

DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS HÍBRIDOS – POLIPROPILENO/FIBRA DE BURITI/PSEUDOBOEMITA

Victor Braga Sargiani (IC) e Terezinha Jocelen Masson (Orientador)

Apoio: PIBIC CNPq

RESUMO

O presente trabalho estudou caracterizou o material híbrido desenvolvido com a matriz polimérica polipropileno (PP) com diferentes concentrações de fibra de buriti (F_b) e pseudoboemita (PSB), o nanocompósito PP/ F_b /PSB (C_1 : 85%PP+10% F_b +5%PSB; C_2 : 80%PP+15% F_b +5%PSB e C_3 : 75%PP+20% F_b +5%PSB). O polipropileno é uma resina de baixa densidade que oferece um bom equilíbrio de propriedades térmicas, químicas e elétricas, cujas resistências podem ser significativamente aumentadas ou melhoradas através de materiais de reforços. A utilização das fibras de buriti, por ser natural, em substituição às fibras sintéticas é uma possibilidade bastante atraente, por ser biodegradável, atóxica, de fonte renovável e apresentar baixo custo, contribuindo para a sustentabilidade do meio ambiente. A fibra de buriti e a pseudoboemita foram incorporadas ao PP utilizando-se um misturador. Os corpos de prova foram preparados por fusão e em seguida, moldadas por injeção. O comportamento reológico dos corpos de prova foi realizado por meio do ensaio Índice de Fluidez e foram submetidos aos ensaios de caracterização mecânica: ensaio de resistência a tração, resistência à flexão, resistência ao impacto Izod. Para verificar a interação entre reforço/matriz, utilizou-se o método da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), que é muito versátil para a análise de polímeros modificados com cargas minerais. Observou-se que os compósitos de PP reforçados com Fibra de Buriti e Pseudoboemita se apresentaram como uma alternativa viável para diversas aplicações.

Palavras-chave: Nanocompósito. Polipropileno. Fibra de Buriti. Pseudoboemita.

ABSTRACT

The present work studied characterized the hybrid material developed with polypropylene (PP) polymer matrix with different concentrations of buriti fiber (F_b) and pseudoboehmite (PSB), the PP / F_b / PSB nanocomposite (C_1 : 85% PP + 10% FB + 5% PSB, C_2 : 80% PP + 15% FB + 5% PSB and C_3 : 75% PP + 20% FB + 5% PSB). Polypropylene is a low density resin that offers a good balance of thermal, chemical and electrical properties, accompanied by moderate resistance. Which properties can be significantly increased or enhanced by reinforcement materials. The use of buriti fibers, as a natural, in substitute for synthetic fibers as reinforcement of polymeric composites, is a very attractive possibility, because it is biodegradable, non-toxic, renewable source and presents low cost, contributing to the sustainability. The buriti fiber and the pseudoboehmite were incorporated into the PP using the

mixer. The specimens were prepared by intercalation in melt phase and then injection molded. The rheological behavior of the test specimens was performed using the Fluidity Index test and were submitted to mechanical characterization tests: tensile strength test, flexural strength, Izod impact strength. To verify the interaction between reinforcement / matrix, the Scanning Electron Microscopy (SEM) method was used, which is very versatile for the analysis of modified polymers with mineral fillers. It was observed that PP composites reinforced with Buriti Fiber and Pseudoboehmite presented as a viable alternative for applications of high technical demand.

Keywords: Nanocomposite. Polypropylene. Buriti Fiber. Pseudoboehmite.

1. INTRODUÇÃO

Materiais híbridos são aqueles em que substâncias inorgânicas de dimensões nanométricas são dispersas numa matriz polimérica. Estas substâncias inorgânicas são cargas de enchimento e apresentam área superficial elevada, promovendo uma melhor dispersão na matriz polimérica e, portanto, acarretando melhoria das propriedades físicas do compósito, que dependem da homogeneidade do material.

O polipropileno é uma resina de baixa densidade que oferece um bom equilíbrio de propriedades térmicas, químicas e elétricas, acompanhadas de resistência moderada. As propriedades de resistência podem ser significativamente melhoradas através de materiais de reforços (ULLOA; MIRANDA; ANDRADE E SILVA, 2007).

A utilização de fibras naturais para o reforço de materiais poliméricos tem se destacado, pois além de reforçar o polímero, são biodegradáveis, leves, não possuem característica abrasiva, facilitando o processo de moldagem, com boa resistência mecânica, conferindo à fibra um caráter hidrofílico, que é incompatível com a natureza hidrofóbica da matriz polimérica (GIANELLA, FERNANDES, 2016).

A aplicação da fibra de buriti (F_B) em materiais compósitos vem sendo estudada recentemente, devido ao seu custo/benefício, facilidade de fabricação e a sua facilidade de degradação sem emissão de poluentes (ZANATA et al 2008; REEBERG, 2010).

A pseudoboemita (PSB) é um material cerâmico (polímero inorgânico) obtido pelo processo sol-gel, sendo constituído por uma rede de óxidos inorgânicos de alta porosidade e pureza (MARCOS, 2008; MUNHOZ JR, et al, 2012).

1.1. OBJETIVO

O presente trabalho analisou o desenvolvimento e caracterização do material híbrido, o nanocompósito PP/ F_B /PSB, formado pela matriz polimérica de polipropileno (PP) reforçado com diferentes concentrações de fibra de buriti (F_B) e pseudoboemita (PSB).

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1. POLÍMEROS

Em virtude de sua versatilidade de projeto a nível molecular, o polipropileno tem sido reconhecido como um bom material polimérico (MIRANDA et al, 2002).

Polímeros são materiais que apresentam uma longa cadeia formada por unidades repetitivas denominadas monômeros que se apresentam em elevado número, constituindo

uma macromolécula orgânica e podendo ser de origem sintética ou natural. Os polímeros são formados por átomos de carbono, hidrogênio, nitrogênio, oxigênio, flúor e outros elementos não metálicos. A ligação química entre cada cadeia é covalente, enquanto que a ligação intercadeias é fraca. O grau de polimerização é definido como o número médio de unidades repetitivas que constituem as cadeias, macromoléculas que formam o material polimérico (ANTUNES, 2012).

As tecnologias atuais exigem materiais com combinações incomuns de propriedades que não podem ser atendidas pelas ligas metálicas, cerâmicas e materiais poliméricos convencionais e estudos ressaltam a necessidade de materiais mais rígidos, leves, resistentes, e que ao mesmo tempo não sejam facilmente corroídos.

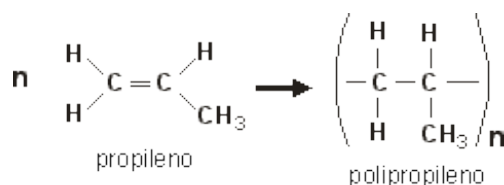
Os compósitos podem ser considerados como sendo qualquer material multifásico que exiba uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases que os constituem de tal forma que seja obtida uma melhor combinação de propriedades (CALLISTER, 2012).

2.2. POLIPROPILENO (PP)

O Polipropileno (PP) é um dos materiais termoplásticos mais utilizados e comercializados nos diversos ramos da indústria, para a obtenção de polímeros carregados ou reforçados (BEATRICE et al, 2010; CALLISTER, 2012). É classificado dentro da categoria dos polímeros com aplicações em engenharia, devido à sua grande versatilidade aliada ao bom desempenho em diversas condições.

O PP é um termoplástico obtido pela polimerização do monômero chamado propileno (C_3H_6) com grande variedade de massa molar, e é polimerizado por um processo de reação de poliadição (OLIVEIRA, 2009). É um polímero semicristalino com densidade na faixa de 0,85 a 0,95 g/cm³ e índice de refração de 1,45. A sua temperatura de transição vítrea é aproximadamente -18°C e a temperatura de fusão é em torno de 165°C (CALLISTER, 2012). São dois os tipos de PP: a) *homopolímeros*: sua polimerização é feita apenas com o propeno – monômero do polipropileno, e sua cadeia polimérica é composta por meros do mesmo tipo; b) *copolímeros*: têm sua cadeia composta principalmente por propeno e eteno em sua polimerização (tem sua cadeia composta por dois ou mais meros diferentes).

Devido a longa cadeia e o emaranhamento dos polímeros, os polímeros não são totalmente cristalinos. A temperatura de fusão do polímero (T_m) é sempre maior que a temperatura de transição vítrea (T_g). Assim, o polímero pode ser rígido e duro ou flexível. O desenvolvimento da cristalinidade em polímeros depende da regularidade da estrutura no mesmo (MASSON, 1998).



Esquema 1: Reação de obtenção do polipropileno

Os compósitos de polipropileno foram desenvolvidos utilizando resinas diferenciadas, que permitem uma ampla gama de variações estruturais e morfológicas nos diferentes tipos de homopolímeros e copolímeros produzidos.

