

EFEITO DO REPROCESSAMENTO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE COMPÓSITOS DE POLIPROPILENO COM FIBRA DE BAMBU¹

Giuliano Capecchi²
Baltus Cornelius Bonse³

Resumo

Foram acompanhadas, ao longo de oito ciclos de reprocessamento, propriedades mecânicas de compósitos de polipropileno (PP) reforçados com 40% em massa de fibra de bambu compatibilizados com 4% em massa de polipropileno enxertado com anidrido maleico (PPgMA). Os compósitos foram preparados em extrusora dupla rosca co-rotacional, granulados e subsequentemente injetados. O reprocessamento consistia em triturar o material injetado em moinho de facas e injetá-lo novamente nas mesmas condições. Para fins de comparação a matriz PP foi submetida às mesmas condições de processamento. Ao comparar o compósito virgem com o compósito reprocessado oito vezes, foram observadas quedas nas seguintes propriedades: em torno de 3% para a temperatura de deflexão ao calor (HDT), 8% para o módulo em tração, 10% para a resistência e módulo em flexão, 13% na resistência à tração, 32% na resistência ao impacto e 92% na vida em fadiga sob esforço cíclico de tração-compressão. Análises por microscopia eletrônica de varredura evidenciaram quebra da fibra com o reprocessamento, porém não mostraram diferenças significativas na adesão fibra-matriz entre o compósito virgem e os reprocessados.

Palavras-chave: Reprocessamento; Compósito; Fibras de bambu; Polipropileno.

EFFECT OF REPROCESSING ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF BAMBU FIBER REINFORCED POLYPROPYLENE COMPOSITES

Abstract

The mechanical properties of polypropylene (PP) composites reinforced with 40 wt% bamboo fiber compatibilized with 4 wt% maleic anhydride grafted polypropylene (PPgMA) were monitored over eight reprocessing cycles. Composites were prepared in a co-rotational twin screw extruder, pelletized and subsequently injection molded. Reprocessing consisted of grinding the injection molded material in a knife mill and re-injecting it under the same conditions. For comparison PP was subjected to the same processing and reprocessing conditions. When comparing the virgin composite with the eight times reprocessed composite, the following properties showed reduction in: around 3% in the heat deflection temperature (HDT), 8% in tensile modulus, 10% in flexural strength and modulus, 13% in tensile strength, 32% in impact strength and 92% in fatigue life under cyclic tension-compression loading. Scanning electron microscopy (SEM) analyses evidenced fiber damage after reprocessing, however no significant difference in fiber-matrix adhesion was observed between virgin and reprocessed composites.

Keywords: Reprocessing; Composite; Bamboo fiber; Polypropylene.

¹ Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Graduando em Engenharia Mecânica, Centro Universitário da FEI, São Bernardo do Campo, Brasil.

³ Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos, Prof. Dr. do Departamento de Materiais do Centro Universitário da FEI, São Bernardo do Campo, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Com baixo custo de manufatura, as fibras naturais tornam-se atrativas frente às fibras sintéticas, dando origem aos compósitos naturais.⁽¹⁾ As principais vantagens das fibras naturais são: baixo custo de obtenção, baixa densidade, menor desgaste dos equipamentos de processamento, são renováveis, não tóxicas, além de possuir boas propriedades mecânicas.⁽²⁾ Os aspectos negativos são a baixa temperatura de degradação; as fibras têm que ser processadas abaixo de 200°C, falta de homogeneidade nas propriedades físicas e mecânicas, dependendo das condições naturais e de plantio e alta absorção de umidade.⁽³⁾ Como o PP pode ser facilmente processado abaixo de 200°C é um ótimo candidato como matriz para estes compósitos, além de ser facilmente obtido, de baixo custo e ter boas propriedades mecânicas. Entretanto, a diferença em polaridade entre o PP hidrofóbico e o bambu hidrofílico resulta em compósitos incompatíveis que não servem para ser utilizados em peças estruturais, necessitando-se assim de agentes compatibilizantes, tais como PP graftizado com anidrido maleico (PPgMA), que reduzem as tensões interfaciais e melhoram a adesão entre o polímero e a fibra.

