



EFEITO DO TIPO E QUANTIDADE DE REFORÇO E POLPAÇÃO DE FIBRAS LIGNOCELULÓSICAS SOBRE AS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE COMPOSITOS A BASE DE POLIETILENO

¹**Seyedmohammad Mirmehdi** (mohadmirmehdi@yahoo.com), ²**Ney Robson Taironi do Prado** (neyquimica@yahoo.com.br), ³**Gustavo Henrique Denzin Tonoli** (gustavotonoli@yahoo.com.br)

^{1,2 e 3}Departamento de Ciências Florestais – DCF/ Universidade Federal de Lavras – UFLA, CP 3037, Lavras, MG, Brasil

Resumo: Foram estudados os efeitos de reforço e tipos de fibras obtidas da raque e folhetos de tamareira sobre as propriedades mecânicas de compósitos em matriz de polietileno. O efeito da lignina, das fibras lignocelulósicas, sobre as propriedades dos compósitos também foi avaliada. 2% de polietileno enxertado com anidrido maleico (MAPE) foi usado como um compatibilizador. Observou-se que o aumento do teor de reforço fibras faz com que haja uma diminuição da resistência à flexão (MOR), diminuição da resistência à tração e diminuição da resistência ao impacto, com um aumento do módulo de flexão (MOE). De um modo geral, compósitos feitos com as fibras do folheto da tamareira apresentaram melhores propriedades que os compósitos feitos com a raque das folhas de tal planta. As fibras deslignificadas contribuíram para o aumento da resistência à tração, aumento de resistência à tração e aumento da resistência ao impacto dos compósitos.

Palavras-chave: Compósitos de Polietileno Reforçado; Tamareira; Lignocelulósico; Lignina; Propriedades mecânicas.

Abstract: The effects of the filler content and type of date palm annual pruning residue, rachis or leaflet on the mechanical properties of polyethylene composites were studied. The effect of lignin in the lignocellulosic residue on the properties of the composites was also evaluated. 2% Maleic anhydride modified polyethylene (MAPE) was used as a compatibilizer. It was observed that the increase of filler content causes the decrease of the flexural strength (MOR), tensile strength and impact strength, while increases the flexural modulus (MOE). In general, leaflet flour led to better properties of the composites than rachis flour. Delignified fibers increased the tensile strength, tensile modulus and impact strength of the composites.

Keywords: Reinforced Polyethylene Composite; Date Palm; Lignocellulosic; Lignin; Mechanical Properties.

1.Introdução

O Oriente Médio é o maior produtor de tamaras do mundo e o Irã é o segundo produtor de tal comodite. O grande número de palmeiras, também conhecidas como tamareiras, na região aliada ao fato de que suas folhas precisam ser removidas anualmente, fazem com que tais folhas se tornem uma fonte renovável de fibras naturais.

É importante para entender as propriedades físicas e químicas de fibras naturais, de modo a utilizá-las como reforço em compósitos.

Existe uma falta de informação sobre a influência das fibras de tamareira sobre o desempenho dos compósitos de polietileno, reforçados com as referidas fibras.

Normalmente os compósitos plástico-madeira são formados a partir de madeira (ou outros materiais lignocelulósicos) e polímeros termoplásticos virgens ou de resíduos de tal plástico.

Dentre os materiais lignocelulosicos incluem-se a madeira, materias oriundos de culturas agrícolas, como por exemplo, o hibisco; resíduos agrícolas, tais como o bagaço de cana ou

caules de milho e resíduos de poda agrícola como, por exemplo, as folhas de tamareira resultantes da poda anual.

Em geral, os resultados mecânicos obtidos para a madeira também é verdadeiro para outros materiais lignocelulosicos, embora tais materiais possam possuir fibras que diferem em composição química e morfologia (comprimento e diâmetro). De facto, as fibras naturais estão disponíveis em diferentes formas e produzem diferentes propriedades quando adicionados a termoplásticos (CLEMONS, 2002; GILBERT, 1994, SANADI et al., 1995; ZAINI et al., 1995).

