



13º CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS



NATAL - RN  
18 a 22 de outubro de 2015

## **AVALIAÇÃO MECÂNICA E MORFOLÓGICA DE DIFERENTES AGENTES DE ACOPLAMENTO EM COMPÓSITOS DE POLIPROPILENO COM FIBRA DE COCO**

**Luciano Pisanu<sup>1\*</sup> (M), Marcio Luis Ferreira Nascimento<sup>1</sup> (D), Josiane Dantas Viana Barbosa<sup>2</sup> (D), Joyce Batista Azevedo<sup>2</sup> (D), João Kenkiti Tan<sup>2</sup> (M) e Zora Ionara Gama dos Santos<sup>3</sup> (D)**

1- Universidade Federal da Bahia – UFBA, Campus de Ondina, Salvador – BA [luciano.pisanu@fieb.org.br](mailto:luciano.pisanu@fieb.org.br)

2 – Senai Cimatec, Av. Orlando Gomes, 1845 – Piatã. 41650-010 Salvador – BA – Brasil

3- Universidade Federal de Sergipe, Cidade Universitária, Jardim Rosa Elze. 49100-000 – SE- Brasil

**Resumo:** Compósitos reforçados com fibras naturais é um campo da ciência dos materiais que tem sido largamente estudado. A fibra de coco apresenta baixo custo associado à baixa densidade, boas propriedades mecânicas além de facilidade de impregnação em polímeros. Este trabalho teve como objetivo selecionar um agente de acoplamento que possa associar as melhores propriedades da fibra de coco a uma matriz polimérica de polipropileno. Para isso, foram estudados três tipos de agentes de acoplamento: i) polietileno funcionalizado com anidrido maleico, ii) polipropileno funcionalizado com anidrido maleico, e iii) um composto à base de polietileno com agente de acoplamento e aditivos de processamento. Foram avaliadas as propriedades mecânicas e morfológicas dos compósitos utilizando 30% de fibra de coco e 6% de compatibilizantes em peso na matriz polimérica. Os melhores resultados foram para o agente de acoplamento com base em polipropileno e estão de acordo com imagens obtidas via microscopia, onde se verificou uma adesão mais efetiva das fibras com o polímero.

**Palavras-chave:** *materiais compósitos, fibra naturais, coco, polipropileno, agentes de acoplamento*

### ***MECHANICAL AND MORPHOLOGICAL EVALUATION OF DIFFERENT COUPLING AGENTS IN POLYPROPYLENE COMPOSITES WITH COCONUT FIBER***

#### **Abstract:**

Composites reinforced with natural fibers are a part of materials science that has been widely studied. The coconut fiber has a low cost associated with low density, good mechanical properties, and the ease of impregnation in polymers. This work aimed to select a coupling agent that can associate the best properties of coconut fiber to a polymer matrix of polypropylene. For that purpose, we studied three types of coupling agents: i) polyethylene functionalized with maleic anhydride, ii) polypropylene grafted with maleic anhydride, and iii) a polyethylene based compound with a coupling agent and processing additives. The mechanical and morphological properties of composites using 30% coconut fiber and 6% of compatibilizers by weight in the polymer matrix were evaluated. The best results were using the coupling agent based on polypropylene and are in agreement with images obtained by microscopy, where there was a more effective adhesion of the fibers with the polymer.

**Keywords:** *composite materials, natural fiber, coconut, polypropylene coupling agents*

#### **Introdução**

A utilização de plásticos reforçados com fibras vegetais para obtenção de materiais ditos “*eco friendly*” tem conquistado o mercado de produtos fabricados antes somente com polímeros. O desenvolvimento de novos compósitos nesta área tem se mostrado vantajoso a partir de um ponto de vista tecnológico pelo baixo custo das fibras e facilidade no processamento [1]. O aspecto de preservação ambiental atribuído a estes novos materiais também contribuiu com um rápido crescimento no mercado de termoplásticos. Recentemente, tem ocorrido um aumento nas aplicações industriais de compósitos contendo fibras vegetais em diversas áreas como na obtenção de

