



COMPÓSITOS DE POLIPROPILENO REFORÇADO COM CAPIM-ELEFANTE

J.C. Caraschi¹ ; G. A. Prates^{1*} ; A. L. Leão² ; C. C. Almeida¹

¹ UNESP – Univ Estadual Paulista, Câmpus de Itapeva, SP, Brasil

² UNESP – Univ Estadual Paulista, Faculdade de Ciências Agronômicas, Câmpus de Botucatu, SP, Brasil

Article history: Received 22 July 2015; Received in revised form 15 September 2015; Accepted 16 September 2015; Available online 30 September 2015.

RESUMO

Nos últimos anos tem surgido um grande interesse na utilização de fibras lignocelulósicas como material de reforço em compósitos poliméricos. Neste trabalho foram produzidos compósitos poliméricos de polipropileno com fibra de capim-elefante (*Pennisetum purpureum* Schum.) denominado (PP/Capim). O efeito do teor de carga e o envelhecimento acelerado sobre as propriedades mecânicas dos compósitos PP/Capim foram avaliados. Os compósitos foram preparados através do processo de extrusão de polipropileno com fibra de capim elefante na relação de 15 e 25% em massa. As amostras foram moldadas por processo de injeção de acordo com as normas American Society for Testing and Materials (ASTM). Na avaliação das propriedades de compósitos, os resultados obtidos mostraram que o aumento na quantidade de carga, resultou numa diminuição das propriedades mecânicas em tração e aumento do índice de fluidez, dureza Shore D e densidade. Quanto ao envelhecimento acelerado, os compósitos não apresentaram diferenças significativas são extremamente favoráveis quando comparado a outros sistemas comerciais reforçados por cargas inorgânicas.

Palavras-chave: Fibras lignocelulósicas, Termoplástico, Capim-elefante.

GRASS AS REINFORCEMENT OF POLYPROPYLENE

ABSTRACT

Considerable interest has been generated in the use of lignocellulosic fibers as filler and reinforcements in polymeric composite. In this work polymeric composites were obtained from elephant grass fiber and polypropylene (PP/Grass). The effects of the content filler and accelerated aging on the mechanical properties of polypropylene composites reinforced with elephant grass fiber were evaluated. The composites were prepared through the extrusion process of polypropylene with grass fiber in ratio 15 and 25% wt. The specimens were injection molded according to American Society for Testing and Materials standards. In the evaluation of the composite properties, the obtained results noticed that increasing the filler amount resulted in a decrease of mechanical properties and increase in flow index, shore D hardness and density. The composites did not show significant differences as function of accelerated aging. The results showed that composite properties are extremely favorable when compared to other commercial systems reinforced by inorganic fillers.

Keywords: Lignocellulosic fibers, Thermoplastic, Grass fibers.

* glaucia@itapeva.unesp.br

INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de compósitos poliméricos envolvendo o emprego de fibras lignocelulósicas como carga de reforço em matrizes poliméricas vem crescendo cada vez mais em resposta à conservação ambiental, tornado mais frequente na indústria de polímeros (CORREA et al., 2003; FURLAN et al., 2012; LIGOWSKI et al., 2015; PEREIRA et al., 2015; ROSÁRIO et al., 2011).

As fibras lignocelulósicas são adicionadas aos termoplásticos visando melhorar às propriedades térmicas, mecânicas, termomecânicas, e em particular reduzindo os custos da composição do material polimérico e a geração de efluentes e/ou resíduos poluentes. Além disso, as fibras oferecem inúmeras vantagens, dentre elas: fontes renováveis, baixo custo, baixa densidade, biodegradabilidade e não toxicidade (BLEDZKI et al., 1998; BLEDZKI; GASSAN, 1999; FURLAN et al., 2012; LIGOWSKI et al., 2015; PEREIRA et al., 2015; ROSÁRIO et al., 2011).

Dentre as fibras lignocelulósicas, a fibra vegetal de capim-elefante (*Pennisetum purpureum* Schum) é uma das gramíneas mais importante e difundidas em todas as regiões sub-tropicais e tropicais do mundo que vem sendo pesquisada como fonte de biomassa para

fins energéticos (STREZOV et al., 2008), insumos químicos (NAKANISHI et al., 2014) e produção de polpa celulósicas (GOMES et al., 2013). Apresenta taxa de crescimento na ordem de 2,5-3,5 m de altura após três meses de desenvolvimento, com taxas de produção superiores a 200 kg.ha-1.dia-1 de matéria seca em condições favoráveis. O capim-elefante é composto de aproximadamente 40% de celulose, 17,7% de lignina e 30% de hemiceluloses, além de outros compostos (GOMES et al., 2013; NAKANISHI et al., 2014).

