

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

MARIELY CAROLINA MORITA

**COMPÓSITOS DE POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE
REFORÇADOS COM FIBRA DE SISAL**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

LONDRINA
2020

MARIELY CAROLINA MORITA

**COMPÓSITOS DE POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE
REFORÇADOS COM FIBRA DE SISAL**

Exame de qualificação do trabalho de conclusão de curso apresentado ao Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais na Universidade Tecnológica Federal do Paraná como requisito parcial para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Fabio Cezar Ferreira

LONDRINA
2020

TERMO DE APROVAÇÃO

MARIELY CAROLINA MORITA

COMPÓSITOS DE POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE REFORÇADOS COM FIBRA DE SISAL

Trabalho de conclusão de curso apresentado no dia 30 de novembro de 2020 como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Londrina. O candidato foi arguido pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

Prof. Dr. Francisco Rosario
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)
Membro da banca

Prof.^a Dr.^a Elisangela Corradini
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)
Membro da banca

Prof. Dr. Fabio Cezar Ferreira
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Química)
Professor Orientador

Prof.^a Dr.^a Silvia Midori Higa
(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)
Coordenadora do Curso de Engenharia de Materiais

RESUMO

MORITA, M.C. **COMPÓSITOS DE POLIETILENO DE ALTA DENSIDADE REFORÇADOS COM FIBRA DE SISAL**. 2020. 38f. Exame de qualificação do trabalho de conclusão de curso – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Londrina, 2020.

Os materiais poliméricos são utilizados atualmente em cerca de 95% da indústria brasileira, e a busca por melhores desempenhos desses materiais tem sido objeto de estudo há algum tempo. A incorporação de reforços nos polímeros é uma das principais formas de se alcançar melhores propriedades em suas aplicações. Este trabalho teve como objetivo incorporar fibras de sisal em uma matriz de PEAD e avaliar as propriedades mecânicas do compósito obtido. Foram obtidos compósitos com 5% e 10% de fibras de sisal em massa via extrusão e injeção, avaliadas as propriedades mecânicas através de ensaio de tração e impacto, que evidenciaram aumento no módulo de elasticidade e ainda foi realizada caracterização dos materiais via análise termogravimétrica (TGA).

Palavras-chave: fibras de sisal, PEAD, compósitos, propriedades mecânicas, análise termogravimétrica.

ABSTRACT

MORITA, M.C. **HIGH DENSITY POLYETHYLENE COMPOSITES REINFORCED WITH SISAL FIBER**. 2020. 38p. Qualification examination of the course completion work – Academic Department of Materials Engineering, Federal Technological University of Paraná. Londrina, 2020.

Polymeric materials are currently used in about 95% of the Brazilian industry, and the search for better performance of these materials has been the subject of study for some time. The incorporation of reinforcements in polymers is one of the main ways to achieve better properties in their applications. This study aimed to incorporate sisal fibers in a HDPE matrix and evaluate the mechanical properties of the composite obtained. Composites were obtained with 5% and 10% sisal fibers in weight via extrusion and injection, the mechanical properties were evaluated through tensile and impact tests, which showed an increase in the elasticity module and the characterization of the materials was carried out through thermogravimetric analysis (TGA).

Keywords: sisal fibers, HDPE, composites, mechanical properties, thermogravimetric analysis.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Estrutura de repetição da celulose (celobiose).....	11
Figura 2 – Unidades repetitivas da hemicelulose (poliose).....	12
Figura 3 – Unidades presentes na lignina, p-hidroxifenila (1), guaiacila (2) e siringila (3).....	12
Figura 4 – Estrutura de uma fibra vegetal	13
Figura 5 – Estrutura da parede celular das fibras naturais	13
Figura 6 – Plantas de sisal	14
Figura 7 – Fibras de sisal em secagem.....	15
Figura 8 – Origem do polietileno	16
Figura 9 – Polimerização em cadeia	17
Figura 10 – Classificação dos compósitos	19
Figura 11 – Orientações de fibras nos compósitos, contínuas e alinhadas (a), descontínuas e alinhadas (b) e descontínuas aleatórias (c).....	20
Figura 12 – Curvas típicas do ensaio de tração para polímeros frágeis (A), plásticos (B) e elastômeros (C).....	22
Figura 13 – Curva típica de impacto.....	23
Figura 14 – Representação de um equipamento de TGA	24
Figura 15 – Curvas TGA típicas de polímeros	24
Figura 16 – Fluxograma do procedimento experimental.....	25
Figura 17 – Curvas TG da fibra e do polímero	27
Figura 18 – Curvas DTG da fibra e do polímero	28
Figura 19 – Curvas resultantes do ensaio de tração	29
Figura 20 – Distribuição da resistência máxima à tração	30
Figura 21 – Distribuição do módulo de elasticidade	31
Figura 22 – Distribuição das energias de resistência ao impacto obtidas no ensaio	33

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades da fibra de sisal	15
Tabela 2 – Categorias de PE	17
Tabela 3 – Propriedades do PEAD	18
Tabela 4 – Propriedades mecânicas resultantes do ensaio de tração	30
Tabela 5 – Resultados do ensaio de impacto.....	32

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	9
2 OBJETIVOS.....	10
2.1 OBJETIVO GERAL	10
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	10
3 REFERENCIAL TEÓRICO.....	11
3.1 FIBRAS NATURAIS	11
3.2 FIBRAS DE SISAL	14
3.3 POLIETILENO	16
3.4 COMPÓSITOS.....	18
3.4.1 Compósitos reforçados com fibras	19
3.4.2 Matrizes poliméricas.....	20
3.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	21
3.5.1 Ensaio de tração	21
3.5.2 Ensaio de impacto.....	22
3.6 CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA	23
3.6.1 Análise Termogravimétrica (TGA)	23
4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	25
4.1 Materiais	25
4.2 Análise Termogravimétrica (TGA).....	25
4.3 Extrusão dupla rosca	26
4.4 Moldagem por injeção	26
4.5 Ensaio de tração	26
4.6 Ensaio de impacto.....	26
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	27
REFERÊNCIAS	35

1 INTRODUÇÃO

A produção e o consumo de materiais provenientes de fontes poliméricas têm estado em alta nos últimos anos, e com o avanço da tecnologia e dos processos industriais, os setores consumidores de plástico também têm aumentado e se desenvolvido. De acordo com a Associação Brasileira da Indústria do Plástico (ABIPLAST, 2019), os setores de transformação e reciclagem de plástico fornecem produtos para mais de 95% da matriz industrial brasileira. Ainda segundo a Associação, os polímeros mais consumidos são o polipropileno (PP), o policloreto de vinila (PVC), as grades de polietileno (PEAD, PEBDL, PEBD) e plásticos reciclados. Já em relação aos setores em que esses materiais são mais utilizados, em 2017, em primeiro lugar encontrava-se a construção civil, seguida pela indústria de alimentos, automóveis e autopeças e artigos de comércio.

Os polímeros apresentam uma série de vantagens em suas aplicações, como descrito em Spinacé et al (2010), que incluem baixo peso, facilidade de processamento, custo consideravelmente baixo e sua grande versatilidade, como por exemplo, a possibilidade de incorporação de outros materiais, principalmente na forma de fibras, para aumentar a resistência mecânica dos componentes poliméricos.

As fibras vegetais vêm sendo cada vez mais estudadas e seu uso como reforço de polímeros vem sendo impulsionado, não somente por proporcionar melhores propriedades mecânicas, mas principalmente como substituição às fibras sintéticas em materiais compósitos, por se tratarem de fontes renováveis, biodegradáveis e possuírem baixo custo de produção, tornando-se cada vez mais ampla a gama de opções estudadas e utilizadas (SPINACÉ et al, 2010). A fibra de sisal ainda possui alto valor socioeconômico na região Nordeste, onde a produção se concentra.

Os materiais compósitos têm papel fundamental na produção industrial devido à sua característica de combinar as melhores propriedades de seus constituintes, possibilitando que essa classe de materiais seja utilizada em aplicações de alto desempenho. A utilização de matrizes poliméricas confere boas propriedades aos compósitos, como maleabilidade e baixo peso específico, enquanto as fibras são responsáveis pela resistência mecânica (BISPO, 2011). Partindo dessas informações, o presente trabalho busca realizar um estudo sobre a incorporação de fibras de sisal em uma matriz de polietileno avaliando algumas propriedades mecânicas dos compósitos obtidos.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Produzir um material compósito com matriz de polietileno de alta densidade e reforço de fibras de sisal em duas diferentes proporções matriz/fibra e obter informações das suas propriedades mecânicas.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Obter compósitos com 5 e 10% de fibra em massa;
- Avaliar as propriedades mecânicas dos compósitos através de ensaio de tração e impacto do tipo Izod;
- Caracterizar a fibra e o polímero via TGA;
- Relacionar os teores de fibra com as propriedades atingidas e compará-las com o polímero puro.

