fibras *in natura* de bagaço de cana.

Os espectros obtidos na região do infravermelho das fibras da palmeira possibilitam observar as principais vibrações (Figura 4).

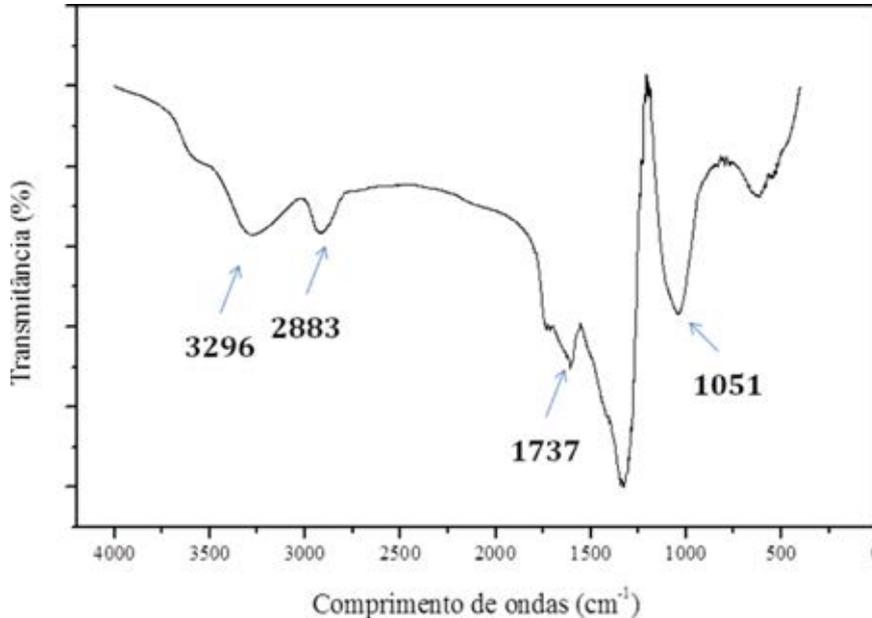


Figura 4. FTIR das fibras da palmeira *in natura*.

As principais bandas observadas nos espectros de FTIR dos materiais lignocelulósicos, em geral, são resumidas na Tabela 3.

Tabela 3. Principais vibrações na região do FTIR observadas nos materiais lignocelulósicos.

Número de onda (cm-1)	Vibrações	Fonte
3300	Grupos O-H	Polissacarídeos
2885	C-H estiramento simétrico	Polissacarídeos
1607 – 1510	C-C anéis aromáticos	Lignina
1166 – 1157	C-O alcoóis primário	Celulose
1110	O-H	Hemicelulose

Analisando os espectros das fibras da palmeira (Figura 4) foi possível identificar uma banda de absorção entre 3300 e 3800cm⁻¹ que representa a deformação axial da ligação O-H presente nos polissacarídeos, o qual apresentou um decréscimo na intensidade quando comparada às fibras de bagaço de cana e coco verde (BENINI, 2011).

Também foi observada uma banda próxima a 2885cm⁻¹, característica do estiramento simétrico de ligações C-H presentes em polissacarídeos e característica de espectros lignocelulósicos; uma banda em torno de 1737cm⁻¹ referente ao estiramento de ligações C=O de grupos acetil éster ou carboxílicos, indicando um decréscimo de hemicelulose quando comparado

a outras fibras; e picos entre 1100-1050cm⁻¹, os quais são atribuídos a ligações C-O de álcoois e relacionam-se com a molécula de celulose.

Esses dados corroboram com a caracterização química das fibras, as quais revelaram uma alta porcentagem de celulose presente nas mesmas.

3.2. Obtenção dos Compósitos

Os compósitos foram obtidos em tempos de mistura diferentes, devido à composição das fibras. Essa diferença no tempo de mistura pode causar a quebra e a degradação térmica das fibras, e consequentemente afetar as propriedades térmicas e mecânicas dos compósitos (MULINARI, 2009).

O comprimento e o diâmetro das fibras sofreram alterações após a mistura para obtenção dos compósitos. A Tabela 5 mostra o comprimento e o diâmetro das fibras, antes e após o processo de mistura com a matriz de PEBD.

Tabela 5. Dimensões das fibras antes e após a mistura com PEBD.