De um modo geral, a serragem de madeira é usada como material de enchimento para o plástico, o que tende a aumentar a rigidez do compósito, mas não melhora a sua resistência. As fibras naturais podem ser usadas como reforço para os plásticos com aumento da resistência e rigidez, em vez de apenas ser utilizado como material de enchimento como a serragem de madeira. As fibras individualizadas de madeira (por exemplo, as fibras obtidas do processo Kraft) e outras fibras lignocelulósicas costumam ter maior razão de aspecto do que a de serragem de madeira. Em um comprimento crítico da fibra, a tensão é transferida a partir da matriz para a fibra, o que resulta num compósito forte (OSSWALD, 1999). Embora a maioria dos produtos lignocelulósicos-plásticos serem menos rígidos do que madeira sólida, a adição de serragem de madeira em plásticos pode enrijecer consideravelmente o plástico, mas muitas vezes faz com que seja mais frágil, que os plásticos puros (Hattotuwa et al., 2000).

O presente trabalho contribui para a utilização generalizada de fibras residuais originarias das folhas de tamareira como fonte de matéria prima que pode ser utilizada para reforço de compósitos confeccionados com polietileno.

Portanto, o objetivo deste estudo foi avaliar a influência dos níveis de reforço dos diferentes tipos de fibras lignocelulósicas e fibras deslignificadas das folhas de tamareira (FLFT) sobre as propriedades mecânicas dos compósitos reforçados com polietileno linear de baixa densidade (PELBD). Neste estudo, as fibras de tamareira com e sem lignina foram usadas para fazer cartões de papel para a investigação da lignina sobre o desempenho dos compósitos.

2. Material e Métodos

O polietileno linear de baixa densidade (PELBD) foi utilizado como a matriz de polimérica com fibras lignocelulósicas, utilizadas como material de enchimento. Tais fibras foram obtidas a partir do raque (R) foliar e dos folhetos (F) das folhas da tamareira, resultante da sua poda anual (Figura 1), cultivar Sayer de Khoozestan, oriundas do Irã. As quantidades de fibras usadas foram de 35, 50 e 65% em massa. Antes da moagem, as folhas de tamareira foram secas ao ar. Após a moagem o conteúdo retido em tela de 40-mesh foi seco em estufa a 100 ± 5 ° C durante 24 horas para remoção da humidade. Uma parte das fibras oriundas da raque e folhetos foram deslignificadas (chamadas de R/D e F/D, respectivamente) com a utilização de hidróxido de sódio (NaOH) e o sulfureto de sódio (Na₂S) como líquido principal do processo de Kraft. Tabelas 1 e 2 apresentam as médias dos constituintes químicos da raque foliar e folhetos das folhas de tamareira e as propriedades das suas fibras, respectivamente.

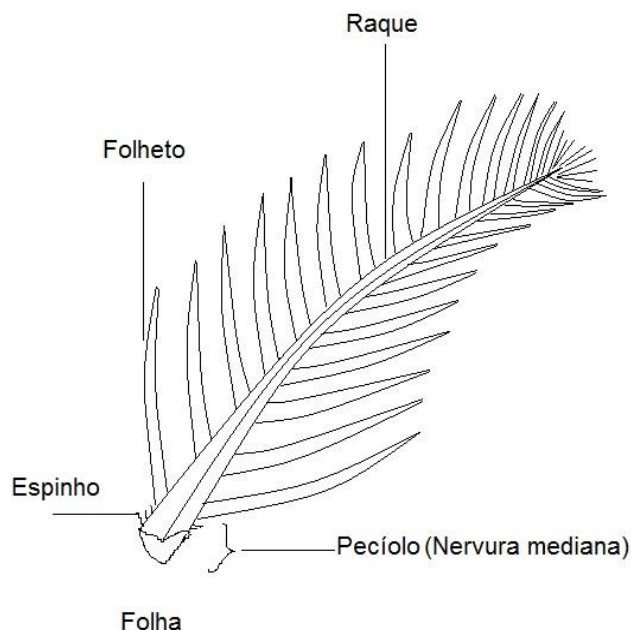


Figura 1. Estrutura da folha de tamareira.

Utilizou-se como agente de compatibilização o polietileno enxertado com anidrido maleico (MAPE). Uma quantidade fixa de 2% (em massa) de MAPE, selecionada em pesquisas anteriores, foi utilizada na preparação das amostras.

Tabela 1. Constituintes químicos das partes de folhas de tamareira.

