

## Potencial de utilização do resíduo do fruto da oiticica no desenvolvimento de compósitos de matriz termoplástica

### Potential for using oiticica fruit residue in the development of thermoplastic matrix composites

Caroline Henrique de Souza Borba<sup>1,2</sup> , Pablo Freire Lima<sup>1</sup>, Jamile Almeida Vieira<sup>1,2</sup> , Grazielle Rozendo de Cerqueira<sup>1</sup>, Zora Ionara Gama dos Santos<sup>1</sup>, Marcelo Massayoshi Ueki<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Sergipe, Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais. Av. Marechal Rondon, s/n, Rosa Elze, 49100-000, São Cristovão, SE, Brasil.

<sup>2</sup>SENAI CIMATEC. Av. Orlando Gomes, 1845, Piatã, 41650-010, Salvador, BA, Brasil.

e-mail: caroline.borba@fieb.org.br, pablofreire.mat@gmail.com, jamisantos.ja@gmail.com, grazielle.rozendo@ufpe.com, zora.ufs@gmail.com, mm\_ueki@yahoo.com.br

#### RESUMO

Nos últimos anos a preocupação de ambientalistas vem crescendo devido ao grande uso de produtos que tem como matéria-prima fontes fósseis não renováveis. Uma alternativa adotada entre os pesquisadores é a produção de compósitos de matriz termoplástica com fibras de resíduos de lignocelulósicas. A oiticica ou oiti é um fruto rico em óleo e é muito utilizado para a produção de sabão. O co-produto gerado desse processo é rico em fibras, óleo e impurezas e atualmente é muito utilizado para ração animal e adubo para solo. O objetivo do presente trabalho é a produção e avaliação das propriedades de compósitos de PEAD com Torta de Oiticica. Como matriz foi utilizado um PEAD verde fornecido pela Braskem e a fase dispersa foi a Torta de oiticica fornecida por uma fábrica de sabão. As composições com 5, 10 e 20% de Torta de oiticica foram processadas por extrusão dupla rosca e os corpos de provas confeccionados pelo processo de injeção. Os compósitos foram caracterizados através do ensaio de tração uniaxial para avaliação de propriedades mecânicas (deformação até a ruptura, módulo e tensão na força máxima). A interação entre torta e matriz foi analisada através da superfície de fratura utilizando microscopia eletrônica de varredura e a análise térmica foi avaliada através de DSC. Os resultados mostraram diminuição na deformação para composições com 10 e 20% de torta. Houve uma queda gradativa na tensão na força máxima nos compósitos quando comparada com a do PEAD. As micrografias mostraram pouca interação entre fibra e matriz e a presença de vazios. As análises térmicas apresentaram uma diminuição no grau de cristalinidade, concluindo-se que a presença da torta pode ter dificultado a organização das cadeias, gerando maior número de regiões amorfas.

**Palavras-chave:** Compósitos; Resíduos; Lignocelulósicas; PEAD; Oiticica.

#### ABSTRACT

In recent years the concern of environmentalists has been growing due to the large use of products that have non-renewable fossil sources as raw material. An alternative adopted by the researchers is the production of thermoplastic matrix composites with lignocellulosic waste fibers. The oiticica or oiti is a fruit rich in oil and is widely used for soap production. The co-product generated from this process is rich in fiber, oil and impurities and is currently widely used for animal feed and soil fertilizer. The objective of the present work is the production and evaluation of the properties of HDPE composites with Oiticica waste. As matrix was used a green HDPE supplied by Braskem and the dispersed phase was the pie de oiticica supplied by a soap factory. Compositions with 5, 10 and 20% of waste de oiticica were processed by double screw extrusion and the specimens made by the injection process. The composites were characterized by uniaxial tensile test to evaluate mechanical properties (deformation to rupture, modulus, and stress at maximum force). The interaction between pie and matrix was analyzed through the fracture surface using scanning electron microscopy and the analysis. Thermal analysis

was assessed by DSC. The results showed decrease in the deformation for 10 and 20% waste compositions. There was a gradual decrease at the stress at the maximum strength of the composites when compared to HDPE. The micrographs showed little interaction between fiber and matrix and the presence of voids. Thermal analysis showed a decrease in the degree of crystallinity, concluding that the presence of the oiticica may have made it difficult to organize the chains, generating a greater number of amorphous regions.