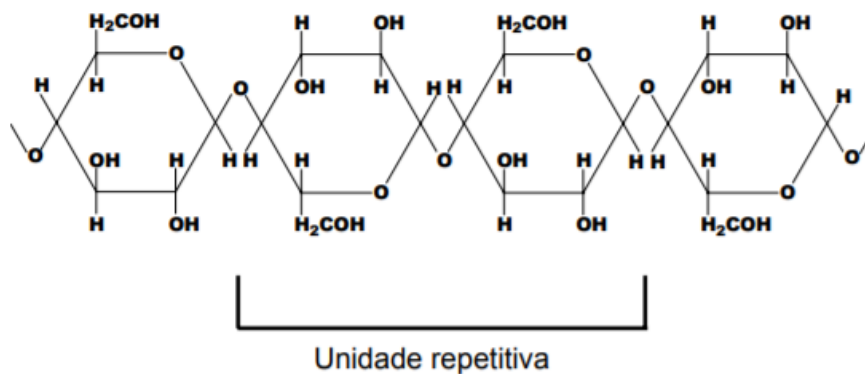
3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 FIBRAS NATURAIS

As fibras naturais, também chamadas de fibras vegetais, têm origens diferentes, separando assim sua classificação. Podem ser agrupadas em fibras de semente (algodão), fibras de caule (juta, linho, cânhamo), fibras de folhas (bananeira, sisal, piaçava, curauá), fibras de fruto (coco) e fibras de raiz (zacatão). As chamadas fibras duras, oriundas do caule e das folhas, são as mais utilizadas como reforço em compósitos de matriz polimérica (RODRIGUES, 2008).

A composição química das fibras vegetais é basicamente de celulose, hemicelulose (polioses) e lignina. A celulose é o principal constituinte das fibras e o componente mais significativo em relação à resistência mecânica (SILVA, 2003). É um polissacarídeo formado por unidades de celobiose interligadas e de fórmula geral $(C_6H_{10}O_5)_n$. Na Figura 1 está representada a estrutura da celobiose.

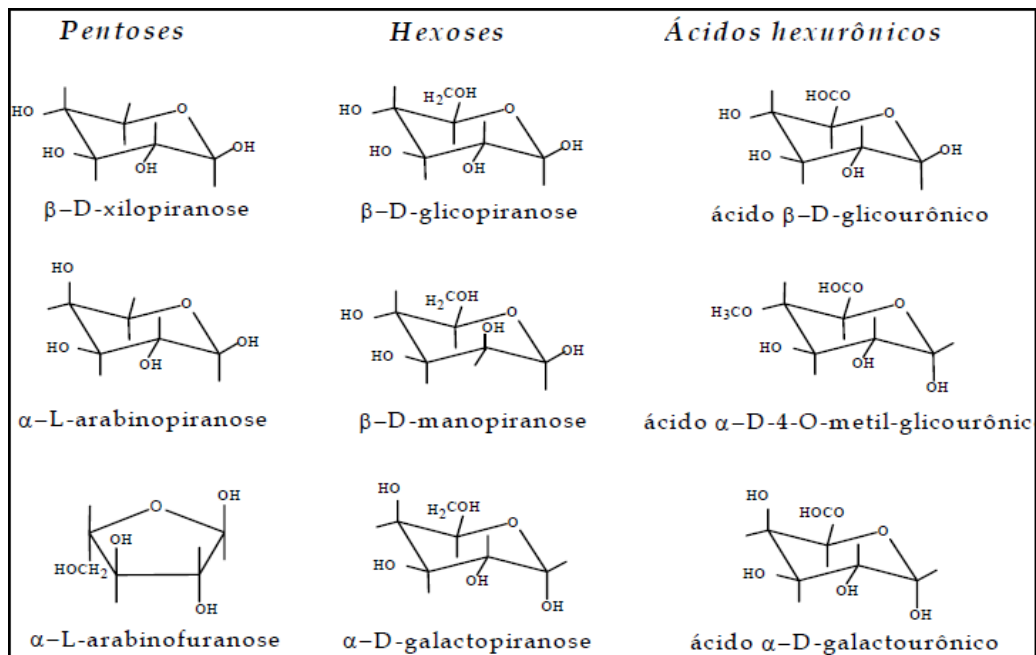
Figura 1 – Estrutura de repetição da celulose (celobiose)



Fonte: Silva (2003)

As hemiceluloses (polioses) também são polissacarídeos, porém com grau de polimerização bem menor que a celulose (MEGIATTO JR., 2006). Em sua composição podem aparecer várias unidades de repetição, sendo representadas na Figura 2.

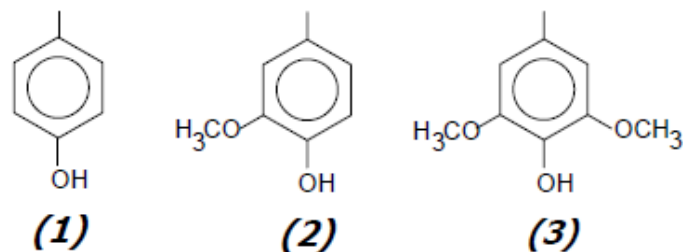
Figura 2 – Unidades repetitivas da hemicelulose (poliose)



Fonte: Megiatto Jr. (2006)

A lignina é uma macromolécula amorfa que possui uma estrutura complexa constituída de grupos aromáticos e alifáticos. Sua principal função é conferir rigidez às fibras (SILVA, 2003). As unidades presentes na lignina estão representadas na Figura 3.

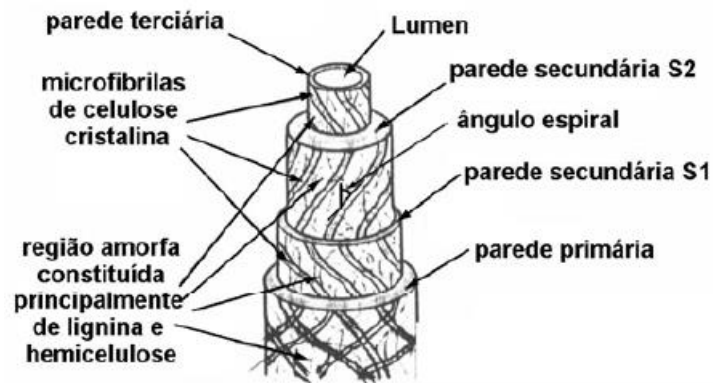
Figura 3 – Unidades presentes na lignina, p-hidroxifenila (1), guaiacila (2) e siringila (3)



Fonte: Megiatto Jr., 2006.

De acordo com Silva (2003), cada fibra vegetal é composta por várias outras fibras elementares fortemente ligadas entre si por um material constituído principalmente de lignina. Em essência, pode-se dizer que cada fibra é um compósito, no qual as rígidas microfibrilas de celulose estão envolvidas por uma matriz de lignina e hemicelulose. A Figura 4 ilustra a estrutura de uma fibra vegetal.

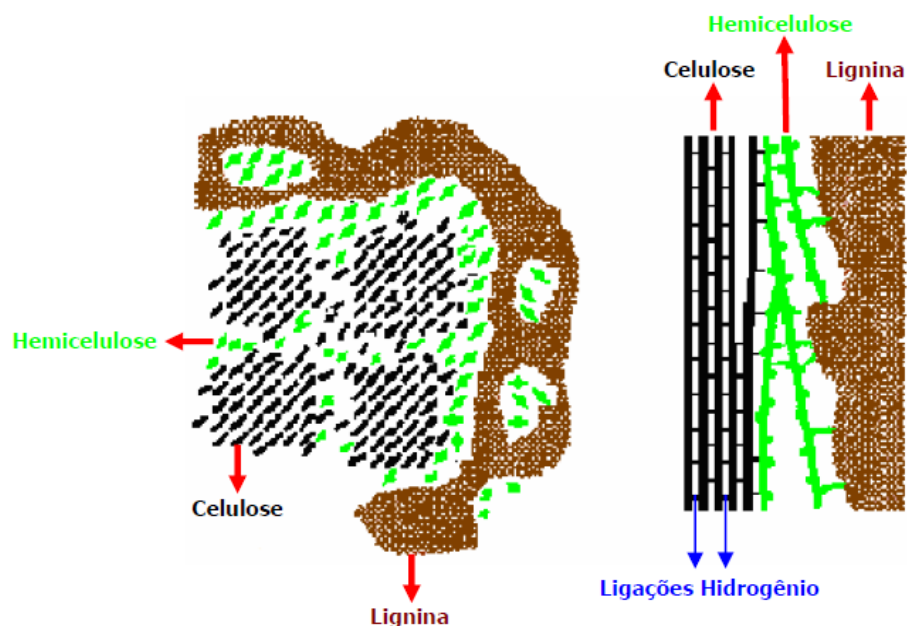
Figura 4 – Estrutura de uma fibra vegetal



Fonte: Silva, 2003

As cadeias de celulose, que são hidrofílicas, são compatibilizadas com os grupos hidrofóbicos da matriz de lignina pela interface de hemicelulose. Esta associação origina a estrutura da parede das fibras lignocelulósicas (MEGIATTO JR., 2006). Simplificadamente, pode-se concluir então que as cadeias de celulose conferem a resistência mecânica às fibras, enquanto a lignina, que serve como cementação, confere rigidez a essas estruturas. A Figura 5 ilustra o esquema da parede celular das fibras vegetais.