	Celulose	Hemiceluloses	Lignina	Cinzas	Extrativos
Folhetos	40.21	12.8	32.2 (5.4) ^a	10.54	4.25
Raque	38.26	28.17	22.53 (9.9) ^b	5.96	5.08

^{a,b} Percentagem de lignina depois da deslignificação (Baseado na massa seca da polpa).

Tabela 2. Propriedades das fibras das partes das folhas de tamareira.

	Comprimento de fibra (µm)	Largura de fibra (µm)	Diâmetro de lumem celular (µm)	Espessura de parede celular (µm)	Razão de aspecto ^a	Coefficiente de flexibilidade	Índice Runkel ^c
Folhetos	1413.71	15.18	7.06	4.06	93.13	46.50	115
Raque	1393.66	18.10	7.65	5.23	77	42.26	136.73

^a Comprimento de fibra/ largura de fibra

^b Diâmetro de lumem celular/ largura de fibra x100

^c 2x (Espessura de parede celular)/Diâmetro de lumem celular x 100

2.1. Tratamentos

Os materiais para cada tratamento, os compósitos FLFT/PELBD foram preparados numa extrusora de rosca duplo com o perfil de temperaturas de 150, 150, 145, 145, 150 e 145 ° C, nas zonas 1, 2, 3, 4, 5, 6 e 7 (zona de matriz), respectivamente. O PELBD normalmente tem-

cadeia lateral longa ramificando da cadeia molecular principal e, portanto, é um polímero mais amorfo. Tem uma temperatura de fusão relativamente baixa (tipicamente entre 106 e 130 ° C, dependendo da razão densidade/ramificação de PE, KLYOSOV, 2007). Os compósitos foram granulados e secos a 103 ± 2 ° C antes da confecção por prensagem a quente (Tab. 3).

Tabela 3. Processos de prensagem a quente e condições.

Condições	Pre-prensagem	Não prensado	Prensado	Prensagem a frio
Pressão de prensagem(bar)	30-35	-	30-35	30-35
Temperatura de prensagem (°C)	160	160	160	25
Duração de prensagem (min.)	1	4	5	5

2.2. Ensaio mecânicos

A resistência a tensão e a flexão foram avaliadas Segundo o procedimento D638-14 ASTM (2014) e D790-10 da ASTM (2010), respectivamente. A resistência ao impacto foi avaliada segundo o procedimento D256-10e1 da ASTM (2011).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Resistência a flexão (MOR)

Em geral, a resistência à flexão diminuiu à medida que aumentou o teor de FLFT (Figura 2). Isto implica que a diminuição na resistência à flexão resultante da adição do FLFT está inversamente relacionada com o aumento da fragilidade.

A resistência do compósito é ditada em parte pela qualidade da união da interface partícula - matriz, a qual permite a transferência de esforço a partir da matriz para o material de enchimento. Tal fato demonstra que não houve interação suficiente entre a matriz e as FLFT.

Não foi observada diferença significativa entre os compostos feitos com fibras de folheto e fibras do raque foliar e ambos tiveram resistência à flexão significativamente menor do que os compósitos feitos com fibras deslignificadas. Os resultados demonstram que quanto maior for a relação de aspecto e o conteúdo de celulose nas fibras deslignificadas maior a Resistência a flexão para os compostos que se seguiram. Maior conteúdo de celulose significa mais grupos OH e maior sítios de ligação com a matriz.

Este resultado é consistente com outros trabalhos. Zaini et al. (1995) verificaram que todos os tamanhos de material de enchimento apresentou uma tendência semelhante de diminuir as propriedades mecânicas com o aumento do teor em reforço.