**Keywords:** Composites; Waste; Lignocellulosic; HDPE; Oiticica.

## 1. INTRODUÇÃO

A preocupação dos pesquisadores sobre a escassez de fontes não renováveis, como o petróleo, é cada vez maior, pois esses buscam alternativas para reduzir o uso dessas fontes e evitar sua futura extinção. A produção de materiais que tem como base matéria-prima oriunda de fontes fósseis vêm decrescendo ao longo dos anos, tendo em vista que alternativas a partir de fontes renováveis estão começando a surgir [1].

O polietileno de alta densidade verde (PEAD – I<sup>m</sup> green), produzido pela Braskem, é um exemplo de polímero termoplástico que é obtido por meio de fontes renováveis. O PEAD verde é produzido a partir do etanol extraído da cana-de-açúcar. Durante o processo de síntese, o gás carbônico é capturado da atmosfera, fazendo com que ocorra uma redução da emissão de gases que são prejudiciais ao efeito estufa. Apesar de ser obtido por meio de uma fonte renovável, o PEAD verde possui propriedades físico-químicas semelhantes ao PEAD obtido de fonte fóssil. É um polímero parcialmente cristalino, inerte à maioria dos produtos químicos e suas propriedades são influenciadas pelo conteúdo de fases amorfas e cristalinas [2].

Para obter novos materiais considerados “amigos do meio ambiente”, pesquisadores buscam fazer combinações utilizando, por exemplo, resíduos de plantas lignocelulósicas com uma matriz termoplástica, resultando em um material compósito [3, 4]. Esses materiais compósitos geralmente têm como características boas propriedades mecânicas, baixo custo e possuem elevada capacidade de se tornarem biodegradáveis [5]. Os resíduos de plantas lignocelulósicas são considerados fontes valiosas de fibras e que possui um importante papel de atuação como reforço ou enchimento em compósitos, reduzindo a quantidade de polímero termoplástico presente da matriz [6]. Estes resíduos podem ser palhas, caules, cascas, serragens de madeiras, sementes, bagaços e tortas. No entanto, para estes resíduos serem apropriados para atuação em conjunto como reforço e enchimento, em compósitos, devem conter fibras e essas devem ser ricas nos seus principais constituintes como hemicelulose, celulose e lignina [6].

A *Licania Rígida Benth* é uma espécie pertencente à família *Crysobalanaceae* e popularmente conhecida como oiticica ou oiti. A árvore de oiticica possui características arbórea, perene e sempre verde que são facilmente encontradas em margens de rios e riachos. Além disso, a árvore de oiticica serve de sombra local e por isso é preferível sua plantação em locais como praças, jardins, ruas e avenidas [7]. O fruto da oiticica possui características marcantes com o formato oval, casca amarelada, possui cerca de 6 a 8 cm de comprimento e polpa pastosa. Além disso, o fruto é rico em óleo que é utilizado na fabricação de tintas, vernizes e é muito utilizado na fabricação de sabão [8].

A torta de oiticica é considerada um coproduto oriundo da extração de todo o óleo presente na polpa, o qual é destinado para a produção de sabão e também biodiesel. Esse coproduto possui uma mistura que contém resíduos de fibras, de óleo e algumas impurezas intrínsecas do próprio fruto. Apesar do fruto da oiticica apresentar uma polpa pastosa esse não é considerado comestível e é pouco explorado. Os resíduos de oiticica gerados na fabricação de sabão, por exemplo, são geralmente destinados para ração animal e adubo para solo [8]. Devido a isso, há um interesse de utilizar a torta de oiticica como fase dispersa em compósitos, pois essa pode atuar como um agente de reforço ou de enchimento em matriz de polímeros termoplásticos.