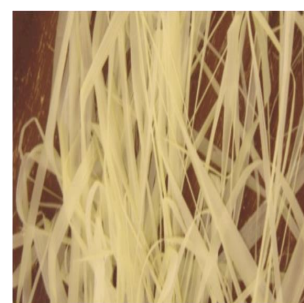
2.3. FIBRA DE BURITI (F_B)

São denominados materiais de reforço àqueles constituintes que, de uma maneira ou outra, modificam determinadas propriedades da matriz polimérica. Desde simples cargas minerais reforçantes que são incorporadas aos polímeros, até fibras de ultra-alta resistência podem ser consideradas materiais de reforços (MASSON, 1995, SEYMOR, CARRAHER, 1992).

As cargas minerais reforçantes proporcionam aumento na rigidez, dureza e, algumas vezes, aumento na temperatura de distorção térmica. As fibras, pela sua característica unidirecional, incrementam acentuadamente a maior parte das propriedades mecânicas em determinadas direções (TROMBETTA, 2010).

As utilizações de materiais biodegradáveis (como a fibra de buriti) se destacam devido ao seu custo/benefício, facilidade de fabricação e a sua facilidade de degradação sem emissão de poluentes (ZANATA, 2008; REEBERG, 2010). A fibra de buriti, encontrada no norte do Brasil e em parte da América Latina, vem sendo estudada recentemente para aplicação em materiais compósitos (BARBOSA, 2011). Apesar do potencial de uso do fruto de buriti como um alimento e como cosmético, no Brasil, a fibra é o principal produto comercializado. A Fotografia 1 apresenta a fibra de buriti in natura.

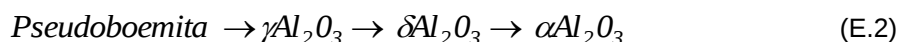
Fotografia 1: Fibra (linho) de buriti in natura.



2.4. PSEUDOBOEMITA (PSB)

A pseudoboemita (PSB) é um material cerâmico (polímero inorgânico) obtido pelo processo sol-gel, sendo constituído por uma rede de óxidos inorgânicos de alta porosidade e pureza (MARCOS, 2008; MUNHOZ JR, et al, 2012).

Segundo Macedo et al. (2007), a pseudoboemita, obtida pelo processo sol gel, pode ser utilizada para a obtenção de alumina pelo processo de calcinação do gel obtido, conforme a sequencia de transformação de fases do hidróxido de alumínio, fornecendo as estruturas polimórficas da alumina. As transformações de fase são observadas com o aumento da temperatura. A pseudoboemita fibrilar não é encontrada na natureza, sendo necessária sua síntese. A Equação (2) apresenta a reação de obtenção da alfa-alumina, que é um oxido de alumínio.



2.5. NANOCOMPÓSITOS

O termo nanotecnologia vem revolucionando o mundo da ciência, trazendo muita expectativa a este setor que tem como principal característica sua diversificação. O principal objetivo da nanotecnologia é criar novos produtos, materiais e processos, baseada na capacidade sempre crescente da tecnologia moderna, em manipular átomos e moléculas. As áreas de aplicação da nanotecnologia abrangem praticamente todos os setores da economia mundial (CALLISTER, 2012).

Com o avanço da nanotecnologia, os campos da Ciência e Engenharia de Materiais ganharam mais uma ampla classe de estudos - os nanocompósitos. São materiais compostos por uma matriz de material polimérico e uma fase dispersa, sendo que, no presente estudo, a fase dispersa é de natureza cerâmica. Para ser considerado nanocompósito, a fase dispersa deve ter pelo menos uma das suas dimensões na escala de nanômetros.

Os nanocompósitos possuem otimização de propriedades importantes para polímeros, como propriedades térmicas, de barreira e mecânicas, sem que haja perdas significativas nas propriedades ópticas, o que é de importância fundamental, já que os polímeros apresentam muitas limitações em relação à temperatura de uso, pois se fundem a uma temperatura baixa (quando comparados a metais e cerâmicas). Deve-se considerar as propriedades mecânicas, pois geralmente os metais são mais utilizados em aplicações na qual a resistência mecânica é o fator crítico (BEATRICE, 2008).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

As formulações utilizadas são constantes da Tabela 1 e os dados dos materiais utilizados, foram obtidos a partir de determinações experimentais ou extraídos da literatura fornecida pelos fabricantes.

Tabela 1: Materiais Utilizados

Material	Fornecedor	Observações
Matriz Polimérica Polipropileno (PP)	Magnesita S.A	Tipo: copolímero – CP741, material: PX2524 Lote: 125054-1; IF: 0,6 – 1,1 g/10min (230°C/2,16kg)
Reforço Particulado Fibra de Buriti	Empresa Borealis Brasil S. A.	diâmetro médio: $d_{50} = 3,5\mu\text{m}$; Teor de umidade: 0,3% percentagem máxima de resíduo = 0,01%, Índice “mesh” 325 em peneira Tyler; densidade (aparente) $\rho=0,20$ g/cm ³ (solta) e $\rho=0,60$ g/cm ³ (compacta)
Pseudoboemita		Desenvolvida no laboratório de Engenharia de Materiais

3.1.1 Termoplástico Polipropileno Modificado

A formulação dos corpos de prova é constante da Tabela 2.

Tabela 2: Composição das formulações Experimentais Obtidas

Denominação	Formulações	Composição
C ₀ - PP _{puro}	Matriz polipropileno (PP)	100% PP
C ₁	PP com 10% de fibra de buriti (F _B) e 5% de pseudoboemita (PSB)	85%PP+10%F _B +5%PSB
C ₂	Matriz PP reforçada com 10% de fibra de buriti (F _B) e 5% de pseudoboemita (PSB)	80%PP+15%F _B +5%PSB
C ₃	Matriz PP reforçada com 20% de fibra de buriti (F _B) e 5% de pseudoboemita (PSB)	75%PP+20%F _B +5%PSB

3.1 MÉTODOS

3.2.1 Fibra de Buriti Utilizada no presente trabalho

A fibra de buriti (FB) empregado como reforço na matriz de polipropileno reciclado foi fornecido pela Empresa Sisalsul Fibras Naturais. Algumas características da Fibra de Buriti, se encontram na Tabela 3.

Tabela 3: Características Técnicas da Fibra de Buriti (MONTEIRO, 2009)

Propriedade	Valor	Unidade
Densidade Aparente	0,63 – 1,12	g/cm ³
Tensão Máxima	129 - 254	MPa
Módulo Máximo (σ/ρ)	403	MPa.cm ³ /g

O procedimento para a preparação da fibra de buriti está descrito a seguir:

- a) Inicialmente, a fibra foi cortada em um comprimento aproximado de 5,0cm;
- b) A fibra foi colocada em uma bandeja contendo 3L de solução de hidróxido de sódio (NaOH 10%, m/v), tratada com hidróxido de sódio – NaOH;
- c) A fibra imersa em solução de hidróxido de sódio (NaOH 10%), m/v, conforme Fotografia 2, foi mantida a uma temperatura de 50°C, em estufa com circulação de ar, durante 24h.
- d) Posteriormente, a fibra foi lavada com água destilada até que se atingisse pH neutro, conforme apresentado na Fotografia 3.

Fotografia 2: Fibra imersa em solução de hidróxido de sódio NaOH 10%, m/v.



Fotografia 3: Fibra tratada e lavada com água destilada



- e) Em seguida a fibra de buriti foi seca em estufa com circulação de ar a 50°C.

3.2.2 Obtenção da pseudoboemita pelo processo sol-gel

A pseudoboemita foi obtida de acordo com Munhoz(2006), utilizando uma solução aquosa de nitrato de alumínio $[Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O]$, (550g), 98% em massa, solução aquosa de hidróxido de amônio $[NH_4(OH) 14]$, (936g), 28% em massa, e 45g de solução aquosa de poli(álcool vinílico), 8% em massa.

A solução de nitrato de alumínio foi inicialmente misturada com a solução de poli(álcool vinílico), e posteriormente, esta mistura foi gotejada na solução de hidróxido de amônio, para obter-se a pseudoboemita precipitada.

A seguir, misturou-se 550g da solução aquosa de nitrato de Alumínio $(Al(NO_3)_3)$ e 45g de solução aquosa de álcool polivinílico, por trinta minutos, utilizando um misturador magnético do Laboratório de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia da UPM.

3.2.3 Preparação dos Nanocompósitos

Foram preparados amostras de PP_{puro} e PP/Fb/PSB nas composições:

- C₁: (85%PP+10%F_B+5%PSB),
- C₂: (80%PP+15%F_B+5%PSB) e
- C₃: (75%PP+20%F_B+5%PSB).

A pseudoboemita foi preparada pelo processo sol-gel, pela técnica de intercalação do fundido no Mixer, conforme Fotografia 4. Os materiais receberam as denominações C₀, C₁, C₂ e C₃ respectivamente.