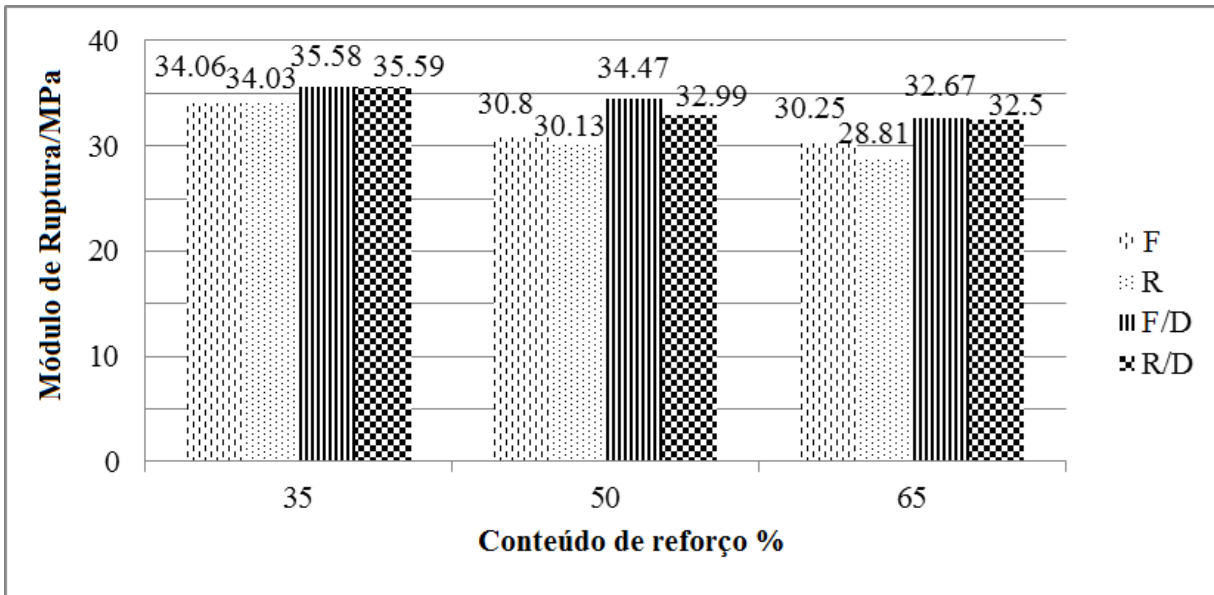


Figura 2. Modulo de ruptura para reforço de compósitos com diferentes níveis e tipos de FLFT.

3.2. Modulo de flexão (MOE)

Aumentando o teor de reforço o módulo de flexão também aumentou (Figura 3). Não houve diferenças evidentes entre os compósitos feitos com fibras dos folhetos e da raque, nem para tratamentos antes e após a deslignificação. O MOE do ingrediente tem o efeito principal no MOE do compósito final, por isso a um maior módulo para as fibras lignocelulósicas do que o polietileno, que pode indicar que com o aumento do teor de reforço, as propriedades a flexão também aumentam. Com exceção dos compósitos reforçados com 65% de fibras de folheto despulpado, os outros tratamentos com fibras despulpadas apresentaram valores inferiores para o MOE em relação aos compósitos reforçados com partículas antes da polpação.

