

## Obtenção e caracterização de polímero reforçado com fibras da folha de milho

### Preparation and characterization of corn reinforced polymer sheet of fibers

Tatiana Martinez Moreira <sup>1</sup>, Emilia Satoshi Miyamaru Seo<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup> Universidade de São Paulo – USP, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN, Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais – CCTM, Av. Prof. Lineu Prestes nº 2242, CEP: 05508-000, São Paulo, SP, Brasil; e-mail: tatianalda@hotmail.com, esmiyseo@ipen.br

---

#### RESUMO

Há uma tendência mundial em buscar fibras vegetais em substituição às fibras sintéticas para obtenção de compósitos reforçados visando o aproveitamento de recursos renováveis. Neste contexto, o presente trabalho objetiva desenvolver o processo de preparação das fibras da folha de milho, caracterizando-as e adequando-as para aplicações em indústrias de construção civil e desenvolver um compósito polimérico reforçado com estas fibras. As fibras das folhas de milho foram secas em temperatura do meio ambiente, tratadas por mercerização, em seguida, neutralizadas com solução ácida e lavadas em água corrente. A caracterização das fibras da folha de milho foi realizada por difratometria de raios X, fluorescência de raios X, microscopia eletrônica de varredura, área de superfície específica, termogravimetria e massa específica. O tratamento por mercerização foi efetivo, pois as fibras de milho possuem características similares às fibras sintéticas, levando a uma possibilidade de novos usos tecnológicos. O material compósito polimérico foi desenvolvido pelos processos de Extrusão e Injeção e testado por ensaio de tração, calorimetria diferencial exploratória e microscopia eletrônica de varredura, assim reaproveitou-se um resíduo orgânico que seria descartado, inserindo-o em um processo tecnológico, contribuindo com a pesquisa para desenvolvimento de novos materiais poliméricos, bem como para a redução de detritos descartados como inservíveis.

**Palavras-chave:** fibras da folha de milho, materiais compósitos, polímeros, mercerização.

---

#### ABSTRACT

There is a global trend in seeking plant fibers to replace the synthetic fibers to obtain reinforced composites aimed at the use of renewable resources. In this context, this paper aims to develop the process of preparing maize leaf fibers, characterizing them and adapting them for applications in the construction industry and develop a reinforced polymer composite with these fibers. Corn leaves were dried in environmental temperature, treated by mercerizing, then neutralized with acid solution and washed in running water. The characterization of the corn leaf fibers was carried out by X-ray diffraction, X-ray fluorescence, scanning electron microscopy, specific surface area, thermogravimetry and specific mass. The mercerizing treatment was effective, because the maize fibers have characteristics similar to synthetic fibers, leading to a possibility of new technological uses. The polymeric composite material was developed by extrusion processes and injection and tested for tensile testing, differential scanning calorimetry and scanning electron microscopy, thus reused an organic waste that would be disposed of by inserting it in a technological process, contributing to the research and development of new polymeric materials as well as to reduce waste discarded as scrap.

**Keywords:** Corn leaf fibers, composite materials, polymers, mercerization.

---

#### 1. INTRODUÇÃO

No Brasil, o primeiro passo com relação à preocupação ambiental, foi a criação da Secretaria Especial do Meio Ambiente (SEMA), em 1973, numa tentativa de melhorar a imagem criada na Conferência de Estocolmo[1].

Santos et al.[2] afirmam que é possível melhorar não só o desempenho ambiental como também o

econômico e o social, considerando que a reciclagem pode contribuir no aspecto social por meio da geração de empregos, além de contribuir no aspecto econômico por meio da reutilização do material reciclado, e no aspecto ambiental, reduzindo o descarte e a poluição ambiental. Estes autores revelam que existe espaço em todas as empresas pesquisadas para melhorar o desempenho ambiental, especialmente no que diz respeito à reciclagem de resíduos.

Para os autores Foo e Hameed [3], nas últimas duas décadas a diminuição na geração de resíduos e a preservação ambiental vêm sendo tópicos dos desafios colocados à sociedade, com foco na reciclagem. Há uma tendência mundial em buscar recursos naturais alternativos em substituição às fibras sintéticas, que sejam ecologicamente corretos, desenvolvendo novos produtos, gerando emprego e renda, utilizando o desenvolvimento de novas tecnologias para a construção civil e em outras áreas onde isto torna-se possível[4].

Apesar dos polímeros e seus derivados terem historicamente contribuído imensamente para o desenvolvimento tecnológico mundial, aumentando a qualidade de vida do homem moderno, o uso continuado destes materiais tem trazido preocupações para a sociedade. Isto porque, em sua grande maioria, apresentam baixa reciclabilidade e grande poder cumulativo na biosfera, particularmente devido a sua baixa biodegradabilidade e origem não renovável como, por exemplo, o petróleo[5].

O grande aumento do consumo de materiais termoplásticos para a fabricação dos mais diversos tipos de produtos tem sido substancial. Este fato aliado a constante evolução tecnológica tem contribuído com a grande variedade de pesquisas para o estudo e descoberta de novos materiais que atendam às necessidades e desejos de um público consumidor mais exigente em relação à qualidade do produto e preocupação com o meio ambiente[6].

Tendendo a mudanças, as atividades agroindustriais brasileiras geram resíduos que, na maioria das vezes, não agregam nenhum valor comercial ao produto final e não possuem destino apropriado para seu descarte. Porém, há possibilidade de tornar estes resíduos agroindustriais em matéria-prima para fabricação de produtos direcionados a aplicabilidade em diversos segmentos das indústrias[7]. Outro aspecto que contribui o estudo e desenvolvimento do presente trabalho é que o Brasil é um dos maiores produtores de fibras naturais, o que aumenta a expectativa de inclusão destas no reforço de materiais poliméricos[8].

Neste contexto, a busca por materiais alternativos com alto desempenho técnico, social, ambiental e econômico é cada vez mais necessária e a pesquisa com fibras vegetais torna-se frequente. A substituição das fibras sintéticas, um recurso não renovável, por fibras vegetais, um recurso renovável, é uma realidade interessante conforme descreve Araújo[8]. Já Piotto et al[9] apud Araújo[8] acrescentam que as fibras sintéticas apresentam desvantagens em relação às fibras vegetais, dentre elas: alto consumo de energia durante sua produção, abrasão aos equipamentos de processamento e não são degradáveis, o que causa um problema no descarte dos materiais feitos a partir de fibras sintéticas. As fibras vegetais apresentam como vantagens: baixa densidade, boas propriedades mecânicas específicas, não é abrasiva aos equipamentos de processamento e são biodegradáveis[8,9].

Salazar et al[10] informa que o Brasil se destaca como o terceiro maior produtor, ficando atrás da China e dos E.U.A. Neste quadro, assim como toneladas de milho são produzidas, toneladas de refugos agrícolas são descartados.

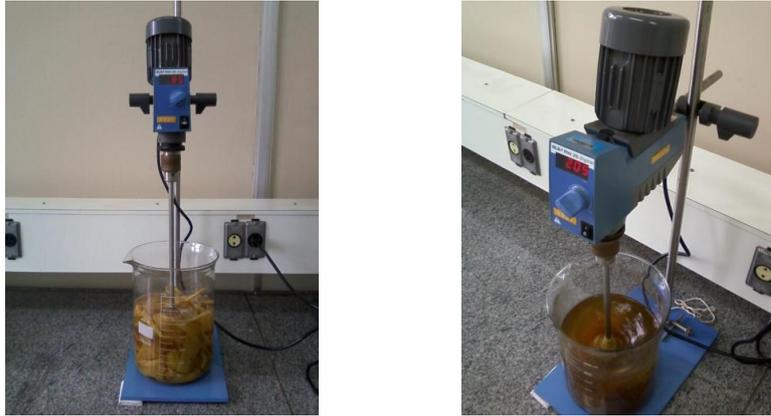
A relevância da pesquisa dá-se pela oportunidade de gerar mais uma fonte de renda e posto de trabalho, com a exploração de um subproduto, para as pessoas que sobrevivem do cultivo do milho em São Paulo e em outras regiões do Brasil, além dos benefícios econômicos de várias indústrias somadas a reciclagem do resíduo, palha de milho.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

As folhas utilizadas neste estudo foram as que recobrem a espiga do milho, adquiridas nas feiras livres de São Paulo, elas são previamente secas durante exposição solar. Para atingir um resultado favorável foram testados diversos procedimentos cujo resultado foi obtido da combinação entre o tempo utilizado no experimento e a facilidade de extração.