Figura 5 – Estrutura da parede celular das fibras naturais



Fonte: Megiatto Jr. (2006)

Segundo Megiatto Jr. (2006), as fibras sofrem influência de uma série de fatores, como idade da planta, origem, clima e processos de extração, interferindo diretamente em sua estrutura e composição química. Essas diferenças também são determinantes nas propriedades mecânicas, por exemplo, uma menor resistência é atribuída a um baixo teor de celulose.

Outra consideração importante a ser levada em conta é em relação à hidrofobicidade das fibras vegetais, devido às ligações de hidrogênio presentes na estrutura. Este é o principal problema das fibras naturais quando usadas como reforços em compósitos, em razão da compatibilidade com as matrizes poliméricas (SOUZA, 2003).

3.2 FIBRAS DE SISAL

O sisal, classificado como *Agave sisalana Perrine*, tem origem na península de Yucatã, no México, e recebeu esse nome devido a uma erva nativa chamada *zizal-xiu*. No Brasil, foi introduzido por volta de 1903 no estado da Bahia (MARTIN et al., 2009). Na Figura 6 está identificada a planta de sisal.

Figura 6 – Plantas de sisal



Fonte: EMBRAPA (2016)

As fibras do sisal são extraídas das folhas, representando 3 a 5% dessas em peso. As fibras dispõem-se longitudinal e regularmente ao longo do comprimento da

folha com comprimento variando de 45 a 120 cm. Dividem-se em três tipos: fibras mecânicas, de fita e de xilemas, sendo a fibra mecânica presente em maior número e de maior interesse comercial (MARTIN et al., 2009; SOUZA, 2003). Na Figura 7 está ilustrado o processo de secagem das fibras do sisal.

Figura 7 – Fibras de sisal em secagem



Fonte: Site CI Florestas (2011)

O sisal representa cerca de 70% da produção de fibras mundial, sendo a principal fibra comercializada. No Brasil, é uma importante fonte de renda e emprego para a região Nordeste, onde o cultivo está concentrado (MARTIN et al., 2009). O interesse pela utilização da fibra de sisal é em grande parte justificado pelas suas ótimas propriedades, como está mostrado na Tabela 1.

Tabela 1 – Propriedades da fibra de sisal

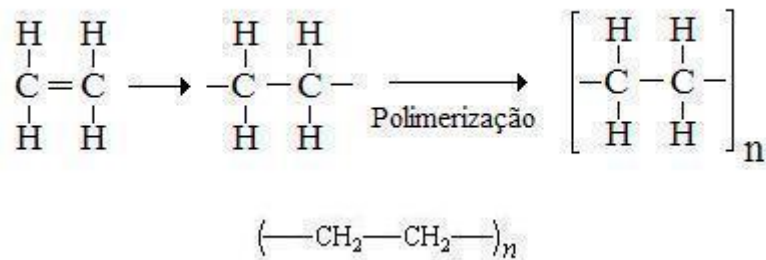
Fibra	Diâmetro (μm)	Densidade (g/cm^3)	Resistência à tração (MPa)	Módulo de elasticidade (GPa)	Alongamento (%)
Sisal	50-300	1,45	511-635	9,4-22	3-7

Fonte: Adaptado de Silva (2003)

3.3 POLIETILENO

O polietileno é classificado como um polímero termoplástico de cadeia carbônica da classe de poliolefinas. Essa classificação é baseada no tipo de monômero que dá origem ao polímero, que nesse caso são monômeros de hidrocarbonetos alifáticos insaturados contendo uma ligação dupla carbono-carbono reativa (CANEVAROLO Jr., 2006). No caso do PE, o monômero que dá origem ao polímero é o etileno, ou eteno, como está demonstrado na Figura 8.

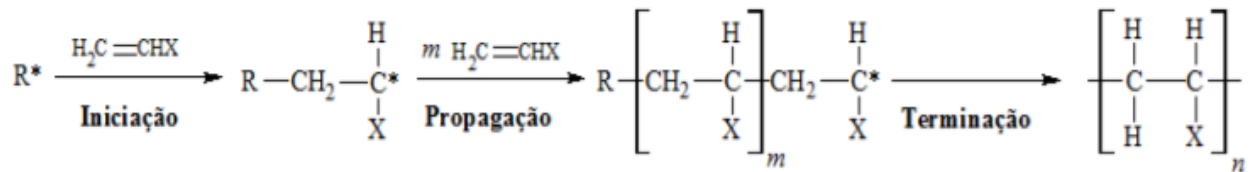
Figura 8 – Origem do polietileno



Fonte: Site Ciência e Tecnologia da Borracha (2014)

A polimerização de monômeros olefínicos normalmente envolve o mecanismo conhecido como polimerização em cadeia, que, de acordo com Canevarolo Jr. (2006), consiste na formação de uma cadeia polimérica completa a partir da instabilização da dupla ligação de um monômero e sua sucessiva reação com outras duplas ligações de outras moléculas de monômero. Esse tipo de polimerização é caracterizado por três etapas, sendo elas iniciação, propagação e terminação. Na primeira etapa, é necessária a presença de um agente iniciador, que pode ser um radical livre, íons ou complexos de coordenação para promover a formação de um centro ativo a partir do rompimento da dupla ligação. Na propagação, ocorre a adição rápida e sucessiva das moléculas de monômero a partir do centro ativo. A etapa de terminação acontece quando o centro ativo é impedido por alguma condição específica ou agente de terminação (LIMA, 2015). Na Figura 9 está ilustrado um esquema da polimerização em cadeia.

Figura 9 – Polimerização em cadeia



Fonte: Lima (2015)

O polietileno está entre os polímeros de maior produção e maior utilização mundialmente, por sua grande versatilidade, flexibilidade, considerável resistência química e boas propriedades mecânicas. Cinco tipos de polietileno podem ser produzidos, e são classificados de acordo com o descrito na Tabela 2.

Tabela 2 – Categorias de PE

Categoria	Nomenclatura
PEBD ou LDPE	Polietileno de baixa densidade
PEAD ou HDPE	Polietileno de alta densidade
PELBD ou LLDPE	Polietileno linear de baixa densidade
PEUAPM ou UHMWPE	Polietileno de ultra alto peso molecular
PEUBD ou ULDPE	Polietileno de ultra baixa densidade

Fonte: Coutinho et al (2013).

Os polietilenos são classificados de acordo com as condições reacionais e o sistema catalítico durante a polimerização, sendo as ramificações a principal característica diferencial entre eles, de acordo com Coutinho et al (2013).

O polietileno de alta densidade (PEAD), objeto de estudo deste trabalho, é geralmente polimerizado utilizando-se catalisadores do tipo Ziegler-Nata, com o processo ocorrendo em baixas pressões, que vão de 10 a 15 atm e temperaturas de 20 a 80°C. Outro processo empregado na polimerização do PEAD é o Phillips, que se realiza em pressões em torno de 50 atm e temperaturas brandas, abaixo de 100°C. Com isso, o polímero obtido apresenta alta cristalinidade, devido ao baixo teor de ramificações e conseqüente alta densidade. Essas características tornam o PEAD mais resistente mecanicamente, elevam seu ponto de fusão e o tornam aplicável em diferentes setores da indústria de transformação de plásticos (COUTINHO et al, 2013).

Algumas propriedades do PEAD estão descritas na Tabela 3 a seguir.