Para avaliar até que ponto estes compósitos podem ser considerados recicláveis, o atual trabalho teve por objetivo preparar e estudar a reprocessabilidade de compósitos de polipropileno reforçado com 40% em massa de fibras de bambu com 4% em massa de agente compatibilizante. As propriedades físicas e mecânicas destes compósitos foram acompanhadas ao longo de oito ciclos de reprocessamento.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Materiais

Foi utilizado polipropileno (PP) fornecido pela empresa Quattor (Mauá, Brasil) na forma de grânulos (pellets) sob o código KM 6100, com densidade de 0,905 g/cm³ e índice de fluidez (IF) de 3,1 g/10min (230°C e 2,16 kg).

Como agente compatibilizante utilizou-se polipropileno graftizado com anidrido maleico (PP-g-MA) sob o código Polybond 3200, adquirido da Crompton-Uniroyal Chemical (São Paulo, Brasil), com densidade de 0,91 g/cm³ e IF = 110 g/10 min a 190°C e 2,16 kg.

As fibras de bambu eram provenientes de refugos de uma empresa de laminados de bambu.

2.2 Métodos

Primeiramente, efetuou-se uma pré-mistura contendo 40% em massa de fibra de bambu previamente seca em estufa a 105°C por 12 horas, 4% em massa do agente compatibilizante e 56% de polipropileno num misturador de alta rotação. A massa total misturada foi de 8 kg. A mistura foi alimentada a uma extrusora dupla rosca da Thermo Scientific Haake PolyLab OS RheoDrive modelo PTW 16. Seu perfil de temperatura foi determinado de forma a superar a temperatura de fusão do PP sem, no entanto, atingir a temperatura de degradação da celulose. O perfil de temperatura da extrusora a partir da zona de alimentação até a saída da matriz foi: 170°C; 180°C; 175°C; 190°C; 180°C; 185°C. Sua alimentação foi a uma taxa de 12%, e a velocidade de rotação da rosca foi de 250 rpm.

O material extrudado na forma de cordão foi resfriado por um ventilador, para evitar a absorção de umidade que haveria se ele fosse resfriado em água. Por último, o material extrudado passou por um granulador de facas para a produção de grânulos. Os grânulos foram injetados na forma de corpos de prova para ensaios de tração, impacto e flexão numa injetora Battenfeld HM 60/350, nas seguintes condições: pressões de injeção e recalque, respectivamente, de 700 bar e 560 bar; temperatura do bico, das outras zonas e do molde, respectivamente, 198°C, 193°C e 70°C. Dos corpos injetados, separou-se 1/9 parte para ensaios e o restante foi picotado num moinho de facas KIE da linha MAK. O material picotado foi seco novamente na estufa a 105°C por 12 horas. Em seguida foi injetado novamente, utilizando os mesmos parâmetros da primeira injeção. Dos novos corpos injetados, separou-se 1/8 parte para ensaios e o restante foi picotado. Os processos de secagem, injeção, separação e picotamento foram repetidos outras oito vezes; em cada ciclo foi separado “1/(9-i)” parte de corpos de provas para ensaios, onde i é o número de vezes que o material foi injetado, sendo que no oitavo ciclo a totalidade dos corpos (1/1) foi separada para ensaios. Todos os procedimentos foram repetidos para o PP virgem, para fins de controle.

2.3 Ensaios

Todos os ensaios foram realizados nos laboratórios de materiais do Centro Universitário da FEI em São Bernardo do Campo; os ensaios de tração e de flexão foram realizados em máquina de ensaios universal Instron 5565 a 5 mm/min e 1,3 mm/min, segundo ASTM D638 e D790, respectivamente. Os ensaios de impacto foram realizados em máquina de impacto analógica Charpy VEB Werkstoff Prüfmaschinen Leipzig, segundo ASTM D 6110. O HDT foi feito no equipamento CEAST HDT 6 Vicat, com distância entre apoios de 100 mm e taxa de aquecimento de 2°C/mim até 0,25 mm de deflexão exercendo assim 1,82 MPa de tensão. Os ensaios de fadiga foram feitos em uma máquina universal de ensaio MTS sob esforço cíclico tração-compressão, com cargas máxima e mínima de 1.400 N e 50 N, respectivamente, e frequência de 6 Hz. A carga máxima ajustada foi estabelecida em um valor inferior ao limite de escoamento do material, mantendo a condição do ensaio no regime elástico. Vale ressaltar que não poderia ser adotado zero como carga mínima, pois o corpo de prova deveria estar tensionado na parte inferior, evitando que o mesmo flambasse durante o ensaio.