Fotografia 4: Mixer do Laboratório de Materiais da EE da UPM



A primeira etapa da mistura entre pseudoboemita, o polipropileno e a fibra de buriti ocorreu manualmente em um recipiente aberto, depois os nanocompósitos foram preparados por fusão em um Mixer. As chapas obtidas foram moídas em um moinho, para a obtenção do nanocompósito, passível de ser utilizado na próxima etapa do processo - injeção dos corpos-de-prova. A partir dos nanocompósitos em grânulos (materiais híbridos em grânulos) foram moldados os corpos-de-prova pelo processo de injeção, utilizando-se uma injetora Romi modelo Primax 65R do Laboratório de Materiais da Escola de Engenharia da UPM.

3.2.4 Caracterização dos corpos de prova.

As amostras foram caracterizadas por:

a) Ensaio Reológico: Índice de Fluidiez, conforme norma ASTM D1238. A adição do material de reforço particulado geralmente reduz o índice de fluidez dos polímeros, pois a presença de partículas na matriz polimérica restringe a mobilidade das macromoléculas, dificultando o fluxo do polímero fundido e consequentemente aumentando a sua viscosidade.

b) Ensaios Mecânicos: Resistência à Tração (ASTM D 638-94), Resistência à Flexão (ASTM D 790), Resistência ao Impacto (norma técnica ASTM D 256-94).

c) Caracterização morfológica

- A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi utilizada para a caracterização da superfície dos nanocompósitos poliméricos, a fim de obter informações sobre a dispersão da carga na matriz polimérica. Esse processo é uma excelente técnica de observação de superfícies de materiais sólidos, tais como morfologia, microestrutura e topografia da superfície, podendo ser aplicada a diversos materiais: metálicos, poliméricos, biológicos, cerâmicos, materiais de construção, ou mesmo artefatos arqueológicos. É um método muito versátil para a análise de polímeros modificados com cargas minerais, verificando a interação entre reforço/matriz. Para tanto, os materiais devem ser eletricamente condutores e quando não são, o processo utilizado na preparação de amostras é a pulverização catódica (revestimento de amostras utilizando Ouro (Au), carbono (C) ou Cobre (Cu) tornando-as, condutoras). No presente trabalho, as amostras foram cortadas e coladas com adesivo condutor, em um porta-amostra de alumínio. As amostras foram recobertas com uma fina camada de ouro, tornando-as condutoras para serem observadas no microscópio eletrônico. Para se avaliar a distribuição das partículas na matriz polimérica a análise foi feita em amostras fraturadas criogenicamente, ou seja, foram deixadas no nitrogênio líquido por 1 hora

e depois fraturadas manualmente. Este procedimento evita a deformação plástica da matriz polimérica, garantindo uma fratura frágil, revelando praticamente uma imagem congelada do compósito, o que facilita a avaliação.

- A Espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDS) foi utilizada para a caracterização dos corpos de prova e se baseia na investigação por meio de interações entre partículas ou radiação eletromagnética e matéria, analisando os raios-X emitidos pela matéria em resposta à incidência de partículas carregadas.

b) Caracterização térmica

- Temperatura de Distorção Térmica- HDT ou temperatura de deflexão ao calor, é obtida em ensaios normalizados que necessitam de um banho de óleo ou uma câmara com circulação de ar, com eficiente controle da temperatura. No procedimento do ensaio, segundo a norma ASTM D 648, a amostra com dimensões de 127 mm de comprimento, 13 mm de espessura e qualquer largura entre 3 e 13 mm, é colocada num suporte com dois apoios distantes 100 mm, e uma tensão de 455 kPa (66 psi) ou 1820 kPa (264 psi), é aplicada no centro do corpo-de-prova. A temperatura na câmara ou no banho é aumentada a taxa de 2°C/min. A temperatura na qual o corpo-de-prova defletir 0,25 mm (0,01 pol) é definida como temperatura de deflexão ao calor (HDT) para 455 kPa ou 1820 kPa de tensão. HDT é um ensaio útil na comparação do comportamento relativo de vários polímeros nas condições do teste, mas é principalmente útil para os objetivos de controle e desenvolvimento de materiais poliméricos.

- Temperatura Amolecimento Vicat, conforme norma técnica ASTM D1525.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As formulações obtidas são constantes da Tabela 2, sendo Polipropileno (PP), Fibra de Buriti (F_B), Pseudoboemita (PSB).

4.1 RESULTADOS DOS ENSAIOS DE ÍNDICE DE FLUIDEZ

Os ensaios para a medida referencial do índice de fluidez (IF) foram realizados no Plastômetro Tinius Olsen, modelo MP993a, conforme pode ser visualizado na Fotografia 6. Os ensaios seguiram a norma ASTM D1238, utilizando a condição E (temperatura T = 230°C e massa M = 2,160kg).

Fotografia 6 – Plastômetro Tinius Olsen MP993a.



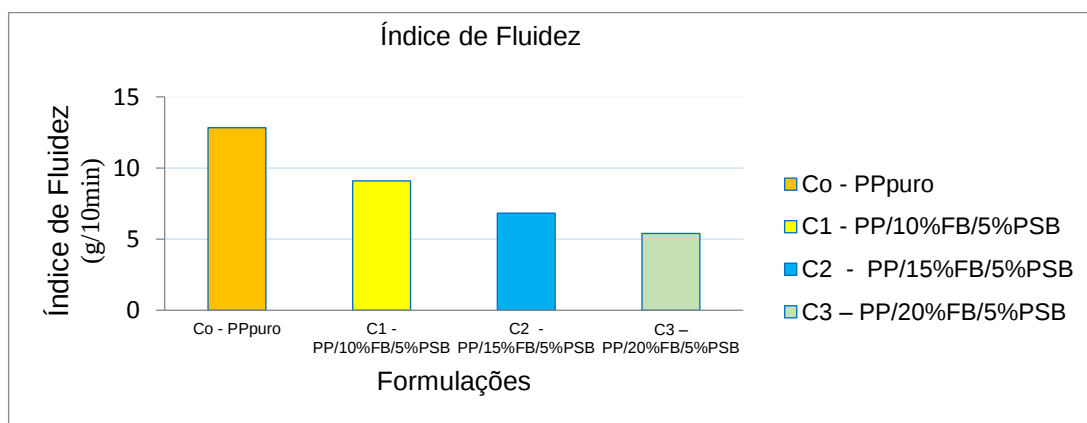
Os nanocompósitos estavam na forma de grânulos irregulares, coletados após a etapa de extrusão em rosca dupla. A Tabela 4 apresenta os valores do índice de fluidez nas condições g/10min, 230°C, 2,16 kgf, obtidos para os compósitos PP/T*.

Tabela 4 - Resultados Médios dos Ensaios de Índice de Fluidez

Denominação	Composição	IF (g/10min)
C ₀ - PP _{puro}	100% PP	12,832 ± 0,008
C ₁	85%PP+10%F _B +5%PSB	9,096 ± 0,009
C ₂	80%PP+15%F _B +5%PSB	6,824 ± 0,006
C ₃	75%PP+20%F _B +5%PSB	5,324 ± 0,015

A partir da Tabela 4, elaborou-se o Gráfico 1.

Gráfico 1 – Resultados dos ensaios de Índice de Fluidez (IF)



A partir da Tabela 4 e do Gráfico 1 observou-se que o resultado do Índice de Fluidez obtido para o PP_{puro} é aproximadamente 29% superior ao encontrado para o compósito C₁ (85%PP+10%F_B+5%PSB); 47% superior ao valor do compósito C₂ (80%PP+15%F_B+5%PSB) e 59% superior ao valor obtido para o compósito C₃ (75%PP+20%F_B+5%PSB). Com o aumento das percentagens de fibra de buriti ao PP_{puro} reciclado, o valor do índice de fluidez foi diminuindo, pois a presença da fibra na matriz polimérica restringe a mobilidade das macromoléculas, dificultando o fluxo do polímero fundido e consequentemente aumentando a sua viscosidade.