Tabela 3 – Propriedades do PEAD

Propriedades	PEAD linear		PEAD com poucas ramificações	
Índice de fluidez (MFI)	5	11	6	0,9
Densidade (g/cm ³)	0,968	0,966	0,970	0,955
Resistência à tração (MPa)	20	30	22	30
Alongamento limite (%)	900	990	1000	1000
Módulo de elasticidade (MPa)	1550	1400	1000	900
Resistência ao impacto (kJ/m ²)	9	50	20	30

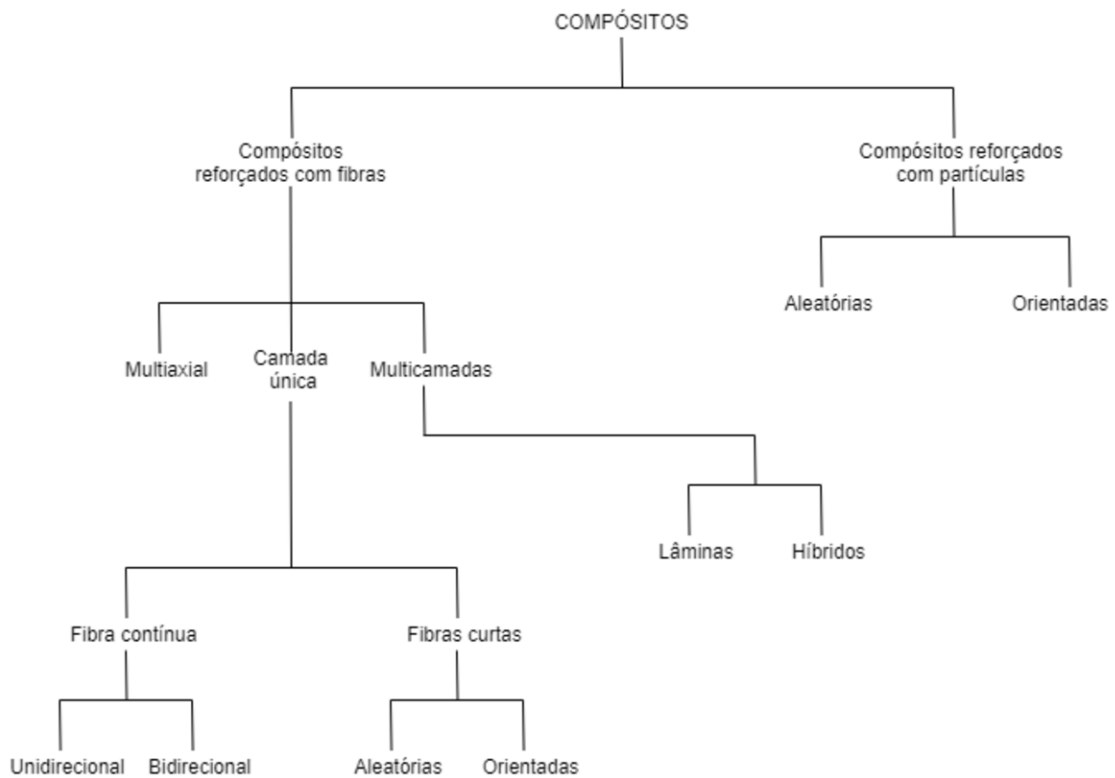
Fonte: Adaptado de Coutinho et al (2013)

3.4 COMPÓSITOS

O avanço tecnológico exigiu, e ainda exige níveis cada vez maiores de desempenho dos materiais, e muitas vezes essas propriedades requeridas não são encontradas nos materiais convencionais. Assim, surgiu a classe de materiais compósitos, que, de maneira geral, podem ser considerados como um material multifásico que exhibe uma proporção significativa das propriedades das fases que o constituem, de tal modo que é obtida uma melhor combinação de propriedades, elevando o nível de desempenho do material (CALLISTER Jr., 2008).

As fases constituintes dos materiais compósitos são chamadas de matriz, que é a fase contínua, e fase dispersa (ou reforço), que está envolvida pela matriz. As propriedades do material compósito dependem diretamente dessas fases, suas quantidades relativas e geometria do reforço (LEVY NETO; PARDINI, 2006). Na Figura 10 está esquematizada a classificação dos compósitos. Essa classificação leva em conta os compósitos de origem natural e sintética.

Figura 10 – Classificação dos compósitos



Fonte: Levy Neto; Pardini (2006)

3.4.1 Compósitos reforçados com fibras

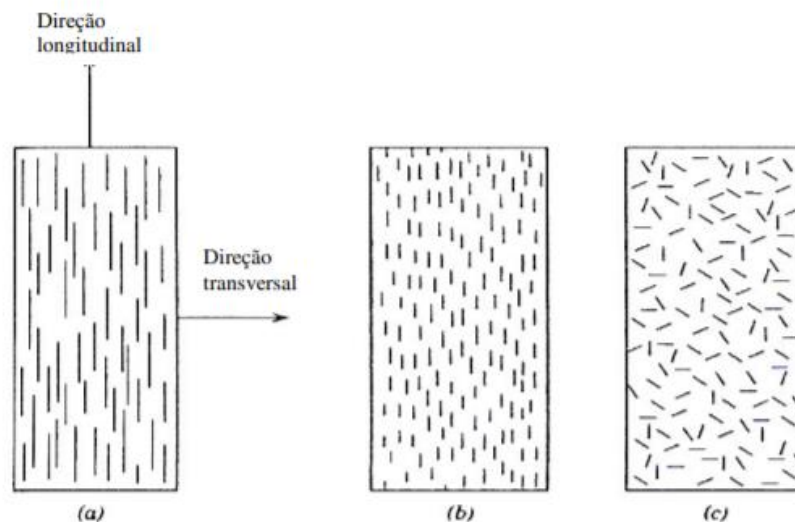
Segundo Callister Jr. (2008), os compósitos reforçados com fibras são a classe mais importante dentre esses materiais, devido ao diferencial de alta resistência e rigidez. Alguns fatores influenciam no desempenho desses compósitos, como o comprimento, orientação e concentração das fibras utilizadas.

A influência do comprimento da fibra está relacionada com um comprimento crítico dependente do diâmetro e da resistência máxima da fibra, que é determinante para o aumento de resistência e rigidez do compósito. O grau que uma tensão é

aplicada e a adesão entre fibra e matriz também são importantes para os resultados obtidos (CALLISTER Jr., 2008).

As fibras podem estar orientadas na matriz de uma maneira alinhada ou totalmente aleatória. Esse arranjo, juntamente com a concentração e distribuição das fibras influenciam significativamente nas propriedades dos compósitos. É observado que quando a distribuição das fibras é uniforme, melhores propriedades são atingidas (CALLISTER Jr., 2008). A Figura 11 é uma representação de compósitos reforçados com fibras.

Figura 11 – Orientações de fibras nos compósitos, contínuas e alinhadas (a), descontínuas e alinhadas (b) e descontínuas aleatórias (c)



Fonte: Callister Jr. (2008)

3.4.2 Matrizes poliméricas

De acordo com Callister Jr. (2008), a fase matriz de um compósito possui várias funções. Em primeiro lugar, serve para unir as fibras umas às outras e atua como o meio em que uma tensão externa aplicada é transmitida para as fibras. Segundo, tem a função de proteger as fibras contra danos superficiais decorrentes de abrasão mecânica ou reações químicas. Por fim, a matriz funciona como uma barreira contra a propagação de trincas, evitando falhas catastróficas.

Apesar dos polímeros termorrígidos possuírem uma gama maior de matrizes para compósitos, os termoplásticos são continuamente utilizados devido à maior tenacidade à fratura, maior resistência ao impacto e maior tolerância a danos.

Compósitos com matriz termoplástica de poliamidas ou polipropileno já vêm sendo utilizados há algum tempo no setor automobilístico. O interesse em obter matrizes termoplásticas de melhor desempenho estrutural e térmico tem sido objeto de pesquisa no sentido também da busca de alternativas a esses materiais em uso corrente (LEVY NETO; PARDINI, 2006).

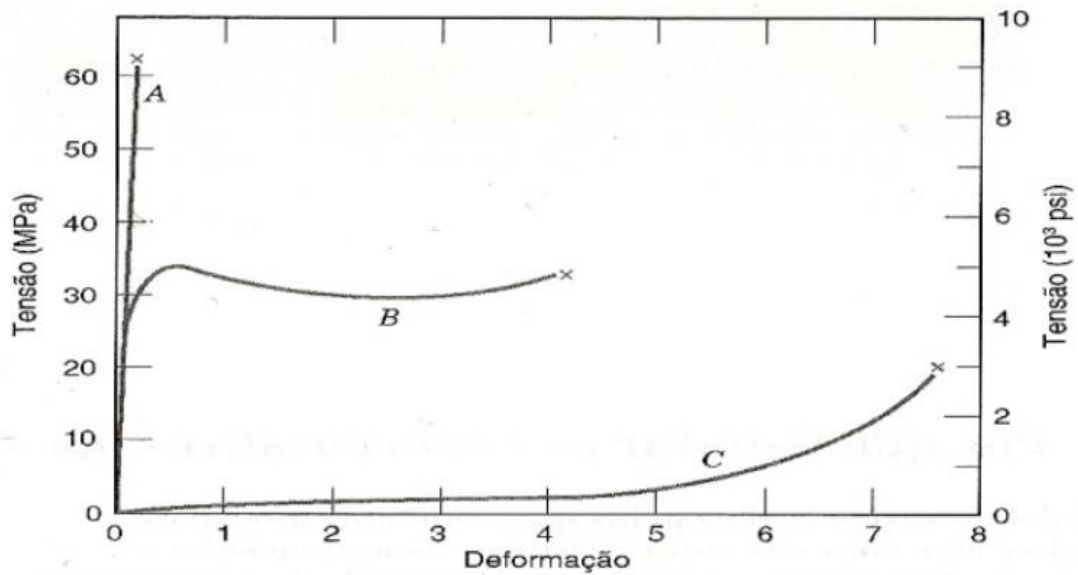
3.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS

Os materiais expostos em serviços estão constantemente sob ação de forças e cargas. Em vista dessa situação, torna-se necessário estudar e conhecer as características do material para otimizar seu projeto. O comportamento mecânico dos materiais é fator determinante para a requerida aplicação, e as propriedades mecânicas são verificadas pela realização de experimentos em laboratório que reproduzam o mais fielmente possível as condições do serviço (CALLISTER Jr., 2008).