3 RESULTADOS

3.1 Ensaios de Tração

Os resultados do ensaio de tração em relação ao número de ciclos de reprocessamento são mostrados nas Figuras 1 e 2. A Figura 1 apresenta as médias obtidas da resistência à tração e seus respectivos desvios padrões do PP virgem e dos compósitos reprocessados, enquanto a Figura 2 apresenta os respectivos módulos em tração.

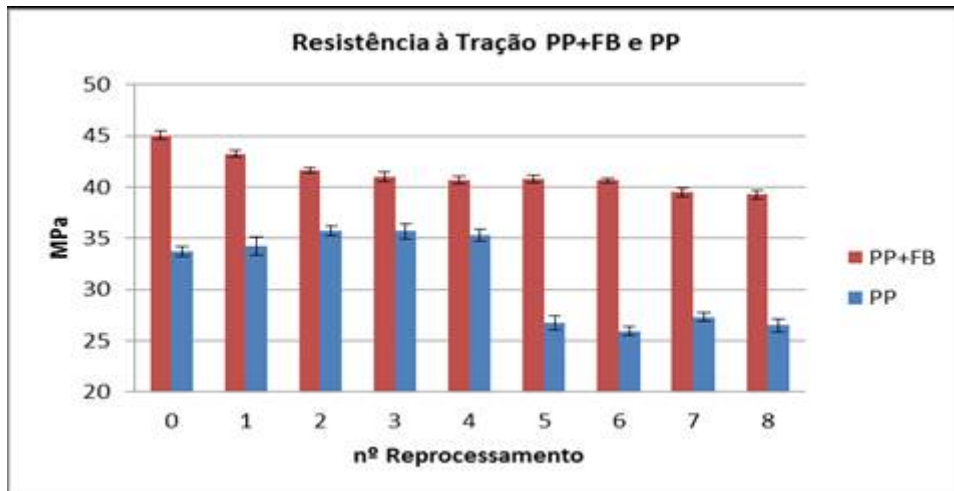


Figura 1. Resistência à tração do PP virgem e do composto de PP reforçado com fibra de bambu em função do número de reprocessamentos.

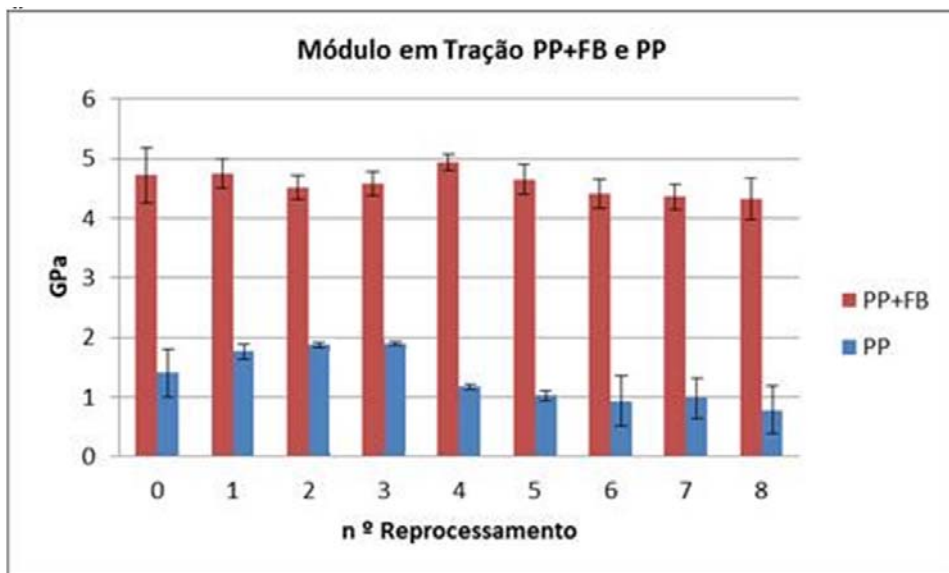


Figura 2. Módulo em tração do PP virgem e do composto de PP reforçado com fibra de bambu em função do número de reprocessamentos

3.2 Ensaio de Flexão

Os resultados do ensaio de flexão em três pontos com o número de ciclos de reprocessamento são mostrados nas Figuras 3 e 4. A Figura 3 apresenta as médias obtidas do módulo em flexão e seus respectivos desvios padrões do PP virgem e dos compostos reprocessados. A Figura 4 apresenta a tensão em flexão a uma deformação de 2%.