4.2 ENSAIOS MECÂNICOS

4.2.1 Ensaios de Resistência à Tração (Mpa)

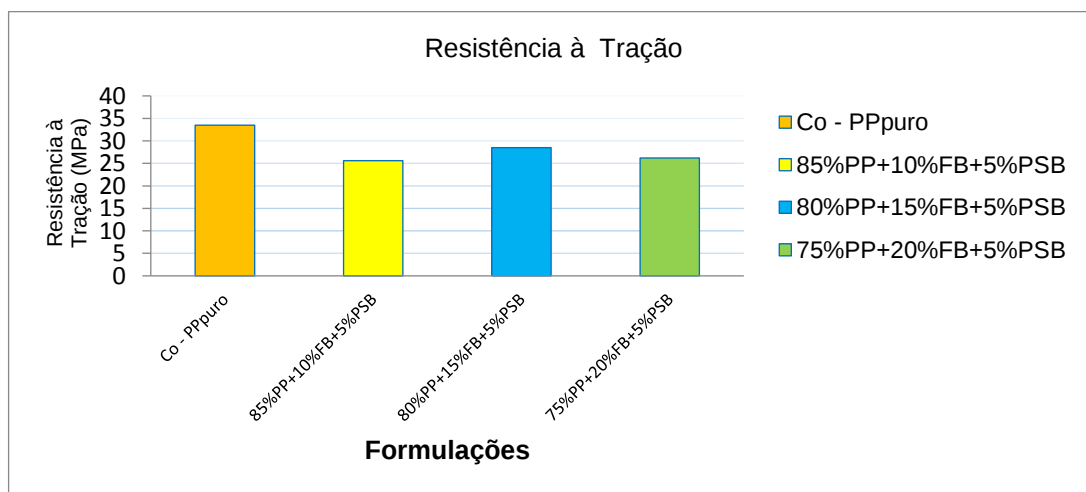
Os ensaios de tração foram realizados segundo a ASTM D 638-94, com 10 ensaios para cada composição. As medições foram realizadas em Máquina Universal de Ensaio Zwick/Roel com célula de carga 500 kgf. A Tabela 5 apresenta os valores médios da resistência à tração obtidos para o polipropileno puro (PP) e para os compósitos C₁, C₂ e C₃, devidamente acompanhados do seu desvio padrão.

Tabela 5 - Resultados dos Valores Médios de Resistência à Tração (Mpa)

Formulações	C ₀ (P _{Puro})	C ₁	C ₂	C ₃
Valor Médio (MPa)	33,5 ± 0,1	25,6 ± 0,7	28,5 ± 0,8	26,2 ± 0,6

A partir da Tabela 5, elaborou-se o diagrama de barras, constante do Gráfico 2.

Gráfico 2 – Resultados dos Ensaios de Resistência à Tração



A partir da Tabela 5 e do Gráfico 2 observou-se que o valor da resistência à tração do PP_{puro} é aproximadamente 24% superior ao valor médio encontrado para o compósito C₁ (85%PP+10%F_B+5%PSB); 15% superior ao valor do compósito C₂ (80%PP+15%F_B+5%PSB) e 22% ao valor obtido para o compósito C₃ (75%PP+20%F_B+5%PSB). Observou-se ainda, que o resultado obtido para o compósito C₂ (80%PP+15%F_B+5%PSB) é aproximadamente 11% superior ao valor encontrado para C₁ e 8% superior ao valor encontrado para C₃.

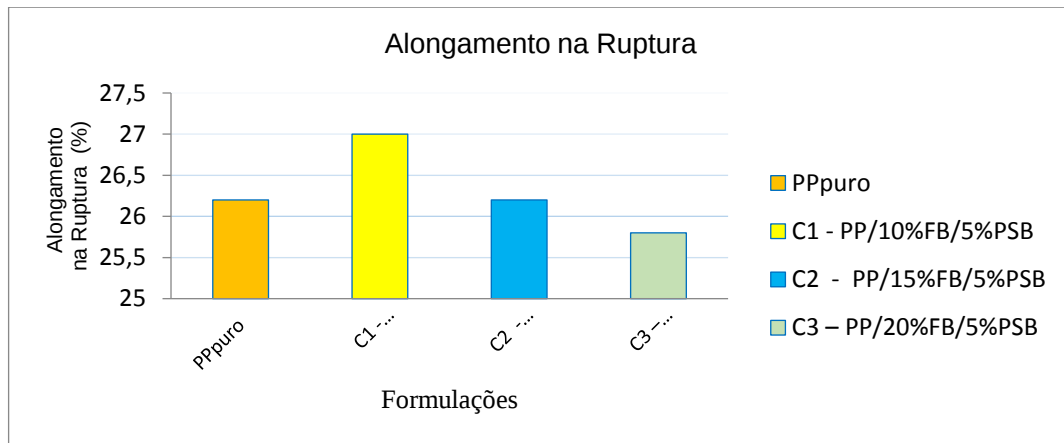
A Tabela 6 e o Gráfico 3 apresentam os resultados do alongamento na ruptura.

Tabela 6 - Resultados dos Valores Médios do Alongamento na Ruptura (%)

Formulações	PP _{puro}	C ₁ - PP/10%F _B /5%PSB	C ₂ - PP/15%F _B /5%PSB	C ₃ - PP/20%F _B /5%PSB
Valor Médio (%)	26,2 ± 0,6	27,0 ± 0,8	26,2 ± 0,6	25,8 ± 0,7

A partir da tabela 6, elaborou-se o Gráfico 3.

Gráfico 3 – Alongamento na Ruptura



A partir da Tabela 6 e do Gráfico 3 observou-se que os valores obtidos no alongamento na ruptura, praticamente se equivalem.

4.2.2 Ensaios de Flexão – Resistência à Flexão (Mpa) e Módulo de Flexão (Mpa)

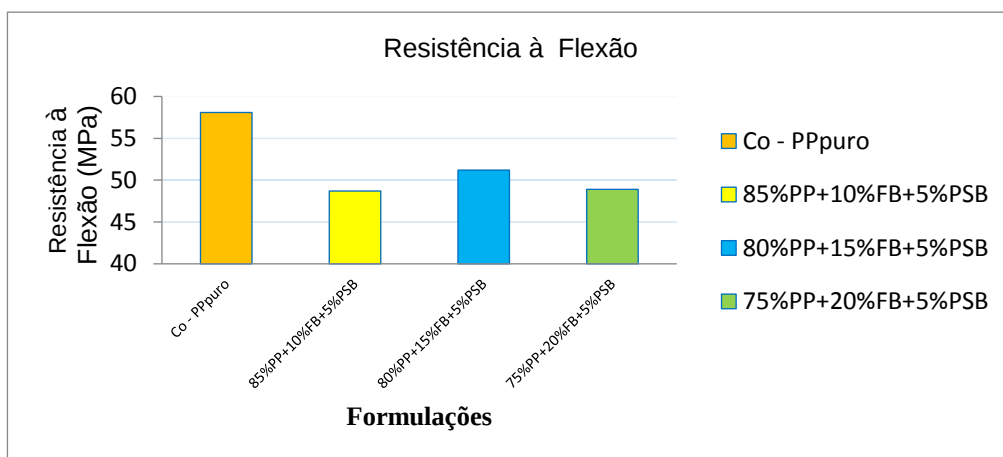
O ensaio de flexão foi realizado segundo a ASTM D 790-94, com 10 ensaios para cada composição, em Máquina Universal de Ensaio, com célula de carga 500 kgf. Para cada corpo-de-prova determinou-se a Resistência à flexão (σ_F) e o Módulo de elasticidade sob flexão (E_F). A Tabela 7 apresenta os valores da resistência à flexão obtidos para o polipropileno puro (PP) e para os compósitos C₁, C₂ e C₃.

Tabela 7 - Resultados dos Valores Médios de Resistência à Flexão (Mpa)

Formulações	C ₀ : PPuro (Mpa)	C ₁ (Mpa)	C ₂ (Mpa)	C ₃ (Mpa)
Valor Médio (Mpa)	58,1 ± 0,4	48,7 ± 0,7	51,2 ± 0,4	48,9 ± 0,2

A partir da Tabela 7 elaborou-se o Gráfico 4 dos valores da resistência à flexão obtidos para o polipropileno puro (PP) e para os compósitos C₁, C₂ e C₃.

Gráfico 4 – Resistência à Flexão



A partir da Tabela 7 e do Gráfico 4 observou-se uma redução aproximada de 16% nos valores a flexão da formulação C_1 em relação ao PP_{puro} ; de 12% nos valores de C_2 em relação ao PP_{puro} ; e 16% nos valores de C_3 em relação ao PP_{puro} .

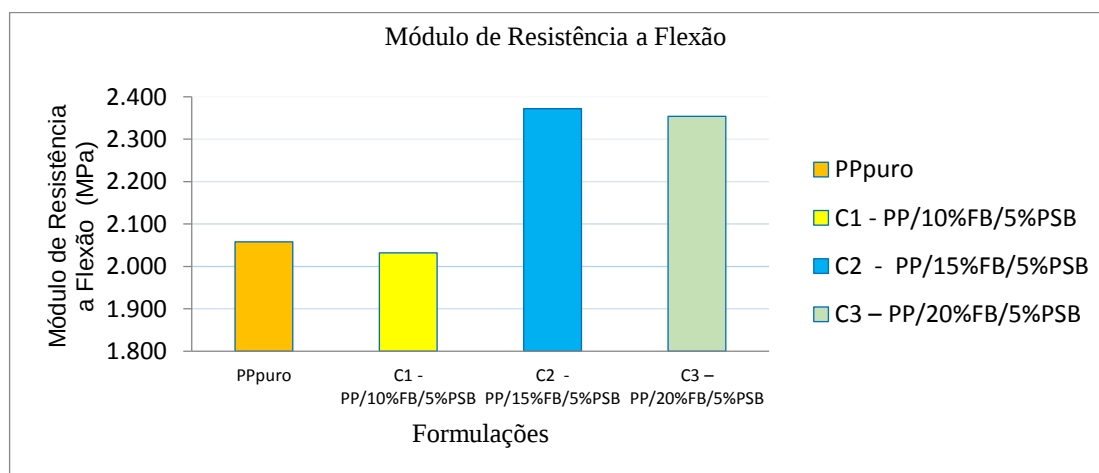
A Tabela 8 apresenta os valores obtidos nos ensaios do Módulo de Elasticidade à Flexão (MPa) entre o PP puro e as formulações citadas, C_1 ; C_2 e C_3 .

