

As fibras naturais são adicionadas à matriz polimérica visando melhorar suas propriedades e reduzir custos da composição polimérica e/ou a geração de efluentes (GOWDA et al., 2018). A utilização das fibras vegetais como reforço em comparação as cargas inorgânicas, possuem muitas vantagens, tais como: obtenção de materiais de baixa densidade, menor abrasão durante processamento, altos níveis de preenchimento que resultam em aumento na rigidez, elevado módulo específico, aumento na durabilidade (MANRAL, 2021). Além disso, as fibras naturais são biodegradáveis, provenientes de fontes renováveis de energia de grande disponibilidade e de baixo custo. Além das fibras vegetais tradicionais como: sisal, coco e juta, o Brasil possui um grande número de outras espécies fibrosas que possuem potencial para serem utilizadas como reforço em compósitos poliméricos. Outras fibras naturais de grande interesse são aquelas provenientes de resíduos agrícolas, como é o caso das fibras provenientes da Palmeira-real (*Archontophoenix cuneangulata*).

A Palmeira-real é cultivada para a produção de palmito. Após a extração do palmito, uma grande quantidade de fibra é lançada no meio ambiente como resíduo (SCHMITZ et al., 2019). A utilização da fibra da Palmeira-real para produção de compósitos é uma alternativa que visa a produção de materiais com valor agregado, além do benefício ambiental.

Neste sentido buscou produzir e caracterizar os compósitos a partir do polipropileno reciclado e fibra de Palmeira-real proveniente da produção de palmito visando o aproveitamento do polímero pós-consumo e do resíduo agroindustrial. Os compósitos formulados foram avaliados quanto à resistência mecânica, estabilidade térmica e morfologia.

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais

Neste estudo foram utilizados polipropileno H301(virgem), fornecido pela Empresa Afimex - São Carlos - SP, polipropileno reciclado fornecido Empresa SS Plásticos - Londrina - PR, fibra da Palmeira-real fornecidas pelo Sítio São Pedro - Guarapiranga - SP.

Processamento dos materiais

As fibras da Palmeira-real utilizadas foram retiradas de seu caule, após o desbaste no processo de obtenção do palmito. As fibras foram expostas à luz solar por 24 horas para secagem e posteriormente moídas em um moinho de facas tipo Wiley Star FT-50. As fibras apresentaram comprimento entre 0,2 a 0,9 mm.

O polipropileno reciclado na forma de *flakes* foi submetido a pré-secagem a luz solar por 5 horas, com temperatura entre 25°C e 28°C e posteriormente seco em estufa a temperatura entre 60°C e 71°C por 48 horas. Após a secagem, o polipropileno reciclado foi moído em um moinho de facas tipo Wiley Star FT-50 e penetrado para obter *flakes* com comprimento médio de 4,8 mm. O polipropileno H301 virgem foi utilizado na forma de *pellets*, como recebido da empresa fornecedora.

Foram obtidos *pellets* dos materiais compósitos PP H301 e PP reciclado com fibra da Palmeira-real. A proporção de fibra de Palmeira-real foi de 20% em massa nos compósitos. A proporção de fibra foi determinada em testes preliminares como uma maior quantidade que podia ser adicionado ao PP com a adequada dispersão. Foi também obtido *pellets* do PP reciclado sem fibra. O processamento foi realizado em uma extrusora dupla rosca co-rotante da marca Extrudat Brasil. O equipamento operou nas seguintes condições: Zona 1 de aquecimento, 125°C, Zona 2 a 5 operando a 165°C, Zona 6 a 9 operando a 130°C, e a Zona 10 ou cabeçote a 165°C, com o alimentador do material a 30RPM, a rosca da extrusora a 200RPM, operando com 30 Nm de torque.

Os pellets extrudados foram injetados em uma a injetora Romi Plástica 130 toneladas. As condições de processamento foram: perfil médio de temperatura 155/160/170/170/70 °C, contra pressão de 40 bar, velocidade de dosagem de 12 cm/s, pressão de injeção 620 bar, velocidade de injeção de 20 cm/s, pressão de rescalque de 560 bar, tempo de rescalque 12 s, tempo de resfriamento 60 s, temperatura do molde 40 °C.