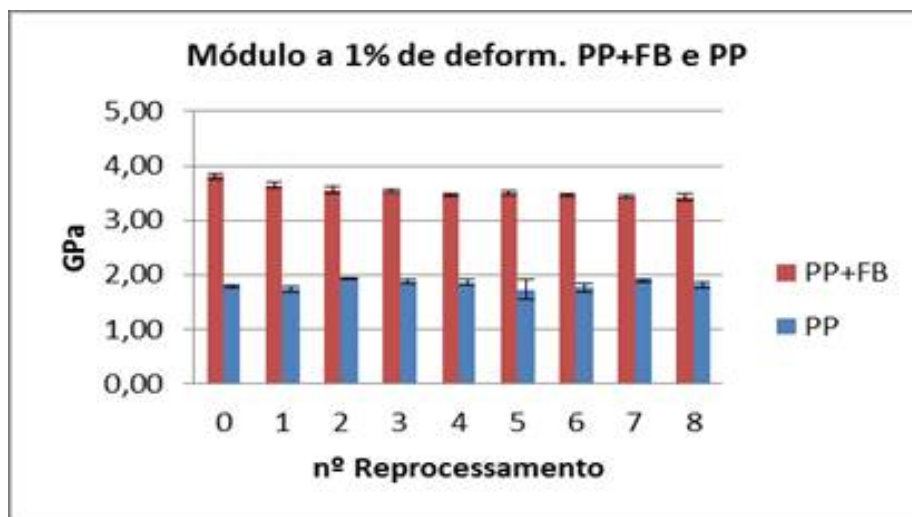


Figura 3. Módulo em flexão do PP virgem e do compósito de PP reforçado com fibra de bambu em função do número de reprocessamentos.



Figura 4. Resistência à flexão do PP virgem e do compósito de PP reforçado com fibra de bambu em função do número de reprocessamentos.

3.3 Ensaio de Impacto Charpy com Entalhe

Os resultados dos ensaios de impacto Charpy com entalhe em “V” em relação ao número de ciclos de reprocessamento são mostrados na Figura 5. A Figura 5 apresenta as médias obtidas da energia absorvida na ruptura por impacto e seus respectivos desvios padrões dos compósitos reprocessados. O PP virgem reprocessado não rompeu nestes ensaios.

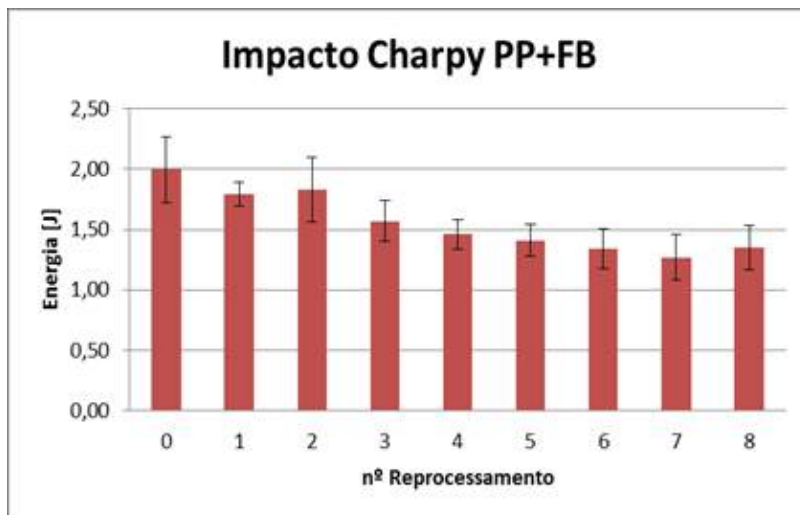


Figura 5. Energia absorvida no impacto Charpy com entalhe do compósito de PP reforçado com fibra de bambu em função do número de reprocessamentos.