Diante disso, este estudo teve como objetivo desenvolver compósitos de matriz termoplástica (polietileno de alta densidade verde – PEAD) com a torta de oiticica como fase dispersa e avaliar a influência da fase dispersa nas propriedades mecânicas, térmicas e morfológicas dos compósitos.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1. Materiais

Como matriz termoplástica, para o presente trabalho, foi utilizado um polietileno de alta densidade (PEAD verde) produzido pela Braskem sob código SHC7260, com índice de fluidez de 7,2 g/10 min e densidade de 0,959 g/cm<sup>3</sup>. Como fase dispersa foi utilizada a torta de oiticica a qual foi obtida a partir da prensagem à quente dos frutos de oiticica com o objetivo de extrair o óleo para produção de sabão. A torta já beneficiada, foi doada por uma fábrica de sabão localizada na cidade de Jauaribe/CE. A torta de oiticica possui uma coloração

marrom terrosa (parecendo serragem) e com a presença de resíduos de fibras, pedras e outras impurezas. Com a finalidade de melhorar a adesão entre a torta e a matriz foi utilizado agente de acoplamento consistindo em um polietileno funcionalizado com anidrido maléico, OREVAC CA 1832 produzido pela Atofina.

## 2.2. Métodos

### 2.2.1. Preparação dos compósitos PEAD/torta de oiticica

A fase dispersa, por se tratar de um material higroscópico, foi previamente submetida ao processo de secagem sob uma temperatura de 100°C por um período de 8h, para ser atingido um teor de umidade em torno de 95% para tanto foi usado uma estufa da marca SOLAB e modelo SL102/480. Em seguida foram preparadas, por tamboreamento, amostras com o PEAD verde variando o teor da fase dispersa e mantendo o teor fixo do agente de acoplamento como descritas na Tabela 1. A preparação dos compósitos foi feita em uma extrusora dupla rosca modular corrotacional, fabricada pela Imacon com diâmetro de rosca de 30 mm e razão L/D = 40, operando com velocidade de rosca de 200Rpm e perfil crescente de temperatura (134, 150, 160, 170, 180, 190, 190°C) da alimentação para matriz. Todas as etapas de processamento foram realizadas no laboratório de processamento de polímeros do SENAI CIMATEC em Salvador/BA.

### 2.2.2. Confeção dos corpos de prova

Os corpos de prova foram confeccionados a partir dos pellets, já secos, seguindo a norma ISO 3167 [9], com o formato tipo gravata. Para tanto foi usado o processo de moldagem por injeção fazendo uso de uma máquina injetora BATTENFELD HM 45/210 que possui moldes com canais de distribuição em Z com ponto de injeção na forma de lâmina, atendendo a configuração ISO 527-1:2019 [10] (molde/dimensionamento). A máquina está localizada no Complexo Laboratorial do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão/SE.

### 2.2.3. Caracterização mecânica

Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de tração uniaxial e o equipamento utilizado foi a máquina universal de ensaio, modelo INSTRON 3367. A velocidade de deslocamento do travessão de 5 mm/min e célula de carga de 30 kN, seguindo a norma ISO 527-1:2019 [10]. A máquina universal está localizada no Laboratório de Ensaio mecânicos do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão/SE.

### 2.2.4. Caracterização morfológica

As amostras foram preparadas utilizando o martelo do ensaio de impacto Izod da marca INSTRON – CEAST 9050, onde foram obtidas as superfícies de fratura. A metalização das amostras com ouro, necessária para tornar a superfície das amostras condutoras, foi realizada na metalizadora de marca DENTON VACCUM (Desk V). A morfologia da superfície de fratura das amostras foi observada através do microscópio eletrônico de varredura de marca JEOL e modelo (JSM-5700), utilizando ampliações de até 500 vezes e uma tensão de aceleração de 5kV. Todos os equipamentos citados anteriormente estão localizados no Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão/SE.