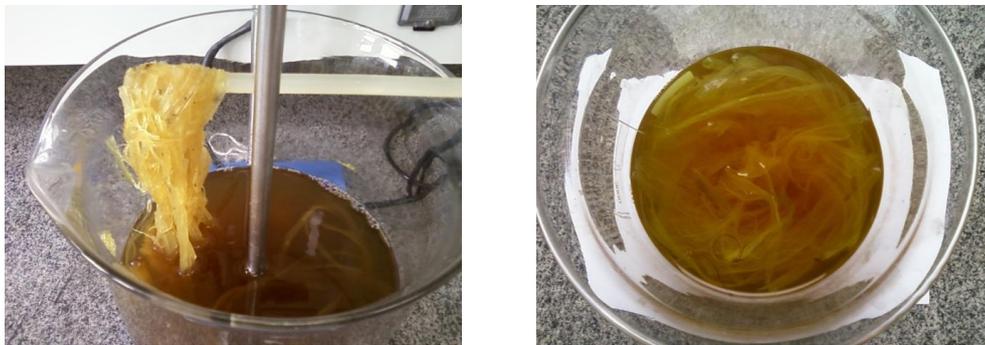
As folhas secas foram imersas em solução de hidróxido de sódio. Otimizando a quantidade mínima de reagente, verificou-se que a concentração de 3% a 5% (porcentagem em massa) de hidróxido de sódio e tempo de agitação de 2 a 4 dias de imersão, dependendo da espessura da folha, foram adequadas para maior eficiência de extração de fibras.

Durante a etapa de imersão, as folhas foram submetidas à agitação, provocando a retirada da polpa e obtendo-se as fibras (Figura 1).



**Figura 1:** Folhas secas imersas em solução de hidróxido de sódio e sob agitação.

A figura 2 ilustra as fibras obtidas após o ataque com hidróxido de sódio ou mercerização.



**Figura 2:** Fibras obtidas após o mercerização.

Após a mercerização, as fibras foram lavadas em água corrente e friccionadas em uma peneira para limpeza e remoção do excesso de polpa da folha que ficou aderida na fibra. Em seguida, as fibras foram submetidas à solução de ácido acético 4% (porcentagem em volume) sob agitação por 1 hora, na sequência as fibras foram novamente lavadas com água corrente, e por fim levadas para secagem em estufa a aproximadamente 50°C. As fibras secas foram armazenadas juntamente com sílica gel em recipientes de polietileno, hermeticamente fechadas a fim de mantê-las totalmente secas até sua utilização.

A figura 3 ilustra fibras secas e limpas e obtidas por duas rotas, sendo a manual onde a fibra foi extraída sem adição de nenhum reagente químico e a rota química mais conhecida como mercerização. Observa-se que a rota química, as fibras estão isentas de polpa.



**Figura 3:** Fibras limpas e secas (a) e diferença das fibras obtidas por duas rotas (b).

Pires[11] destaca que devido à alta solubilidade da hemicelulose mesmo em baixas concentrações de álcali, o tratamento via hidróxido de sódio promove uma maior rugosidade da superfície da fibra, melhorando a aderência mecânica entre fibra e matriz. Condições otimizadas de tratamento asseguram melhores propriedades mecânicas dos compósitos, de um modo geral, o tratamento alcalino causa o inchaço das fibras e remoção parcial da hemicelulose e da lignina, o que promove um melhor empacotamento das cadeias de celulose, que são responsáveis pela cristalinidade da fibra. Desta forma, o tratamento causa aumento da cristalinidade e redução do diâmetro e da densidade das fibras.

Não foi dado seguimento aos estudos com a rota manual devido ao excesso de resíduos das folhas que ficaram aderidos nas fibras, como mencionado na literatura, esses resíduos poderiam comprometer o desempenho mecânico do material, portanto seguiu-se os ensaios com as fibras previamente mercerizadas. O fato da rota manual não gerar efluentes químicos acabou não repercutindo tanto pois essa fibra não demonstraria resultados satisfatórios, acabou-se optando pela rota química com o processo de mercerização, visando resultados favoráveis para o compósito.

Após a preparação das fibras iniciou-se o desenvolvimento do material compósito através dos processos mecânicos de extrusão e injeção.

A extrusão é um processo contínuo que envolve o transporte, plastificação e mistura de um ou mais materiais poliméricos, é o tipo de processamento mais empregado nas indústrias de transformação de polímeros por ser um processo contínuo e de larga escala, além de ser um método de baixo impacto ambiental, uma vez que não usa solvente e nem gera resíduos. O processamento por extrusão permite que se faça a incorporação de aditivos, cargas e pigmentos em polímeros assim como a reciclagem dos mesmos[8].

Após passar pela extrusão, o material extrudado foi moldado por um processo conhecido como moldagem por injeção. O processo de moldagem por injeção é uma adaptação do processo de fundição sob pressão utilizado para metais leves e consiste em forçar o material plástico aquecido, por meio de um êmbolo em uma prensa-cilindro aquecida através de um bocal, até atingir o molde onde o material irá preencher as cavidades ali presentes[8].

Foram selecionadas quatro formulações com concentrações diferentes de fibras, sendo: 100% do polímero original e o polímero com adição de 1%, 3%, 5% em massa de fibras de milho, em quantidades de 100g para cada formulação. Para melhorar a união entre fibra e matriz, foi adicionado à mistura o agente compatibilizante Anidrido Maleico, com concentração de 1% em massa do volume total de cada amostra, sendo diluído em água e embebido as fibras para melhor aderência as mesmas. Este copolímero pode atuar na interface, promovendo adesão entre as fases, melhorando as propriedades mecânicas do material compósito.

Após fracionados as formulações passaram pelo processo de Extrusão e Injeção, sendo moldados 10 corpos de prova (figura 4) de cada concentração para posterior teste de resistência à tração, conforme citado na norma ASTM D 638-02 e ASTM E8M[12,13].



**Figura 4:** Corpo de prova do compósito para ensaio de tração.

A análise das composições químicas das fibras foi determinada por Espectrometria de Fluorescência de Raios X por Energia Dispersiva (EDX), no equipamento da marca Shimadzu, modelo 720.

A massa específica das fibras ou densidade real foi determinada utilizando-se a amostra em pó pela técnica de picnometria a gás hélio. Foi utilizado cilindro de gás hélio 4,5 (99,995% de pureza) com o equipamento da marca Micromerites Instrument Corporation, modelo Accupyc 1330, de acordo com as seguintes condições de análise: número de purgas 30; pressão de purga: 19,5 psi g; número de repetições (corridas): 30;

pressão de preenchimento: 19,5 psi g; taxa de equilíbrio: 0,005 psi g/min; porcentagem de variação: 0,05% temperatura de análise: 20°C; corrida de precisão: utilizada.

A área específica BET foi determinada pelo equipamento BET Surface Area Analyser, versão 3.11, Quanta-Chrome Corporation, Nova 1200. Primeiramente a amostra foi desgaseificada por 12 horas no banho de areia a 150°C para retirada de voláteis e gases interferentes, em seguida houve adsorção de nitrogênio para garantir a atmosfera inerte, finalmente a determinação foi feita por meio de adsorção e dessorção de nitrogênio nas amostra de condições da vácuo de 0,1mmHg.