A composição e a nomenclatura dos materiais compósitos obtidos são mostradas na Tabela 1.

Tabela 1. Nomenclatura e composição dos corpos de prova injetados.

Nomenclatura	Composição (% em massa)
PP H301(100)	PP H301 (100%)
PP1(80)/FPR(20)	PP reciclado (80%) /Fibra Palmeira-real (20%)
PPH301(80)/FPR(20)	PP H301(80%) /Fibra Palmeira-real (20%)
PPr1(100)	PP reciclado (100%)

Ensaio de Tração

Os corpos-de-prova foram confeccionados de acordo com a norma ASTM D-638. Os ensaios foram realizados em uma máquina universal de ensaios Shojin WDW-100E, com a distância entre garras(1) correspondente a 115 mm, velocidade de ensaio de 50 mm/min e célula de carga de 50 kN, de acordo com a norma ASTM D-638.

Ensaio de Impacto IZOD

Para o ensaio de impacto para as 4 amostras (PP H301, PP reciclado/Fibra Palmeira-real, PP H301/Fibra Palmeira-real, PP reciclado) foi utilizado o equipamento de ensaio de impacto digital de CEAST com martelo de 2J a temperatura de 23°C com espalte de 2,5mm segundo a Norma ASTM D-256.

Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)

A análise por calorimetria exploratória diferencial (DSC), foi feita no equipamento Shimadzu DSC-60. Aproximadamente 4,8 mg da amostra foi aquecida de 25°C até 250°C na primeira etapa e posteriormente resfriada em temperatura ambiente até 25°C, e aquecido novamente até 250°C em panela de alumínio com taxa de aquecimento de 10°C/min e fluxo de nitrogênio de 20mL/min. O índice de cristalinidade na fusão (X_c) das amostras foi calculado utilizando a expressão conforme Equi¹

$$X_c = \left(\frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^0} \right) \times 100$$

Onde o ΔH corresponde ao valor de entalpia das amostras na região da fusão. O ΔH⁰ corresponde ao valor de entalpia de fusão para o PP 100% cristalino com valor de 190 J/g.

Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM)

As amostras (PP H301, PPH301/Fibra Palmeira-real, PP reciclado e PP reciclado/Fibra Palmeira-real) foram criofraturadas. As fibras da Palmeira-real foram colocadas sobre o porta amostra com fita de carbono condutora. As amostras foram metalizadas com uma fina camada

de ouro e as imagens foram obtidas em microscópio FEI modelo quanta 200, com potência do feixe de elétrons de 20 kV

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os valores médios da resistência a tração, módulo de elasticidade e deformação até a ruptura, calculados a partir das curvas tensão-deformação, estão apresentados na Tabela 2. O PP reciclado apresentou menores valores de resistência a tração, módulo de elasticidade e deformação na ruptura em relação ao PP H301, devido aos múltiplos reprocessos em que os polímeros reciclados passaram, ocasionando a quebra das cadeias poliméricas. A adição da fibra ao PP H301 virgem causou diminuição de aproximadamente 6% na resistência a tração, e para o PP reciclado a adição da fibra não causou variação significativa na resistência a tração.

Tabela 2. Valores médios de resistência a tração, módulo de elasticidade e deformação na ruptura para as amostras: PP H301(100), PPH301(80)/FPR(20), PPr(100) e PPr(80)/FPR(20)

Amostra	Ensaio de tração			Ensaio de Impacto IZOD
	Resistência a tração (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)	Deformação na ruptura (%)	
PP H301(100)	34,8 $\pm$ 0,3	1398 $\pm$ 0,3	11,8 $\pm$ 0,3	32,6
PPH301(80)/FPR(20)	33,6 $\pm$ 0,3	1385 $\pm$ 0,3	11,6 $\pm$ 0,3	35,35
PPr(100)	25,3 $\pm$ 0,4	917 $\pm$ 0,6	5,3 $\pm$ 0,6	34,10
PPr(80)/FPR(20)	25,4 $\pm$ 0,4	1471 $\pm$ 0,5	5,6 $\pm$ 0,5	35,80

