DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE PEAD REFORÇADOS COM FIBRA DE PALMEIRA REAL TRATADA VIA POLPAÇÃO ORGANOSOLV.

POR:
GUSTAVO DE ASSIS BAIÃO MIRANDA

ORIENTADOR:
PROFESSOR DR. BRUNO CHABOLI GAMBARATO

UniFOA
Centro Universitário de Volta Redonda

Introdução:

- O desenvolvimento de materiais poliméricos reforçados com fibras naturais tem se mostrado como uma boa alternativa para a indústria nos últimos anos.

UniFOA
Centro Universitário de Volta Redonda

Introdução:

- Podemos utilizar vários polímeros no desenvolvimento de materiais compósitos.
- O aspecto mais interessante em relação às fibras naturais é seu impacto ambiental positivo
- Potencial Brasileiro

UniFOA
Centro Universitário de Volta Redonda

Introdução:

- Compactibilidade entre fibras naturais e materiais poliméricos

UniFOA
Centro Universitário de Volta Redonda

Introdução

- Aproveitamento de Resíduos
- Desenvolvimento de Compósitos
- Materiais sustentáveis

UniFOA
Centro Universitário de Volta Redonda

Objetivo:

- Caracterizar um compósito de matriz polimérica de polietileno de alta densidade reforçado com fibra proveniente da palmeira real australiana modificada por tratamento organosolv.

Objetivos Específicos:

- Aplicamos um tratamento organosolv à fibra da palmeira real utilizando uma mistura etanol e água como solvente e HCl como catalisador.
- Avaliamos as modificações estruturais promovidas pelo tratamento utilizando Difratometria de Raios X e Análise Termogravimétrica.

Objetivos Específicos:

- Preparamos diferentes formulações de compósitos utilizando a matriz de PEAD reforçada com fibra *in natura* e tratada;
- Realizamos ensaios mecânicos de tração e flexão, visando obter informações acerca das propriedades mecânicas do material e da interação entre a biomassa e a matriz;
- Avaliamos se a adição de polietileno graftizado com anidrido maleico promove melhora nas propriedades mecânicas do material.

UniFOA
Centro Universitário de Volta Redonda

Revisão Bibliográfica:

- Compósitos:
- São materiais que exibem características multifásica.
- Seus constituintes incluem uma fase contínua denominada matriz e uma fase dispersa denominada reforço (MARINUCCI, 2011)

Revisão Bibliográfica:

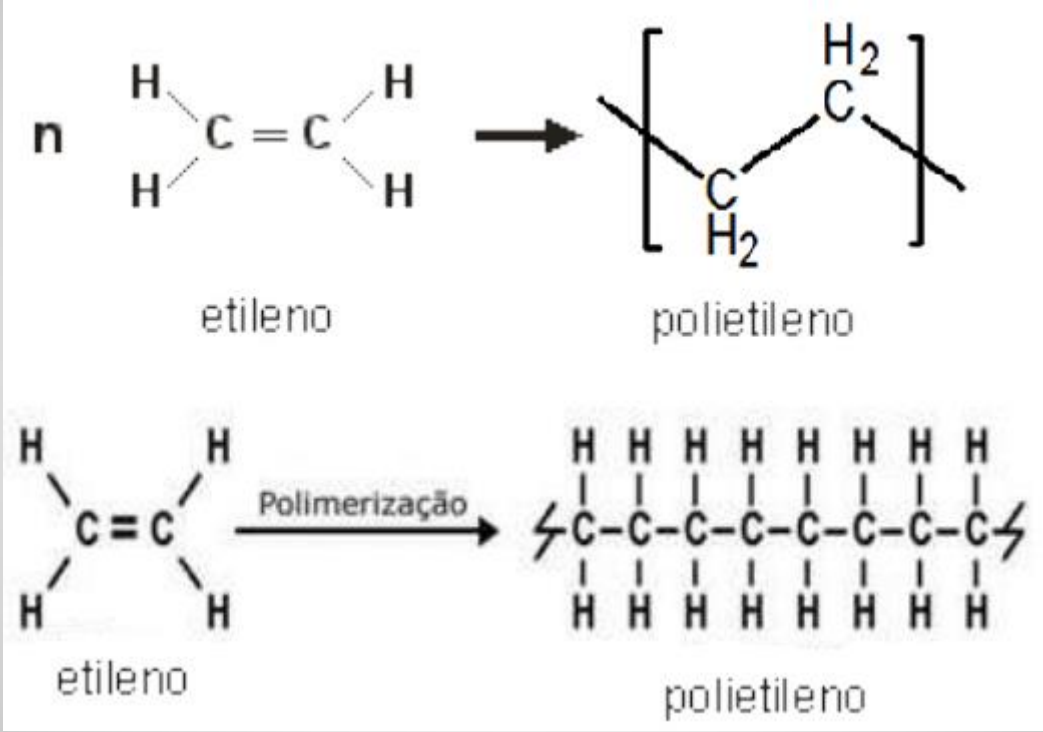
- Compósitos:
- As matrizes poliméricas podem ser obtidas a partir de polímeros termoplásticos e termorrígidos.
- Os materiais de reforço devem apresentar resistência, rigidez e maleabilidade.