componentes automotivos, utilidades domésticas, eletrônicos, entre outros, motivando pesquisadores a desenvolver novos materiais biosustentáveis [2]. Compósitos poliméricos, também denominados plásticos reforçados, são materiais formados por uma matriz polimérica e uma fase dispersa, normalmente uma fibra. Entre as vantagens dos compósitos poliméricos com fibras naturais estão: baixa densidade, baixa abrasividade e boas propriedades mecânicas, quando comparados aos materiais convencionais de engenharia [3]. As fibras vegetais são fontes renováveis e podem ser consideradas ilimitadas, além de biodegradáveis, característica fundamental no descarte do produto ao final de sua vida útil. Por apresentar grande biodiversidade, tais fibras representam uma nova fonte de renda para a população rural, podendo evitar o enorme êxodo rural, verificado principalmente nas regiões norte e nordeste do país [4]. Em particular, a segunda atividade em importância socioeconômica no cultivo do coco é o beneficiamento das fibras oriundas da casca. Um coco fornece em média 70 gramas de fibra extraídas do mesocarpo da fruta, sendo que da etapa de desfibramento, somente 25% da casca é revertida em fibras multidimensionais aproveitáveis para formulação de compósitos poliméricos, sendo os restantes 75% considerados resíduos utilizados experimentalmente como adubo [5]. A fibra de coco possui coloração uniforme, elasticidade, durabilidade, resistência à tração e à umidade, oferecendo muitas possibilidades de utilização como matéria-prima natural para a indústria e artesanato. A alta resistência à decomposição pela água e pela ação bacteriana apresentada por esta fibra, adicionada à facilidade de impregnação com polímeros torna o compósito com fibra de coco uma alternativa para produtos estruturais. O alto conteúdo de tanino e lignina da casca torna o produto indicado também para a produção de substâncias usadas como adesivos para madeira e emulsificantes [6].

É comum encontrar vários artigos na literatura sobre a utilização de fibras naturais a fim de obter soluções tecnológicas para sua aplicação em larga escala. A proposta deste trabalho consiste na investigação de alguns tipos de aditivos comerciais contendo agentes de acoplamento (fixando em 6% em peso destes), na tentativa de buscar qual seria o mais adequado para a fabricação de um compósito com matriz polimérica de polipropileno e 30% de fibras de coco secas. Para a investigação foram realizados testes de propriedades mecânicas sob tração e impacto, além de caracterizações por microscopia eletrônica de varredura (MEV) como forma de verificar a adesão entre fibra e matriz.

## **Experimental**

A formulação dos compósitos e sua caracterização foi realizada no Laboratório de Transformação de Plásticos do Senai Cimatec, Salvador-BA.

### *Materiais*

Foi utilizada uma fibra de coco pré-lavada e seca ao tempo, fornecida pela empresa Frysk, instalada na região de Conde, Estado da Bahia. A matriz polimérica foi o Polipropileno EP440L, com fluidez de 6,0 g/10min, fornecido pela Braskem, do tipo copolímero heterofásico de eteno com excelente balanço de propriedades mecânicas. Com a finalidade de melhorar a interação ou ligação entre o polímero e as cargas contidas no composto foram utilizados 3 marcas comerciais de compatibilizantes para poliolefinas: *i*) Orevac CA 100, um polipropileno funcionalizado com baixo teor de anidrido maleico; *ii*) Orevac 18507 um polietileno também funcionalizado com anidrido maleico (ambos fornecidos pela empresa Arkema); *iii*) Cesa® Mix PEA0601031, que utiliza como matriz o polietileno e um concentrado de vários aditivos (lubrificantes, agente de acoplamento, anti UV e agente estabilizante antioxidante), que tem como objetivo modificar a energia superficial da fase dispersa dos compósitos atuando como agente compatibilizante, além de atuar como lubrificante, melhorando a processabilidade.

### *Métodos*

Com o intuito de avaliar qual a composição que forneceria melhor adesão da fibra vegetal ao polímero foram desenvolvidas 4 formulações. As fibras foram trituradas em um moinho de facas com peneira de 5mm e secas a uma temperatura de 110°C em uma estufa com circulação de ar marca PALLEY durante um período de 24 horas. A composição planejada de 5 kg para cada formulação foi pesada em uma balança semi analítica modelo 9094c fabricada pela TOLEDO, garantindo as devidas porcentagens em peso da mistura, como visto na Tabela 1.