Esses resultados indicam baixa adesão entre as fibras da Palmeira-real e as matrizes poliméricas de PP H301 e PP reciclado. Isso ocorre devido à incompatibilidade inerente entre as fibras hidrofílicas e a matriz polimérica hidrofóbica resultando na fraca adesão das fibras a matriz fazendo com que somente uma parcela dos esforços seja efetivamente transferida da matriz para as fibras de reforço, confirmado pelas micrografias do MEV (Figura 2b-c) que demonstram os afastamentos interfacial entre a fibra e a matriz de polipropileno. É observado também que o módulo de elasticidade do PP H301 aumentou em 15% e a deformação na ruptura diminuiu 70% com a adição das fibras. O PP reciclado, após a inserção da fibra não apresentou variação significativa dos valores do módulo elástico, no entanto, esse apresentou redução de 65% na deformação, indicando que a fibra da Palmeira-real favoreceu a rigidez dos compósitos.

Na Figura 1 são apresentados os picos de cristalização e fusão das curvas obtidas pelas curvas de DSC para as amostras PP H301(100), PPH301(80)/FPR(20), PPr(100) e PPr(80)/FPR(20). As curvas obtidas apresentam um pico endotérmico (Pico 3), relativo a fusão do polipropileno, o qual apresentou um pequeno deslocamento de 160°C para 161°C para o PP H301 e de 161°C de 162°C para o PP reciclado com a inserção da fibra. Esse deslocamento na temperatura de fusão ocorre devido a presença da fibra que dificulta o recuoamento pelo aumento da viscosidade. Outro pico endotérmico (Pico 2) é observado a 120°C, para o PP reciclado e a 120 °C para o PP reciclado/Fibra Palmeira-real, o qual é provavelmente devido fusão do polietileno presente como contaminante que não foi separado durante o processo de reciclagem. O pico exotérmico (Pico 1) é referente a cristalização das amostras, é observado um pequeno deslocamento do pico de cristalização com a adição da fibra ao PP H301 e PP reciclado. O índice de cristalinidade (Xc) para as amostras PP H301(100), PPH301(80)/FPR(20), PPr(100) e PPr(80)/FPR(20) foram de 40%, 49%, 22% e 30%, respectivamente. O aumento do índice de cristalinidade nas amostras de PP H301 e PP reciclado quando inserida a fibra, pode ser explicado pelo fato da fibra atuar como um agente de nucleação para a cristalização do PP.

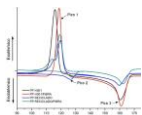


Figura 1. Curvas do ensaio de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) para as amostras: PP H301, PP H301/Fibra da Palmeira-real, PP reciclado e PP reciclado/Fibra da Palmeira-real

As fotos da microscopia eletrônica de varredura para as amostras da fibra da Palmeira-real e para os compósitos: PP H301/Fibra da Palmeira-real e PP reciclado/Fibra da Palmeira-real respectivamente, são mostradas nas Figuras 2a-c. A foto obtida para a fibra *in natura* (Figura 2a), mostra uma morfologia irregular que consiste em um feixe de várias fibras menores orientadas no sentido longitudinal com a presença de impurezas, a qual se deve ao fato de a fibra não ter passado por nenhum tratamento químico. As fibras apresentaram uma boa dispersão dentro da matriz. Nas Figuras 2b e 2c é possível observar a interação superficial entre o PP H301 e a Fibra da Palmeira-real. É possível visualizar uma interação deficiente entre a superfície da fibra com as matrizes de PPH301 e PP reciclado. A adesão entre a fibra e a matriz polimérica pode ser melhorada com um prévio tratamento na fibra.