Para verificação da morfologia, as fibras foram colocadas em porta amostra metálico, e pulverizadas com uma fina camada de ouro para torna-las condutoras e gerar uma imagem de melhor resolução. O equipamento utilizado foi o microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca Jeol modelo JSM – 6010LA – série nº MP11000026.

A análise térmica das fibras determinou a degradação de massa da amostra, foi realizada por Termogravimetria ou análise termogravimétrica com o equipamento de marca Shimadzu modelo TGA – 51, controle de sistema TA – 60WS.

A cristalinidade das fibras foi identificada por Difração de Raios X. A amostra compactada de fibras em pó foi colocada em porta amostra de aço inoxidável e analisada em difratômetro de raios-x Rigaku, modelo Multiflex com monocromador e com radiação Cu K- $\alpha$ , gerada a 40 kV e 20mA. A velocidade de varredura era de 0,5°/min e variou de 10 a 90° 2 $\theta$  A identificação das fases cristalinas se fez com auxílio dos padrões disponíveis no Sistema Internacional Centre for Diffraction Data / Joint Committee on Power Diffraction Standards (ICDD/JCPDS).

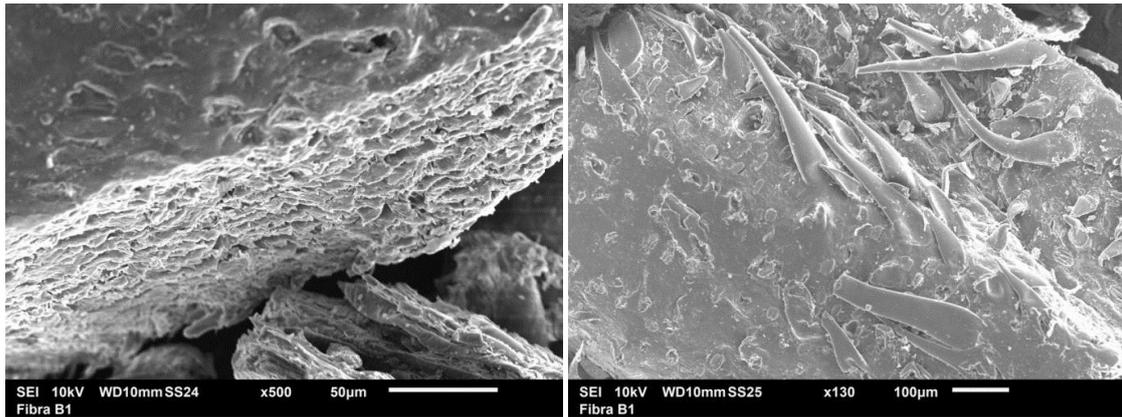
A técnica de espectroscopia de infravermelho com transformada de fourier (FTIR) foi utilizada para identificar as características principais das fibras e as principais modificações entre o processo de extração das rotas manual e química. Os espectros em KBr foram feitos no espectrofotômetro Nexus 670 FTIR da Thermo Nicolet usando a técnica de disco prensado.

A resistência do material compósito foi determinada pelo ensaio de tração realizado nos materiais termoplásticos com a finalidade de avaliar e determinar a capacidade do material em resistir às forças que tendem a puxá-los e registrar graficamente o desenvolvimento do movimento de tração analisando as forças e as deformações nos limites de proporcionalidade, escoamento e ruptura do corpo de prova, utilizando o equipamento EMIC da linha DL com célula de carga de 5Kg e velocidade de 10mm/min.

O ensaio térmico do material compósito foi realizado por Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC) que é uma técnica que mede temperatura e fluxo de calor associados a transições físico-químicas em materiais como uma função do tempo e da temperatura em uma atmosfera controlada, com o fornecimento de energia à substância e a um material de referência, através do aparelho de marca Shimadzu modelo DSC-60. As amostras foram analisadas em um cadinho de alumínio tampado, e em seguida foram submetidas ao ensaio em ar atmosférico, sem fluxo de gás, com uma taxa de aquecimento de 10°C/min e faixa de temperatura de 30 a 500 °C.

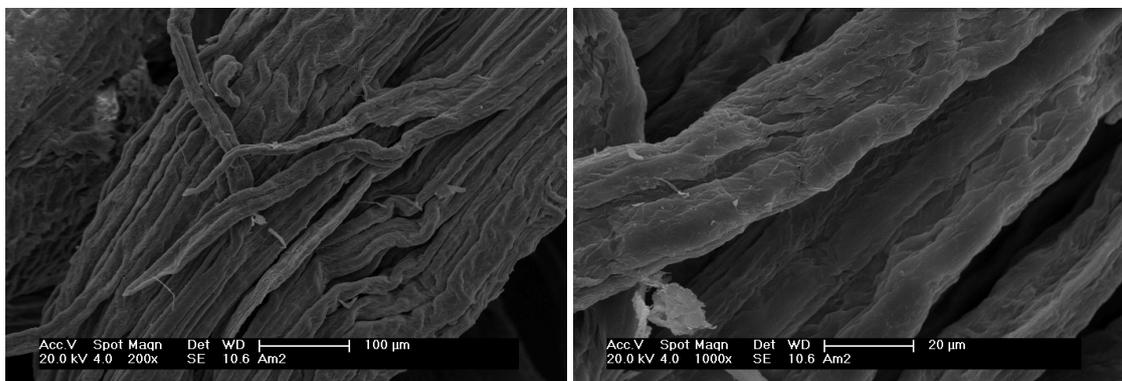
### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A microscopia eletrônica por varredura permitiu a caracterização morfológica das fibras das folhas de milho antes (figura 5) e depois (figura 6) da mercerização. Observou-se que a superfície da fibra sem tratamento é recoberta pelas células de parênquima, que estão relacionadas com a fotossíntese, reserva de várias substâncias, cicatrização e origem de estruturas adventícias das folhas vegetais. Diversos estudos[2,4,8,11,14] relatam que os resíduos presentes na superfície das fibras vegetais diminuem a adesão, quando estas fibras são utilizadas em materiais compósitos, e por isto, tratamentos químicos são realizados com o objetivo de melhorar as propriedades superficiais das fibras. Comparando-se as micrografias das fibras de sisal, curauá e abacaxi com as fibras das folhas de milho, observam-se características semelhantes, comuns na maioria das fibras vegetais provenientes de folhas.



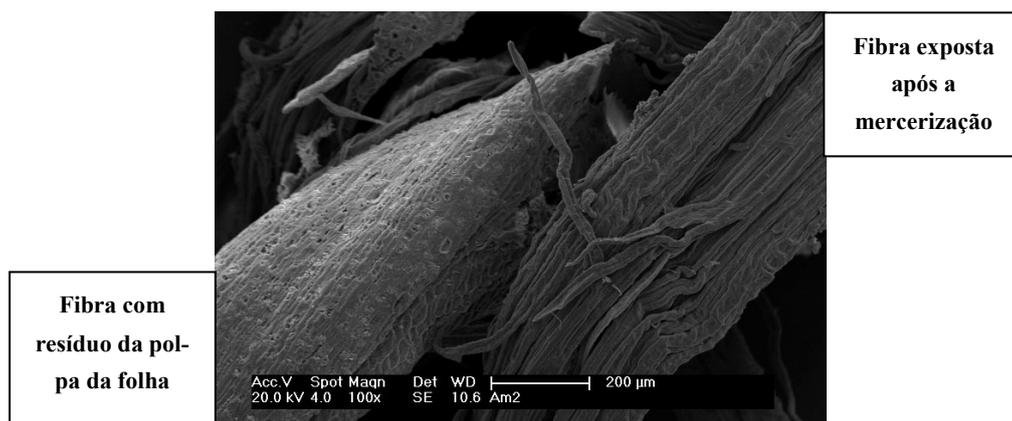
**Figura 5:** Fibra da folha de milho antes do tratamento químico por mercerização.