Tabela 8 - Resultados dos Valores Médios do Módulo de Elasticidade à Flexão

Formulações	C_0 : PP_{puro} E_F (MPa)	C_1 E_F (MPa)	C_2 E_F (MPa)	C_3 E_F (MPa)
Valor Médio (MPa)	2058 ± 46	2032 ± 16	2372 ± 29	2354 ± 30

A partir da Tabela 8 elaborou-se o Gráfico 5 dos valores obtidos nos ensaios do Módulo de Elasticidade à Flexão (MPa) entre o PP puro e as formulações citadas.

Gráfico 5 – Ensaios Módulo de Resistência à Flexão



Pela Tabela 8 e o Gráfico 4 observou-se uma redução aproximada de 1% nos valores do Módulo de Flexão da formulação C_1 em relação ao PP_{puro} ; um acréscimo aproximado de 15%

nos valores de C_2 em relação ao PP_{puro} ; e um acréscimo aproximado de 14% nos valores de C_3 em relação ao PP_{puro} .

4.2.3 Ensaios de Impacto

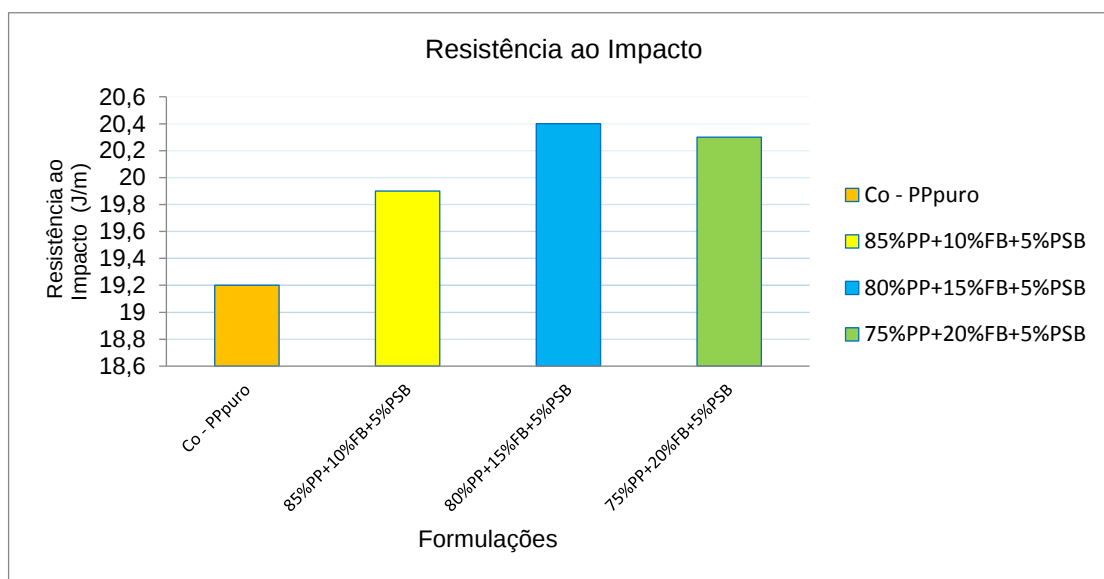
Os ensaios de impacto foram realizados segundo a norma ASTM D 256-94, com 10 ensaios para cada composição. Para cada corpo-de-prova com entalhe determinou-se a energia necessária para ruptura do material por impacto, sendo que a unidade utilizada nas determinações foi em Joule por metro (J/m).

A Tabela 9 e o Gráfico 6 apresentam os valores dos ensaios da resistência ao Impacto Izod com entalhe obtidos para o PP puro e para os compósitos C_1 , C_2 e C_3 .

Tabela 9 - Valores Médios dos Valores dos Ensaios de Impacto

Formulações	PP_{puro} J/m	C_1 - PP/10%F _B /5%PSB J/m	C_2 - PP/15%F _B /5%PSB J/m	C_3 - PP/20%F _B /5%PSB J/m
Valor Médio	$19,2 \pm 0,6$	$19,9 \pm 0,5$	$20,4 \pm 0,3$	$20,3 \pm 0,4$

Gráfico 6 – Resultados do Ensaio de Impacto Izod



A partir da Tabela 9 e do Gráfico 6 observou-se que o valor da resistência ao impacto do PP_{puro} é aproximadamente 3,5% inferior ao valor médio encontrado para o compósito C_1 (85%PP+10%F_B+5%PSB); 6,2% inferior ao valor do compósito C_2 (80%PP+15%F_B+5%PSB) e 6% ao valor obtido para o compósito C_3 (75%PP+20%F_B+5%PSB). A adição de fibra de buriti e pseudoboemita no PP_{puro} promoveu a homogeneidade do polímero, aumentando a resistência ao impacto, pois melhora a dispersão e a adesão do reforço no PP.

4.3 ENSAIOS TÉRMICOS

4.3.1 Temperatura de Distorção ao Calor, sob Carga (HDT)

Foi utilizado o equipamento Medidor de Temperatura de Distorção Térmica (HDT) e Temperatura Vicat, marca Ceast, modelo HDT 6 Vicat P/N 6921. Os ensaios foram realizados segundo a norma ASTM D 648-94, com 05 ensaios para cada composição, com duas tensões (455 kPa e 1820 kPa). A Tabela 10 apresenta os valores dos ensaios de temperatura de distorção ao calor sob carga, a uma tensão de 455 kPa, obtidos para o polipropileno puro (PP) e para os compósitos C₁, C₂ e C₃, bem como o valor médio devidamente acompanhado pelo seu desvio padrão.

Tabela 10 - Valores Médios dos Ensaio de Temperatura de Distorção ao Calor Sob Carga Tensão de 455 kPa

Formulações	PP _{puro} HDT (°C)	C ₁ - PP/10%F _B /5%PSB HDT (°C)	C ₂ - PP/15%F _B /5%PSB HDT (°C)	C ₃ - PP/20%F _B /5%PSB HDT (°C)
Valor Médio	140,7 ± 2,4	129,0 ± 8,7	136,5 ± 2,9	141,1 ± 2,9

Observou-se uma redução de aproximadamente 8% nos valores de HDT de C₂ em relação ao PP_{puro}. Os demais valores praticamente se equivalem.

4.3.2 Temperatura da Temperatura de Amolecimento Vicat - PAV (°C)

Os ensaios foram realizados segundo a norma ASTM D-1525, com 05 ensaios para cada composição. A Tabela 11, apresenta os valores dos ensaios do ponto de amolecimento Vicat obtidos para o polipropileno puro (PP) e para os compósitos C₁, C₂ e C₃.

Tabela 11 - Resultados do Ensaio do Ponto de Amolecimento Vicat

Formulações	PP Puro	C ₁ - PP/T PP + Talco	C ₂ - PP/T* PP + Talco* (1:0,1)	C ₃ - PP/T* PP + Talco* (1:0,5)
Ensaio	PAV (°C)	PAV (°C)	PAV (°C)	PAV (°C)
Valor Médio	161,4 ± 0,1	160,0 ± 0,1	161,1 ± 0,4	161,3 ± 0,2

De acordo com os valores obtidos nos ensaios de Temperatura de Amolecimento Vicat, não se observou variações significativas. Os resultados praticamente se equivalem.

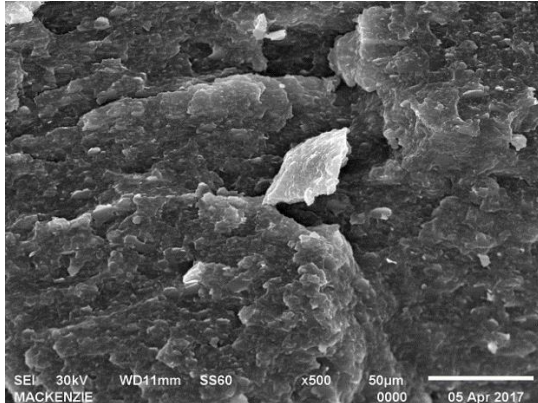
4.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Neste trabalho analisou-se a distribuição das fibras de buriti (F_B) e da pseudoboemita na matriz de polipropileno e o grau de aderência do reforço/matriz. A determinação do tipo de estrutura morfológica dos compostos foi feita no Microscópio Eletrônico de Varredura, da bancada JEDLJSM6510, utilizando detector de elétrons secundários e EDS, equipamento disponibilizado do Laboratório de Caracterização de Materiais da UPM.