### 2.2.5. Caracterização térmica

As propriedades térmicas dos compósitos foram obtidas através do Analisador Térmico Diferencial (DSC) de marca NETZSCH 200 F3 Maia. Esse equipamento está localizado no Laboratório de Análises Térmicas localizado no Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Sergipe, São

**Tabela 1:** Composições PEAD com torta de oiticica.

NOMENCLATURA	PEAD (%m)	TORTA (%m)
PE0%Torta	100,0	0,0
PE5%Torta	95,0	5,0
PE10%Torta	90,0	10,0
PE20%Torta	80,0	20,0

Os pellets, resultantes do processo de extrusão, foram secos em uma estufa de marca SOLAB e modelo SL102/480 a 100°C durante 24 horas.

Cristovão/SE. Os termogramas foram realizados em um intervalo de temperatura entre 25 e 180°C com uma taxa de aquecimento de 10°C/min. As propriedades obtidas foram: temperatura de fusão ( $T_m$ ) e entalpia de fusão ( $\Delta H_m$ ). O grau de cristalinidade ( $X_c$ ) foi calculado dividindo a entalpia de fusão ( $\Delta H_m$ ), obtido pela área do pico, pela entalpia padrão ( $\Delta H_m^0$ ) multiplicado pela fração em peso ( $W$ ) da matriz polimérica presente no compósito. Em que  $\Delta H_m^0$  corresponde a entalpia de fusão da matriz 100% cristalina, em que para o PEAD  $\Delta H_m^0$  equivale a 293 J/g [6].

### 3. RESULTADOS

#### 3.1. Propriedades mecânicas

Na Figura 1 mostra curvas de tensão versus deformação (foram plotadas as curvas que mais se aproximaram da média de todas aquelas obtidas do ensaio de tração uniaxial) para o PEAD e os compósitos com 5, 10 e 20% de torta de oiticica. Através desta figura, fica evidenciado que a presença da torta promoveu uma diminuição na tensão na força máxima em torno de 18, 23 e 24% para as composições contendo 5, 10 e 20%, respectivamente em relação ao PEAD. Para tensão de ruptura, o compósito com 5% de torta de oiticica teve uma redução mínima no seu valor de tensão (em torno de 5% quando se compara com PEAD). Já para os compósitos com 10 e 20% de torta de oiticica esse valor da tensão na ruptura diminuiu significativamente, em torno de 92 e 93%, respectivamente quando se comparou com o PEAD. Observa-se ainda que a deformação dos compósitos com 10 e 20% de torta de oiticica diminuiu em torno de 50% em relação ao PEAD e o compósito com 5% de torta de oiticica manteve uma deformação igual e superior a matriz PEAD.

Para melhor entendimento da influência das partículas da torta de oiticica nas propriedades mecânicas dos compósitos a seguir tem-se um desmembramento destas propriedades as quais estão representadas nas Figuras 2, 3 e 4.

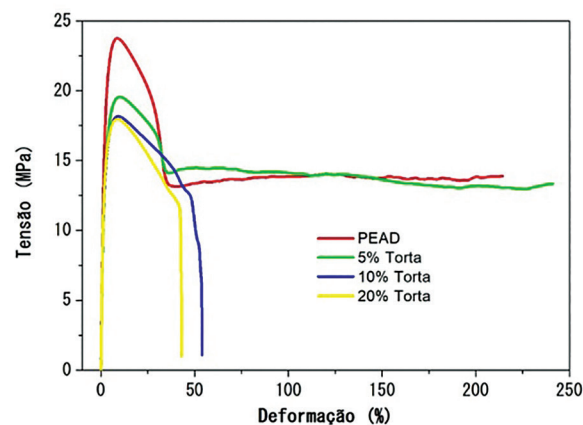


Figura 1: Curvas tensão versus deformação para o PEAD e os compósitos com 5, 10 e 20% de torta de oiticica.