Nas micrografias das fibras após a mercerização (figura 6), verifica-se que a cobertura ou polpa da folha aderida a fibra foi removida, expondo diretamente as fibras.



**Figura 6:** Fibras de milho após tratamento químico por mercerização.

A diferença entre as fibras de milho com e sem o resíduo da polpa da folha aderida a fibra é demonstrada na figura 7.



**Figura 7:** Diferença entre as fibras com e sem o resíduo da polpa da folha aderida a fibra.

O procedimento de mercerização das fibras eleva os valores de resistência à tração em relação aos obtidos com fibras sem tratamento, independentemente da matriz, apresentando um efeito discretamente mais pronunciado, elevando a resistência à tração a patamares na faixa de 20% acima do encontrado com a fibra sem tratamento. Com relação ao módulo de elasticidade, vê-se que o tratamento das fibras influencia esta propriedade de forma similar ao da resistência à tração, ou seja, os compósitos com as fibras mercerizadas

apresentaram desempenho superior aqueles com fibras sem tratamento, obtendo melhor desempenho<sup>[15]</sup>.

Outras características das fibras são fundamentais para preparação de compósitos, tais como densidade (tabela 1) e área de superfície específica (tabela 2).

**Tabela 1:** Densidade das fibras das folhas de milho

<b>Fibras da folha do milho antes do tratamento superficial com mercerização</b>	<b>Fibras da folha do milho após tratamento superficial com mercerização</b>
(1,3607 ± 0,0037) g/cm <sup>3</sup>	(1,5219 ± 0,0476) g/cm <sup>3</sup>

**Tabela 2:** Área de superfície específica das fibras das folhas de milho

<b>Fibras da folha do milho antes do tratamento superficial com mercerização</b>	<b>Fibras da folha do milho após tratamento superficial com mercerização</b>
0,9823 m <sup>2</sup> /g	16,2691 m <sup>2</sup> /g

O tratamento químico via mercerização promove maior rugosidade da fibra, aumentando a área de superfície específica e melhorando a aderência mecânica entre fibra e matriz.

Araújo<sup>[8]</sup> demonstra as densidades de algumas fibras vegetais, apropriadas para utilização em compósitos poliméricos descritas na tabela 3, comparando-se com as fibras de milho, observa-se que há semelhança entre elas.

**Tabela 3:** Densidade de fibras vegetais para comparação

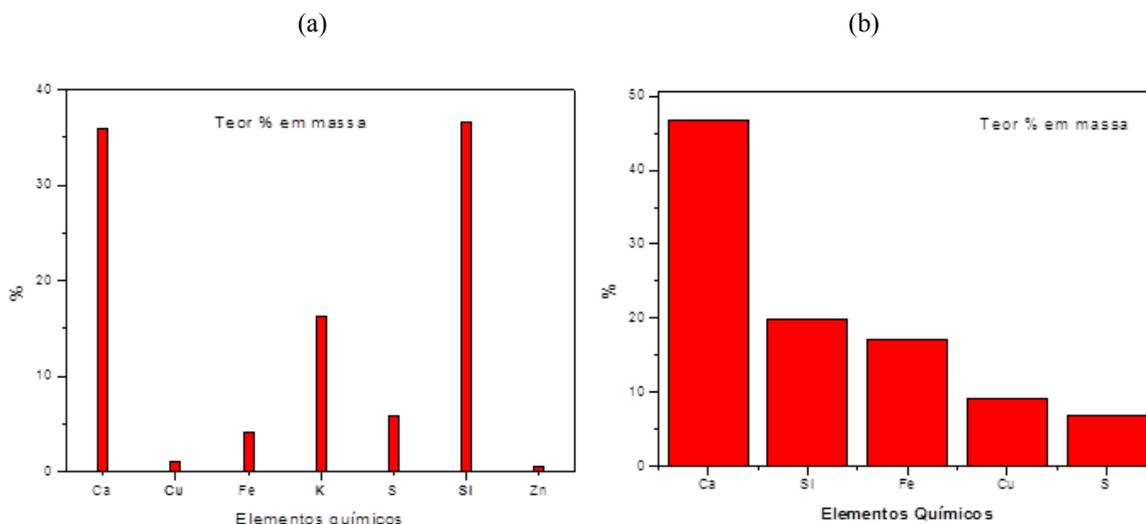
<b>Tipo de fibra</b>	<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>
<b>Folha do milho</b>	1,36
<b>Espiga do milho (cabelo)</b>	1,46
<b>Curauá</b>	1,10
<b>Algodão</b>	1,50
<b>Juta</b>	1,30
<b>Linho</b>	1,50
<b>Sisal</b>	1,50

Fonte: Adaptado de Araújo<sup>[8]</sup>

O ensaio de fluorescência de raios X visa a obtenção dos elementos químicos presentes nas fibras estudadas antes e após o tratamento superficial com mercerização, conforme figuras 8. Os resultados antes da mercerização (figura 8a) demonstram alta porcentagem de silício e cálcio atingindo aproximadamente 45% em massa, a quantidade de potássio fica em torno de 16% em massa, elementos químicos tais como: enxofre (6,0%), ferro (4,5%), cobre (1,0%), e zinco (0,5%) são encontrados em quantidades menores.

A composição química das fibras após a mercerização (figura 8b) destaca a presença do cálcio também como elemento em maior concentração (47,8%), seguidos do Silício (19,2%), Ferro (17,2%), Cobre (9,2%) e Enxofre (6,9%).

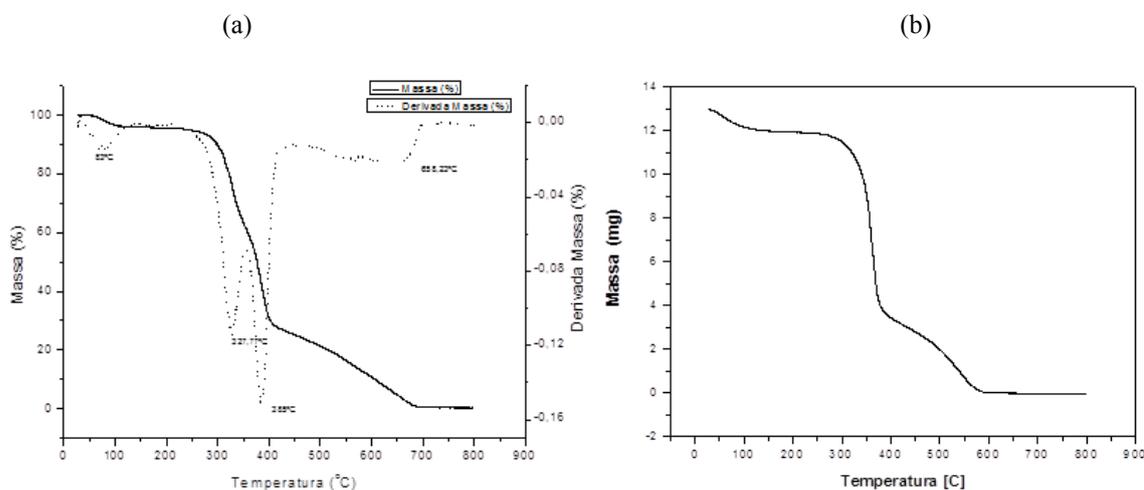
Comparando-se os resultados das fibras antes e após a mercerização, verifica-se que o elemento Cálcio prevaleceu em maior quantidade. Os elementos químicos encontrados nos resultados são os típicos presentes no solo, como as folhas do milho foram obtidas em locais distintos, pode haver variação desses elementos dependendo da região onde as espigas foram cultivadas.