Tabela 1- Formulações utilizadas na preparação das amostras (% em peso).

Formulações	PP EP 440L (%)	Fibra Coco (%)	Orevac CA 100 (%)	Orevac 18507 (%)	Cesa® Mix (%)
Formulação 1	70	30	0	0	0
Formulação 2	64	30	6	0	0
Formulação 3	64	30	0	6	0
Formulação 4	64	30	0	0	6

Após a pesagem foi realizada uma pré-mistura por tamboreamento; em seguida as composições foram alimentadas numa extrusora dupla rosca co-rotante Imacom; modelo DRC 30:40 IF com diâmetro de rosca de 30 mm e razão  $L/D = 30$ . O processamento dos compósitos ocorreu a uma velocidade da rosca de 140 rpm e temperatura da massa de 184 °C. Os compósitos foram secos a 100°C por um período de 8 horas e pelo processo de injeção foram preparados corpos de prova segundo as normas ISO 527 para o ensaio de resistência a tração e impacto IZOD.

#### Caracterização dos Compósitos

Os testes sob tração foram efetivados para se observar a influência da fibra de coco em propriedades como rigidez e resistência à tração, segundo a norma ISO 527. Os ensaios foram conduzidos em máquina universal de ensaios Emic Modelo DL 2000, a uma velocidade de deformação de 10 mm/min. O ensaio de resistência ao impacto IZOD foi conduzido em uma máquina modelo Emic, com martelo de 2,7 J, segundo a norma ISO 180. Foram realizados ensaios com 5 corpos de prova para cada composição (em média). A morfologia das superfícies de fratura por criogenia dos compósitos foi avaliada utilizando um microscópio eletrônico de varredura marca Jeol brand, model JSM - 6510LV.

#### Resultados e Discussão

As propriedades mecânicas de tensão na força máxima, tensão e deformação na ruptura, módulo de elasticidade sob tração e impacto IZOD estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Valores medidos de propriedades mecânicas sob tração e flexão para as formulações deste estudo.

Formulação do compósito	Tensão na Força Máxima (MPa)	Tensão na Ruptura (MPa)	Deformação na Ruptura (%)	Mód. Elástico sob Tração (MPa)	Resistência ao Impacto IZOD (J/m <sup>2</sup> )
PP - EP440 L	17,18 ± 0,12	14,6 ± 1,2	228,4 ± 115,1	902,6 ± 35,2	39,87 ± 0,52
Fibra de Coco	88,9 ± 20,6	88,2 ± 20,4	22,2 ± 8,0	1992 ± 374	–
PP+ FC	16,95 ± 0,29	14,32 ± 0,57	3,56 ± 0,60	1608 ± 63	11,60 ± 0,41
PP + FC + Orevac CA 100	22,35 ± 0,32	21,51 ± 0,30	4,26 ± 0,26	1529,7 ± 23,7	13,30 ± 1,03
PP + FC + Orevac 18507	17,41 ± 0,22	13,60 ± 0,77	3,90 ± 0,53	1398 ± 79	15,40 ± 1,14
PP + FC + Cesa Mix	16,17 ± 0,29	13,45 ± 0,44	5,26 ± 0,98	1302 ± 55	13,85 ± 1,21

Os valores do ensaio mecânico para a fibra de coco apresentaram um desempenho mecânico superior quando comparado à matriz polimérica utilizada para o compósito. Analisando os resultados de

