

COMPÓSITO DE POLIETILENO E FIBRA DE CANA DE AÇÚCAR

**Cristina Pechuri Dário¹, Bruna Martinello Savi¹, Keli Vanessa Salvador Damin^{2*},
Fabiana Silvestri Correa da Rosa¹, Vanessa Brunel Tezza¹**

1) Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma, Santa Catarina, Brasil

2) Instituto Federal de Santa Catarina, Chapecó, Santa Catarina, Brasil. Correio eletrônico:
kelivsd@gmail.com

Departamento do Curso Técnico em Mecânica, Instituto Federal de Santa Catarina, 898130-000, Chapecó, Santa Catarina, Brasil. Correio eletrônico: keli.salvador@ifsc.edu.br

Recibido: Diciembre 2016; Aceptado: Abril 2017

RESUMO

Este trabalho tem como objetivo avaliar o comportamento mecânico e térmico de um compósito com matriz de polietileno reforçado com fibra de cana-de-açúcar. As fibras foram lavadas com solução 10% de NaOH durante 1 hora, e tratadas durante 1 hora e 30 minutos com soluções ácidas, resultando numa melhor adesão entre fibra e matriz. Foram realizadas 3 formulações com diferentes porcentagens de fibra. Para avaliação das propriedades mecânicas e térmicas do compósito foram realizados ensaios de tração, dureza, absorção de água e TGA. As amostras foram ainda caracterizadas por MEV.

Palavras-chaves: Compósito, fibra de cana-de-açúcar, polietileno, acetilação.

ABSTRACT

Este estudio tiene como objetivo evaluar el comportamiento mecánico y térmico de un material compuesto con matriz de polietileno reforzado con fibra de caña de azúcar. Las fibras fueron lavadas con solución de NaOH al 10% durante 1 hora, y se trataron durante 1 hora y 30 minutos con soluciones ácidas, resultando en una mejor adhesión entre la fibra y la matriz. Fueron hechos 3 formulaciones con diferentes porcentajes de fibras. Para evaluar las propiedades mecánicas y térmicas material compuesto se realizaron los ensayos de tracción de material compuesto, la dureza, la absorción de agua y TGA. Las muestras se caracterizaron por SEM también.

Palabras claves: Compuesto, fibra de caña de azúcar, polietileno, acetilación.

INTRODUÇÃO

As fibras naturais estão tendo aplicação crescente [1–6] para reforço em polímeros devido as suas propriedades intrínsecas, como boa resistência mecânica e baixa densidade [7]. Os compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais surgem como alternativa para diversas aplicações e ganham grande valor no mercado devido às fibras naturais apresentarem baixo custo, serem recicláveis e biodegradáveis.

É crescente o interesse na utilização de materiais lignocelulósicos, principalmente de fibras vegetais como sisal, juta, banana, piaçava, coco, curauá, e cana-de-açúcar como reforço em compósitos em matriz polimérica, além das fibras de madeira (serragem) [8]. A grande expansão na utilização de álcool como combustível estimulou um grande aumento na produção de cana-de-açúcar e conseqüentemente do seu bagaço. Este fato despertou interesse no estudo do reaproveitamento do bagaço da cana-de-açúcar para o desenvolvimento de compósitos, já que atualmente o mesmo é apenas reaproveitado na queima em caldeiras para geração de energia. Além disso, a fibra de cana-de-açúcar apresenta muitas características vantajosas para a aplicação em um

compósito, como baixa densidade e alta deformabilidade. Neste contexto, o objetivo deste trabalho é estudar o processamento e avaliar o desenvolvimento de compósitos com matriz polimérica reforçada com fibra de cana-de-açúcar.

MATERIAIS E MÉTODOS

Extração, preparação e caracterização da fibra. A fibra utilizada no presente trabalho foi retirada do bagaço da cana-de-açúcar. O bagaço da cana-de-açúcar foi previamente limpo e seco. Em seguida a fibra da cana de açúcar foi separada manualmente do bagaço e cortada no comprimento de aproximadamente 2 cm. Inicialmente as fibras de cana-de-açúcar foram lavadas com água deionizada e em seguida submetidas ao tratamento alcalino denominado mercerização para a retirada da lignina no material. Na mercerização as fibras (100g de fibra para cada litro de solução) foram imersas em uma solução de NaOH a 10% por uma hora a temperatura de 50°C. Após esse tempo, as fibras foram lavadas com água destilada até alcançar o pH da mesma. Posteriormente as fibras foram secas em estufa por 24 horas a temperatura de 60°C. Após a secagem das fibras, as mesmas foram submetidas ao processo de acetilação para proporcionar uma maior adesão da fibra com a matriz polimérica [9].