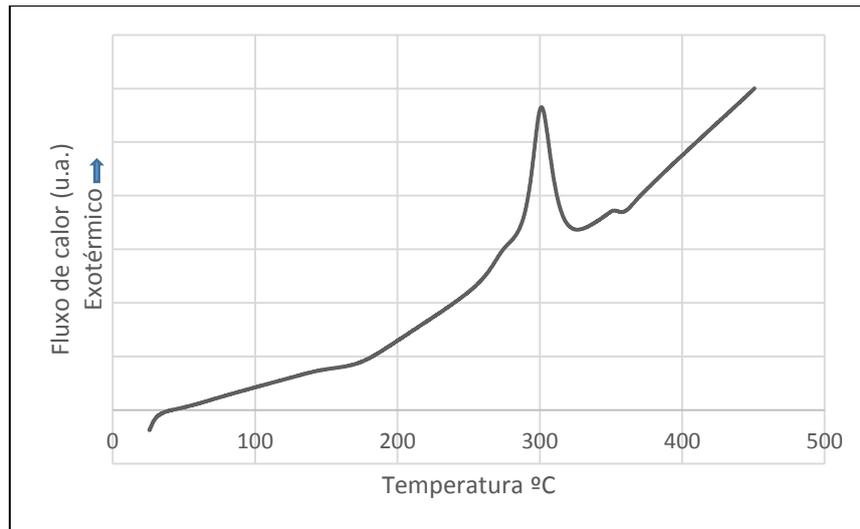
**Figura 8:** Composição química das fibras de folhas de milho antes (a) e depois (b) da mercerização.

As figuras 9 apresentam análises termogravimétricas (TG) das fibras das folhas de milho, antes e depois do tratamento superficial com mercerização e a figura 10 apresenta o resultado de calorimetria diferencial exploratória (DSC) com as fibras mercerizadas. Os resultados mostram que tanto antes quanto depois da mercerização, a temperatura de início de termo oxidação das fibras é de aproximadamente 300°C.

No DSC a fibra apresentou pico exotérmico em 300°C, onde ocorreu perda de massa devido à decomposição da celulose e da hemicelulose da fibra, demonstrando a oxidação do material. Tais resultados são fundamentais na etapa posterior de extrusão das amostras contendo fibras e polímero.



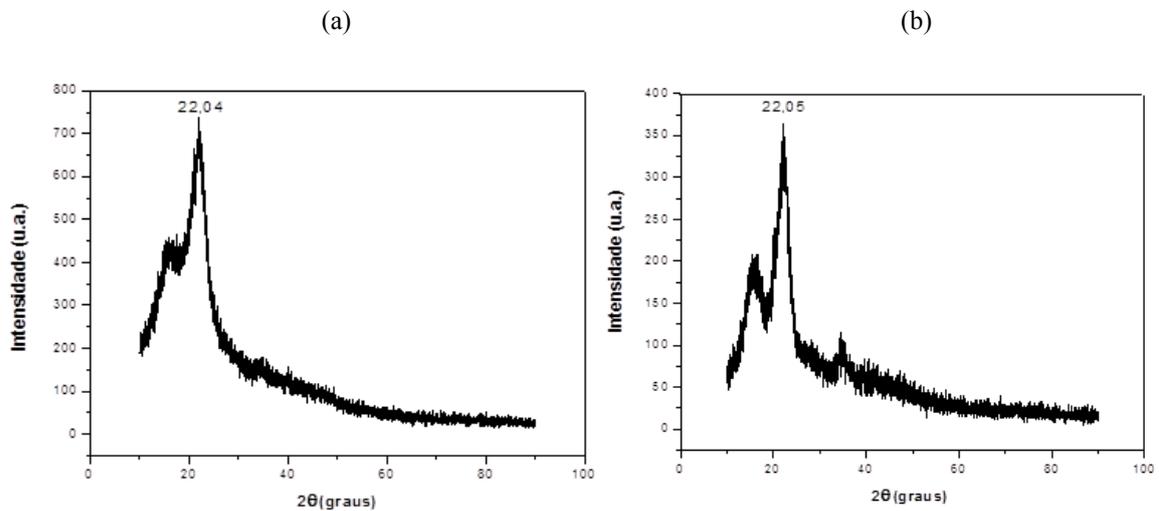
**Figura 9:** Análise termogravimétrica da fibra da folha do milho antes (a) e depois (b) da mercerização.



**Figura 10:** Gráfico DSC Fibra de Milho após tratamento superficial com mercerização.

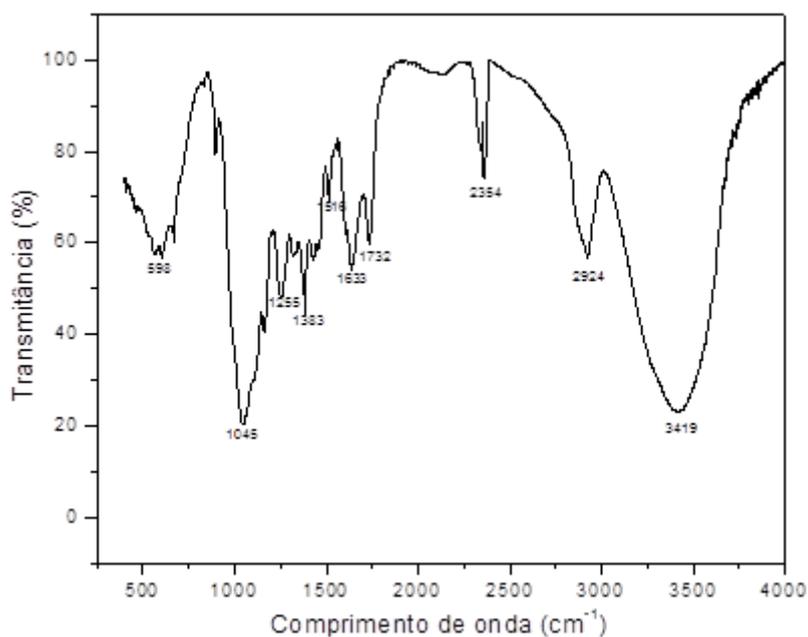
As fibras também foram caracterizadas por Difração de raios X conforme os resultados apresentados nas figuras 11. Em ambas as figuras (11a e 11b) observa-se a cristalinidade das fibras, verificando-se aumento após o tratamento químico (figura 11b).

Marcon *et al.*[4] afirmam que através da técnica de difração de Raios X identifica-se um aumento da cristalinidade das fibras após a realização da modificação com solução alcalina, em consequência ocorre o aumento da adesão entre fibra/matriz na formação do compósito. Resultados similares foram encontrados por Pires[11,12] onde afirma que a modificação com Hidróxido de Sódio apresentou melhor resultado na eficiência das fibras como reforço para compósito.