3.5.1 Ensaio de tração

O ensaio de tração consiste na aplicação de uma carga uniaxial crescente em um corpo de prova com as devidas especificações até sua ruptura. Obtém-se então uma curva de carga aplicada por variação no comprimento. Após o tratamento adequado dos dados, tem-se uma curva de tensão (σ) versus deformação (ϵ). Dessa curva, é possível extrair várias outras propriedades do material, como limite de resistência à tração (LRT), módulo de elasticidade (E) e limite de escoamento (σ_y). Por isso, o ensaio de tração é um dos mais utilizados, devido a sua simplicidade e fornecimento de muitos dados importantes em um só ensaio (GARCIA; SPIM; DOS SANTOS, 2012). Na Figura 12 estão representadas curvas típicas do ensaio de tração de polímeros.

Figura 12 – Curvas típicas do ensaio de tração para polímeros frágeis (A), plásticos (B) e elastômeros (C).

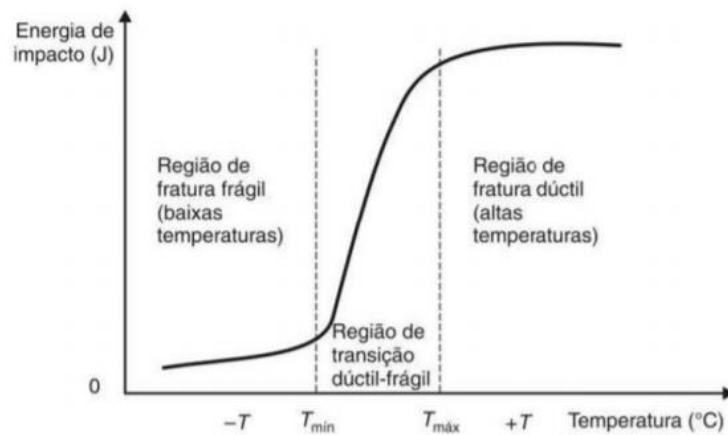


Fonte: Callister Jr. (2008)

3.5.2 Ensaio de impacto

No ensaio de impacto, o corpo de prova com as devidas especificações é posicionado de modo a receber uma carga na forma de esforços por choque (dinâmicos), e o impacto é obtido pela queda de um martelo (ou pêndulo) de uma altura determinada sobre o material a analisar. Algumas variáveis são a altura do pêndulo, geometria do entalhe do corpo de prova e fixação na máquina, podendo classificar esse ensaio em Charpy ou Izod. O resultado do ensaio é a energia absorvida até a fratura (tenacidade ao impacto). A principal aplicação do ensaio de impacto tem relação com a chamada transição dúctil-frágil como função da temperatura (GARCIA; SPIM; DOS SANTOS, 2012). Pode-se observar uma curva típica do ensaio de impacto na Figura 13.

Figura 13 – Curva típica de impacto



Fonte: Garcia; Spim; Santos (2012)

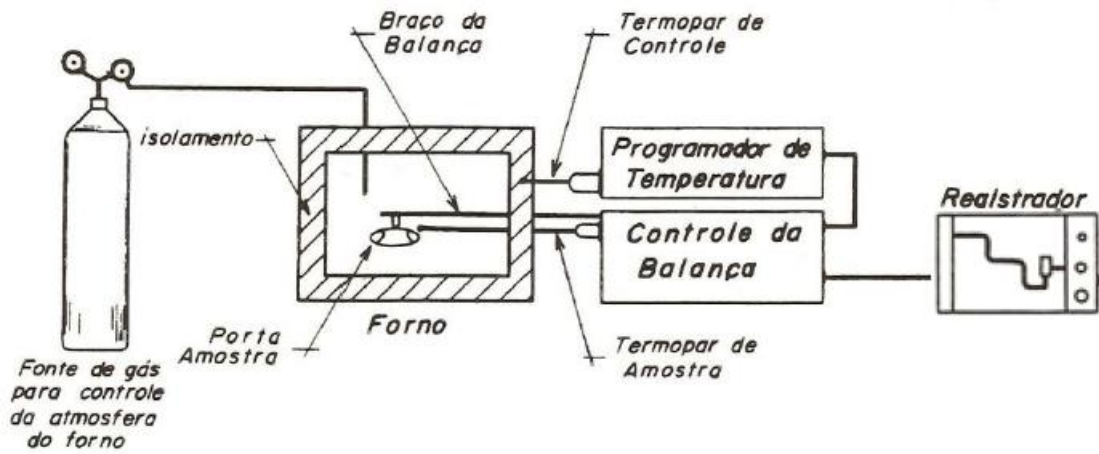
3.6 CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA

O conhecimento das propriedades térmicas dos materiais é de extrema importância, sendo útil para a melhora do processamento e das aplicações, por exemplo. Sendo assim, é essencial entender e estudar as mudanças que acontecem no material quando submetido à aplicação de temperatura, assim como os limites que o material pode ser exposto sem comprometer suas propriedades (DENARI; CAVALHEIRO, 2012). As análises térmicas são a principal fonte de obtenção dessas informações, e consistem em analisar e acompanhar as variações em uma amostra submetida a uma programação de temperatura.

3.6.1 Análise Termogravimétrica (TGA)

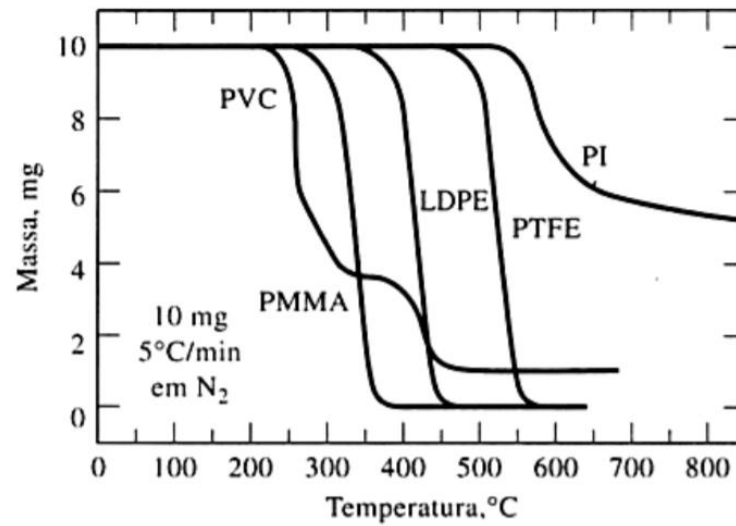
Segundo Denari e Cavalheiro (2012), a análise termogravimétrica pode ser definida como sendo uma técnica termoanalítica que acompanha a variação da massa da amostra em função da temperatura. Essa técnica possibilita conhecer as alterações que a temperatura provoca no material em estudo, estabelecendo a faixa de temperatura que a composição química é constante, temperatura de decomposição, reações de desidratação, oxidação, entre outras. É uma das análises térmicas mais utilizadas, em grande parte devido a sua simplicidade e variedade de informações obtidas. Na Figura 14 está ilustrado um esquema do equipamento de TGA e na Figura 15 as curvas típicas para materiais poliméricos.