No processo de acetilação as amostras das fibras foram imersas em uma solução de ácido acético e anidrido acético por 1 hora e 30 min à temperatura de 50°C, sendo ainda acidificado levemente com ácido sulfúrico, que agiu como catalisador. Em seguida as fibras foram filtradas e imersas por 5 minutos em anidrido acético 97% acidificado levemente com ácido sulfúrico, sendo posteriormente filtradas, lavadas com água até pH próximo à 7 e secas em estufa até que a massa das fibras permanecesse constante.

Preparação e injeção dos corpos de prova. Para a realização do presente trabalho foram preparadas 3 formulações, variando apenas o tipo de fibra utilizada e o teor de fibra incorporado a matriz de PEAD. Os diversos teores de fibra utilizadas são mostrados na Tabela 1, nela ainda são mostrados os dois tipos de fibras utilizadas: fibras de cana-de-açúcar somente mercerizadas (fibras semi-tratadas) e fibras mercerizadas e acetiladas (fibras tratadas). Foram confeccionados 5 corpos de prova para cada formulação. Também foram produzidas amostras de polietileno puro para fins comparativos.

Tabela 1. Formulações utilizadas no estudo.

<i>Tipo de fibra</i>	<i>Teor de fibra (%)</i>	<i>Nome da amostra</i>
Fibra semi-tratada (somente mercerizadas)	5	5% Fibra ST
Fibra tratada (mercerizadas e acetiladas)	5	5% Fibra T
	15	15% Fibra T

Depois de preparadas, as fibras foram colocadas, juntamente com os pellets virgens (para injeção) de PEAD, em estufa para a retirada da umidade por três horas. Após esse período, as fibras e os pellets de PEAD foram homogeneizados de modo a proporcionarem as formulações descritas na Tabela 1. O material foi processado numa extrusora tipo *Oryzon, modelo OZ-E-EXL22*, para a formação dos pellets. Na extrusão utilizou-se as temperaturas de 172, 188, 181, e 175°C nas zonas, 1, 2, 3, e 4, respectivamente, e uma rotação de 142 rpm.

Com o processo de extrusão foram obtidos materiais (PEAD+Fibra) em forma de fios que foram posteriormente triturados para obtenção dos pellets, onde os mesmos foram processados em uma injetora *Himaco modelo LHS 15080*, empregando as temperaturas: 175, 180, e 170°C, nas zonas de aquecimento 1, 2, e 3, respectivamente

Caracterização dos corpos de prova. Os corpos de prova produzidos foram submetidos a ensaio de tração uniaxial, para caracterização das propriedades mecânicas. Para tal, se utilizou de uma máquina universal de ensaios da marca *Emic modelo DL10000*. O ensaio de tração foi realizado de acordo com as normas ASTM D638-9. As dimensões e geometria dos corpos de prova utilizados seguiram a norma MB-4 da ABNT que define os formatos e dimensões para o teste.

O ensaio de dureza foi realizado conforme a norma ASTM D 2240 com tempo de 4s no equipamento *Durômetro Shore*.

A avaliação de absorção de água foi realizada seguindo procedimento descrito na norma ASTM-D570 assim como dimensão, geometrias e tempo de ensaio. Para a realização deste ensaio foram medidas as massas de cada corpo de prova antes da imersão em água deionizada, onde permaneceram por 24 horas. Após este tempo as amostras foram retiradas da água e tiveram novamente suas massas medidas com auxílio de uma balança analítica. Através da equação 1 foi determinado o teor, em porcentagem, de absorção de água das amostras, onde “A” é o teor de absorção e “M” a massa.

$$A = \frac{M_{\text{com água}} - M_{\text{seco}}}{M_{\text{seco}}} \cdot 100 \quad (1)$$

O ensaio de análise termogravimétrica (TGA) foi realizado utilizando-se um equipamento do tipo *TGA Q500* da *TA Instrument* numa taxa de aquecimento de 20°C/min. Através do ensaio de TGA, foi possível verificar a perda de massa relativa à degradação térmica para as fibras de bagaço de cana-de-açúcar. Também foram realizadas análises por microscopia eletrônica de varredura. Os resultados dos ensaios realizados são discutidos a seguir.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Ensaio de tração. Abaixo encontra-se a Tabela 2 referente ao ensaio de tração do PEAD puro e dos compósitos com fibra de cana-de-açúcar semi-tratadas (ST) e tratadas (T).

Com estes resultados observa-se que a adição de fibra a matriz polimérica acarretou em um aumento das propriedades mecânica de resistência à tração em todas as formulações comparadas ao PEAD puro.