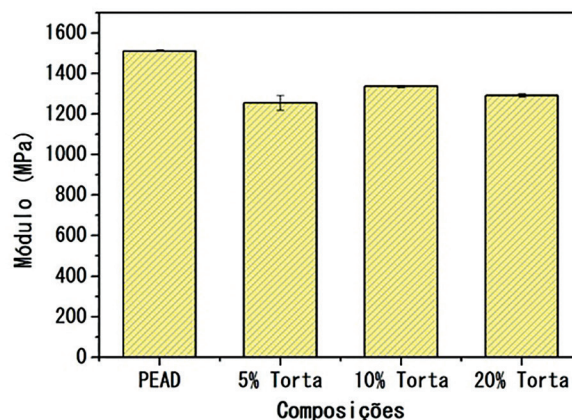
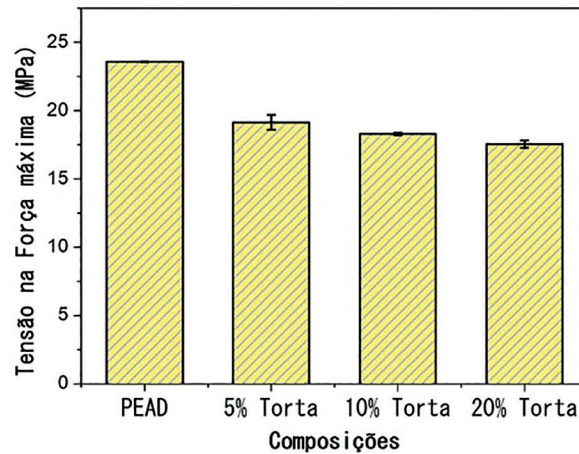
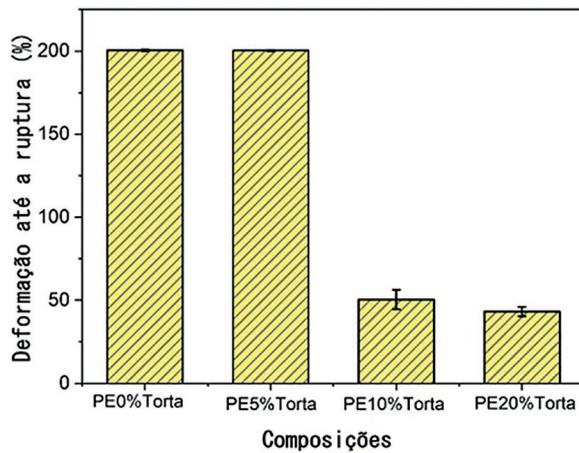


Figura 2: Módulo de elasticidade para o PEAD e os compósitos com 5, 10 e 20% de torta de oiticica.



**Figura 3:** Tensão na força máxima para o PEAD e os compósitos com 5, 10 e 20% de torta de oiticica.



**Figura 4:** Deformação até a ruptura para o PEAD e os compósitos com 5, 10 e 20% de torta de oiticica.

Outra mudança de propriedade observada foi o módulo de elasticidade, onde os valores obtidos foram as médias de três amostras utilizando o módulo secante com o segmento entre 0,05–0,25% de deformação. É verificado no gráfico de barras que essa propriedade diminuiu com o aumento do teor da torta de oiticica na matriz para todas as composições quando se comparado ao PEAD. Valores próximos de módulo são verificados entre os compósitos com 10 e 20% de torta de oiticica. Era esperado que a adição da torta de oiticica na matriz promovesse o aumento dessa propriedade para valores de módulos igual ou superior ao PEAD. Os valores de módulo do PEAD e os compósitos com 5, 10 e 20% de torta de oiticica são mostrados na Figura 2.