3.4 Ensaios de Fadiga Baseados em Esforço de Tração

A Figura 6 apresenta os resultados de fadiga, mostrando a média e desvio padrão do número de ciclos até a ruptura sob esforço cíclico de tração-compressão, para os compósitos de PP reforçado com fibra de bambu.

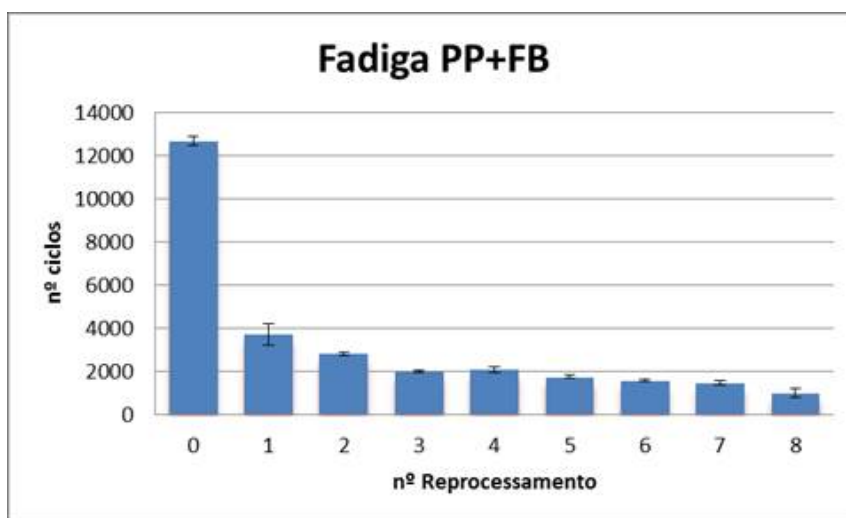


Figura 6. Número de ciclos até a ruptura no ensaio de fadiga por esforço cíclico tração-compressão do PP virgem e do compósito de PP reforçado com fibra de bambu em função do número de reprocessamentos.

3.5 Ensaios de Temperatura de Deflexão sob Calor (HDT)

Os resultados dos ensaios de HDT em relação ao número de ciclos de reprocessamento são apresentados na Figura 7, mostrando as médias e os respectivos desvios padrões obtidos para os compósitos de PP com fibra de bambu.

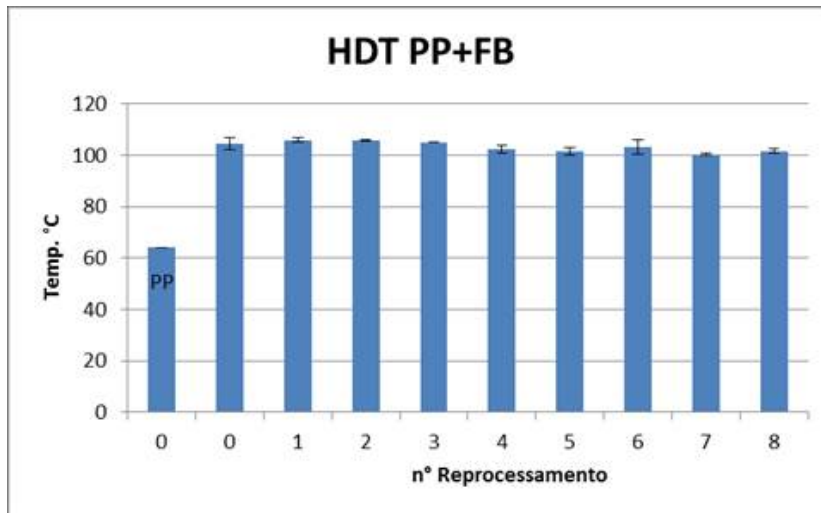


Figura 7. Temperatura de deflexão ao calor do PP virgem e do compósito de PP reforçado com fibra de bambu em função do número de reprocessamentos.