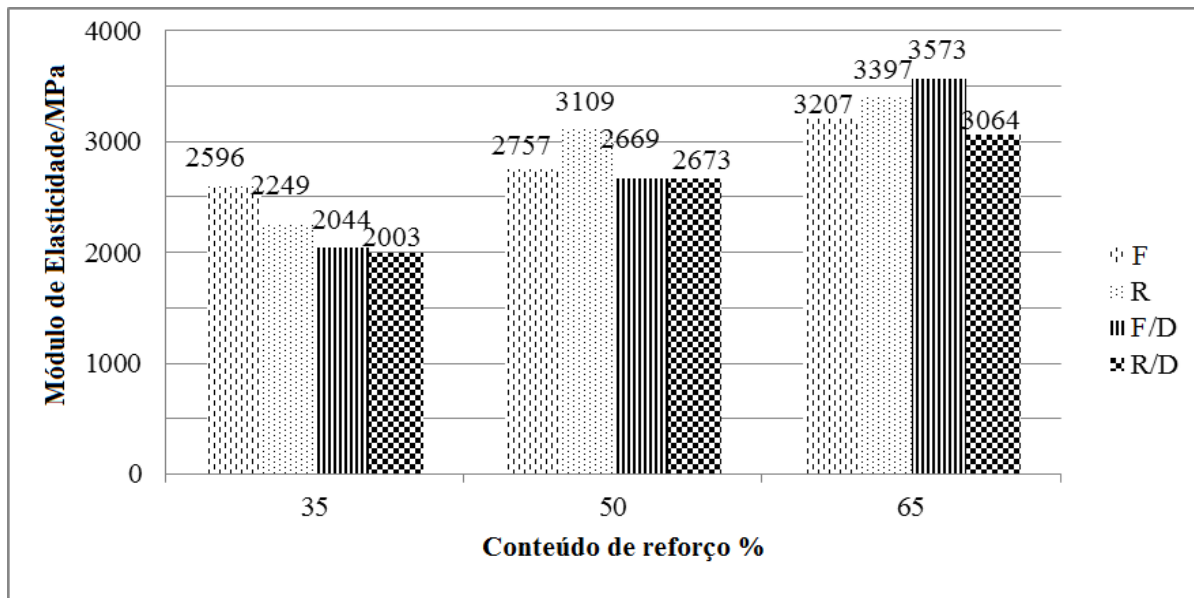


Figura 3. Módulo de elasticidade para compósitos lignocelulosicos-plástico para diferentes conteúdos de FLFT e diferentes tipos de fibras.

3.3. Resistencia a tensão

O factor mais importante que afecta as propriedades mecânicas dos materiais reforçados por fibras é a adesão interfacial fibra-matriz. A qualidade da ligação interfacial é determinada por vários factores, tais como a natureza dos componentes da fibra e do polímero, a proporção de fibra, o método de processamento e do tratamento da fibra (Kim et al., 1994). O resultado de resistência à tracção dos compósitos FLFT/PELBD é mostrado na Fig. 4.

A resistência à tração mais elevada foi observada para 35% de fibras de folheto deslignificada e a resistência a menor tração para aqueles com 65% de fibras de raque.

Há uma significância estatística na resistência à tensão entre o teor de reforço e também com FLFT, com e sem lignina.

A resistência à tração mais alta, entre amostra reforçadas, antes da polpação, foi obtida com fibras de folhetos.

A perda de resistência à tração com o aumento do teor de reforço pode ser devido à aglomeração das partículas que diminuem a capacidade de humedecimento das partículas pela matriz PELBD, e prejudica o enchimento de interface com a matriz. A resistência à tração é dependente da adesão interfacial entre as fases. Se a aderência não é perfeita, espera-se que os vazios aparecem na região interfacial e favoreçam a falha do compósito nesta região. A falta de adesão entre as partículas e a matriz faz com que esta região torne-se mais fraca (BLEDZKI et al, 1998b; BLEDZKI e gassan, 1999a; Felix e GATENHOLM, 1991). Além disso, a falta de lignina nas fibras deslignificadas melhorou a adesão interfacial entre as fases.

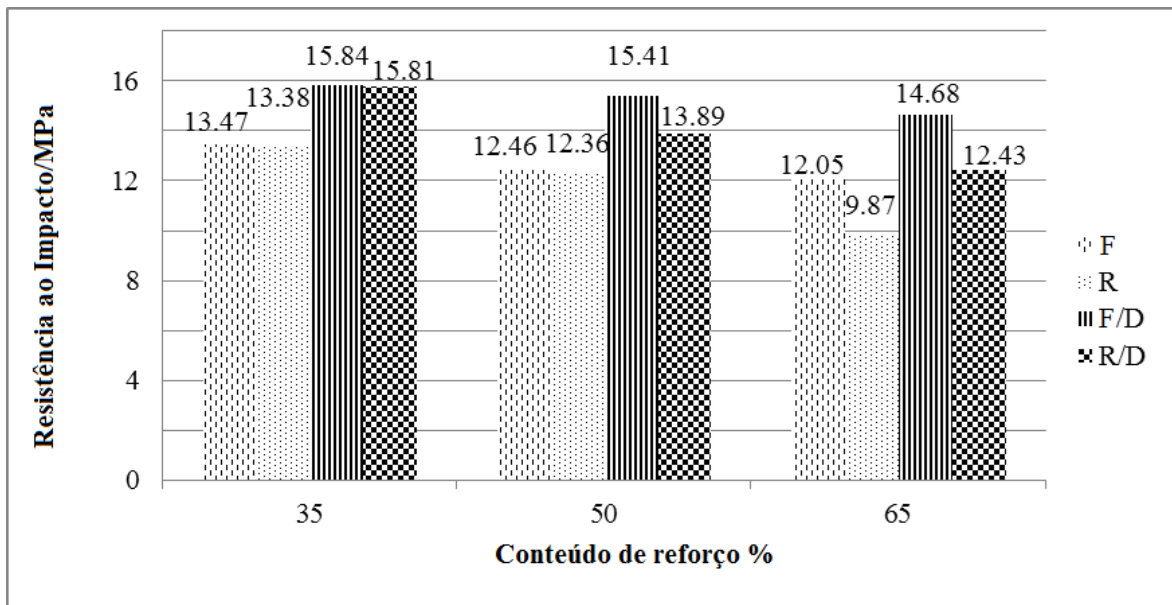


Figura 4. Resistência a tração de compósitos lignocelulosicos-polietileno para diferentes conteúdos de FLFT e diferentes tipos de reforço.