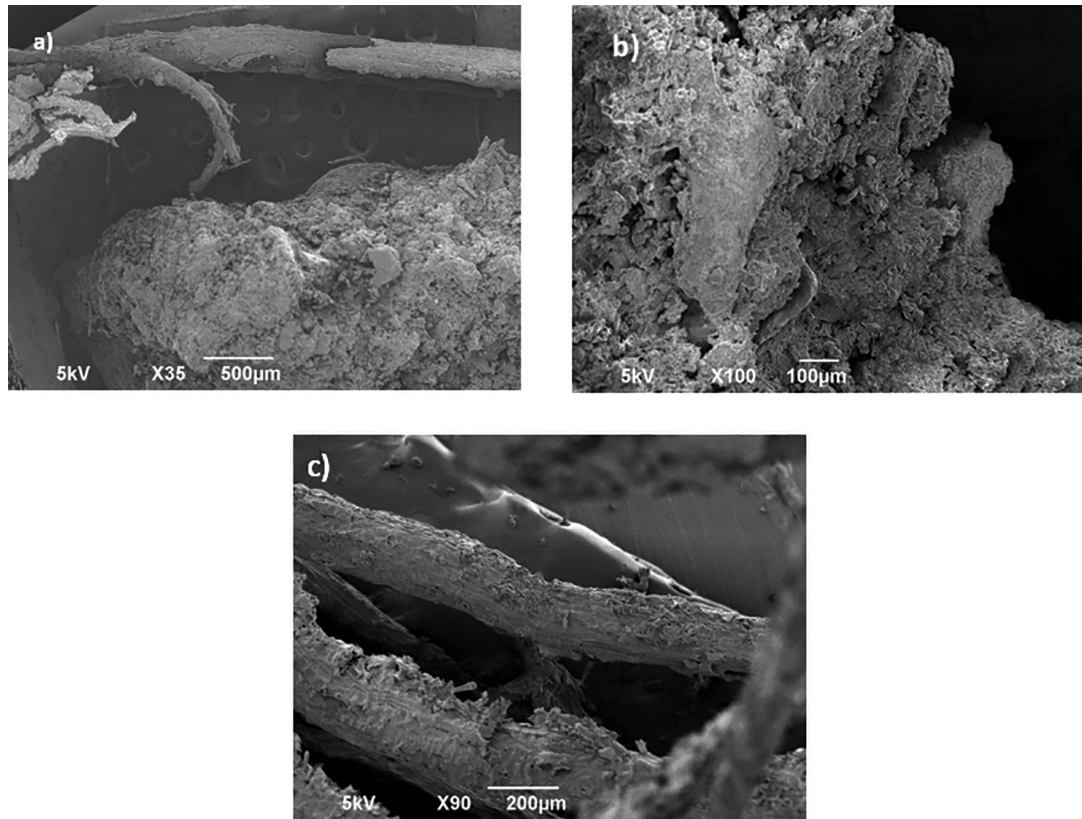
No gráfico da Figura 3 mostra a tensão na força máxima para o PEAD e os compósitos com 5, 10 e 20% de torta de oiticica. Os resultados obtidos para essa propriedade mostram que para o PEAD, a tensão na força máxima é maior comparado com as demais composições. Para os compósitos houve um decréscimo de forma gradual para esta propriedade, em torno de 27%, à medida que o teor de torta de oiticica aumentou nas composições.

A deformação até a ruptura é mostrada na Figura 4. Para a matriz PEAD e o compósito com 5% de torta de oiticica a deformação apresentada é praticamente a mesma (em torno de 200% de deformação). Porém, para os compósitos com 10 e 20% de torta de oiticica essa deformação sofre uma redução significativa em torno de 50%. Para o compósito com maior teor de torta de oiticica (PE20% Torta) mostrou-se com deformação inferior quando se comparou com os outros compósitos e a matriz.