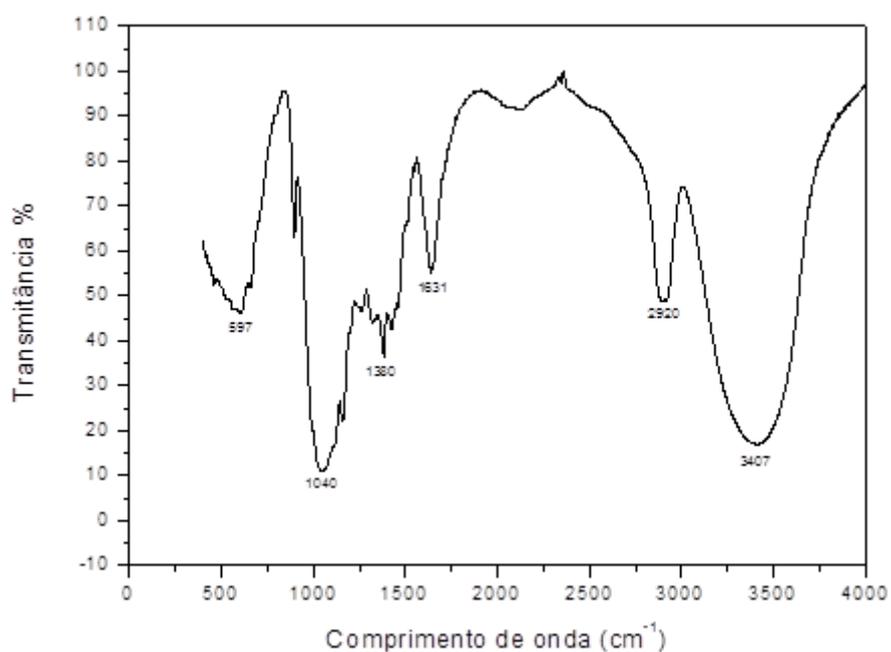


**Figura 11:** Difratogramas de raios X das fibras das folhas de milho antes da mercerização.

A análise de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier visa a identificação dos espectros de fibra natural celulose (-OH), hemicelulose (C+O) e lignina (metoxila O-CH<sub>3</sub>). Observa-se nas figuras 12 e 13 que as fibras da folha de milho antes e depois da mercerização possuem características semelhantes, mostrando bandas de absorção típicas de materiais lignocelulósicos. Araújo[8], demonstra os espectros das fibras de Curauá, comparando-se com os do milho, apresentam grandes semelhanças nas bandas de absorção.



**Figura 12:** Espectrometria de infravermelho das fibras das folhas de milho antes da mercerização.



**Figura 13:** Espectrometria de infravermelho das fibras das folhas de milho após a mercerização.

Uma fibra vegetal, tal como de milho, é capaz de atuar como reforço em matrizes termoplásticas, pois a sua incorporação aumenta o módulo de elasticidade e a resistência à tração. Os gráficos das figuras 14 a 17 apresentam os resultados do ensaio de tração.

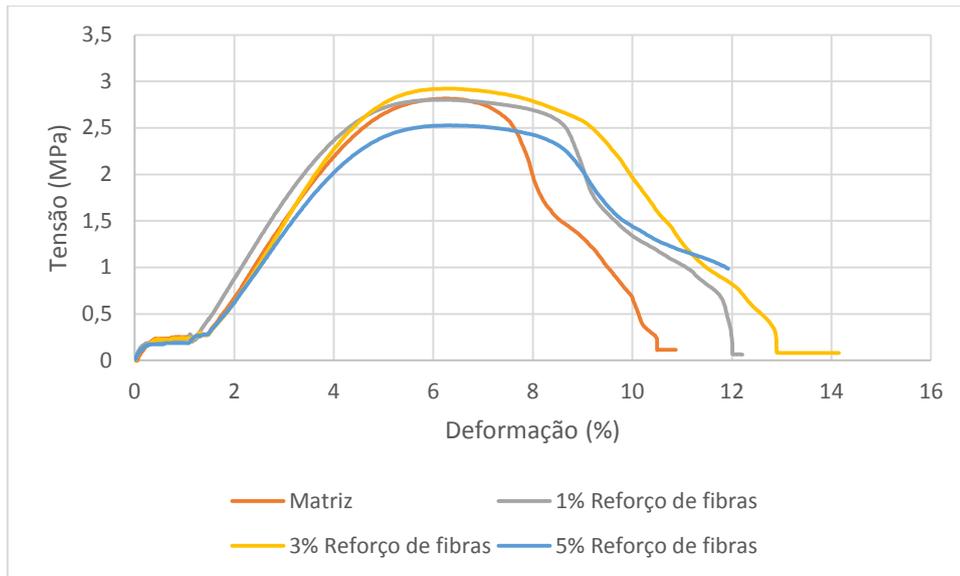


Figura 14: Gráficos sobrepostos com os resultados de Tensão x Deformação da matriz e dos compósitos.

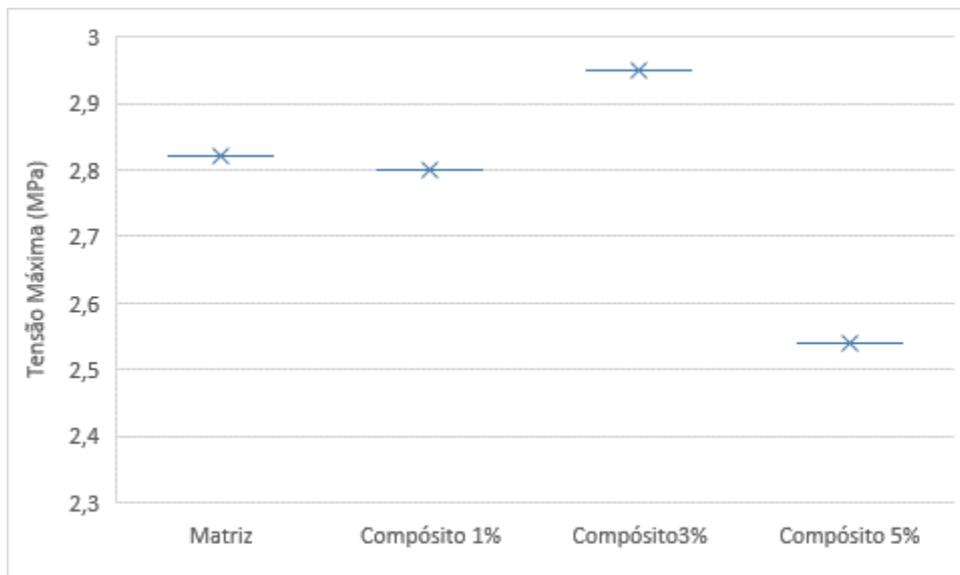
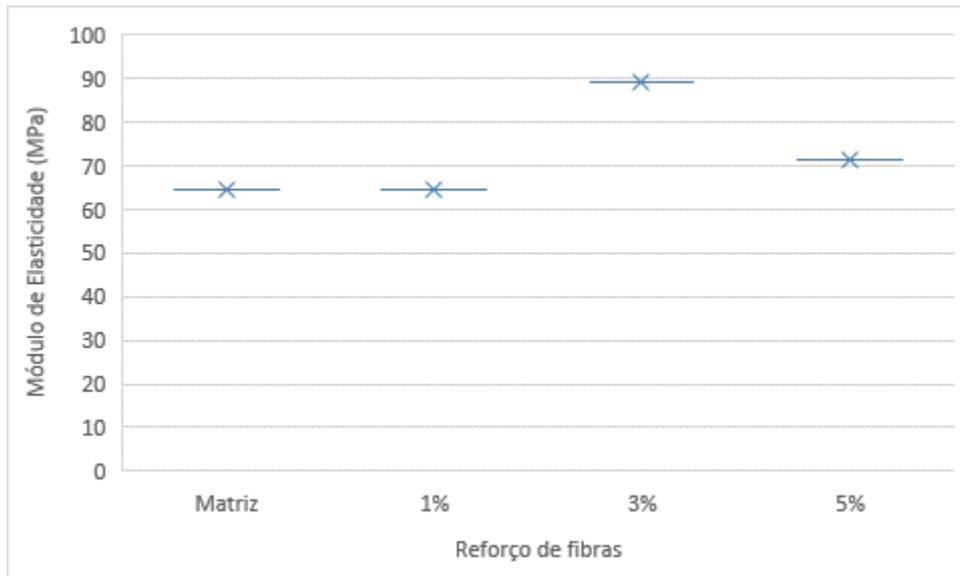


Figura 15: Tensão Máxima (Mpa) da matriz e dos compósitos.