Figura 14 – Representação de um equipamento de TGA



Fonte: Denari; Cavalheiro (2012)

Figura 15 – Curvas TGA típicas de polímeros



Fonte: Machado (2016)

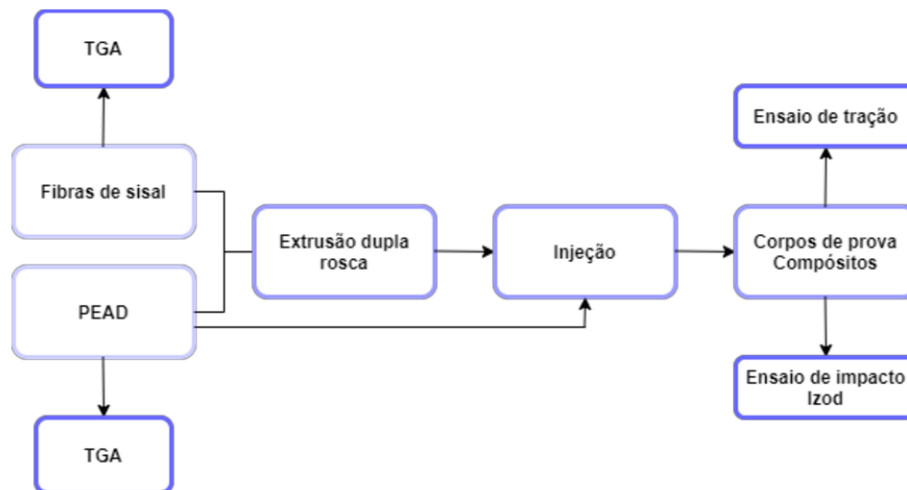
4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

4.1 Materiais

- Fibras de sisal (~1cm) fornecidas pela Associação de Desenvolvimento Sustentável e Solidário da Região Sisaleira (Apaeb), sediada em Valente, BA
- PEAD grade IA 58 fornecido pela Braskem
- Equipamento Shimadzu TGA-50
- Extrusora dupla rosca Coperion com diâmetro 35mm e relação L/D 44
- Injetora Battenfeld modelo Plus 35
- Máquina de ensaios modelo WDW-100E da marca Time Group
- Máquina de ensaio de impacto Impactor da marca Ceast

O procedimento metodológico deste trabalho está descrito na Figura 16.

Figura 16 – Fluxograma do procedimento experimental



Fonte: Autoria própria

4.2 Análise Termogravimétrica (TGA)

Inicialmente, foram realizadas as análises térmicas de TGA tanto para o polímero quanto para a fibra, a fim de caracterização dos materiais. Foram utilizados cerca de 15mg de PEAD e 10mg de fibras nas respectivas análises de TGA, que foram conduzidas sob as mesmas condições de atmosfera de nitrogênio a 20mL/min,

utilizando suporte de platina, com aquecimento de 25°C até 800°C a uma taxa de 10°C/min.

4.3 Extrusão dupla rosca

Os materiais foram processados em extrusora dupla rosca da marca Coperion com diâmetro de 35mm e relação L/D de 44. Foram extrudadas duas composições, de 5% e 10% de fibras em proporções de massa.

4.4 Moldagem por injeção

A moldagem por injeção foi realizada em máquina injetora da marca Battenfeld modelo Plus 35. Foram confeccionados corpos de prova para ensaio de tração segundo a norma ASTM D638 tipo 1 e para ensaio de impacto tipo Izod segundo a norma ASTM D256 com entalhe. Além das amostras anteriormente extrudadas, também foram injetadas amostras do PEAD puro. Os materiais foram previamente secos a 80°C por 2 horas antes do processamento.

4.5 Ensaio de tração

O ensaio de tração foi realizado em uma máquina de ensaios universal modelo WDW-100E da marca Time Group. Os corpos de prova foram acoplados com distância entre garras de 115 mm e a velocidade de ensaio foi de 50 mm/min.

4.6 Ensaio de impacto

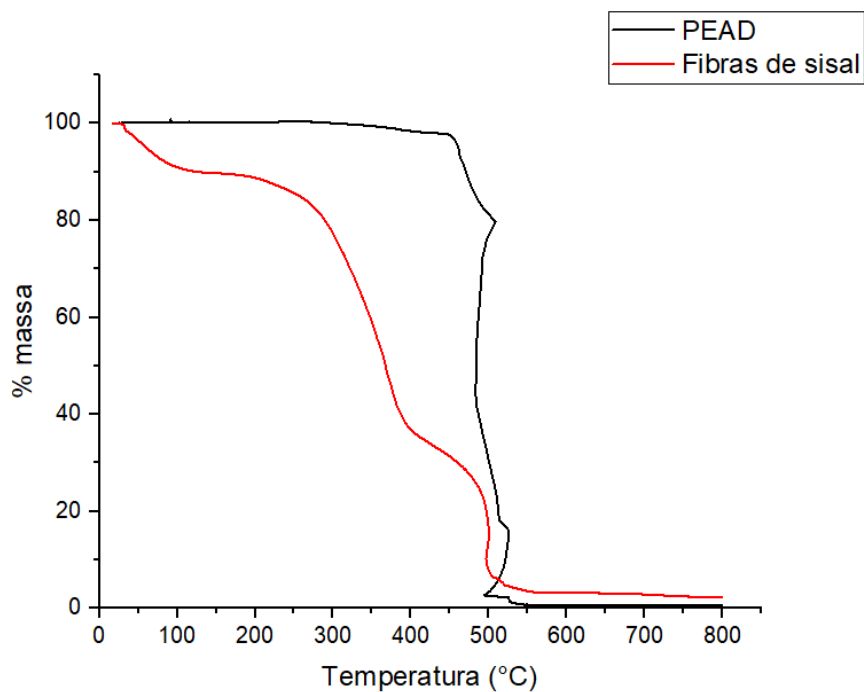
O ensaio de impacto foi realizado em uma máquina modelo Impactor da marca Ceast à temperatura de 23°C, seguindo a norma ASTM D256.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Análise Termogravimétrica (TGA)

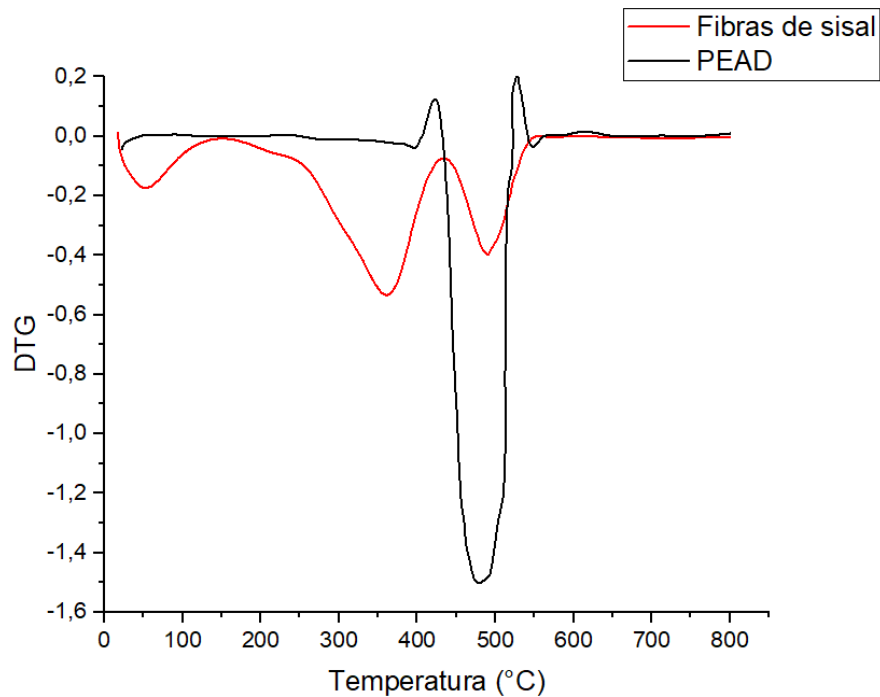
A análise termogravimétrica fornece informações de faixas de temperatura de eventos determinantes que acontecem na amostra analisada de acordo com o programa de aquecimento aplicado e com a perda de massa do material. Na Figura 17 estão representadas as curvas obtidas com essa análise tanto para as fibras de sisal quanto para o PEAD e na Figura 18 são apresentadas as curvas derivadas (DTG).

Figura 17 – Curvas TG da fibra e do polímero



Fonte: Autoria própria

Figura 18 – Curvas DTG da fibra e do polímero



Fonte: Autoria própria

Na curva das fibras de sisal, nota-se um primeiro evento na faixa de 50 a 120°C, característico da perda de água presente nas fibras. A degradação da fibra tem início em 250°C e continua até cerca de 530°C. O teor de cinzas restante após essa temperatura, cerca de 2,5%, corresponde à condensação dos componentes da lignina em atmosfera de nitrogênio em altas temperaturas, além dos resíduos da fibra. Na curva DTG das fibras, fica evidente que a decomposição desse material ocorre em duas etapas principais. O primeiro pico, com máximo de 350°C, corresponde à decomposição dos componentes da hemicelulose e lignina, com perda de aproximadamente 50% de massa. O segundo pico, com máximo de 490°C, é atribuído à degradação da celulose, com cerca de 30% de perda de massa (Martin et al, 2009).