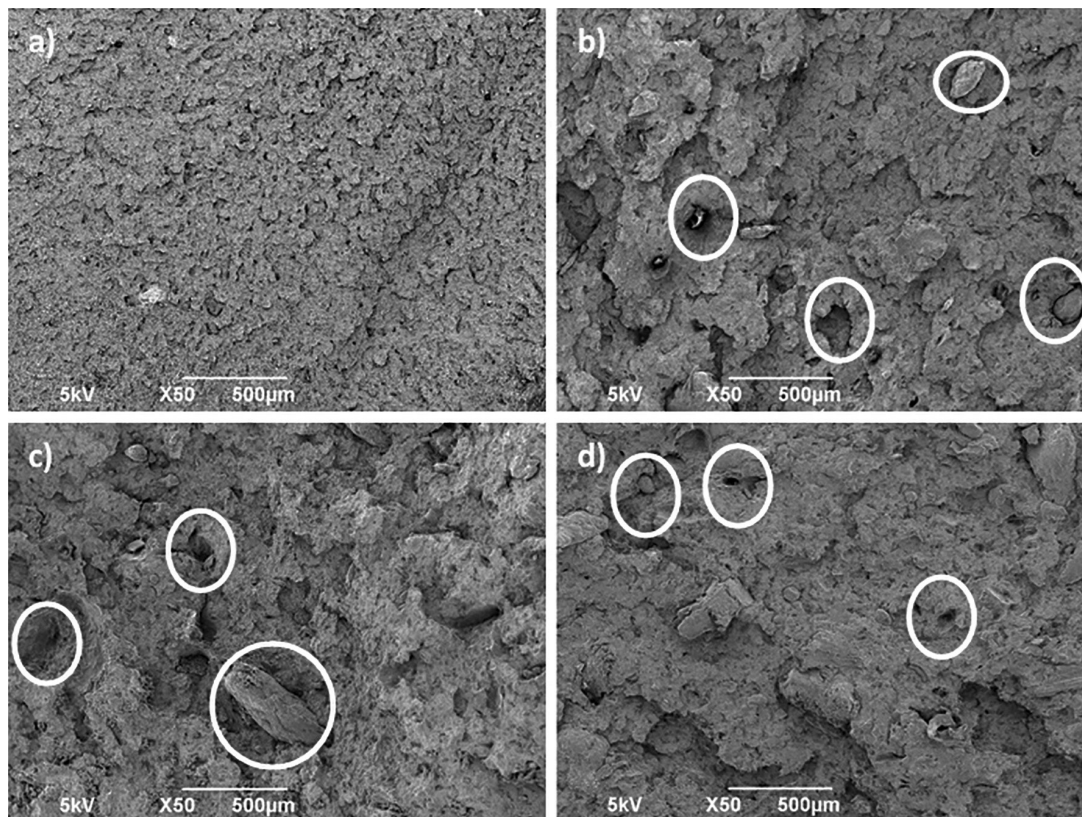
### 3.2. Caracterização morfológica

Através das imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) pode-se observar as características da torta de oiticica, assim como da superfície de fratura das amostras. A Figura 5(a) mostra os aspectos físicos





**Figura 5:** Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura da torta de oiticica a) torta de oiticica (fibra, partículas e impurezas), b) partículas e c) fibras presentes na torta.



**Figura 6:** Imagens obtidas por MEV da superfície de fratura para o a) PEAD e os compósitos com b) 5% de torta, c) 10% de torta e d) 20% de torta.

da torta de oiticica. Em maiores aumentos, na imagem da Figura 5(a), é possível notar a presença de partículas e fibras, Figura 5(b) e 5(c), respectivamente.

Já nas Figuras 6(a) a 6(d) mostram as imagens da superfície de fratura do PEAD e dos compósitos com 5, 10 e 20% de torta de oiticica, possibilitando a visualização da distribuição e adesão da torta de oiticica na matriz de PEAD.

### 3.3. Caracterização térmica

A Figura 7 mostra as curvas de DSC para o PEAD e seus compósitos com 5, 10 e 20% de Torta de Oiticica. Pelas curvas é possível observar o comportamento térmico característico da matriz de PEAD, assim como dos compósitos, onde o pico endotérmico referente a temperatura de fusão cristalina da matriz polimérica manteve-se no intervalo de 130 a 140°C, o que é esperado pois os polietilenos convencionais apresentam, normalmente, temperaturas de fusão dentro dessa faixa.

Na Tabela 2, os valores de temperatura de fusão ( $T_m$ ), entalpia ( $\Delta H_m$ ) e grau de cristalinidade ( $X_c$ ) obtidos para cada material são mostrados. É possível observar que a inserção da torta de oiticica na matriz de PEAD diminuiu em torno de 2°C na temperatura de fusão cristalina dos compósitos. Com relação a entalpia de fusão, percebe-se que a introdução progressiva do teor de torta de oiticica promove uma redução nas entalpias, em até 29% para o compósito com 20% de torta. Já o grau de cristalinidade diminuiu à medida que se aumentou o teor de torta de oiticica na matriz quando se comparou com o PEAD. Além disso, foi observado que entre os compósitos com 10 e 20% de torta de oiticica não houve variação no grau de cristalinidade.