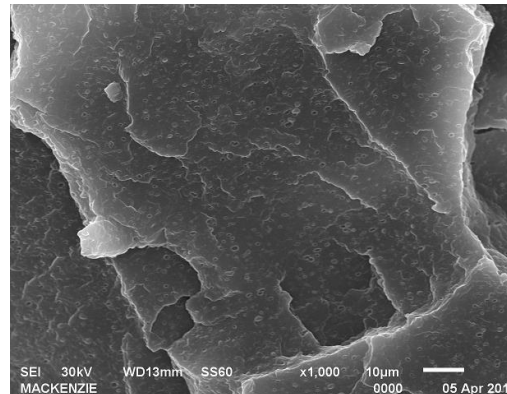
4.4.1 Micrografias do PP_{puro} e das Formulações C₁, C₂ e C₃ com 500 vezes de aumento.

A micrografia 1 apresenta a microestrutura do PP_{puro} com 500 vezes de aumento a micrografia 2, com 1000 vezes de aumento, a micrografia 3 com 5000 vezes de aumento e a micrografia 4 com 10000 vezes de aumento.

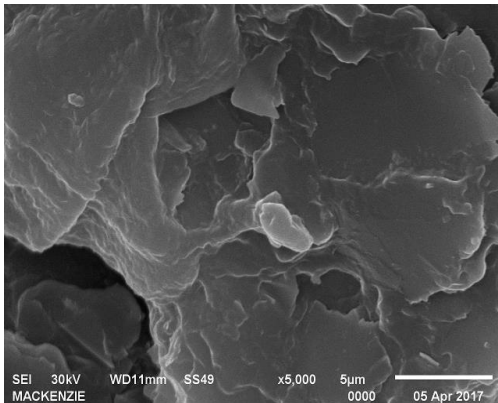
Micrografia 1 - Micrografia do PP_{puro} com 500 vezes de aumento



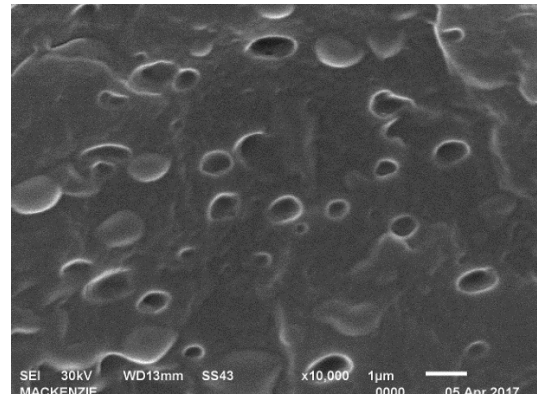
Micrografia 2 - Microestrutura do PP_{puro} com 1000 vezes de aumento



Micrografia 3 – Micrografia do PP_{puro}, com 5000 vezes de aumento

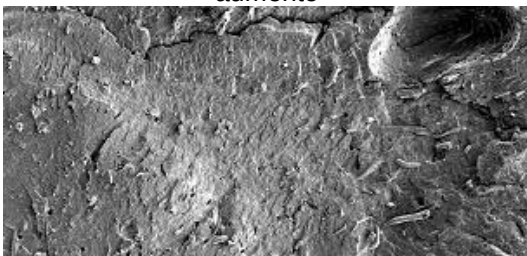


Micrografia 4 – Micrografia do PP_{puro}, com 10000 vezes de aumento

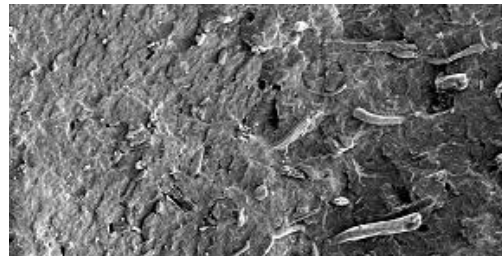


4.4.2 Micrografias do Compósito C₁: PP/10%F_B/5%PSB

Micrografia 5 - Micrografia do Compósito C₁: PP/10%F_B/5%PSB com 50 vezes de aumento



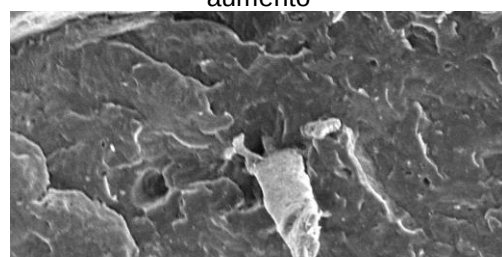
Micrografia 6 - Micrografia do Compósito C₁: PP/10%F_B/5%PSB com 100 vezes de aumento



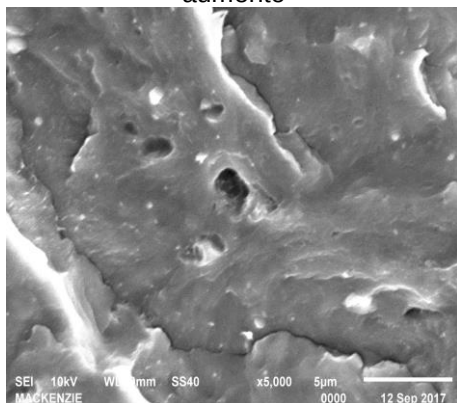
Micrografia 7 - Micrografia do Compósito C₁: PP/10%F_B/5%PSB com 500 vezes de aumento



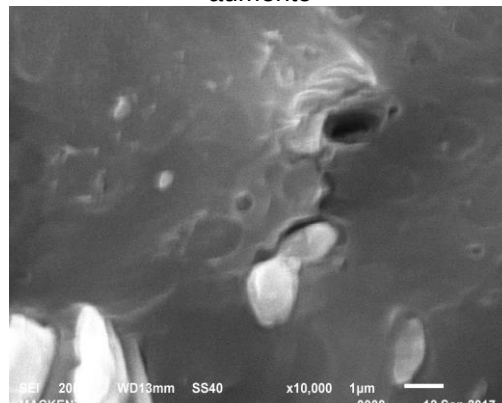
Micrografia 8 - Micrografia do Compósito C₁: PP/10%F_B/5%PSB com 1000 vezes de aumento



Micrografia 9 - Micrografia do Compósito C₁: PP/10%F_B/5%PSB com 5000 vezes de aumento

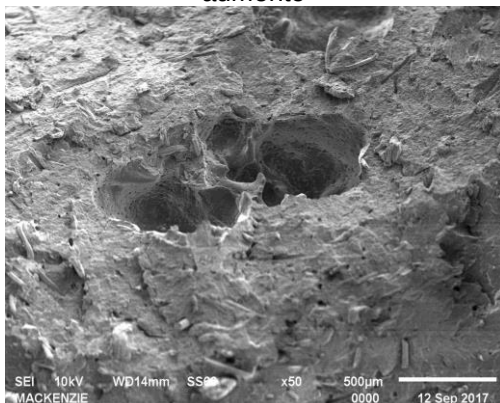


Micrografia 10 - Micrografia do Compósito C₁: PP/10%F_B/5%PSB com 5000 vezes de aumento

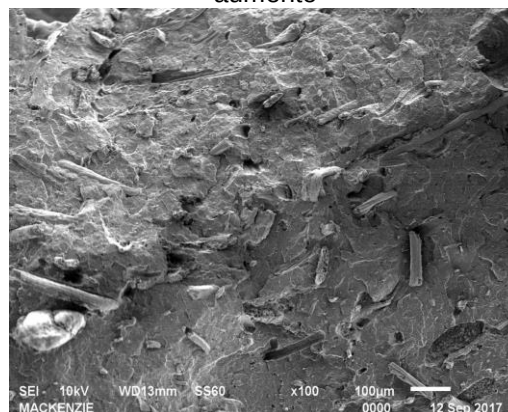


4.4.3 Micrografias do Compósito C₂: 80%PP+15%F_B+5%PSB

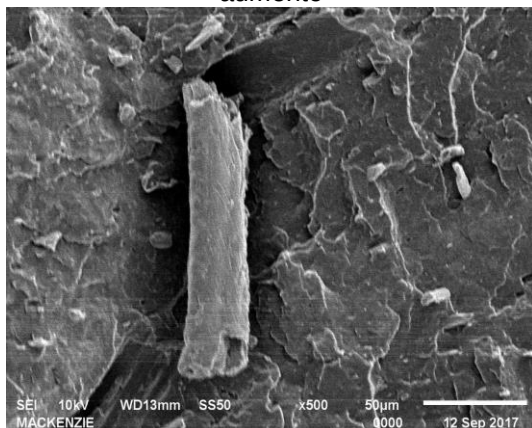
Micrografia 11 - Micrografia do Compósito C₂: 80%PP+15%F_B+5%PSB 50 vezes de aumento