Tipos de fibras	Antes da mistura		Após a mistura	
	C (μm)	D (μm)	C (μm)	D (μm)
Fibras da palmeira	200 - 800	10 -30	100 - 650	5 - 20

Essas dimensões foram obtidas por microscopia óptica para os compósitos e microscopia eletrônica de varredura para as fibras. Analisando-se as dimensões das fibras antes e após a mistura observou-se a redução do tama-

nho das fibras, causado pelo tempo de mistura. As Figuras 5 a 8 evidenciam as micrografias da superfície das extremidades dos corpos de prova de tração dos compósitos reforçados com 5 a 20% (m/m).

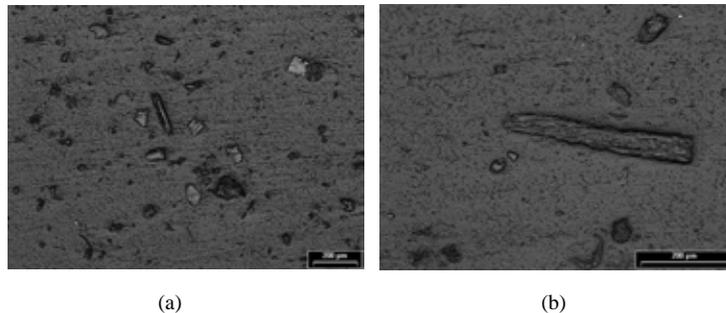


Figura 5. MO dos compósitos PEBD reforçados com fibras da palmeira *in natura* 5% m/m (a) 50x; (b) 100x.

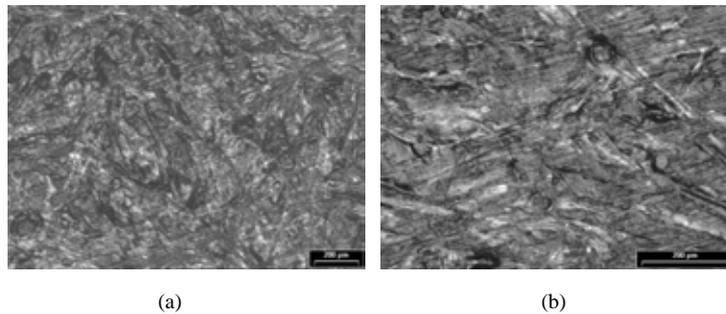


Figura 6. MO dos compósitos PEBD reforçados com fibras da palmeira *in natura* 10% m/m (a) 50x; (b) 100x.

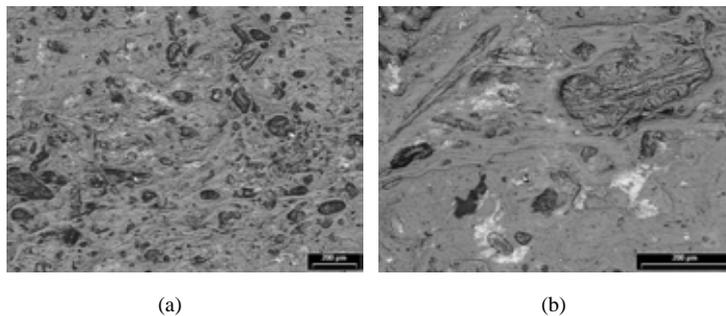


Figura 7. MO dos compósitos PEBD reforçados com fibras da palmeira *in natura* 15% m/m (a) 50x; (b) 100x.

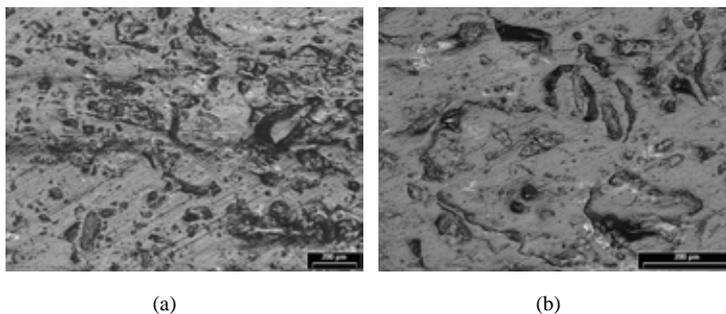


Figura 8. MO dos compósitos PEBD reforçados com fibras da palmeira *in natura* 20% m/m (a) 50x; (b) 100x.

3.3. Ensaio de Tração

As Figuras 9 a 13 apresentam as curvas Tensão x Deformação para o PEBD e seus compósitos, de forma a ilustrar o comportamento mecânico dos compósitos, que foram semelhantes para todas as amostras. No entanto, observou-se que ao aumentar o teor de fibras na matriz de PEBD houve uma redução da deformação dos compósitos (Figura 13).