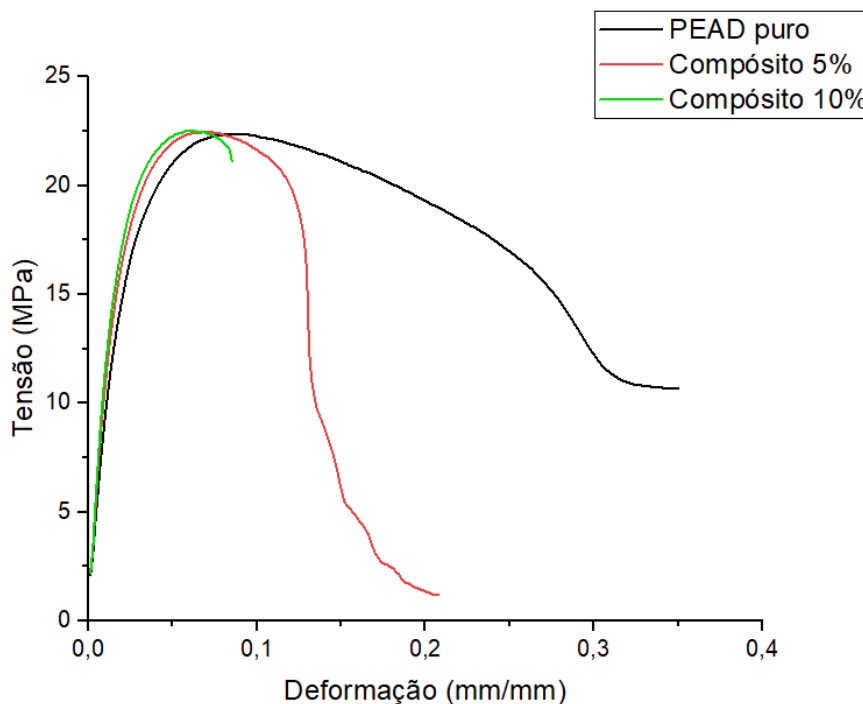
A perda de massa de PEAD é observada em um patamar apenas e corresponde a cerca de 97%, começando em 430°C e indo até 520°C. Na curva DTG evidencia-se a presença de um pico, com máximo de 480°C, comprovando que a degradação desse material acontece em apenas uma etapa, correspondente à decomposição da estrutura química das olefinas, que, de acordo com Oliveira e Visconte (2013), está dentro dessa faixa de temperaturas encontrada.

Com a aquisição dessas informações, além da caracterização dos materiais, foi possível definir parâmetros de temperatura de processamento, visto que a primeira degradação tem início em 250°C (fibras), então o processo deve ocorrer em temperaturas inferiores.

5.2 Ensaio de tração

As curvas resultantes do ensaio de tração estão representadas na Figura 19.

Figura 19 – Curvas resultantes do ensaio de tração



Fonte: Autoria própria

A incorporação de reforços em uma matriz termoplástica tem sido objeto de estudo há algum tempo principalmente por conferir melhores propriedades mecânicas que o polímero puro (Choudhury, 2008). O PEAD é um material altamente tenaz, ou seja, consegue absorver muita energia antes da fratura. Isso pode ser notado com o ensaio, visto que a tenacidade compreende a área abaixo da curva tensão *versus* deformação. Pode-se considerar, portanto, que os compósitos apresentaram maior fragilidade que o PEAD puro, visto que resultaram em menor deformação plástica. A resistência máxima à tração não mostrou variação considerável quando da comparação do polímero puro com os compósitos. No entanto, em relação ao módulo

de elasticidade, nota-se um aumento considerável, principalmente do compósito com 10% de fibras. Este parâmetro está relacionado com a rigidez dos materiais, que representa a resistência à deformação. Assim, pode-se considerar que a adição das fibras tornou os compósitos mais rígidos que o polímero puro, enquanto esse é mais flexível. Seguindo esta mesma propriedade, tem-se as informações de alongamento dos corpos de prova, que conseqüentemente é muito maior para o PEAD puro. Deste modo, é possível considerar que as fibras de sisal atuaram como reforço na matriz de PEAD, conferindo, principalmente, maior rigidez ao material (Araújo, 2016).

O resumo das propriedades mecânicas encontradas está disposto na Tabela 4 a seguir e nas Figuras 20 e 21 a distribuição das propriedades.

Tabela 4 – Propriedades mecânicas resultantes do ensaio de tração

Material	Resistência máxima à tração (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)	Alongamento (%)
PEAD puro	22,4 ± 0,9	644,6 ± 8,3	163,5 ± 18,1
Compósito 5%	22,5 ± 1,1	666,3 ± 12,0	20,9 ± 6,9
Compósito 10%	22,7 ± 1,2	1158,9 ± 11,5	8,7 ± 2,8

Fonte: Autoria própria

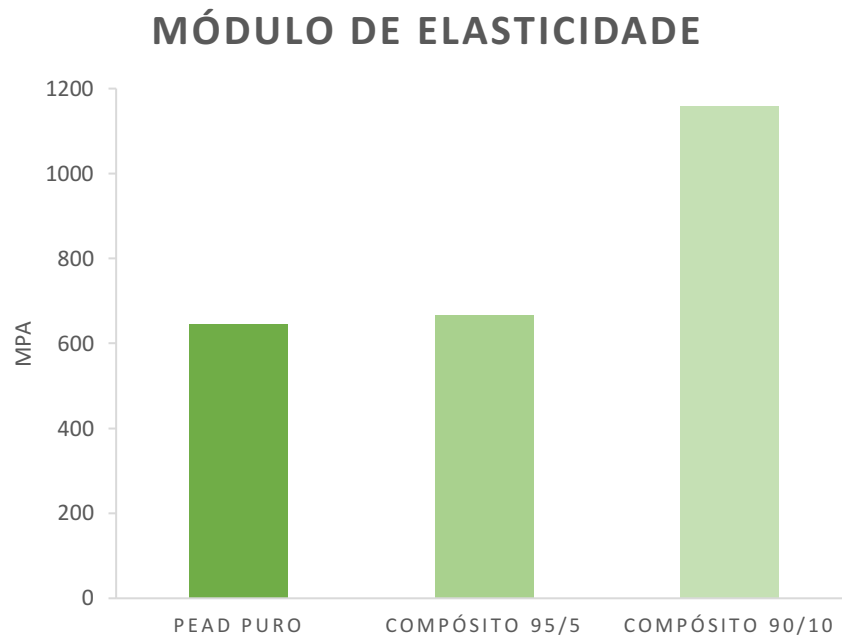
Figura 20 – Distribuição da resistência máxima à tração

RESISTÊNCIA MÁXIMA À TRAÇÃO



Fonte: Autoria própria

Figura 21 – Distribuição do módulo de elasticidade



Fonte: Autoria própria

Fávaro et al (2010) verificaram que o fato de os compósitos não apresentarem maior resistência à tração pode ser explicado pelo efeito da tensão da região limite matriz/fibra concentrar-se em torno da partícula de reforço, o que leva ao descolamento nessa região, pois a interação entre fibra e matriz fica enfraquecida. A utilização de agentes modificadores que contribuam para uma melhor agregação pode ser uma alternativa para melhores resultados.

5.3 Ensaio de impacto

Os resultados do ensaio de impacto estão descritos na Tabela 5 a seguir.

Tabela 5 – Resultados do ensaio de impacto

Amostra	Resistência ao impacto Izod			
	Média (J/m)	Desvio padrão (J/m)	Média (kJ/m ²)	Desvio padrão (kJ/m ²)
PEAD puro	38,00	-	3,74	-
	40,40	0,78	3,98	0,07
Compósito 5%	34,43	1,27	3,39	0,12
Compósito 10%	44,20	3,96	4,36	0,40

Fonte: Autoria própria

Nota-se que o compósito contendo 10% de fibras apresentou a maior resistência ao impacto, com um aumento médio de 13% em relação ao PEAD puro. Já o compósito contendo 5% de fibras registrou resistência ao impacto menor que o PEAD puro. Isso deve ser explicado pelo fato de que os reforços podem atuar como concentradores de tensão na matriz, não oferecendo mecanismos para o material absorver essa energia (Fernandes et al, 2017).

O aumento na resistência ao impacto pode ser explicado quando se dá a ocorrência do fenômeno de *bridging*. No momento da delaminação do compósito, as fibras resultantes do *pull-out*, que é o arrancamento superficial, permanecem unidas à superfície da trinca, aumentando a capacidade de absorção de energia. Esse fenômeno foi verificado por Naglis e d’Almeida em 1998. Já de acordo com Fonseca (2015), a utilização de fibras de maiores comprimentos também contribui para maior resistência ao impacto, visto que conseguem absorver mais energia e causar uma melhor distribuição do impacto.