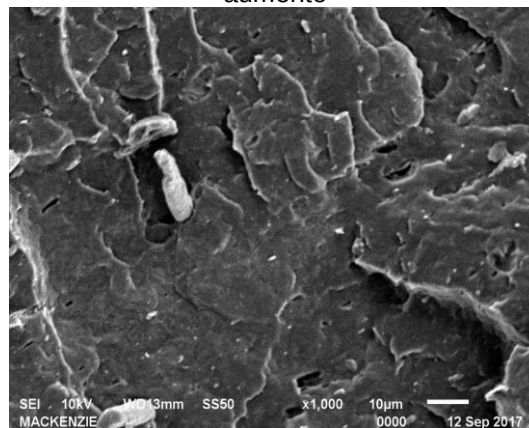
Micrografia 12 - Micrografia do Compósito C₂: 80%PP+15%F_B+5%PSB 100 vezes de aumento



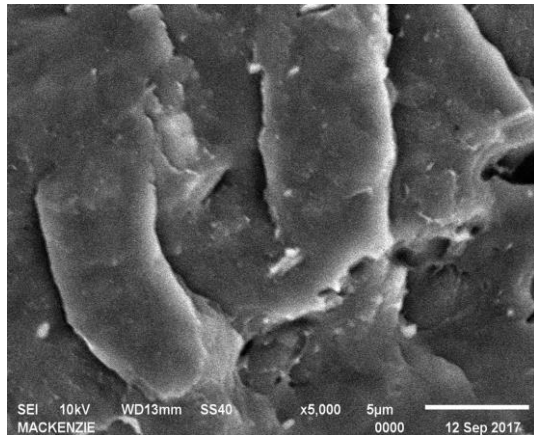
Micrografia 13 - Micrografia do Compósito C₂: 80%PP+15%F_B+5%PSB 500 vezes de aumento



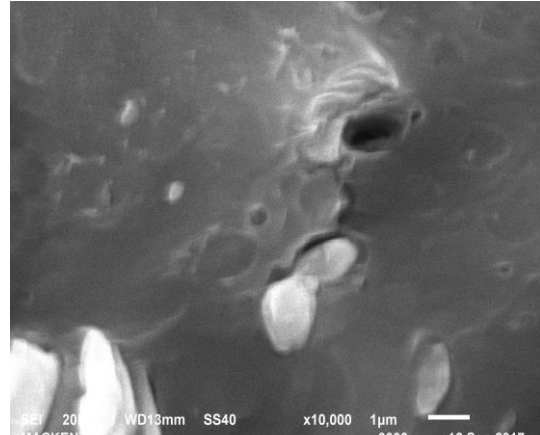
Micrografia 14 - Micrografia do Compósito C₂: 80%PP+15%F_B+5%PSB 1000 vezes de aumento



Micrografia 15 - Micrografia do Compósito
C₂: 80%PP+15%F_B+5%PSB 5000 vezes de
aumento

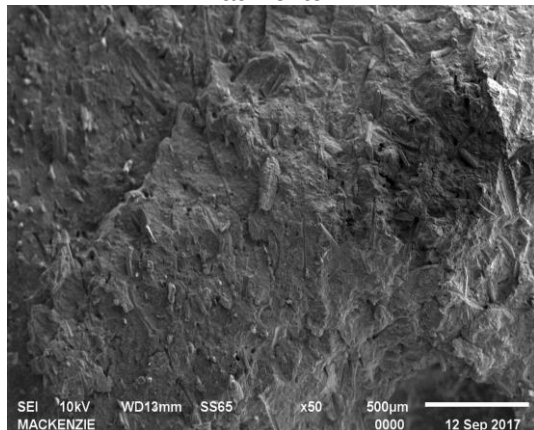


Micrografia 16 - Micrografia do Compósito
C₂: 80%PP+15%F_B+5%PSB 10000 vezes de
aumento

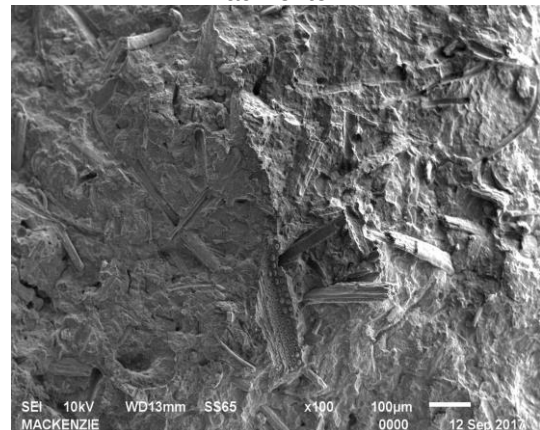


4.4.4 Micrografias do Compósito C₃: 75%PP+20%F_B+5%PSB

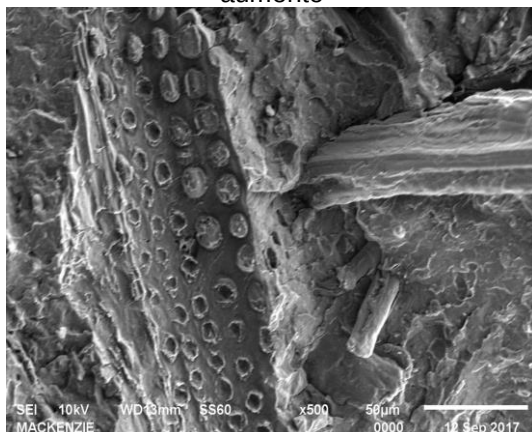
Micrografia 17 - Micrografia do Compósito
C₃: 75%PP+20%F_B+5%PSB 50 vezes de
aumento



Micrografia 18 - Micrografia do Compósito
C₃: 75%PP+20%F_B+5%PSB 100 vezes de
aumento



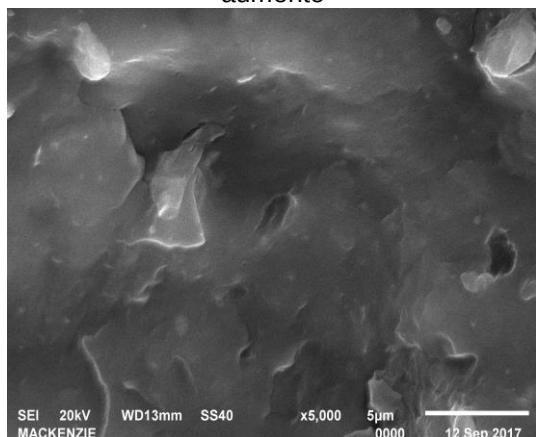
Micrografia 19 - Micrografia do Compósito
C₃: 75%PP+20%F_B+5%PSB 500 vezes de
aumento



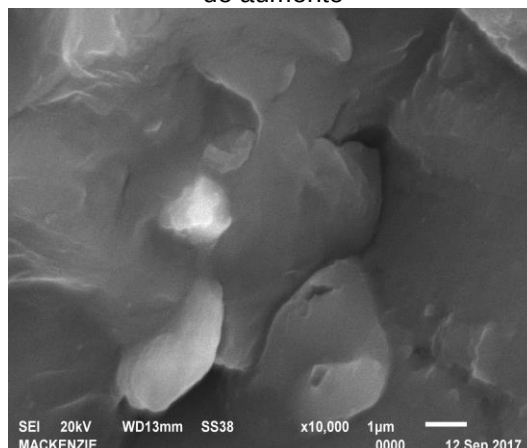
Micrografia 20 - Micrografia do Compósito
C₃: 75%PP+20%F_B+5%PSB 1000 vezes de
aumento



Micrografia 21 - Micrografia do Compósito C₃: 75%PP+20%F_B+5%PSB 5000 vezes de aumento



Micrografia 22 - Micrografia do Compósito C₃: 75%PP+20%F_B+5%PSB 10000 vezes de aumento



Analisando-se as micrografias obtidas, observa-se uma distribuição homogênea de partículas nos compósitos. Também são observados alguns poros, provavelmente responsáveis pela dispersão homogênea da carga na matriz.