tensão na força máxima, o melhor resultado obtido para os compósitos foi utilizando o aditivo com Orevac CA 100. A interação do polipropileno funcionalizado com anidrido maleico neste compósito proporcionou uma maior interação com a fibra na matriz polimérica e pode transmitir parte de sua rigidez, como era esperado. Nos ensaios utilizando compósitos com Orevac 18507 e Cesa® Mix, que possuem base de polietileno, a interação do aditivo com a matriz de polipropileno não foi satisfatória, não sendo observadas variações significativas tanto na Tensão na Força Máxima quanto na Tensão na Ruptura. É possível que tenha ocorrido uma incompatibilidade com a matriz polipropileno, mesmo este sendo heterofásico, mas tal resultado requer maiores investigações. O compósito sem aditivos obteve aumento na rigidez, a partir dos resultados do módulo elástico sob tração, o que de fato impediu uma maior deformação na ruptura. Pode-se atribuir o resultado ao impedimento da movimentação das cadeias da matriz polimérica [7], e tem sido particularmente observada em algumas pesquisas utilizando fibras vegetais com compósitos de polipropileno [8]. Já o compósito aditivado com Cesa® Mix apresentou a maior deformação até a ruptura, e isto possivelmente ocorreu devido à participação do aditivo agindo enquanto lubrificante. Com base nos resultados de Impacto IZOD foi possível observar que todos os compósitos aditivados com Orevac e Cesa® Mix, com destaque para o Orevac 18507, apresentaram resultados superiores ao compósito sem aditivção, o que sinaliza que o agente de acoplamento deve ter interagido mais fortemente com as fibras através de ligações covalentes fortes ou ainda via interações secundárias, acarretando uma melhor adesão interfacial entre o reforço da fibra de coco com a matriz polimérica de polipropileno [6]. No estudo de polímeros [9] é conhecido na literatura que adição de reforços convencionais pode contribuir para o aumento da rigidez do material, e ao mesmo tempo, a redução na resistência ao impacto. Para melhor compreensão dos resultados obtidos das propriedades mecânicas, as amostras fraturadas por criogenia foram submetidas ao MEV, onde foi possível avaliar a eficiência do processo de dispersão da carga celulósica na matriz termoplástica e a capacidade de molhamento da superfície da fibra. A Fig. 1 (a) mostra no compósito sem aditivo a presença de vazios e deslocamento das fibras, o que indica a existência de uma baixa afinidade da matriz polimérica com as fibras de coco. A imagem da Fig. 1 (b) indica uma adesão parcial no compósito utilizando Orevac 18507, pois se verificou a existência de espaços vazios na região interfacial entre fibra e matriz, com algumas fibras aderidas ao polímero e ainda apresentando uma superfície porosa de fratura da fibra. O mesmo comportamento pode ser observado para o compósito com Cesa® Mix da Fig. 1(c), onde observou-se a fraca adesão entre a matriz hidrofóbica e a fibra de coco. A Fig. 1(d) apresenta o comportamento verificado em compósitos compatibilizado com Orevac CA 100, no qual, devido à influência do agente de compatibilização, não foi possível evidenciar vazios e sinais de arrancamento da fibra. As imagens mostraram que efetivamente ocorreu a quebra da fibra, o que confirma os resultados de ensaios mecânicos pela melhor compatibilização entre a fibra e a matriz polimérica. Tais micrografias estão de acordo com os resultados obtidos nos testes mecânicos, onde as amostras compatibilizadas apresentaram um incremento de resistência em relação às composições não compatibilizadas [6].

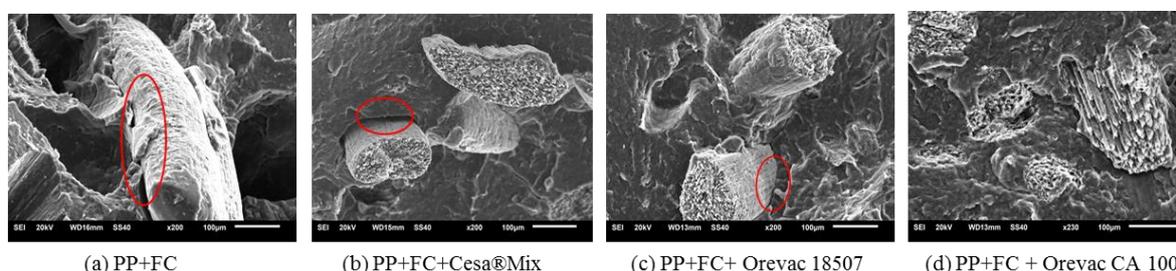


Figura 1 – Imagens de MEV: (a) sem aditivos; (b) Cesa® Mix; (c) Orevac 18507; e (d) Orevac CA 100. Os círculos vermelhos nas imagens destacam a falha na interação fibra-matriz.