3.6 Análises de MEV

Resultados de MEV são apresentados na Figura 8, mostrando micrografias da superfície de corpos de prova fraturados em tração com aumento igual (300x) de um compósito não reprocessado e reprocessado sete vezes.

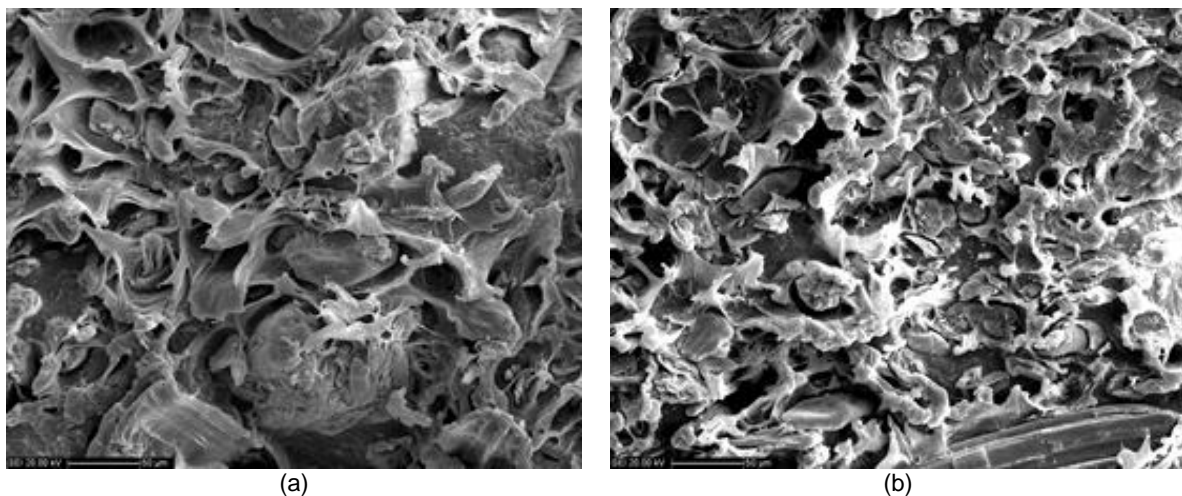


Figura 8. Micrografias de MEV da superfície de corpos de prova fraturados em (a) ensaio de tração de um compósito de PP reforçado com fibra de bambu não reprocessado; e (b) reprocessado sete vezes.

4 DISCUSSÃO

4.1 Resultados de Tração e Flexão

Em todos os resultados dos ensaios de tração e flexão (Figuras 1 a 4), observa-se o esperado efeito do reforço da fibra de bambu na matriz de PP.⁽⁴⁾

Nos ensaios de tração para o PP virgem (Figura 1), observa-se um ligeiro aumento na resistência à tração aparente (RT) com os primeiros ciclos de reprocessamento, o que poderia ser atribuído a um aumento na cristalinidade devido à diminuição do tamanho das cadeias provocada pela degradação térmica.⁽⁵⁾ A partir do quinto ciclo observa-se uma redução pronunciada na RT, possivelmente pelo fato da

degradação contínua resultar em redução bastante significativa no peso molecular do polímero, reduzindo as propriedades mecânicas, como a resistência à tração e o módulo de Young.⁽⁶⁾

De qualquer modo observa-se ao longo dos primeiros reprocessamentos um patamar de tensão em torno de 35 MPa e de 26 MPa para os últimos reprocessamentos. Comparando-se o PP virgem com o PP reprocessado oito vezes, observa-se uma queda em torno de 24% na RT.

Para os compósitos, a resistência à tração teve uma queda de 13%, com 45 MPa para o material virgem passando para 39 MPa no último reprocessamento. Ao contrário do observado para o PP virgem esta redução foi mais acentuada no começo e depois se estabilizou. Uma possível explicação é a quebra das fibras que ocorre de forma mais intensa no primeiro reprocessamento. Podemos notar que na primeira moagem do material houve formação de pó, tipo serragem, proveniente das fibras do compósito; nos demais ciclos de moagem a formação deste pó foi bem menor, o que pode justificar a acentuada queda no primeiro reprocessamento. A fibra é um material frágil e quebradiço, de forma irregular. Sua quebra continua ao longo dos ciclos, mas a redução de seu tamanho fica por conta das tensões cisalhantes dos processos de injeção. Com a redução do tamanho da fibra a sua capacidade de reforço cai, o que é traduzido na redução da RT. Uma evidência da redução do tamanho de fibra com o número de reprocessamentos pode ser observada pelas micrografias da Figura 8, mostrando a superfície de corpos de prova fraturados em ensaio de tração do compósito não reprocessado e reprocessado sete vezes. Neste último notam-se fibras menores.