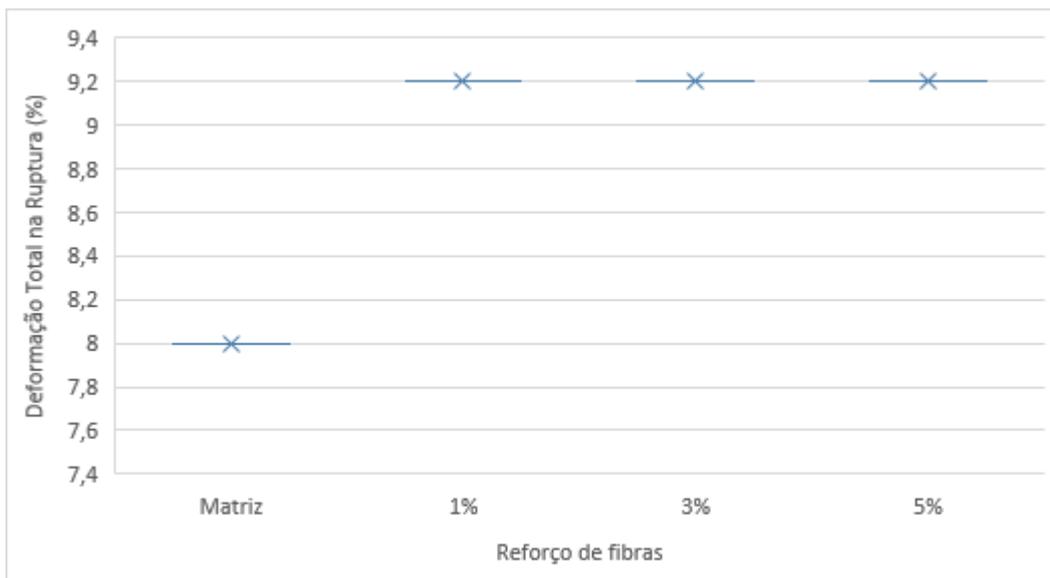
As figuras 14 e 15 apresentam a média dos resultados dos ensaios de tração, conforme norma ASTM D 638-02 e ASTM E8 M [12,13], através do gráfico de Tensão (MPa) x Deformação (%), realizados nos corpos de prova dos compósitos e da matriz. O PEAD é uma matriz altamente tenaz, ou seja, é capaz de sofrer um alto grau de deformação antes de romper, porém apresenta baixa resistência à tração e baixo módulo de elasticidade [8].

O Compósito que demonstrou maior Tensão Máxima foi o da composição com adição de 3% em massa de fibras na matriz polimérica e 1% em massa de Anidrido Maleico embebido direto na fibra. Este se mostrou mais resistência do que a matriz, sem fragilizar o compósito. A composição com 1% em massa de fibras não obteve resultado relevante, pois a baixa quantidade de fibras não ofereceu resistência ao material, mantendo-o semelhante à matriz, já a composição com 5% em massa de fibras mostrou diminuição da resistência com o aumento da concentração de fibras, ficando mais fragilizado do que o polímero original.



**Figura 16:** Módulo de Elasticidade (Mpa) da matriz e dos compósitos.

Observa-se nas figuras 15 e 16 que a fibra foi capaz de promover o efeito de reforço na matriz termoplástica pois aumentou a resistência à tração e o módulo de elasticidade.



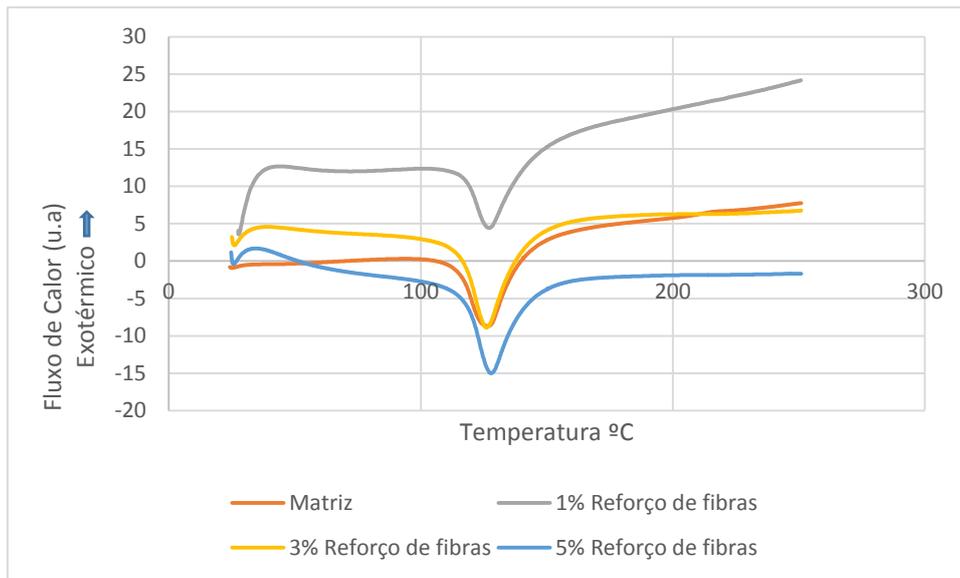
**Figura 17:** Deformação total na ruptura (%) da matriz e dos compósitos.

Em relação a deformação do material (figura 17), observou-se que a adição de fibras no polímero aumentou a deformação do material, esse fenômeno pode ser explicado pois em um processamento por extrusão, as propriedades do polímero e do reforço podem mudar, pois o esforço mecânico é aplicado ao mesmo que o calor sobre o polímero fundido. A associação entre calor e cisalhamento produz o chamado efeito termomecânico no qual a energia fornecida induz a formação de macro radicais nas cadeias poliméricas. As consequências desse efeito termomecânico irão depender da estrutura química do polímero, das interações intermoleculares entre a fibra e o polímero, do tempo de aplicação de tensão, da temperatura de processamento e da história de processamento do polímero[16].

A quantidade de fibras adicionada a matriz com resultado favorável, foi relativamente baixa, com 3% em massa, mas demonstrou que o polímero melhorou sua resistência mecânica quando comparado a matriz.

O gráfico da figura 18 apresentam os resultados dos ensaios de DSC realizados nos corpos de prova dos compósitos e da matriz em PEAD, demonstram temperatura de Fusão ( $T_m$ ) em 125°C. Valores caracte-

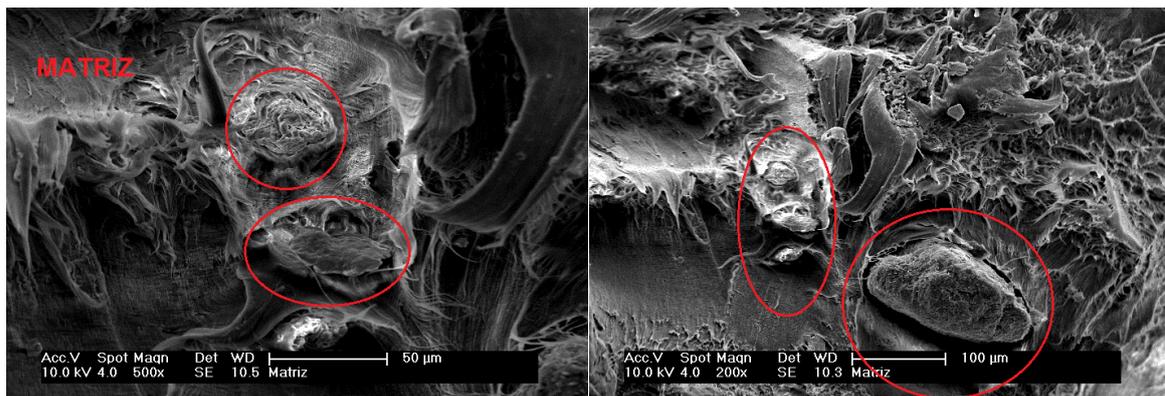
rísticos para este tipo de polímero (PEAD).