Ainda se observa que os valores de maior resistência ocorreram nos compósitos com fibra tratada, sendo que o polímero com o maior teor de fibra (15%) apresentou os melhores resultados, como esperado. Os valores encontrados para o polímero com 5% de fibra também foram satisfatórios.

Tabela 2. Resultados ensaio de tração.

<i>Amostra</i>	<i>Força Máxima (kgf)</i>	<i>Alongamento (mm)</i>
PEAD puro	43,2	65,3
5% Fibra ST	46,5	49,7
5% Fibra T	87,3	11,6
15% Fibra T	128,4	7,1

Em relação ao compósito com fibra semi-tratada houve pouca alteração nos valores encontrados de resistência mecânica comparado ao PE puro. O polímero com maior porcentagem de fibra teve um alongamento menor que os demais o que era esperado pela sua maior resistência mecânica.

Ensaio de dureza. Na Tabela 3 são apresentados os resultados de dureza *Shore D*, onde se observou o incremento da dureza com a inclusão de fibras.

Novamente percebe-se pouca diferença do valor encontrado para PEAD puro e do polímero com 5% de fibra semi-tratada, evidenciando que o tratamento de acetilação é de suma importância no processo de fabricação do compósito.

Tabela 3– Resultados ensaio de dureza.

<i>Amostra</i>	<i>Dureza (Shore D)</i>
PEAD puro	38,6
5% Fibra ST	45,3
5% Fibra T	66,7
15% Fibra T	68,1

Absorção de água. Os resultados do ensaio de absorção de água são apresentados na Tabela

4. Os resultados das amostras tratadas demonstram que quanto maior a adição de fibra à matriz polimérica maior absorção de água em relação ao PEAD puro. Esse fato já foi observado por [6] e se dá pelo maior número de vazios presentes na matriz polimérica com carga, fazendo com que a água seja absorvida mais facilmente.

Tabela 4. Resultados do ensaio de absorção de água.

<i>Amostra</i>	<i>Absorção (%)</i>
PEAD puro	0,15%
5% Fibra ST	0,41%
5% Fibra T	0,29%
15% Fibra T	0,42%

O alto teor de absorção do compósito 5% Fibra ST (0,41%), similar ao 15% Fibra T (0,42%) deve-se ao fato de que no compósito 5% Fibra ST não houve total adesão das fibras a matriz polimérica, acarretada pelo não tratamento completo da mesma (mercerização seguido por acetilação). Isto gera maiores vazios entre fibra/polímero e conseqüentemente maior absorção de água.

Valores elevados de água absorvida podem causar a destruição da estrutura da fibra, conduzindo ao inchamento e a instabilidade dimensional do material. Além disso, a água atua como um agente de separação entre a interface polímero/fibra. Logo, a reconciliação das propriedades mecânicas e mínima absorção de água seria ideal para quais quer aplicação deste compósito.

Microscopia eletrônica de varredura. A Figura 1 mostra imagens obtidas por MEV que evidenciam a interação fibra–matriz na amostra 15% Fibra T.

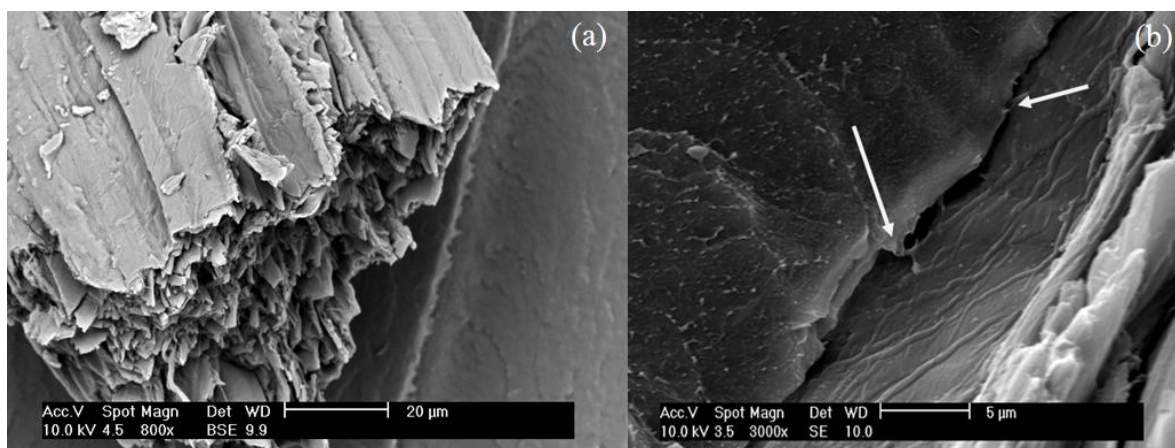


Figura 1. Imagem de MEV da amostra 15% Fibra T. Ampliação (a) 800X e (b) 3000X.