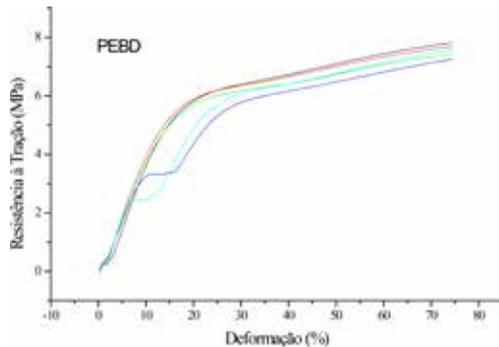


Figura 9. Comportamento do PEBD puro no ensaio de tração

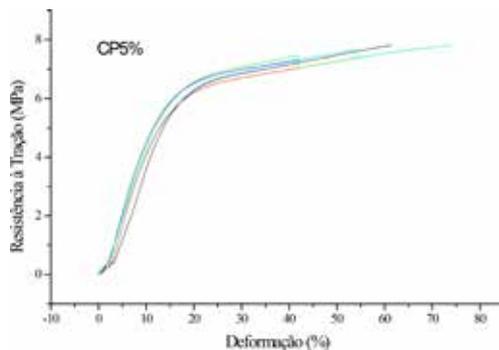


Figura 10. Comportamento dos compósitos CP5% no ensaio de tração

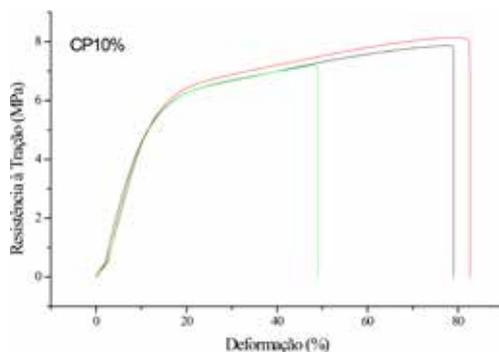


Figura 11. Comportamento dos compósitos CP10% no ensaio de tração

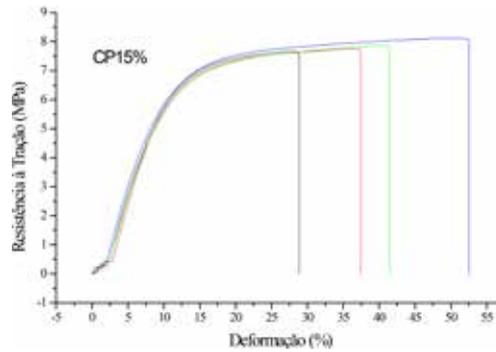


Figura 12. Comportamento dos compósitos CP15% no ensaio de tração

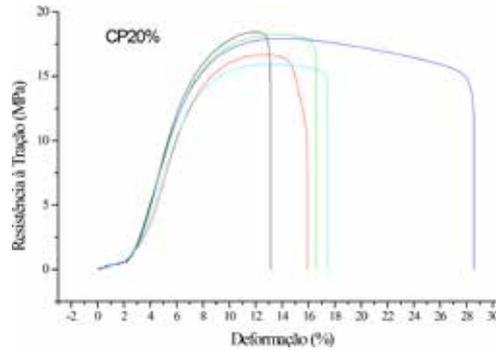


Figura 13. Comportamento dos compósitos CP20% no ensaio de tração

Analisando as curvas das Figuras 9 a 13 foi possível observar o comportamento característico de um material plástico, apresentando deformação elástica inicial seguida por escoamento além de uma região de deformação plástica.

Para os compósitos, as curvas apresentaram comportamento semelhante, porém, o teor de fibras inserido na matriz polimérica de PEBD alterou a deformação do material até a tensão máxima provocando uma redução em torno de 62,9% na deformação total do material. Este fato foi associado ao fato de que o reforço promoveu uma redução da ductilidade do material. O efeito da adição de fibras pode ser observado nos gráficos das Figuras 9 a 13 e através das propriedades mecânicas do PEBD e dos compósitos, obtidas a partir do ensaio de tração, apresentadas na Tabela 6, respectivamente.

A Tabela 6 mostra os valores do limite de resistência à tração, obtidos dos ensaios mecânicos das misturas preparadas com diferentes quantidades de reforço.