O emprego de capim-elefante neste trabalho para a produção de compósitos visa um melhor aproveitamento dos recursos naturais lignocelulósicos. Pode também contribuir para evitar os problemas de poluição ambiental, além de fornecer novas alternativas de grande importância tecnológica na utilização de fibras vegetais na produção de materiais mais compatíveis com o ambiente.

Desta maneira, este trabalho teve como objetivo preparar compósitos de polipropileno reforçado com capim-elefante e determinar as propriedades mecânicas destes compósitos com e sem envelhecimento acelerado em função do teor de fibras.

MATERIAL E MÉTODOS

Os materiais empregados neste trabalho foram o homopolímero polipropileno Fortilene 1602, da Solvay Polymers, com um índice de fluidez (MFI) de 12,2 g/10 min e como carga a fibra vegetal de capim-elefante em tamanhos menores de 1 mm, com densidade aparente de 0,374 kg/m³.

Preparação dos compósitos

Os compósitos de polipropileno com capim-elefante (PP/Capim) foram preparados a partir da pré-mistura manual de PP com capim-elefante nas proporções de 15 e 25% em massa com o intuito de

avaliar o efeito do teor do capim-elefante nas propriedades mecânicas dos mesmos.

Os compósitos de PP/Capim foram extrudados numa extrusora de dupla-rosca, modelo ZSK-25 da Werner & Pfleiderer, com uma razão L/D de 25, com perfil de temperatura ao longo do barril de 200, 190, 190, 180, 180 e 190°C nas zonas 1, 2, 3, 4, 5 e 6 (zona de exaustão), respectivamente. Os corpos de prova para os ensaios mecânicos de tração e flexão foram injetados à temperatura de 190°C para moldagem dos corpos de prova, segundo normas da ASTM numa injetora automática Sandretto 65 micro. Também

foram injetados, nas mesmas condições, polipropileno virgem (PP) e polipropileno com talco a 20 e 40% (PP/Talco) como material de referência.

O ensaio de envelhecimento térmico acelerado dos compósitos foi realizado em estufa com circulação forçada de ar à 70°C por 168 horas. A contribuição deste ensaio está na avaliação de corpos de prova submetidos ao envelhecimento que simula uma das condições em que acessórios ficam expostos no interior de um automóvel. Foi escolhido a temperatura de 70°C por representar uma condição crítica.

Caracterização dos Compósitos

Todos os materiais obtidos foram acondicionados a 25°C e umidade relativa

RESULTADOS E DISCUSSÃO

As propriedades mecânicas podem ser elencadas entre as mais importantes em termos de aplicações práticas no caso de polímeros e compósitos. Isto pode ser explicado pelo fato da maioria dos materiais poliméricos serem utilizados por apresentarem boas propriedades mecânicas e baixo custo. Os polímeros apresentam também uma ampla variedade de propriedades mecânicas comparadas aos outros materiais.

de 50% por um período de 48 h antes dos ensaios mecânicos. Foram realizados ensaios de tração (ASTM D 638-90), flexão (ASTM D 790-93) e dureza do tipo Shore D (ASTM D 2240-97).

A densidade da amostra foi determinada segundo a norma ASTM D 1622-98 à temperatura de 25°C, e as medidas do índice de fluidez (MFI) foram conduzidas num plastômetro, utilizando amostras extrudadas conforme a norma ASTM D 1238-90b.

Os dados foram analisados com análise de variância ANOVA (R Core Team (2013)). Testes de comparação múltipla entre os diferentes compósitos foram feitos utilizando-se Tukey HSD.

Neste trabalho avaliou-se as propriedades mecânicas dos compósitos PP/Capim com e sem envelhecimento térmico, em função do teor de carga em comparação com o PP e com os compósitos de PP/Talco à 20 e 40% com e sem envelhecimento térmico. Os resultados quanto às propriedades em tração e em flexão são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Propriedades mecânicas em tração (resistência (σ), módulo de elasticidade (E) e alongamento na ruptura (ϵ)) e em flexão (resistência (σ) e módulo de elasticidade (E)) dos materiais com e sem envelhecimento térmico em função do teor de capim-elefante