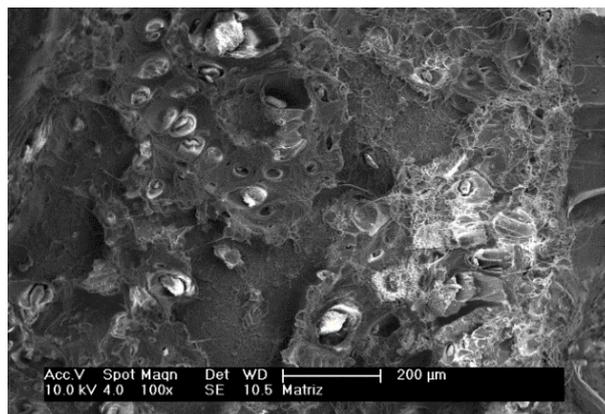
**Figura 18:** Gráficos DSC sobrepostos.

A microscopia do material compósito demonstrou que as fibras foram dispostas de forma descontínua e aleatória, ou seja, possuem características isotrópicas (mesma característica para diferentes direções), podendo-se, portanto, aplicar força em todos os sentidos que haverá reforço igual em toda extensão do material.

Este ensaio também foi utilizado para verificar os mecanismos de interação interfacial do compósito na região de rompimento dos corpos de prova do ensaio de tração. Observou-se assim nas figuras 19 e 20 a interfase entre as fibras e a matriz polimérica. A figura 19 salientou dois pontos onde a fibra está inserida na matriz polimérica, a interfase demonstrou a boa interação, pois a fibra encontra-se unida na matriz. Verificou-se também que o agente compatibilizante Anidrido Maleico foi eficiente na finalidade de aumentar a interação entre a fibra e a matriz. A figura 20 demonstrou a superfície do compósito na região de rompimento do corpo de prova no ensaio de tração, observou-se as diversas fibras inseridas na matriz.



**Figura 19:** Visualização dos mecanismos de interação interfacial do compósito.



**Figura 20:** Superfície do compósito na região de rompimento do ensaio de tração.

O compósito passou ainda por ensaio de resistência à água, onde durante o período de um mês, três amostras ficaram imersas em água sob temperatura de 35°C, com medições semanais de suas medidas com paquímetro. Ao fim do experimento, constatou-se que o material compósito não absorveu água durante esse período, demonstrando possuir resistência à água.

#### 4. CONCLUSÕES

O estudo apresentado neste artigo demonstrou que foi viável associar um resíduo orgânico a materiais que estão cada vez mais presentes no mercado de construção civil, como o PEAD, amplamente utilizado neste setor. Assim, além do desenvolvimento de um novo material tecnológico foi possível reutilizar um produto que seria descartado, diminuindo a quantidade de detritos.

Foram extraídas e caracterizadas as fibras provenientes das folhas e da espiga do milho e avaliadas técnicas diferentes de extração, obtendo-se resultados que comparados a outros estudos científicos nessa área, concluiu-se que as fibras de milho possuem características semelhantes às fibras vegetais utilizadas para reforço de materiais compósitos poliméricos.

Foram processados corpos de prova do material compósito, sendo analisados pelo teste de tração. Dadas às formulações, a que demonstrou maior eficiência foi a concentração com 3% em massa de fibras. De acordo com os resultados obtidos o ensaio de tração demonstrou que o polímero PEAD pôde ser reforçado com as fibras das folhas de milho previamente tratadas com o processo de mercerização para essa finalidade, proporcionando aumento da resistência do material.

Os resultados demonstrados são promissores, levando a uma possibilidade de novos usos tecnológicos para as fibras da folha de milho.

#### 5. AGRADECIMENTOS

Aos laboratórios e técnicos do Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais – CCTM do Instituto de Pesquisas Energética e Nucleares – IPEN e ao Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais – LPCM da Faculdade de Tecnologia de São Paulo – FATECSP.

#### 6. BIBLIOGRAFIA

- [1] COSTA, N. A. J., *Avaliação ambiental inicial e identificação dos aspectos ambientais na indústria química fundamentos na NBR ISO 14001*, Dissertação M.Sc., Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, Brasil, 1998.
- [2] SANTOS, A.M., *Estudo de Compósitos Híbridos Polipropileno / Fibras de Vidro e Coco para Aplicações em Engenharia*, Dissertação M.Sc., Universidade Federal do Paraná, Paraná, Brasil, 2006.
- [3] FOO, K. Y., HAMEED, B. H., “Value-added utilization of oil palm ash: A superior recycling of the industrial agricultural waste”, *Journal of Hazardous Material*, v. 172, pp. 523-531, Jul. 2009
- [4] MARCON, J. S., “*Estudo da modificação da fibra Proveniente da Coroa de Abacaxi para a Formação de Compósitos Poliméricos*”, In: Anais do 10º Congresso Brasileiro de Polímeros Unesp, Foz do Iguaçu, PR, Brasil, Out. 2009.
- [5] GUIMARAES, J.L., SATYANARAYANA K.G., WYPYCH F., *et al.*, Preparo de Compósitos Biodegra-

dáveis a Partir de Fibras de Bananeira Plastificadas com Amido e Glicerina Bruta Derivada da Alcoólise de Óleos Vegetais, Portal do Biodiesel, Governo Federal, pp. 28-33,2006, <http://www.biodiesel.gov.br/docs/congresso2006/Co-Produtos/PreparoCompositos6.pdf>, acesso em 12/06/2014

[6] AMÂNCIO, D. A., MENGOD M. O. A., “Avaliação das propriedades mecânicas de blendas de polietileno de baixa densidade (pebd) com polivinil butiral (pvb) reciclado de vidro laminado automotivo”, In: *VII Jornada de Iniciação Científica*, Universidade Presbiteriana Mackenzie, São Paulo, SP, Brasil, 2011.

[7] LIGOWSKI E., SANTOS B. C., FUJIWARA S. T., “Materiais compósitos a base de fibras da cana-de-açúcar e polímeros reciclados obtidos através da técnica de extrusão”, *Revista Polímeros*, v. 25, n.1, pp.70-75, Fev. 2015.

[8] ARAÚJO, J. R., *Compósitos de Polietileno de Alta Densidade reforçados com fibra de curauá obtidos por extrusão e injeção*. Dissertação M.Sc., Universidade Estadual de Campinas Instituto de Química, Campinas, São Paulo, SP, Brasil, 2009.

[9] PIOTTO, Z.C., *Eco-eficiência na Indústria de Celulose e Papel – Estudo de Caso*, Tese de D.Sc, Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil, 2003.

[10] SALAZAR, R.F.S., SILVA, G.L.P., SILVA, M.L.C.P., “Estudo da Composição da Palha de Milho para Posterior Utilização como Suporte na Preparação de Compósitos”, In: *VI Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica*, UNIFRA, Santa Maria, RS, Brasil, Jul. 2005.

[11] PIRES, E. N., *Efeito do Tratamento de Superfície em Fibras de Juta no Comportamento Mecânico de Compósitos de Matriz Epóx*. Dissertação M.Sc., Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, Brasil, 2009.

[12] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS – ASTM D 638-02, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. Annual Book of ASTM Standards; 2001.

[13] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS – ASTM E8M-95a, Standard Test Methods For Tension Of Metallic Materials. Annual Book of ASTM Standards; 2001.

[14] BELTRAMI L. V. R., SCIENZA L. C., ZATTERA A. J., “Efeito do tratamento alcalino de fibras de Curauá sobre as propriedades de compósitos de matriz biodegradável”, *Revista Polímeros*, v. 24, n. 3, pp.388-394, Jun. 2014.

[15] IOZZI M. A., MARTINS M. A., FERREIRA F. C., *et al.*, “Estudo da influência do tratamento químico da fibra de sisal nas propriedades de compósitos com borracha nitrílica”, *Revista Polímeros*, v. 20, n. 1, pp. 25-32, 2010

[16] DE PAOLI, M. A., “Degradação e Estabilização de Polímeros”, Editora Artliber, São Paulo, 2009.