## Conclusões

Os resultados dos testes de tração evidenciaram a ação positiva dos compatibilizantes, especialmente o Orevac CA 100, por meio do aumento da resistência à tração na força máxima e na ruptura. A tenacidade à fratura dos compósitos em impacto apresentaram reduções significativas na presença do compatibilizante independente do tipo utilizado. As análises de superfícies fraturadas por MEV também apresentaram evidências conclusivas sobre o aumento da capacidade de molhamento da fibra celulósica pela resina polimérica na presença do agente compatibilizante. A melhora na adesão interfacial evidenciada por MEV e pelo incremento nas propriedades mecânicas apontaram a composição Orevac Ca 100 como a de melhor desempenho na adesão das fibras de coco com a matriz de polipropileno heterofásico.

### **Agradecimentos**

Agradecimento aos discentes de iniciação científica Marcus Venicius e Rafael Vasconcelos, ao Senai Cimatec pela infraestrutura fornecida e à empresa Frysk pela doação das fibras de coco.

### **Referências Bibliográficas**

- [1] R. M. Leão, “Tratamento Superficial de Fibra de Coco e Aplicação em Materiais Compósitos como Reforço do Polipropileno,” Universidade de Brasília, Brasília, 2012.
- [2] O. Faruk, A. K. Bledzki, H.-P. Fink, and M. Sain, “Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010,” *Prog. Polym. Sci.*, vol. 37, no. 11, pp. 1552–1596, Nov. 2012.
- [3] S. Contant, L. M. F. Lona, and V. M. A. Calado, “Predição do Comportamento Térmico de Tubos Compósitos Através de Redes Neurais,” vol. 14, pp. 295–300, 2004.
- [4] A. L. Marinelli, M. R. Monteiro, and J. D. Ambrósio, “Desenvolvimento de Compósitos Poliméricos com Fibras Vegetais Naturais da Biodiversidade : Uma Contribuição para a Sustentabilidade Amazônica,” vol. 18, pp. 92–99, 2008.
- [5] D. Duarte, E. M. Imai., and P. M. Nii, “Fibras Naturais e Sua Aplicação na Arquitetura,” *Web Page*, 2009. Available: [Http://www.usp.br/fau/cursos/graduacao/arq\\_urbanismo/disciplinas/aut0221/Trabalhos\\_Finais\\_2009/Fibras\\_Naturais.pdf](http://www.usp.br/fau/cursos/graduacao/arq_urbanismo/disciplinas/aut0221/Trabalhos_Finais_2009/Fibras_Naturais.pdf)>.
- [6] M. F. Rosa, E. N. Ito, U. Federal, P. De Pós-graduação, E. Instrumentação, A. Embrapa, S. C. Sp, E. Agroindústria, T. Embrapa, and F. Ce, “CARACTERIZAÇÃO DE COMPOSITOS POLIETILENO DE BAIXA DENSIDADE ( PEBD ) E FIBRAS DE COCO ( FC ): EFEITO DO TRATAMENTO SUPERFICIAL DAS FIBRAS E DO AGENTE DE COMPATIBILIZAÇÃO,” *11º Congr. Bras. Polímeros*, vol. 11, pp. 5603–5608, 2011.
- [7] T. S. Alves, R. Barbosa, L. H. De Carvalho, E. L. Canedo, and C. Grande, “INFLUÊNCIA DO TEOR DE FIBRA NA MORFOLOGIA E PROPRIEDADES,” *11º Congr. Bras. Polímeros*, vol. 11, pp. 3716–3721, 2011.
- [8] E. F. Santos, M. Moresco, S. M. L. Rosa, and S. M. B. Nachtigall, “Extrusão de Compósitos de PP com Fibras Curtas de Coco : Efeito da Temperatura e Agentes de Acoplamento Extrusion of PP Composites with Short Coir Fibers : Effect of Temperature and Coupling Agents,” vol. 20, pp. 215–220, 2010.
- [9] C. A. Correa and N. P. Carla, “Compósitos Termoplásticos com Madeira,” *Polim. Ciência e Tecnol.*, vol. 13, no. n<sup>o</sup> 3, pp. 154–165, 2003.