Materiais	Fibras (%)	Propriedades em tração			Propriedades em flexão	
		σ (MPa)	E (GPa)	ϵ (%)	σ (MPa)	E (GPa)
PP	0	30,72 (0,45) a	1,87 (0,11) a	14,6 (0,50) a	43,48 (0,51) a	1,37 (0,03) a
PP (env)*	0	28,31 (0,14) b	1,59 (0,06) a	---	---	---
PP/Capim	15	26,52 (0,40) c	2,51 (0,08) b	3,10 (0,24) b	47,23 (0,35) b	2,15 (0,036) b
	25	25,12 (0,17) d	3,02 (0,25) c	2,22 (0,18) c	44,71 (0,72) c	2,66 (0,044) c
PP/Capim (env)	15	26,94 (0,36) c	2,36 (0,09) b	---	---	---
	25	25,06 (0,45) d	2,79 (0,45) c	---	---	---
PP/Talco	20	24,79 (0,43) d	2,65 (0,12) b	3,04 (0,10) b	38,34 (0,42) d	1,97 (0,07) d
	40	22,43 (0,32) e	4,35 (0,20) d	2,77 (0,11) b	36,80 (0,63) e	3,43 (0,13) e
PP/Talco (env)	20	24,79 (0,43) d	2,65 (0,09) b	---	---	---
	40	22,43 (0,26) e	4,35 (0,17) d	---	---	---

Valores seguidos por letras iguais não apresentaram diferença significativa dentro de cada grupo com nível de significância de 5%.

Valores em parênteses representam o desvio padrão das amostras

*envelhecimento

A Figura 1 apresenta um gráfico do tipo boxplot com todas as amostras e suas respectivas variações em relação à

resistência à tração. Os pontos vermelhos representam as médias dos valores de resistência para cada composto.

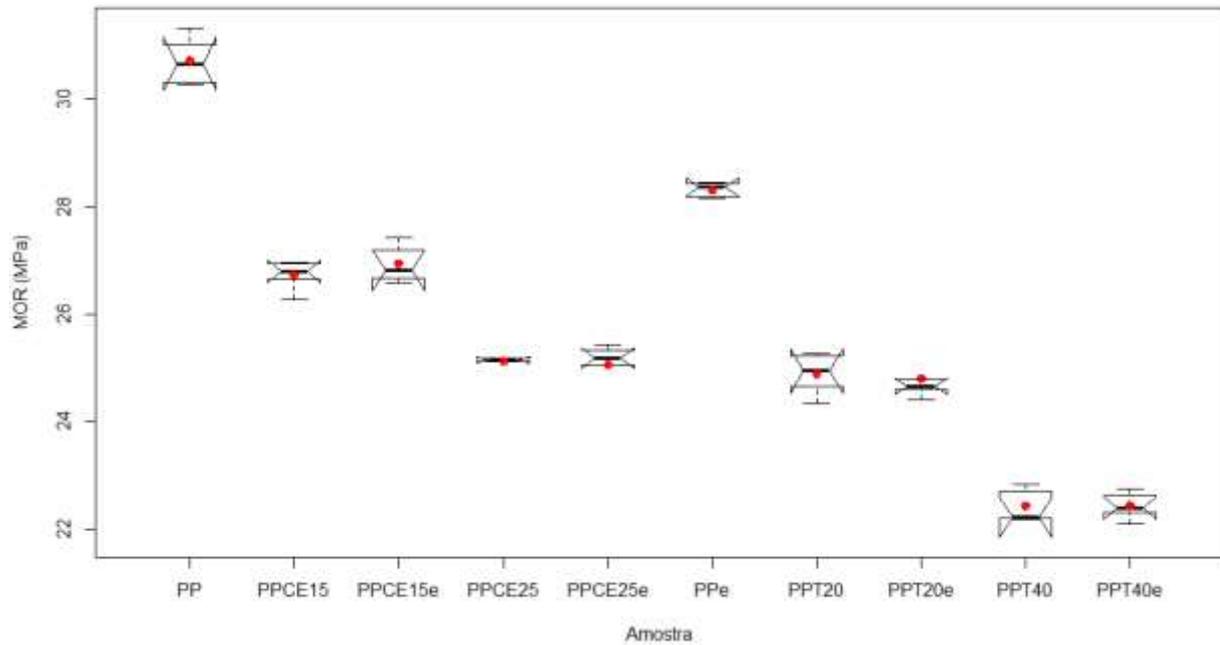


Figura 1. Valores de resistência dos compósitos submetidos aos ensaios de tração.

A análise de variância mostrou que os compósitos PP/Capim apresentaram valores de resistência à tração um pouco inferiores ao PP significativamente (p -valor $< 5\%$) como pode ser observado na Figura 1, isto é devido em parte, ao comportamento hidrofóbico do PP, ao contrário do que ocorre com a fibra vegetal que apresenta comportamento hidrofílico. Esta incompatibilidade química resulta em baixa adesão interfacial entre a fase polimérica e a fibra vegetal.