3.5. Resistência ao impacto

Quanto maior for o teor de reforço menores são os valores de resistência ao impacto. A proporção de fibra de folheto aspecto foi cerca de duas vezes do que raque fibra e o teor de celulose na fibra folheto é maior do que para a fibra ráquis.

A razão de aspecto da fibra de folheto foi cerca de duas vezes que a fibra de raque e o teor de celulose na fibra de folheto é maior do que para a fibra raque. Por outro lado, o teor de lignina da fibra do folheto é maior do que na fibra de raque e o teor de lignina da raque deslignificada é maior do que a fibra do folheto (Figura 5).

O principal factor que influenciou a resistência ao impacto foi a razão de aspecto dos materiais lignocelulósicos de enchimento. Observou-se que os compósitos com fibras despulpadas apresentaram resistência ao impacto maior do que as partículas antes da polpação (fibras deslignificadas). Para as fibras deslignificadas, observou-se que os compósitos de fibra de folheto apresentaram melhor desempenho do que o os compósitos de fibra de raque. O contrário foi observado para os compósitos com partículas antes da polpação, cujo os compósitos com fibras despulpadas de raque apresentaram melhor desempenho na resistência ao impacto do que os compósitos com fibras folheto despulpados.

Quando a reforço de impacto é dada nas amostras compostas, ocorre uma concentração de tensão, conseqüentemente, o modelo de fratura ocorre na área de interfaces entre o reforço e a matriz. Por conseguinte, a reforço de reforço já não pode receber forças de impacto maiores do que os componentes de reforço com razão de aspecto mais curto. Por outro lado, o teor de lignina da farinha de folheto é maior do que a farinha raque e o teor de lignina da raque deslignificada é maior que a farinha de folheto.

Conseqüentemente, a pequena quantidade de lignina causou uma melhor resistência. Já esperava-se que o maior teor elevado de celulose apresentaria maior resistência ao impacto no compósito, devido à adesão interfacial melhorada entre as duas fases diferentes.

O MAPE parece ter melhorado a interface partículas-matriz e ajudou na absorção da energia de impacto, e em seguida, como resultado, obteve-se maior resistência ao impacto.