Na Figura 1 (a) pode-se ver a fibra em um corte transversal em uma ampliação de 800X. A interação fibra-matriz polimérica pode ser vista detalhadamente na Figura 4(b) representada por pontes entre os vãos existentes entre fibra-matriz. Esta interação ocorreu devido ao fato de a fibra passar pelo processo de acetilação o que lhe proporcionou adesão da fibra com a matriz polimérica.

Análise termogravimétrica (TGA). Na Figura 1, tem-se a perda percentual de massa dos compósitos poliméricos em função da temperatura. Nota-se nessa figura, que as curvas, para as 3 formulações estudadas, apresentaram-se semelhantes, com faixas de temperatura de perda de massa próximas.

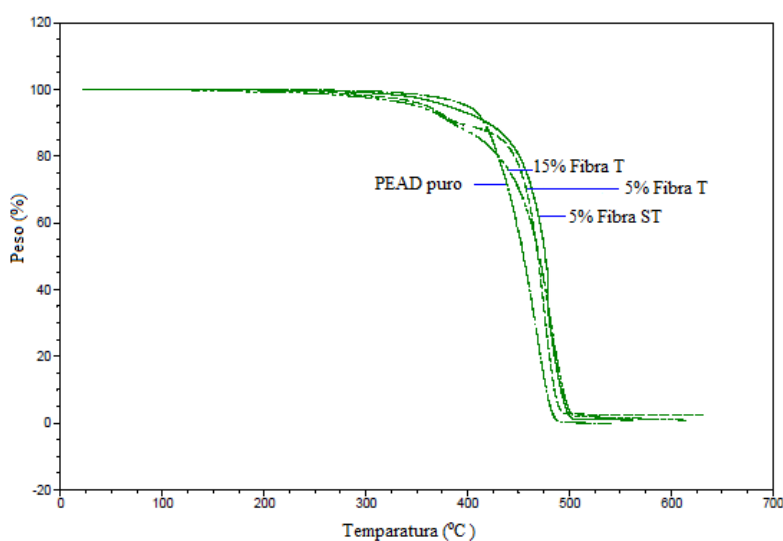


Figura 1. TGA das amostras para diferentes composições de fibra.

Contudo comparando-se as curvas TGA do PE puro e dos compósitos reforçados com fibra de cana-de-açúcar foi observado que a inserção de fibras na matriz reduz a temperatura a qual inicia-se a perda de massa. Dessa forma, os resultados obtidos permitem concluir que a temperatura segura de trabalho desses compósitos é de até 300°C.

CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos observou-se que a fibra de cana-de-açúcar promoveu um aumento nas propriedades mecânicas (resistência à tração e dureza) do compósito, sendo mais significativo nos corpos de prova em que procedeu-se o tratamento completo (mercerização seguido de acetilação). Estes resultados são explicados devido à forte interação que ocorreu entre a fibra acetilada e a matriz o que foi observado pelas imagens de MEV.

Quanto aos resultados referentes ao ensaio de absorção de água, houve maior absorção de água, à medida que foi aumentado o teor de fibra na preparação do compósito. Esse fato se dá pelo maior número de vazios presentes na matriz polimérica, fazendo com que a água seja absorvida

mais facilmente. O alto teor de absorção do compósito com 5% de fibra semi-tratada deve-se ao fato de que não houve total adesão das fibras a matriz polimérica devido a ausência do tratamento de acetilação.

Os resultados de TGA demonstraram que o polímero compósito é termicamente estável até temperaturas próximas à 300°C, acima dessa temperatura inicia o processo de degradação do compósito.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Gao LL et al., *J Appl Polym Sci.*, 116 (3), (2010)
- [2] Fornasieri M et al., *Compos Parte A: Appl S*, 42(2), (2011)
- [3] Ribeiro da Silva V et al., *Polym. teste*, 32(4), (2013)
- [4] Chen SH et al., *Carbohydr. Polym.*, 88(4), (2012)
- [5] Lee BH et al., *Compos Sci Technol*, 69(15) (2009)
- [6] Damin K V S et al. , *Rev. Iberoam. Polim.*, 17 (2), (2016)
- [7] Müller, R L et al. “*Obtenção e Caracterização de Compósitos de Polipropileno Pós-consumo com Fibras de Cana-de-Açúcar com e sem Tratamento Químico*”. 17º CBECIMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006. Foz do Iguaçu, PR, Brasil.
- [8] Mohd SS, Mohammad J, Nukman BY, Md EH "Manufacturing of Natural Fibre Reinforced Polymer Composites", Springer, 2015
- [9] Cerqueira DA et al. *Polímeros*, 20 (2), (2010)