Provavelmente a estrutura morfológica semi-cristalina e a estrutura química da celulose contribuíram para uma fraca interação química entre as duas fases, sendo necessário a realização de tratamento na fibra para resultar em uma maior interação entre a celulose e a matriz, ou o emprego de um agente de acoplamento (BLEDZKI et al., 1998; BLEDZKI; GASSAN, 1999; PEREIRA et al., 2015). Resultados semelhantes foram obtidos por Furlan et al. (2012) ao avaliarem as propriedades dos compósitos de PP reforçado com casca de aveia.

A resistência à tração e o alongamento na ruptura são propriedades extremamente dependentes da adesão interfacial entre as fases presentes. Se a adesão não for perfeita, a grande probabilidade de se originar uma falha que leva o material à ruptura na região interfacial. A ausência de adesão torna esta região fraca (BLEDZKI et al., 1998; BLEDZKI; GASSAN, 1999; FELIX; GATENHOLM, 1991).

Com relação ao módulo de elasticidade, os compósitos apresentaram maior rigidez que os PP, isto se deve a carga fibrosa ser mais rígida do que a matriz polimérica e impedir a mobilidade livre da mesma, evitando a deformação, aumentando assim o módulo de elasticidade com o aumento da concentração de fibras.

A Figura 2 apresenta um gráfico com os compósitos e suas respectivas variações em relação à rigidez dos materiais à tração.

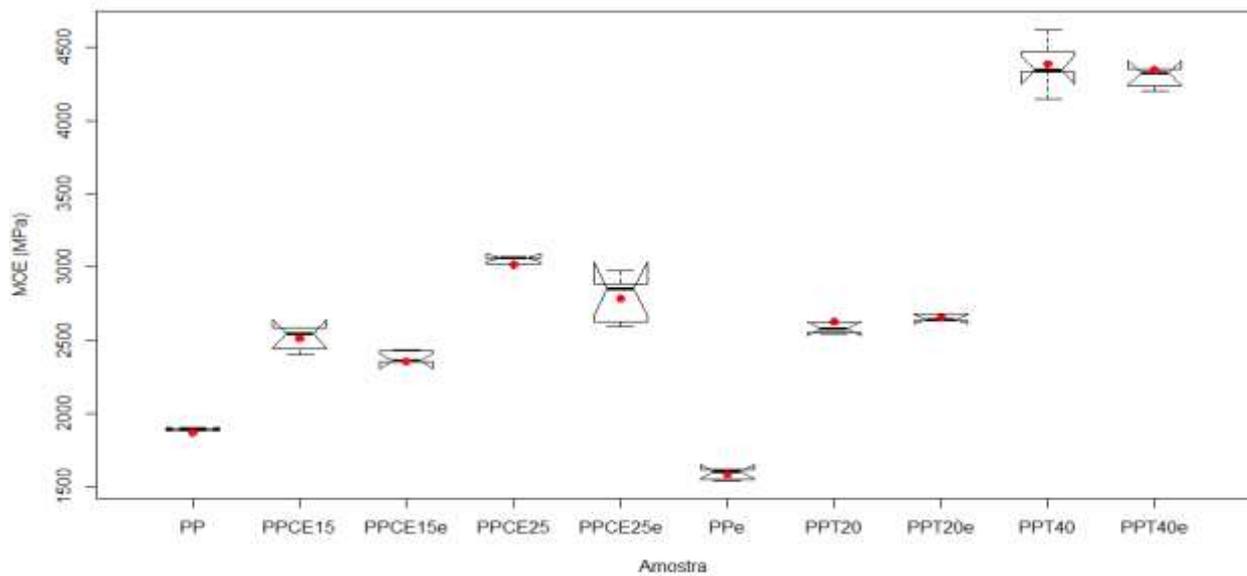


Figura 2. Valores de módulo de elasticidade das amostras submetidas aos ensaios de tração

Segundo trabalhos de Kokta et al. (1989) e Furlan et al. (2012), resultados semelhantes foram obtidos em que o aumento da proporção de fibras em massa diminuiu a resistência à tração, isto pode ser atribuído ao fato da adesão das fibras com a matriz não ser suficiente para aumentar a eficiência na transferência de tensões da matriz através da interface, e que é essencial para alcançar uma elevação das propriedades mecânicas no compósito.

Quanto às proporções de fibras utilizadas, 15 e 25%, verificou-se que a

resistência à tração e ao alongamento decaem com o acréscimo percentual em massa da fibra no compósito, isto se deve também a falta de adesão interfacial da matriz polimérica com a fibra vegetal. Furlan et al. (2012) obteve resultados semelhantes no estudo de PP com casca de aveia sem tratamento.