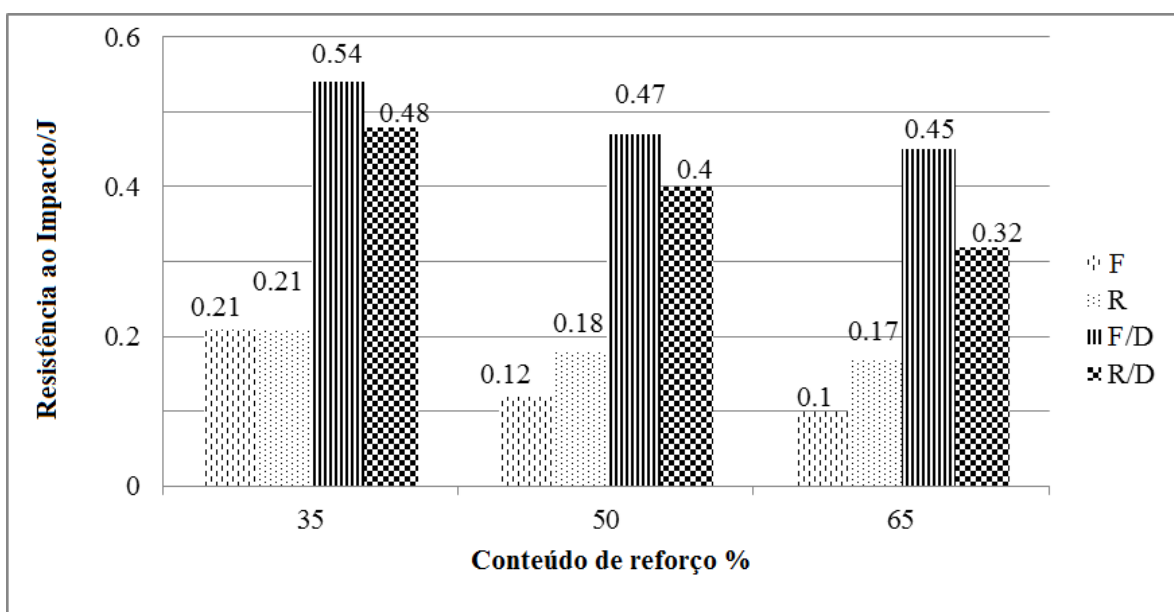


Figura 5. Resistência ao impacto nos compósitos com diferentes conteúdos e tipos de FLFT.

4. CONCLUSÕES

Este artigo relata os resultados de uma investigação experimental sobre o efeito da fibra de polpa sobre as propriedades mecânicas dos compósitos lignocelulósicos de fibras das folhas de tamareira e polietileno. Observou-se que o aumento do teor de reforço faz com que haja diminuição da resistência à flexão (MOR), diminuição da resistência à tração, diminuição da resistência ao impacto, diminuição do alongamento na ruptura e aumento do módulo de flexão (MOE). De um modo geral, os compósitos da fibra de folhetos apresentou melhores propriedades que os compósitos da fibra raque. Também ficou claro que as fibras de designificadas aumentaram a resistência à tração, o alongamento na ruptura, o módulo de elasticidade e a resistência ao impacto dos compósitos.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Iran Date Palm and Tropical Fruits research e ao department de Ciencia e Industria em madeira e papel do campus de Agricultura e Recursos Naturais da Universidade do Tehran e a FAPEMIG, pelo apoio financeiro a este trabalho.

6. REFERÊNCIAS

- BLEDZKI, A.K.; GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose based fibers. **Progress in Polymer Science**; v. 24, p. 221-74, 1999a.
- BLEDZKI, A.K.; REIHMANE, S.; GASSAN, J. Thermoplastics reinforced with wood fillers: a literature review. **polymer-plastics technology & engineering**, v. 37, p. 451-468, 1998b.
- CLEMONS, C. Wood-plastic composites in the United States: the interfacing of two industries. **Forest Products Journal**, v. 52, p. 39-45, 2002.
- FELIX, J.M.; GATENHOLM, P. The nature of adhesion in composites of modified cellulose fibers and polypropylene. **Journal Applied Polymer Science**, v. 42, p. 609-620, 1991.
- GILBERT, R.D. **Cellulosic polymers, blends and composites**. New York, Hanser Publishers; 1994.
- HATTOTUWA, G.; PREMALAL, B.; HANAFI, I; BAHRAIN, A. Comparison of the mechanical properties of rice husk powder filled polypropylene composites with talc filled polyethylene composites. **Polymer Testing**, v. 21, p. 833-839, 2000.
- KIM, J.K.; LU, S.; MAI, Y.W. Interfacial debonding and fiber pull-out stresses. Part IV: influence of interface layer on stress transfer. **Journal of Materials Science**, v. 29, p. 554-61, 1994.
- KLYOSOV, A.A. **Wood-Plastic Composites**. 1st edit, Published by John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, , P. 698, and Chapter 3, p. 95-96, 2007.
- OSSWALD, T.A. **Fundamental principles of polymer composites: Processing and design**. In: **Proceedings of 5th international conference on wood fiber-plastic composites**, Madison, WI; May 26-27, 1999.
- SANADI, A.R; WALZ, K.; WEILOCH, L.; JACOBSON, R.E; CAULIFIELD, D.F.; ROWELL, R.M. Effect of matrix modification on lignocellulosic composite. In: **Proceedings of 3rd international conference on wood fiber-plastic composites**, Madison, WI; May 1-3, 1995.
- ZAINI, M.J.; FAUD, M.Y.A.; ISMAIL, Z.; MANSOR, M.S.; MUSTAFAH, J. The effect of filler content and size on the mechanical properties of polypropylene/oil palm wood flour composites. **Polymer International**, v. 40, p. 51-5, 1995.

7. NOTA DE RESPONSABILIDADE

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo deste trabalho.