Revisão Bibliográfica:

- Polietileno:

- Os polietilenos são materiais termoplásticos semicristalinos e flexíveis

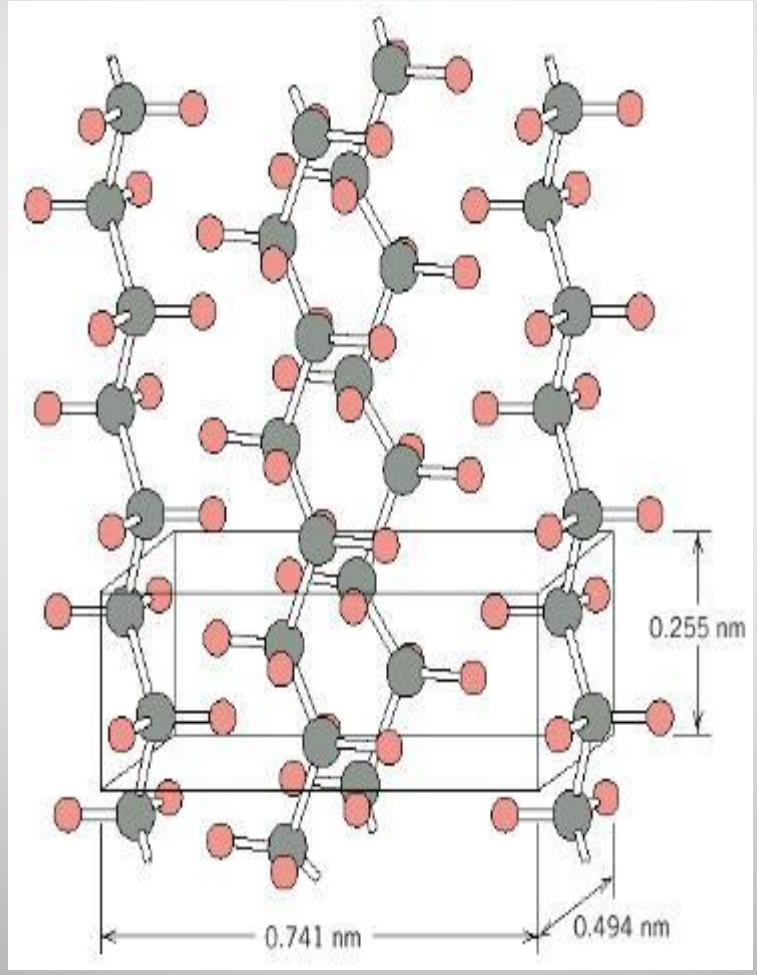
Revisão Bibliográfica:



Estrutura do polietileno

Revisão Bibliográfica:

Célula unitária de um cristal de polietileno



Revisão Bibliográfica:

- PEAD:
- Métodos de processamento.
- Motivos para escolha do PEAD como matriz polimérica.

Revisão Bibliográfica:

- Biomassas vegetais:
- São compostas principalmente de celulose, hemicelulose, lignina, cinzas inorgânicas e extrativos , sendo os 3 primeiros os principais constituintes macromoleculares (HENRIKSSON e LENNHOLM, 2009).

Revisão Bibliográfica:

- Fibra de Palmeira real:
- Até meados dos anos 90, era utilizada como planta ornamental.
- Atualmente, devido a importância econômica do seu palmito tem produção em escala industrial.
- 80- 90% do peso da planta são constituidos de residuos.