A Figura 3 apresenta um gráfico com os compósitos e suas respectivas variações em relação à rigidez dos materiais à tração.

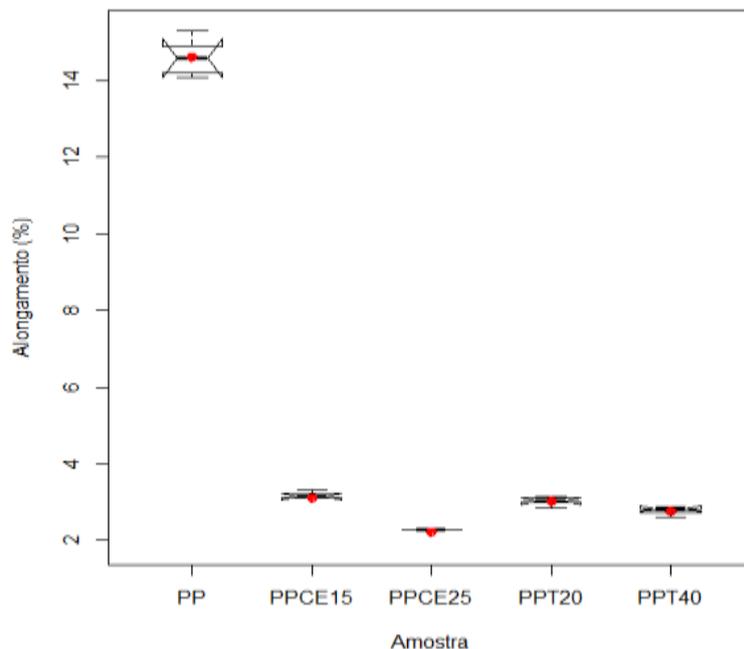


Figura 3. Valores de alongamento das amostras submetidas aos ensaios de tração.

Com relação às propriedades em flexão (Figura 4), os compósitos de PP/Capim apresentaram maior resistência e módulo de elasticidade comparada ao PP. Ligowski et al. (2015) estudando materiais compósitos a base de fibras de cana-de

açúcar com polímeros reciclados de polietileno de alta densidade (PEAD e poliestireno (PS) também produziram materiais com maiores resistências à flexão em relação as matrizes poliméricas de PEAD e PS.