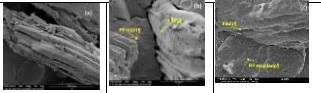


Figura 2. Microscopia eletrônica de varredura (SEM) para: (a) Fibra da Palmeira-real *in natura*, (b) PP H301/Fibra da Palmeira-real, (c) PP reciclado/Fibra da Palmeira-real

CONCLUSÕES

Foi possível obter compósitos de PP virgem (PP301) e PP reciclado com fibra de palmeira através do processamento por extrusão e injeção. A adição de 20% da fibra provocou aumento na rigidez dos compósitos em relação a matriz polimérica de PP. Foi observado também que que a inserção da fibra da Palmeira-real, não alterou substancialmente a temperatura de fusão e a cristalização do PPH 301 e do PP reciclado. A análise da morfologia dos compósitos mostrou boa dispersão das fibras na matriz, embora foi observada fraca adesão entre a fibra e a matriz. Os resultados indicaram que as fibras de palmeira apresentam potencial para reforçar a matriz de polipropileno, sendo que a adesão entre a matriz e as fibras FRP pode ser melhorada através da modificação química das fibras FRP ou através da adição de um compatibilizante.

Formatado: forte: Não Negrito

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem, respectivamente às Empresas Afinko - São Carlos - SP e SS Plásticos-Londrina- PR pela doação das amostras de polipropileno e polipropileno reciclado, ao DEMA/ UFSCar, ao CNPq pelo apoio técnico e financeiro.

REFERÊNCIAS

1. LAHTELA, V.; HYVÄRINEN, M.; KARKI, T. Composition of Plastic Fractions in Waste Streams: Toward More Efficient Recycling and Utilization. *Polymers*, v.11, n.1, p.69-74, 2019.

2. MERAN, C.; ÖZTÜRK, O.; YUKSEL, M. Examination of the possibility of recycling and utilizing recycled polyethylene and polypropylene, composition of Plastic Fractions in Waste Streams: Toward More Efficient Recycling and Utilization. *Materials & Design*, v.28, n.3, p. 701-705, 2007.

3. HOANG, T. Q. T.; LAGATTU, F.; BRILLAUD, J. Natural Fiber-Reinforced Recycled Polypropylene: Microstructural and Mechanical Properties. *J. Reinforc. Plast. Compos.*, v.29, n.26, 209-217, 2010.

4. GOWDA, V. T. G.; SANJAY, M. R.; BHAT, S. K.; MADHU, P.; SETHAMURUGANAN, P.; OGESHA, B. [Polymer matrix-natural fiber composites: An overview, *Cognit. Eng.*, v.5, n.1, p.1-15, 2018.

5. MANJAL, A.; RAJPAI, P. K.; AHMAD, F.; JOSHI, R. Processing of sustainable thermoplastic based biocomposites: A comprehensive review on performance enhancement, *J. Clean. Prod.*, v. 316, p.1-15, 2021.

OBTAINMENT AND CHARACTERIZATION OF POLYPROPYLENE RECYCLED COMPOSITE WITH ROYAL PALM FIBER (ARCHONTOPHOENIX CUNNINGHAMIANA)

ABSTRACT

In this work, the composite materials of polypropylene (PP) with the fiber of the Australian Royal Palm (Archontophoenix cunninghamiana) (FPP) were obtained by extrusion and injection. The content of fibers in the composites was 20% by mass in relation to recycled PP (PP- (100)) and virgin PP (H0) (PP H00(100)). The composite samples were analyzed by tensile test, IZOD impact test, differential scanning calorimetry (DSC) and scanning electron microscopy (SEM). The addition of FPP fibers in recycled PP and virgin PP matrix composites increased Young's Modulus, whereas elongation at break decreased and ultimate tensile strength remained nearly constant. The impact strength values of composites were higher than the PP matrix composites. Differential scanning calorimetry (DSC) showed that the insertion of Royal Palm fiber to PP (H0) and recycled PP does not substantially alter the melting and crystallization temperature. Scanning electron microscopy (SEM) revealed good dispersion of the FPP fibers into the polymer matrix composites, although weak adhesion between fibers and PP matrix composites were observed.

Keywords: Polymers; composites; natural fibers; polypropylene recycled