4.5 ESPECTROSCOPIA DE RAIOS X POR DISPERSÃO EM ENERGIA (EDS)

A EDS é uma técnica analítica usada para a caracterização química de uma amostra (composição química de amostras de tamanhos muito reduzidos, com uma análise quase pontual) e se baseia na investigação de uma amostra através de interações entre partículas ou radiação eletromagnética e matéria, analisando os raios-X emitidos pela matéria em resposta à incidência de partículas carregadas. Suas capacidades de caracterização são devidas em grande parte ao princípio fundamental que cada elemento tem uma estrutura atômica única, de modo que os raios-X emitidos são característicos desta estrutura, que identificam o elemento. Quando associada a um espectrômetro de raios-X de energia dispersiva (EDS) é possível realizar de forma rápida e eficaz a caracterização química das regiões observadas com grande precisão geométrica. Desta forma, enquanto o MEV permite visualizar imagens, o EDS e WDS permitem a imediata identificação da sua composição. Pelos resultados de EDS observa-se uma distribuição homogênea dos elementos (Al, C, O) mostrando que os compósitos possuem uma dispersão homogênea da carga na matriz.

5 CONCLUSÕES

De acordo com os valores obtidos nos ensaios realizados observou-se que:

- Com o aumento das percentagens de fibra de buriti ao PP_{puro}, o valor do índice de fluidez foi diminuindo, pois a presença da fibra na matriz polimérica restringe a mobilidade das macromoléculas, dificultando o fluxo do polímero fundido e conseqüentemente aumentando a sua viscosidade;

- O aumento da percentagem de fibra de buriti/pseudoboemita nos corpos de provas C₁, C₂ e C₃ reduziu o valor das resistências à tração e à flexão, com uma redução média de 15% em média das formulações em relação ao PP_{puro};

- Os valores do alongamento na ruptura, praticamente se equivalem;

- Houve uma redução aproximada de 16% nos valores a flexão da formulação C₁ em relação ao PP_{puro}; de 12% nos valores de C₂ em relação ao PP_{puro}; e 16% nos valores de C₃ em relação ao PP_{puro};

- A adição de pseudoboemita promoveu a acoplagem da fibra de buriti no polímero, aumentando a resistência ao impacto, melhorando a dispersão e a adesão das partículas de Fibra de buriti no PP. Ou seja, o aumento da percentagem de fibra de buriti e pseudoboemita no PP_{puro} aumenta a rigidez e o compósito fica mais rígido e menos frágil;

- Quanto aos ensaios térmicos, nos valores de Temperatura de Amolecimento Vicat, não houve variações significativas. Os valores praticamente se equivalem;

- Analisando-se as micrografias do MEV, a fibra de buriti com pseudoboemita apresentou uma distribuição homogênea; Nos ensaios com Microscopia Eletrônica de Varredura em alguns compósitos identificou-se que a adesão das fibras com pseudoboemita ao PP não foi homogênea, apresentando alguns vazios gerados no rompimento do material;

- Pelos resultados de EDS observou-se uma distribuição homogênea dos elementos (Al, C, O) mostrando que os compósitos possuem uma dispersão homogênea da carga na matriz.

O desenvolvimento de materiais compósitos obtidos por meio de fontes renováveis é uma alternativa para minimizar os elevados custos ambientais na produção de fibras sintéticas. As utilizações de materiais biodegradáveis de fonte renovável, como a fibra de buriti, são muito atrativas devido à economia, facilidade de fabricação e a sua facilidade de degradação sem emissão de poluentes, gerando impacto social positivo sobre a sustentabilidade ambiental. O aumento do uso da Fibra de Buriti pela indústria certamente gerará benefícios, resultando em mais empregos em regiões do país que são pouco industrializadas e carentes de infraestrutura social.

Assim, torna-se importante ao desenvolvimento e a análise de compósitos de PP/PSB/fibras de buriti para serem injetadas e utilizadas como objetos em geral, que não requeiram alta resistência. A quantificação desse efeito poderá ser feita usando indicadores globais, inclusive o balanço de carbono, que poderá ser alvo de estudos complementares.

REFERÊNCIAS

ANTUNES, M.C., Durabilidade mecânica de Compósitos de Polipropileno com Reforço Híbrido de Fibra de Coco e Talco, Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de

Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, 2012.

BARBOSA, A.P., Características Estruturais e Propriedades de Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras de Buriti. Tese de doutorado apresentada ao Programa de Engenharia e Ciência dos Materiais do Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Campos dos Goytacazes – RJ, Rio de Janeiro, 2011

BARBOSA, A. P., OLIVEIRA, M. P., CRESPO, A. DA S., SANTOS N. S. S., MARGEM, F.M. & MONTEIRO, S. N. Correlation between the density and the diameter of buriti fibers. The Minerals, Metals & Materials Society, 2012.

BARBOSA, A. P., Características Estruturais e Propriedades de Compósitos Poliméricos Reforçados com Fibras de Buriti. Tese de doutorado apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Rio de Janeiro, Brasil, 2011.

BEATRICE, C. A. G., BRANCIFORTI, M. C., ALVES, R. M. V., BRETAS, R. E. S. - J. Appl. Polym. Sci., **116**, p.3581, 2010.

CALLISTER, W.D.; Fundamentos da ciência e engenharia dos materiais: Uma abordagem integrada. Rio de Janeiro: LTC, 2012

IAMAMURA, R., Análise Comparativa da fadiga Mecânica em Compósitos de Polipropileno com Talco e Nanoargila. Dissertação de Mestrado apresentada à Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, São Paulo, 2010.

GIANELLI, I. A., FERNANDES, N.L., Polipropileno Reciclado Reforçado com Fibra de Buriti. Trabalho de Conclusão do Curso de Engenharia de Materiais da UPM, São Paulo-SP, 2016.

MACEDO, J.M, USSUI, V., LIMA, N.B., MIRANDA, L.F., FALDINI, S.B., KIYOHARA, P.K., MUNHOZ JR. A.H., Estudo da síntese de alumina pelo processo sol-gel utilizando planejamento experimental fatorial 2ⁿ. Relatório de Pesquisa. Universidade Presbiteriana Mackenzie, São Paulo – SP, 2007.

MARCOS, K. N. P, Área Específica. Morfologia e Estrutura de Alumina obtidas a partir de alguns Precursores. Tese de Doutorado apresentada a USP. São Paulo, SP, Brasil, 2008.

MASSON, T.J., Desenvolvimento e Reciclagem do Termoplástico Polipropileno Modificado pela Presença de Cargas Híbridas. Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da Universidade Presbiteriana Mackenzie, São Paulo, 1998.

MIRANDA, L. F., SILVEIRA, L. H., ANDRADE E SILVA, L. G., A. H. MUNHOZ JR, A. H. Irradiation of a Polypropylene-glass Fiber Composite. *Advances in Science and Technology Online: 2010-10-27, ISSN: 1662-0356, Vol. 71, pp 138-144* © 2010 Trans Tech Publications, Switzerland. doi:10.4028/www.scientific.net/AST.71.138

MONTEIRO, S.N.; LOPES, F.P.D.; MOTTA, L.C.; MARQUES, L.S.; PORTELA, T.G.R. (2009b) "Statistical analysis to characterize the uniformity of mechanical properties of buriti fibers". Proceedings of the Characterization of Mineral, Metals & Materials, TMS 2009, (San Francisco, CA, USA, March 2009) 1-8.

MUNHOZ JR, A. H., MIRANDA, L. F., UEHARA, G. N. *Study of pseudoboehmite by sol-gel synthesis*. AST - Advances in Science and Technology. , v.45, p.260 - 265, 2006.

MUNHOZ JR, A. H.; MARTINS, M. V. S.; USSUI, V.; CRUZ, K.; ZANDONADI, A. R.; MIRANDA, L.F. The influence of ageing in pseudoboehmites synthesis. *Materials Science Forum*. v. 727-728, p. 1795-1801, 2012.

REEBERG, J.H., SEBRAE - Unidade de Acesso a Mercado, Distrito Federal, Brasília, 2010.

SOUSA, J.A.; HAGE JR., E. Compósitos Termoplásticos. São Carlos: 2009.

TROMBETTA, E., Utilização de Fibra Natural de Pinus (serragem) como Reforço em Componentes Automotivos Compostos de Polipropileno. Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Mestrado em Engenharia Mecânica na Universidade Federal do Paraná. Curitiba, Paraná, Brasil, 2010.

ULLOA, M. E. P.; MIRANDA, L.F.; ANDRADE E SILVA, L.G., Ação da Radiação Ionizante em Compósito de Polipropileno/fibra de vidro “longa”. in Anais da International Nuclear Atlantic Conference - INAC 2007, 2007, Santos, 2007, E13-1718.

ZANATA, D., Polímeros Biodegradáveis. UFSC - Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos. Florianópolis, 2008.

ZANATTA, C. F.; URGATONDO, V.; MITJANS, M.; ROCHA-FILHO, P. A.; VINARDELL, M. P. Low cytotoxicity of creams and lotions formulated with Buriti oil (*Mauritia flexuosa*) assessed by the neutral red release test. *Food and Chemical Toxicology*, 46, 2776–2781, 2008.

ZEHEMEYER, G. Nanocompósitos de polipropileno/montmorilonita: Avaliação das propriedades e sua aplicação como embalagem de alimentos. Dissertação. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 2012. 100 f.