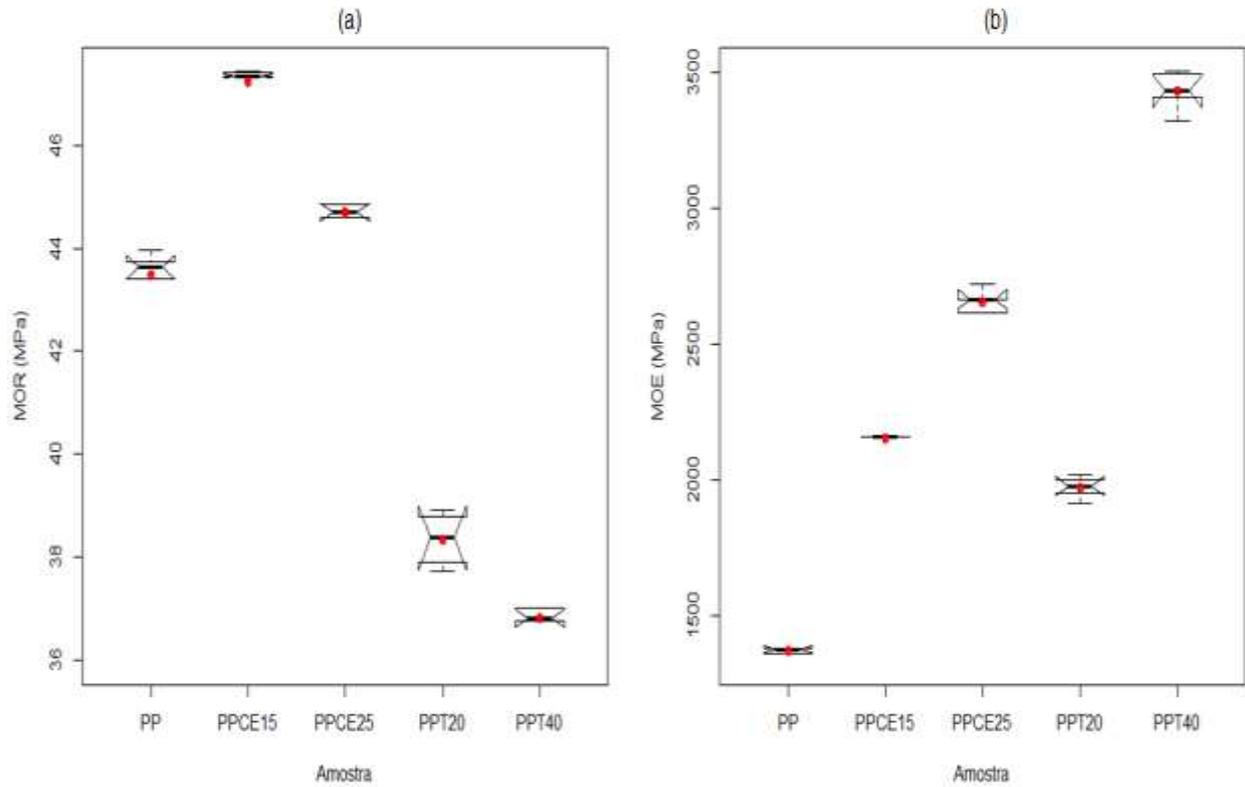


Figura 4. Valores de resistência (4a) e módulo de elasticidade (4b) das amostras submetidas aos ensaios de flexão.

Na Tabela 2 são apresentados os resultados quanto à densidade, índice de fluidez (MFI) e dureza Shore D.

Tabela 2. Valores médios de densidade (d), índice de fluidez (MFI), dureza, e seus respectivos valores de desvio padrão em parênteses dos materiais

Materiais	Fibras (%)	d (g.cm⁻³)	MFI (g.10min⁻¹)	Dureza Shore D
PP	0	0,88 (0,002) a	12,2	71,0 (0,71) a
PP (env)	0	---	---	68,7 (0,45) b
PP/Capim	15	0,88 (0,006) a	8,54	72,6 (0,55) c
	25	0,91 (0,002) b	---	75,6 (0,55) d
PP/Capim (env)	15	---	---	74,9 (0,74) d
	25	---	---	75,6 (0,42) d
PP/Talco	20	1,03 (0,007) c	16,8	72,6 (0,48) e
	40	1,20 (0,005) d	8,05	74,5 (0,48) d
PP/Talco (env)	20	---	---	72,4 (0,42) e
	40	---	---	74,9 (0,42) d

Valores seguidos por letras iguais não apresentaram diferença significativa dentro de cada grupo

Valores em parênteses representam o desvio padrão das amostras

*envelhecimento

Quanto à densidade (Figura 5), os compósitos de PP/Capim apresentaram a vantagem de serem materiais menos densos que os compósitos de PP com carga inorgânica (PP/Talco).

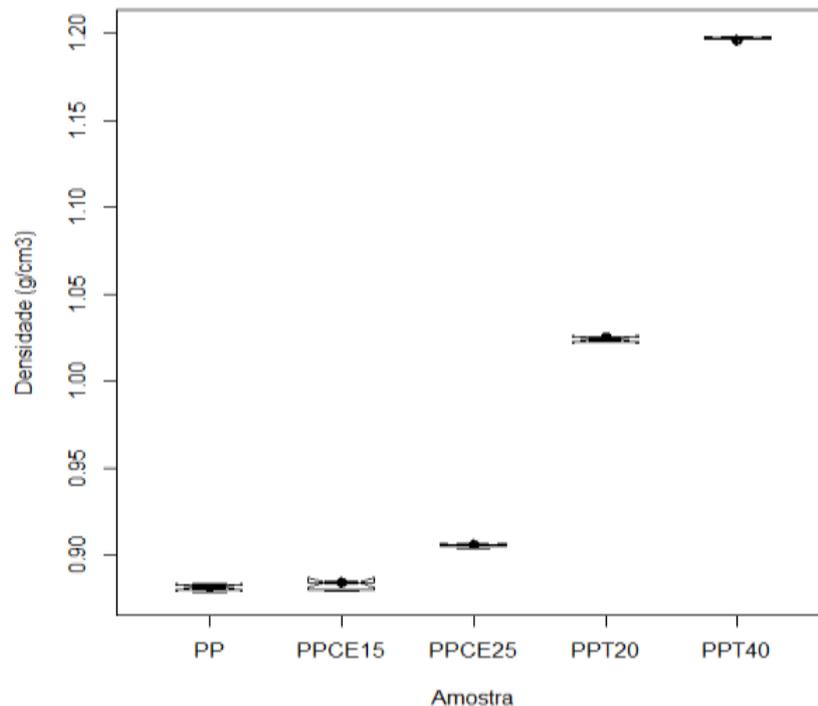


Figura 5. Valores de densidade dos compósitos.