Os ensaios de impacto podem estar sujeitos a vários erros experimentais (Araújo, 2016), portanto, levando-se em conta a faixa de energias encontradas, é possível inferir que a adição de fibras de sisal no PEAD nessas condições e concentrações teve pouca influência na resistência ao impacto do material.

Na Figura 22 está ilustrada a distribuição das energias de resistência ao impacto encontradas no ensaio.

Figura 22 – Distribuição das energias de resistência ao impacto obtidas no ensaio



Fonte: Autoria própria

Vale ainda ressaltar que, no processamento por extrusão, o polímero está sujeito a formar macro radicais, evento induzido pelo efeito termo mecânico (quando há aplicação de tensão e temperatura). Este efeito depende da interação fibra/matriz, tempo e temperatura de processamento, por exemplo. Há ainda a possibilidade de mudança na razão de aspecto das fibras. Algumas características das fibras possuem grande influência no desempenho mecânico, como tamanho, dispersão e orientação. Fibras muito curtas e pouco dispersas tendem a formar concentradores de tensão no material, diminuindo a resistência mecânica como um todo. Portanto, esses dois fenômenos, se ocorrentes, podem influenciar diretamente nas propriedades mecânicas do material (Araújo, 2016).

6 CONCLUSÃO

O processamento por extrusão, seguido da injeção mostraram-se muito eficientes para a confecção dos corpos de prova.

Com a análise térmica de termogravimetria (TGA) foi possível caracterizar as matérias primas, evidenciando que a degradação do PEAD acontece em uma etapa na faixa dos 430 a 520°C com máximo em 480°C, enquanto a degradação das fibras de sisal ocorre em duas etapas, com picos em 350°C e 490°C. Isso pode influenciar nos parâmetros de processamento do compósito, que deve ocorrer abaixo de 250°C, quando tem início a degradação das fibras.

Os ensaios mecânicos demonstraram que a incorporação de fibras de sisal na matriz de PEAD aumentou o módulo de elasticidade e conseqüentemente a rigidez do material, sendo esse aumento muito mais evidenciado no compósito com 10% de fibra. Por outro lado, a tenacidade e o alongamento dos compósitos foram bem menores que o polímero puro. As resistências máximas à tração e ao impacto não sofreram variações consideráveis. Esses parâmetros podem ser levados em conta para as possíveis aplicações estruturais desses materiais.

As fibras de sisal podem ser consideradas bons reforços para a matriz de PEAD, porém, de acordo com Araújo (2016), há como alcançar resultados mais significativos com a adição de algum agente modificador nas fibras ou agente compatibilizante na matriz a fim de melhorar as interações fibra/matriz. Estudos com outros teores e morfologia de fibra também podem influenciar os resultados das propriedades.

REFERÊNCIAS

ABIPLAST. **Perfil 2019**. Disponível em <http://www.abiplast.org.br/wp-content/uploads/2020/09/Perfil_2019_web_abiplast.pdf> Acesso em 28 de setembro de 2020.

ANÁLISES TÉRMICAS. **Como interpretar curvas de TGA e DSC**. Disponível em <<http://www.analisestermicas.com.br/como-interpretar-curvas-de-tga-e-dsc/>> Acesso em 13 de maio de 2018.

ARAÚJO, J.R. **Compósitos de Polietileno de Alta Densidade Reforçados com Fibra de Carauá Obtidos por Extrusão e Injeção**. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2016.

BISPO, S.J.L. **Estudo das propriedades mecânicas de biocompósitos de polipropileno reforçados com fibras naturais**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2011.

CALLISTER Jr., W.D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 7 ed., Rio de Janeiro: LTC, 2008.

CANEVAROLO Jr., S.V. **Ciência dos Polímeros: Um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. 2 ed., São Paulo: Artliber Editora, 2006.

CASTRO, B.D. **Comportamento mecânico de compósitos produzidos com reaproveitamento de polietileno de alta densidade, reforçados com fibras de sisal**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2018.

CHOUDHURY, A. Isothermal crystallization and mechanical behavior of ionomer treated sisal/HDPE composites. **Materials Science and Engineering**. A 491, p. 492 – 500, 2008.

CI FLORESTAS. **Sisal é alternativa de baixo custo para compor alvenaria.** Disponível em <<http://www.ciflorestas.com.br/conteudo.php?id=5338>> Acesso em 10 de maio de 2018.

CIÊNCIA E TECNOLOGIA DA BORRACHA. **Plásticos.** Disponível em <https://ctborracha.com/?page_id=877> Acesso em 29 de setembro de 2020.

COUTINHO, F.M.B. et al. Polietileno: Principais tipos, propriedades e aplicações. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, vol. 13, n. 1, p. 1-13, 2013.

DENARI, G.B.; CAVALHEIRO, E.T.G. **Princípios e Aplicações de Análises Térmicas.** São Carlos: IQSC, 2012.

EMBRAPA. **Extrato do sisal é testado como inseticida contra Aedes aegypti.** Disponível em <<https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/8841447/extrato-do-sisal-e-testado-como-inseticida-contr-o-aedes-aegypti>> Acesso em 10 de maio de 2018.

FÁVARO, S.L. et al. Chemical, morphological and mechanical analysis of sisal fiber-reinforced recycled high-density polyethylene composites. **eXPRESS Polymer Letters**, vol. 4, n. 8, p. 465-473, 2010.

FERNANDES, J.R. et al. Nanopartículas de sílica silanizada como compatibilizante em compósitos de fibras sisal/polietileno. **Polímeros**, n. 27, p. 61-69, 2017.

FONSECA, F.M.C. **Desenvolvimento e caracterização de compósitos à base de polietileno de alta densidade (PEAD) reciclado e fibras vegetais.** Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2005.

GARCIA, A.; SPIM, J.A.; DOS SANTOS, C.A. **Ensaio dos Materiais.** 2 ed., Rio de Janeiro: LTC, 2012.

LENGOWSKI, E.C. **Caracterização e Predição da Cristalinidade de Celulose Através de Espectroscopia no Infravermelho e Análise Multivariada**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Florestal) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2012.

LEVY NETO, F.; PARDINI, L.C. **Compósitos Estruturais: Ciência e Tecnologia**. 1 ed., São Paulo: Blucher, 2006.

LIMA, A.F. **Síntese e Caracterização de Polipropilenos Modificados com Diolefinas**. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2015.

LOPES, W.A.; FASCIO, M. Esquema para interpretação de espectros de substâncias orgânicas na região do infravermelho. **Química Nova**, n. 4, vol. 27, p. 670-673, 2004.

MACHADO, F.C. **Análises Térmicas**. Departamento de Química, Universidade Federal de Juiz de Fora. Disponível em <<https://www.ufjf.br/quimica/files/2016/08/an%c3%a1lise-t%c3%a9rmica>> Acesso em 20 de setembro de 2020.

MARTIN, A.R. et al. Caracterização Química e Estrutural de Fibra de Sisal da Variedade *Agave sisalana*. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, n. 1, vol. 19, p. 40-46, 2009.

MEGIATTO Jr., J.D. **Fibras de Sisal: Estudo de Propriedades e Modificações Químicas Visando Aplicação em Compósitos de Matriz Fenólica**. Tese (Doutorado em Ciências Físico-químicas) – Universidade de São Paulo, São Carlos, 2006.

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA. **Panorama das Fibras Naturais e Cenários Futuros**. Disponível em <<http://www.agricultura.gov.br/assuntos/camaras-setoriais-tematicas/documentos/camaras-setoriais/fibras-naturais/2017/17a-ro/csfm-17a-ro-in-vf.pdf/@@download/file/CSFN%20-%2017%C2%AA%20RO%20-%20IN%20vf.pdf>> Acesso em 10 de maio de 2018.

NAGLIS, M.M.M.; D'ALMEIDA, J.R.M. Avaliação dos modos de falha sob impacto de compósitos de matriz polimérica reforçados por fibras. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.8, n.1, 1998.

OLIVEIRA, I.T.D.; VISCONTE, L.L.Y. Análise térmica e resistência à flexão de compósitos de HDPE e vermiculita. **Congresso Brasileiro de Polímeros**. 2013. Disponível em <<https://www.ipen.br/biblioteca/cd/cbpol/2007/PDF/202.pdf>> Acesso em 10 de outubro de 2020.

PORCARO, R.R. **Ensaio Mecânicos**. Instituto Federal de Minas Gerais, Congonhas, 2015. Disponível em <<http://slideplayer.com.br/slide/11411879/>> Acesso em 12 de maio de 2018.

SILVA, R.V. **Compósito de Resina Poliuretana Derivada de Óleo de Mamona e Fibras Vegetais**. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003.

SPINACÉ, M.A.S. et al. Poliolefinas reforçadas com fibras vegetais curtas: sisal x curauá. **Polímeros**, 2010.