Revisão Bibliográfica:

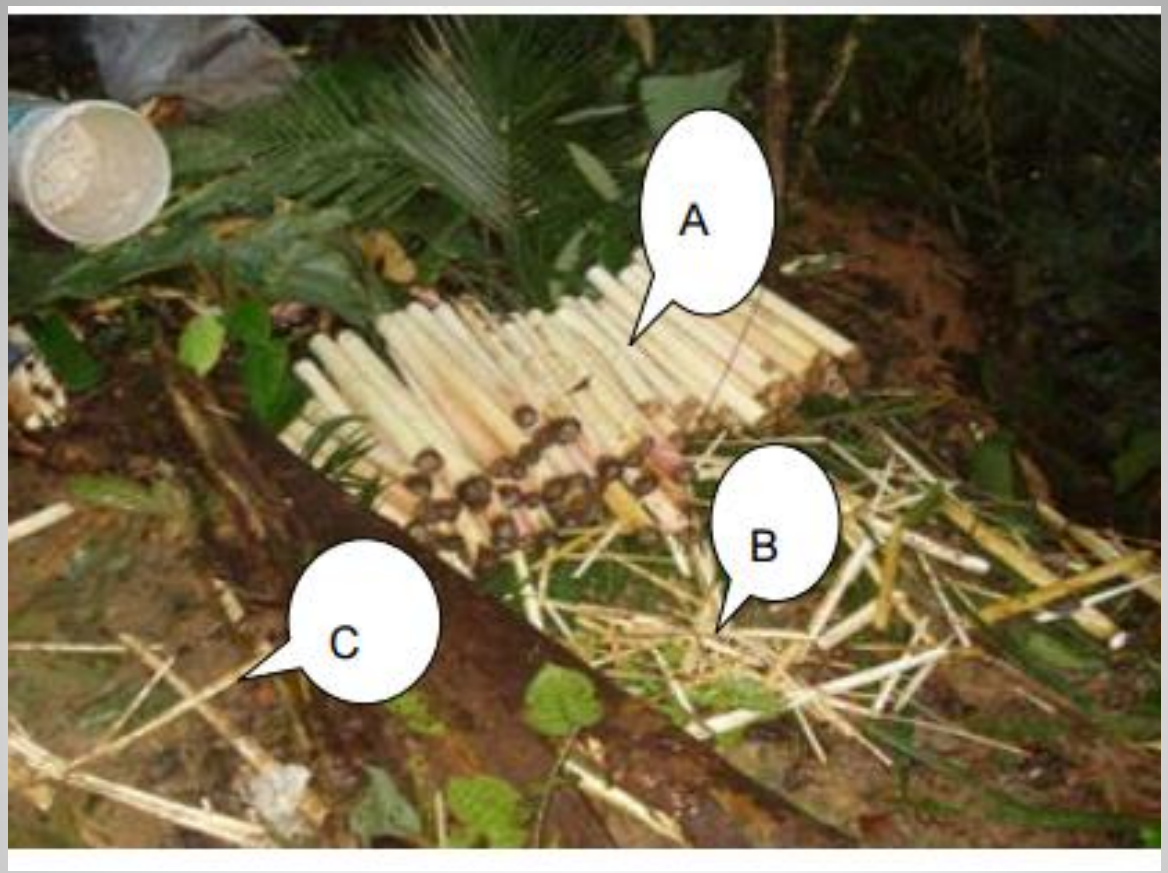


Figura 5 - Resíduos do processamento da Palmeira Real Australiana. (A) - estipes; (B) - bainhas externas e internas; (C) - segmento foliar

Revisão Bibliográfica:

- **Agente compatibilizante:**
- Alguns autores utilizaram o PE-g-MAH como compatibilizante para melhorar a interação entre a fibra e o polímero.

Revisão Bibliográfica

- Tratamento Organosolv:
- O objetivo desse processo é promover mudanças na superfície da fibra, removendo materiais amorfos, elevando sua cristalinidade.
- A escolha desse processo se deu em função da vantagem ambiental de se poder recuperar o solvente após o uso e bons resultados obtidos em trabalhos anteriores.

UniFOA
Centro Universitário de Volta Redonda

Materiais e Métodos
Materiais:

- Obtenção das fibras:

- As fibras de palmeira foram obtidas diretamente com a empresa Biosolvit na cidade de Barra Mansa RJ.

Materiais e Métodos:

- PEAD:
- A resina HC7260LS-L fabricada pela empresa BRASKEM, é um polietileno de alta densidade desenvolvido para o segmento de injeção.
- Sua distribuição estreita de massa molar resulta em baixa tendência à deformação.

UniFOA
Centro Universitário de Volta Redonda

Materiais e Métodos

Métodos:

- Polpação Organosolv:
- O objetivo deste tratamento foi degradar parte da lignina por solvólise e remover parte da hemicelulose do material.

Materiais e Métodos

Métodos:

- Polpação Organosolv:
- A reação ocorreu em um balão reacional de 1L contendo:
- 50g de fibra (base seca),
- 500mL de etanol 92%,
- 11mL de ácido clorídrico a 10 $mol.L^{-1}$,
- Água deionizada para completar o volume de 550mL.