Em relação à dureza do material (Figura 6), os compósitos PP/Capim apresentaram valores de dureza semelhantes aos compósitos de PP/Talco, e

com relação ao PP eles apresentaram maior dureza devido à maior rigidez da carga em relação à matriz polimérica.

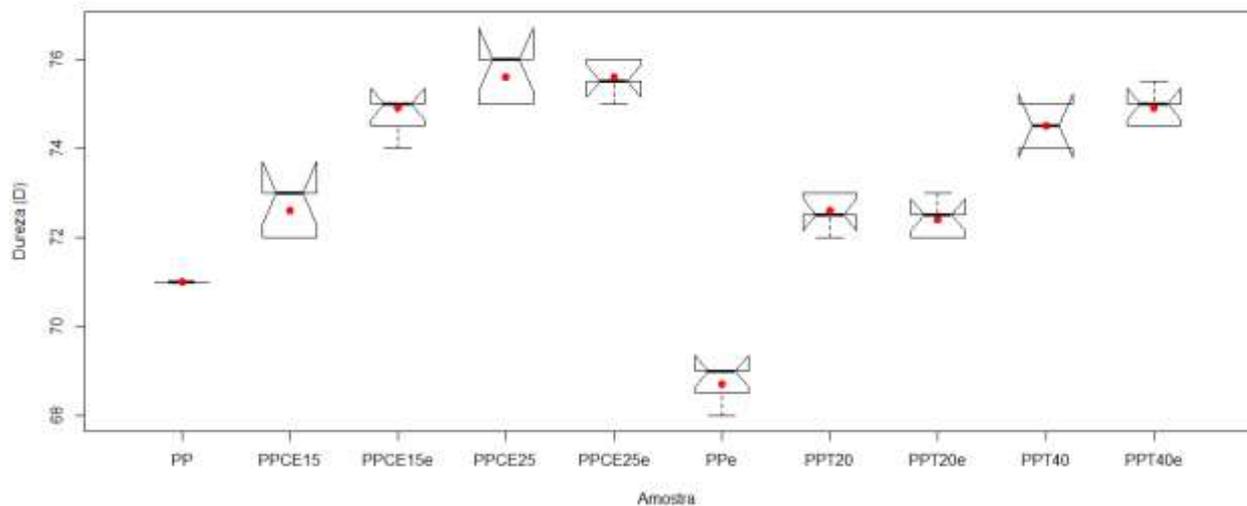


Figura 6. Valores de dureza Shore D dos compósitos.

Verificou-se também que o aumento do teor de carga eleva a dureza e a densidade do material, resultado este observado nos compósitos de PP/Capim e de PP/Talco.

Com relação ao índice de fluidez (MFI), observa-se que o MFI do PP/Capim-15% diminuiu com a incorporação da fibra, pois a incorporação de cargas rígidas à matriz polimérica restringe a mobilidade livre da mesma, elevando, portanto, a viscosidade aparente do material, o que implica em um menor MFI, o que está de acordo com os dados da literatura (BASU et al., 1999).

As mudanças ocorridas com o processo de envelhecimento térmico foram avaliadas por ensaio mecânico em tração, observando a porcentagem de decréscimo desta propriedade.

CONCLUSÕES

A partir dos resultados concluiu-se que os compósitos apresentaram propriedades em tração inferiores ao PP sem reforço e com decaimento das propriedades à medida que se aumentou o teor de fibra vegetal. Isso indica que o comportamento está associado à baixa resistência da interface fibra-matriz, necessitando a incorporação de um agente de acoplamento ou tratamento da fibra vegetal quando se desejar preparar materiais que exigem maiores resistências mecânicas. Portanto, conclui-se que a fibra

Os resultados mostraram que não há aparentemente redução na resistência, mas um pequeno decréscimo no valor do módulo de elasticidade, enquanto o alongamento teve um pequeno acréscimo. Com relação ao PP, o envelhecimento levou a uma redução de suas propriedades em tração, isto se deve à cisão das cadeias moleculares e a formação de ligações cruzadas no polipropileno, fatores que acarretam a diminuição das propriedades mecânicas.

Com relação aos compósitos de PP/Talco a 20 e 40%, os compósitos de PP/Capim apresentaram propriedades mecânicas superiores a eles, tanto em tração quanto em flexão, além de serem menos densos.

vegetal de capim-elefante atuou como carga de enchimento nos compósitos PP/Capim.