Análogo ao observado na RT, a queda no módulo de Young ao longo dos ciclos de reprocessamento é maior para o PP do que para o PP reforçado com a fibra de bambu. A queda do valor do módulo para o PP virgem foi de 1,4 GPa para 0,78 GPa após o oitavo ciclo, ou seja, uma redução de 44%. No caso do compósito o valor médio do módulo do compósito virgem foi igual a 4,72 GPa e do 8^o reprocessamento 4,33 GPa, ou seja, a queda foi de 8% aproximadamente.

O maior decréscimo na RT do que no módulo nos compósitos pode ser explicado, segundo Beg e Pickering⁽⁷⁾ devido ao fato de que considerando apenas a transferência de carga, o módulo é medido a deformações pequenas, porém, a transferência de carga para a fibra é mais prejudicada pelo tamanho da fibra a deformações maiores onde ocorre a ruptura e portanto a RT seria mais afetado pelo tamanho da fibra do que o módulo de Young.

A deformação na ruptura em tração do PP excedeu 500% (limite da máquina), enquanto os compósitos não ultrapassaram 5%.

Nos ensaios de flexão a resistência à flexão e o módulo em flexão dos compósitos também diminuíram com o aumento no número de ciclos de reprocessamento, diferentemente do PP virgem que no módulo de flexão mostrou um pequeno aumento de 1,5% entre o primeiro e o oitavo reprocessamento, e de 0,6% na tensão a uma deformação de 2%, ou seja, o efeito do reprocessamento nas propriedades em flexão da matriz PP não é expressivo. Isto corrobora a hipótese do que as propriedades são mais afetadas pela quebra das fibras durante o reprocessamento.

No compósito, nota-se um decréscimo no módulo mais acentuado de 4,5% no primeiro reprocessamento; nos reprocessamentos seguintes o módulo continuou a decair, mas de forma menos acentuada. A queda no módulo do compósito virgem para o 8^o reprocessamento foi em torno de 10% (3,8 GPa para 3,4 GPa), valor similar encontrado para a tensão a 2% de deformação (61,3 MPa para 55,2 MPa).

4.2 Resultados de Impacto Charpy

Durante os ensaios do PP virgem nenhum corpo de prova rompeu. Nos compósitos houve uma queda praticamente linear na resistência ao impacto; a queda foi constante e de 32% após o oitavo reprocessamento. O valor médio de energia absorvida no impacto foi de 1,99 J para o compósito virgem e de 1,35 J após o último reprocessamento (Figura 5).

Apesar do decaimento das propriedades, observou-se que ao longo dos reprocessamentos, a quantidade de fibras na região da fratura saltando para fora da superfície diminuiu o que pode indicar uma melhora na interação entre fibra e matriz. No entanto, o tamanho das fibras diminuiu com os reprocessamentos, o que explica este decréscimo.

4.3 Resultados de Fadiga

Em polímeros reforçados com fibras é relativamente complexo conhecer a natureza da propagação de trincas durante um carregamento em fadiga, pois é um mecanismo que envolve o início da trinca (geralmente ocorre na interface da fibra com a matriz), a propagação da trinca ao longo da fibra, a quebra de ligações, o deslizamento interfacial das fibras seguido pela ruptura (*pull out*) e a propagação das trincas no material da matriz propriamente dita.⁽⁸⁾

A figura 6 mostra uma queda bastante acentuada no número de ciclos até a ruptura do compósito virgem para o segundo reprocessamento; em torno de 78%. A partir dos demais ensaios, a queda foi constante, chegando a 92% no oitavo ciclo em relação ao virgem. Novamente a quebra da fibra no primeiro processamento teve papel importante na propriedade.