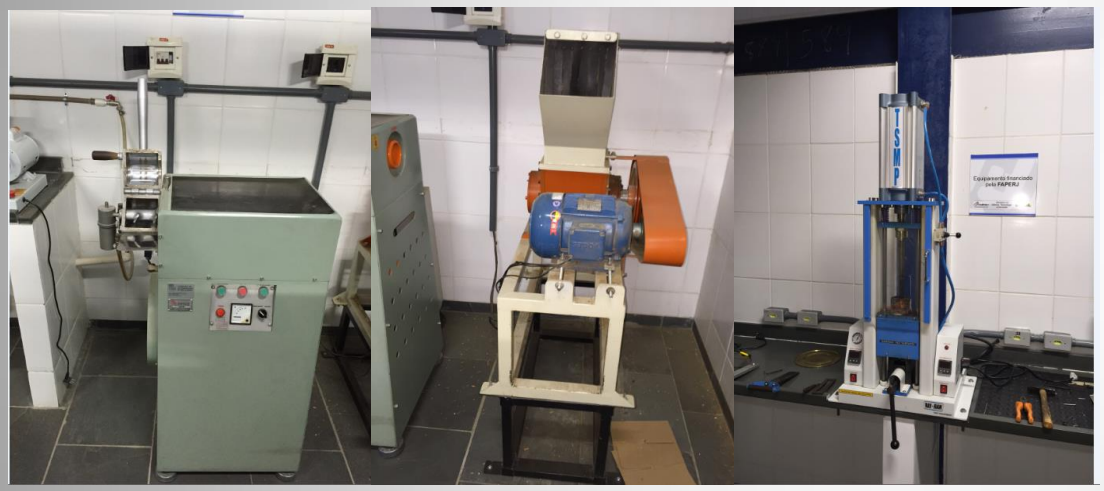
Processamento dos compósitos:

Tabela 2 – Composição dos compósitos

AMOSTRA	PEAD	FIBRA In Natura	FIBRA Tratada	Agente Compatibilizante
PEAD	100%	-	-	-
CP5N	95%	5%	-	-
CP5T	95%	-	5%	-
CP5TC	93%	-	5%	2%
CP10N	90%	10%	-	-
CP10T	90%	-	10%	-
CP10TC	88%	-	10%	2%

Processamento dos Compósitos:

Misturador Termocinético, Moinho de facas, Injetora



Fonte: o Autor

Compósito homogeneizado e triturado

Fonte: o Autor

Difratometria de Raios X:

- A difratometria de raios X foi feita com o objetivo de se obter informações acerca da cristalinidade da Fibra.

difratômetro de raios X Shimadzu, modelo XRD 6100

Difratometria de Raios X:

- A análise se processou com fonte de radiação CuKα, e voltagem de 40 kV, corrente de 40 mA, varredura 0,05 (2θ/5s) para valores de 2θ entre 10 e 50º.

Análise Térmica:

- As fibras in natura e tratada foram submetidas à análise termogravimétrica (TGA)

Analisador térmico

Perkin Elmer STA 6000

Análise Térmica:

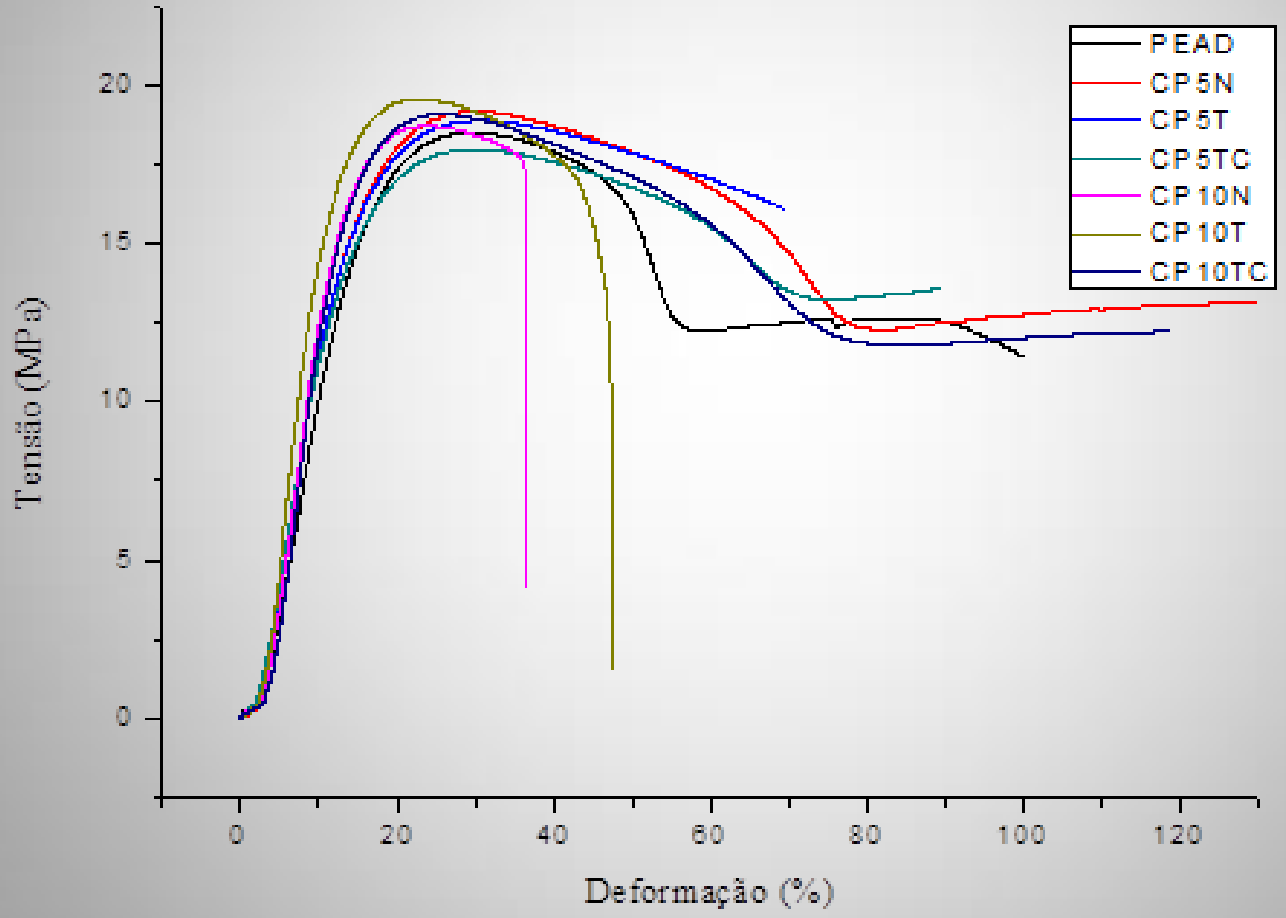
- Utilizando uma taxa de aquecimento de 10°C.min^{-1}, numa faixa de temperatura de 30 a 800°C, sob atmosfera de 20 mL.min^{-1} de gás nitrogênio.

Ensaios mecânicos:

- Os compósitos e o PEAD puro foram submetidos a ensaios de tração realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do UNIFOA.

EMIC DL 10000

Ensaios mecânicos: tração:



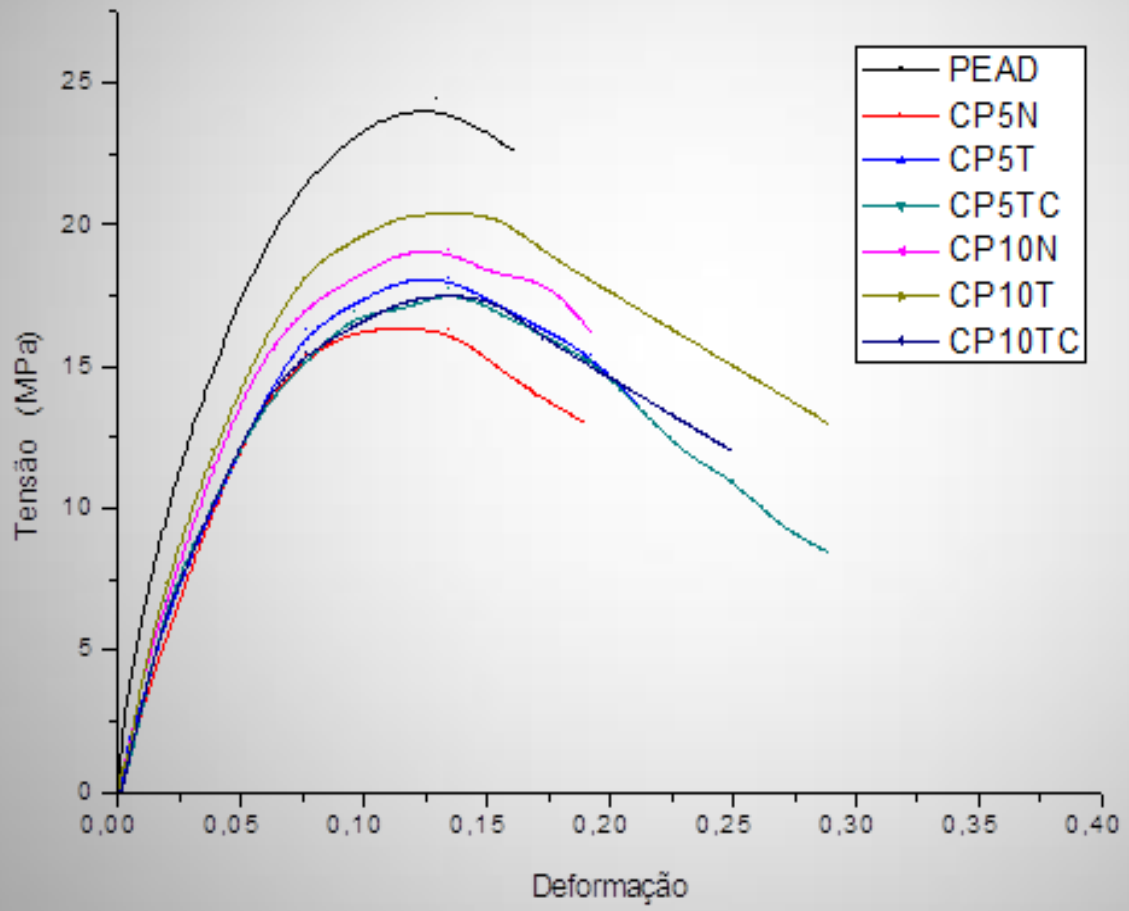
Ensaios mecânicos:

- Ensaios de flexão

EMIC DL 10000

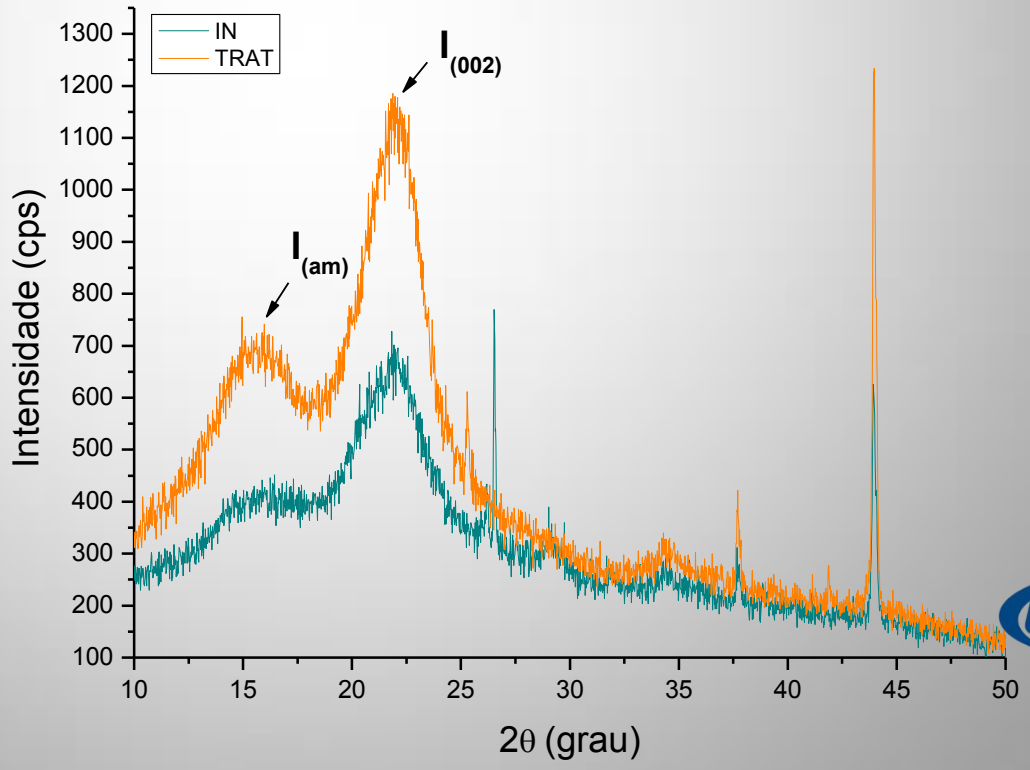
Ensaios mecânicos:

Flexão:



Resultados e Discussão:

- Caracterização da Fibra:
- Os difratogramas de Raios X da fibra in natura e da fibra tratada são mostrados no gráfico abaixo:



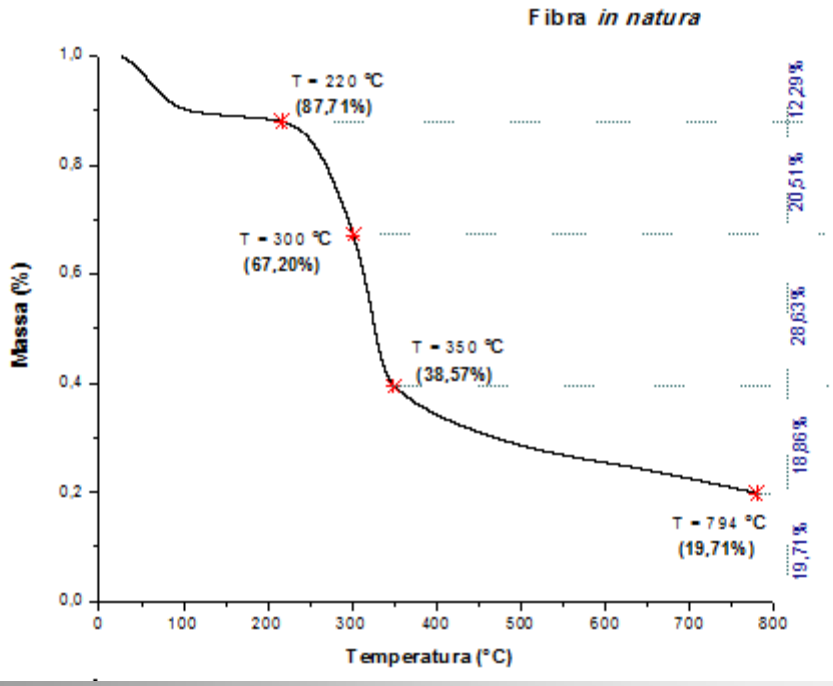
Resultados e Discussão:

Tabela 3 – Índice de cristalinidade das biomassas

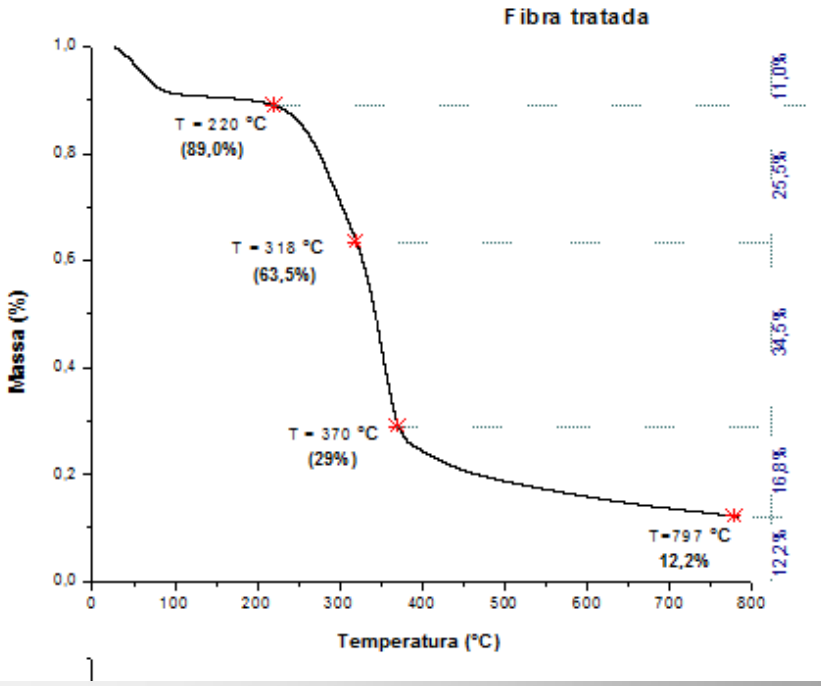
Amostra	I_{am}	I_{002}	Cristalinidade (%)
Fibra in natura	422	604	30,1 %
Fibra tratada	686	1158	40,8 %

Análise Termica:

Termodegradação da fibra de palmeira in natura e sua derivada



Termodegradação da fibra da palmeira tratada e sua derivada



Análise Térmica:

Tabela 4 – Parâmetros da análise térmica

Amostra	Umidade	Celulose + Hemiceluloses	Celulose + Lignina	Lignina	Carvão Residual
Fibra IN	12,29% (até 100°C)	20,51% (220 a 300°C)	28,63% (300 a 350°C)	18,86% (350 a 800°C)	19,71%
Fibra TRAT	11,00% (até 100°C)	25,50% (220 a 318°C)	34,50% (318 a 370°C)	16,80% (370 a 800°C)	12,20%

Fonte: o Autor

Ensaios Mecânicos:

- *Ensaio de Tração:*

Tabela 5 – Parâmetros obtidos a partir do ensaio de tração

Amostra	Alongamento na tensão máxima (%)	Tensão máxima (MPa)	Módulo de Young (MPa)
PEAD	29,31 ± 1,11	18,49 ± 0,29	153,3 ± 9,2
CP5N	29,83 ± 1,04	19,20 ± 0,31	163,9 ± 5,6
CP5T	31,54 ± 1,50	18,79 ± 0,34	171,6 ± 8,6
CP5TC	29,91 ± 1,45	17,96 ± 0,26	155,6 ± 13,4
CP10N	23,78 ± 1,78	18,70 ± 0,72	196,4 ± 4,9
CP10T	22,97 ± 0,71	19,45 ± 0,41	221,9 ± 5,9
CP10TC	25,64 ± 1,24	19,01 ± 0,21	197,4 ± 17,5

n = 5 amostras **Fonte**: o Autor

UniFOA Centro Universitário de Volta Redonda

Ensaios Mecânicos:

- O trabalho de Cury (2017) apresentou resultados semelhantes utilizando bagaço de cana tratado via polpação organosolv, obteve um aumento de Módulo de Young dos compósitos com PEAD contendo 10% de fibra.
- Paula (2015), utilizando o PP como matriz e fibras de bagaço de cana tratadas por mercerizarão, constatou que a adição das fibras tratadas proporcionou aumento nos módulos elásticos em tração de aproximadamente 25%. E o Epolene C16 parece não contribuir para melhora do produto.

UniFOA
Centro Universitário de Volta Redonda

Ensaios Mecânicos:
Ensaio de flexão:

Tabela 6 – Parâmetros obtidos a partir do ensaio de flexão

Amostra	Resistência à Flexão (MPa)	Módulo de Elasticidade em Flexão (MPa)
PEAD	24,33 ± 1,44	847,6 ± 33,1
CP5N	17,19 ± 0,97	519,3 ± 38,6
CP5T	18,97 ± 2,71	534,7 ± 37,8
CP5TC	17,75 ± 2,12	503,5 ± 53,5
CP10N	20,04 ± 1,93	586,2 ± 35,2
CP10T	20,37 ± 1,79	693,1 ± 29,3
CP10TC	17,32 ± 3,58	540,0 ± 57,2

n = 5 amostras

Fonte: o Autor

UniFOA Centro Universitário de Volta Redonda

Ensaios Mecânicos:

- O mesmo comportamento com relação à utilização do compatibilizante foi observado nos trabalhos de SILVA (2017) e JESUS (2017). Os autores, estudando compósitos de $CaCO_3$ com PP e PEAD, respectivamente, obtiveram uma redução nas propriedades em flexão.

Ensaios Mecânicos:

- OLIVEIRA e MULINARI (2014), obtiveram resultados diferentes utilizando o PP como matriz e a fibra da palmeira real merceirizada com NaOH. A adição de fibra neste estudo promoveu um aumento no módulo de elasticidade em flexão . Entretanto, não verificaram melhora significativa nas propriedades em flexão dos compósitos contendo o agente compatibilizante.

UniFOA
Centro Universitário de Volta Redonda

Conclusões:

- A partir dos resultados obtidos neste trabalho, foi possível concluir que:

- Os resultados da Difratometria de Raios X e da Análise Termogravimétrica mostraram que o tratamento organosolv aplicado à fibra foi capaz de remover os compostos amorfos da biomassa, que apresentou valores de cristalinidade de 30,1% antes e 40,8% após o tratamento;

UniFOA
Centro Universitário de Volta Redonda

Conclusões:

- Os resultados obtidos nos ensaios de tração evidenciaram um aumento nas propriedades mecânicas em tração dos compósitos contendo a fibra em todas as situações testadas com relação ao polímero puro. Os compósitos contendo 10% de fibra mostraram-se com o módulo de Young cerca de 28% maior que PEAD puro.

Conclusões:

- Os compósitos contendo fibra tratada apresentaram os melhores resultados em tração. O tratamento permitiu que o material contendo 10% de fibra tratada apresentasse um aumento de cerca de 45% no Módulo de Young;

Conclusões:

- Os ensaios de flexão mostraram que a adição da fibra da palmeira torna o material mais flexível, comportamento caracterizado por uma redução média de cerca de 30% no módulo de flexão.

Conclusões:

- Quanto ao uso do agente compatibilizante, não foi verificada uma melhora na interação entre as fases com o uso do aditivo. O mesmo comportamento foi evidenciado por outros autores;

Trabalhos Futuros

- Avaliação das propriedades reológicas de compósitos poliméricos utilizando a fibra da palmeira;
- Obtenção de etanol de segunda geração a partir da fibra da palmeira;
- Obtenção de gás de síntese a partir da fibra da palmeira;
- Aplicação da fibra da palmeira no desenvolvimento de compósitos com resinas termorrígidas.

UniFOA
Centro Universitário de Volta Redonda

Obrigado!

UniFOA
Centro Universitário de Volta Redonda