Quanto às propriedades em flexão, os compósitos apresentaram propriedades superiores ao PP sem reforço. O envelhecimento térmico dos compósitos de PP/Capim não levou a um decaimento da resistência e do módulo em tração, mas um pequeno aumento no alongamento na ruptura, resultados esses semelhantes ao ocorrido com o PP.

As propriedades mecânicas dos compósitos de PP/Capim foram extremamente favoráveis quando comparadas com os sistemas comerciais

com carga de talco e mostraram viabilidade do uso de PP com capim-elefante na produção de compósitos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D 1238-90b: Standard Test Method for Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion Plastometer. Philadelphia, Pa, 1991.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D 1622: Standard Test Method for Standard Test Method for Apparent Density of Rigid Cellular Plastics. Philadelphia, Pa, 1998.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D 2240: Standard Test Method for Rubber Property – Durometer Hardness. Philadelphia, Pa, 1991.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D 638-90: Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. Philadelphia, Pa, 1990.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D 790M-93: Standard Test Method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials [Metric]. Philadelphia, Pa, 1993.

BASU, D.; BANERGES, A.N.; MISRA, A. Comparative Rheological Studies on Jute-Fiber an Glass-Fiber-Filler Polypropylene Composites Melts Journal Applied Polymer Science, v.46, p.1992-2002, 1999.

BLEDZKI, A.K.; GASSAN, J. Composites Reinforced with Cellulose Based Fibres. Progress Polymer Science, v.24, n.2, p.221-274, 1999.

BLEDZKI, A.K.; REIHMANE, S.; GASSAN, J. Thermoplastics Reinforced with Wood Fillers: A Literature Review. Polymer Plastic Technology Engineering, v.37, n.4, p.451-468, 1998.

CORREA, C.A.; FONSECA, C.N.P.; NEVES, S.; RAZZINO, C.A.; HAGE, Jr.,

E. Compósitos termoplásticos com madeira. Polímeros, v.13, n.3, p.154-165, 2003.

FELIX, J.M.; GATENHOLM, P. The Nature of Adhesion in Composites Modified Cellulose Fibers and Polypropylene. Journal of Applied Polymer Science, v.42, n.3, p.609-620, 1991.

FURLAN, L.G.; DUARTE, U.L.; MAULER, R.S. Avaliação das propriedades de compósitos de polipropileno reforçados com casca de aveia. Química Nova, v.35, n.8, p.1499-1501, 2012.

GOMES, F.J.B.; COLODETTE, J.L.; AUPHÉLIA BURNET, A.; BATALHA, L.A.R.; BIANCA MOREIRA BARBOSA, B.M. Potential of Elephant Grass for Pulp Production. BioResources, v.8, n.3, p.4359-4379, 2013.

KOKTA, B.V.; RAJ, R.G.; DANEALUT, C. Use of Wood Flour as Filler in Polypropylene: Studies on Mechanical Properties. Polymer Plastic Technology Engineering, v.28, n.3, p.247-259, 1989.

LIGOWSKI, E.; SANTOS, B.C. DOS; FUJIWARA, S.T. Materiais compósitos a base de fibras da cana-de-açúcar e polímeros reciclados obtidos através da técnica de extrusão. Polímeros, v.25, n.1, p.70-75, 2015.

NAKANISHI, E.Y.; VILLAR-COCIÑAB, E.; SANTOS, S.F.; RODRIGUES, M.S.; PINTO, P.S.; SAVASTANO JR., H. Tratamentos térmico e químico para remoção de óxidos alcalinos de cinzas de capim elefante. Química Nova, v.37, n.5, p.766-769, 2014.

PEREIRA, P.H.; ROSA, M.F.; CIOFF, M.O.H.; BENINI, K.C.C.C.; MILANESE, A.C.; VOORWALD, H.J.C.; MULI-NARI, D.R. Vegetal fibers in polymeric

composites: a review. *Polímeros*, v.25, n.1, p.9-22, 2015.

R Core Team (2013). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. ISBN 3-900051-07-0, URL <http://www.R-project.org/>.

ROSÁRIO, F.; PACHEKOSKI, W.M.; SILVEIRA, A.P.J.; SANTOS, S.F.; SAVASTANO JR., H.; CASARIN, S.A. Resíduos de Sisal como Reforço em Compósitos de Polipropileno Virgem e Reciclado. *Polímeros*, v.21, n.2, p.90-97, 2011.

STREZOV, V.; EVANS, T.J.; HAYMAN, C. Thermal conversion of elephant grass (*Pennisetum purpureum* Schum.) to biogas, bio-oil and charcoal. *Bioresource Technology*, Essex, v.99, n.17, p.8394-8399, 2008.