4.4 Resultados de HDT

O valor da temperatura HDT dos compósitos em relação ao do PP virgem (64°C), evidenciou que a adição de fibras de bambu proporcionou um aumento bastante expressivo nesta propriedade dos compósitos (Figura 7). Assim como nas propriedades de flexão, o ensaio de HDT também é realizado sob deflexão do corpo de prova, portanto espera-se comportamento similar quanto à queda da propriedade em função do número de ciclos de reprocessamento, ou seja, uma queda menos acentuada (Figura 7). A queda após oito reprocessamentos foi de somente 3%.

5 CONCLUSÃO

A adição de 40% em massa de fibras de bambu e 4% em massa de agente compatibilizante aumenta as propriedades mecânicas do compósito, tais como módulo de flexão, módulo de Young, resistência à tração, HDT e vida em fadiga, mas em consequência sua tenacidade e ductilidade diminuem.

Ao reprocessar por oito vezes este compósito há uma queda em todas as propriedades avaliadas, sendo maior para a vida em fadiga e a resistência ao impacto com quedas de 92% e 32%, respectivamente, após o oitavo ciclo de reprocessamento. A resistência à tração, módulo em tração, tensão em flexão a uma deformação de 2%, módulo em flexão e HDT caíram 13%, 8%, 10%, 10% e 3%, respectivamente após oito ciclos de reprocessamento. O motivo mais provável é a quebra das fibras, conforme evidenciado por MEV. Observou-se ainda que nos

compósitos há uma queda mais acentuada no primeiro reprocessamento do que nos demais, pois a quebra da fibra ocorre de forma mais intensa no primeiro reprocessamento.

Por fim mostrou-se que é possível reciclar compósitos de fibra natural sem que haja grandes perdas em propriedade para aplicações que não envolvem esforços em fadiga e de impacto, podendo se contribuir assim para uma sociedade mais sustentável, quanto ao uso do mesmo material por várias vezes.

Agradecimentos

Agradecemos às empresas Quattor e tiva-design em bambu pela doação do PP e do refugo de bambu, respectivamente. O autor Capecchi agradece ao Centro Universitário da FEI pela bolsa de iniciação científica (projeto PBIC_72/10)

REFERÊNCIAS

- 1 SAHEB D. N.; J. P. Natural Fiber Composites: A Review. *Adv. Polymer Technology*, v.18, pg. 351-363, 1999.
- 2 SANADI A. R.; CAULFIELD D. F.; ROWELL R. M. Reinforcing Polypropylene with Natural Fibers, *Plastic Eng.*, v.50 pg. 27-28, 1994.
- 3 KALIA S.; KAITH B. S.; KAUR I. Pretreatments of Natural Fibers and their Application as reinforcing material polymer composites – A review. *Polymer Eng. And Science*, v49, pg. 1253-1272, 2009.
- 4 LUCAS, A. A.; AMBROSIO, J. D. ; BONSE, B. C. ; BETTINI, S. H. P. . Natural Fibers Polymer Composites Technology applied to the Recovery and Protection of Tropical Forests allied to the Recycling of Industrial and Urban Residues. In: *Advances in Composite Materials - Analysis of Natural and Man-Made Materials*. 1 ed.: InTech, 2011, v.1 , p. 163-194
- 5 JANSSON A, MÖLLER K, HJERTBERG T. Chemical degradation of a polypropylene material exposed to simulated recycling. *Polym Degrad Stab* 2004; v. 84:227-232.
- 6 da Costa H.M., Ramos V.D., de Oliveira M.G. Degradation of polypropylene (PP) during multiple extrusions: thermal analysis, mechanical properties and analysis of variance. *Polym Test* 2007; v.26: 676-684.
- 7 BEG M.D.H., PICKERING K.L. Reprocessing of wood fibre reinforced polypropylene composites. Part I: Effects on physical and mechanical properties. *Composites: Part A* 39 (2008) 1091–1100.
- 8 CARANTI, L.R.A. Estudo da influência dos teores de fibra, agente compatibilizante e tamanho de fibra nas propriedades de compósitos de polipropileno com fibra de bambu. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica de Materiais e Processos) - Centro Universitário da FEI, São Bernardo do Campo.