Tabela 6. Valores do limite de resistência à tração

Amostras	Alongamento (%)	Limite de resistência à tração (MPa)	Módulo de Elasticidade (MPa)
PEBD	70 ± 1,4	7,8 ± 0,12	52,15 ± 1,1
CP5%	61 ± 0,3	7,6 ± 0,25	69,3 ± 0,23
CP10%	68,8 ± 1,3	7,9 ± 0,40	61 ± 0,5
CP15%	65,5 ± 1,1	7,9 ± 0,19	68,9 ± 1,2
CP20%	26,0 ± 1,09	17,6 ± 0,68	300,3 ± 11,4

CP (compósitos PEBD reforçados com fibras da palmeira *in natura*).

Analisando-se os dados da Tabela 6 observou-se que a resistência à tração dos compósitos aumentou quando comparada ao PEBD puro, com exceção do compósito CP5%. Além disso, a rigidez dos compósitos aumentou ao se inserir maior teor de fibras, com exceção do compósito CP10%. Essa diferença da rigidez nos compósitos pode ser explicada pela boa interação fibra/ matriz. Desta forma, para este tipo de solicitação mecânica os compósitos de PEBD reforçado com 20% m/m de fibras foi o que apresentou melhor desempenho. Comportamento semelhante foi evidenciado por Arrakhiz e colaboradores (2013) ao avaliar as propriedades mecânicas e térmicas dos compósitos de polietileno de baixa densidade reforçados com fibras de arbustos.

4. Conclusões

Com a análise dos resultados obtidos neste trabalho foi possível avaliar o efeito da quantidade de reforço inserido da matriz de PEBD para obtenção dos compósitos e também as propriedades dos mesmos.

As fibras da palmeira apresentaram característica de um material semicristalino e com o índice de cristalinidade inferior quando comparados a outras fibras. A morfologia das fibras evidenciou uma superfície porosa, a qual contribuiu para interação fibra/ matriz. Por meio da técnica de FTIR observou-se que as fibras apresentaram uma banda de absorção entre 3300 e 3800 cm^{-1} que representa a deformação axial da ligação O-H presente nos polissacarídeos, o qual apresentou um decréscimo na intensidade quando comparada às fibras de bagaço de cana e coco verde, o que favoreceu a interação fibra/ matriz.

O uso da moldagem por injeção foi interessante, pois tornou o processo rápido e reprodutível fazendo com que seja perfeitamente viável o uso deste material em escala industrial. Com a adição de fibras da palmeira na matriz de PEBD obteve-se um material com até 20% menos polímero e com propriedades mecânicas viáveis para determinadas aplicações do PEBD, em que o custo e o módulo elástico são mais importantes que a ductilidade.

5. Referências Bibliográficas

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 638**: Standard test method for tensile properties of plastics. United States, 2008.

ARRAKHIZ, F. Z.; EL ACHABY, M.; MALHA, M.; BENSALAH, M. O.; FASSI-FEHRI, O.; BOUHFID, R.; BENMOUSSA, K.; QAISS, A. Mechanical and thermal properties of natural fibers reinforced polymer composites: Doum/low density polyethylene. **Materials & Design**, v.43, p. 200-205, 2013.

BENINI, K. C. C. C. Desenvolvimento e caracterização de compósitos poliméricos reforçados com fibras lignocelulósicas: HIPS/fibra da casca do coco verde e bagaço de cana de açúcar. 2011. 125f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual Paulista, 2011.

EL-SABBAGH, A. Effect of coupling agent on natural fibre in natural fibre/polypropylene composites on mechanical and thermal behaviour. *Composites: Part B* 57, p.126-135, 2014.

MULINARI, D. R. **Comportamento térmico, mecânico e morfológico dos compósitos de polietileno de alta densidade reforçados com fibras de celulose do bagaço de cana de açúcar**. 2009, 112 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, SP.

MULINARI, D. R.; VOORWALD, H. J. C.; CIOFFI, M. O. H.; ROCHA, G. J. M., DA SILVA, M. L. P. Surface modification of sugarcane bagasse cellulose and its effect on mechanical and water absorption properties of sugarcane bagasse cellulose/ HDPE composites. **BioResources**, v.5(2), p.661-671, 2010.

NUTHONG W.; UAWONGSUWAN, P.; PIVSA-ART, W.; HAMADA, H. Impact Property of Flexible Epoxy Treated Natural Fiber Reinforced PLA Composites . **Energy Procedia**, v. 34, p. 839-847, 2013.

RAMESH, M.; PALANIKUMAR, K.; REDDY, K. H. Mechanical property evaluation of sisal-jute-glass fiber reinforced polyester composites. **Composites Part B: Engineering**, v.48, p. 1-9, 2013.

SEGAL, L.; CREELY, J.; MARTIN JR., A. E; CONRAD, C. M. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer. **Textile Research Journal**, v.29, p.786-794, 1959.