## 4. DISCUSSÃO

### 4.1. Propriedades mecânicas

A partir da Figura 1 é possível analisar o comportamento de cada compósito e nota-se que a presença da torta de oiticica influenciou na mudança das propriedades mecânicas do PEAD. É observado no gráfico da Figura 1 que a deformação até a ruptura diminui à medida que aumentou o teor de torta de oiticica na matriz, exceto para a composição com 5% de torta em que a deformação se aproximou da matriz de PEAD. É possível observar que

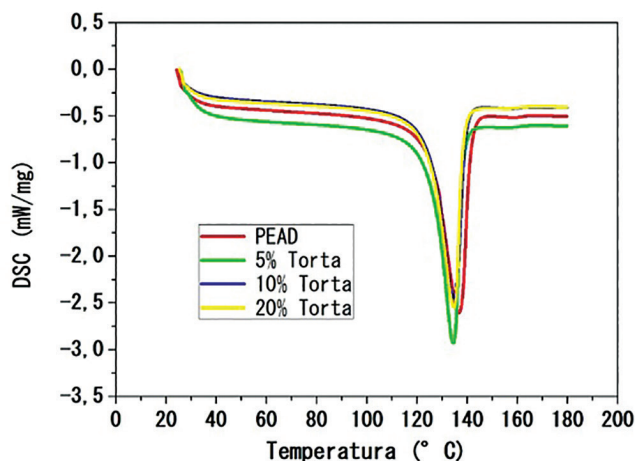


Figura 7: Curvas de DSC para o PEAD e os compósitos com 5, 10 e 20% de torta de oiticica.

Tabela 2: Temperatura de fusão cristalina ( $T_m$ ), entalpia de fusão ( $\Delta H_m$ ) e grau de cristalinidade ( $X_c$ ) para o PEAD e seus compósitos com 5, 10 e 20% de torta de oiticica.

AMOSTRA	$T_m$ (°C)	$\Delta H_m$ (J/g)	$X_c$ (%)
PEAD	136,7	152,3	52,0
5% Torta	134,5	133,6	48,0
10% Torta	134,7	121,3	46,0
20% Torta	134,8	107,8	46,0

a quantidade mínima de torta de oiticica não influencia em algumas propriedades mantendo, assim, o comportamento dúctil e de deformação da matriz de PEAD. Já para composições com 10 e 20% de torta de oiticica a deformação até ruptura diminuiu e esse fato pode estar relacionado com a dificuldade de mobilidade das cadeias durante o carregamento, visto que a presença de fibras ou partículas tem forte influência nesse processo. Esse resultado evidencia uma mudança no mecanismo de deformação da matriz, fazendo com que o PEAD diminua sua deformação o que torna o compósito final menos dúctil [11].

A presença de fibras, partículas e impurezas na torta de oiticica tem uma relação com a diminuição do módulo de elasticidade. À medida que o teor de torta de oiticica aumentou na matriz de PEAD houve uma diminuição nos valores de módulo. A diminuição do módulo nos compósitos pode ser atribuída com o fato das partículas ou impurezas presentes na torta restringir a movimentação das cadeias do polietileno, reduzindo a capacidade de deformação da matriz na zona elástica. Um resultado parecido também foi mostrado por XIAN *et al.* [12] em que trabalharam na produção de compósitos de polietileno de alta densidade com resíduos de fibra de bambu utilizando um tipo de lama branca ou “white mud”, como mencionado pelos autores e que possui como componente primário carbonato de cálcio. Nesse estudo, os autores puderam observar que os compósitos tiveram um aumento no módulo e depois houve um decréscimo (a partir de 18% de teor da lama branca foi observado a diminuição do módulo) o qual foi associado com a restrição do movimento das cadeias do polietileno devido ao carbonato de cálcio presente nessa lama branca.

A presença de partículas, fibras ou até mesmo impurezas podem atuar dificultando o arranjo ordenado das macromoléculas do PEAD. Esse fato pode ser confirmado com o grau de cristalinidade do PEAD e os compósitos mostrados na Tabela 2, onde uma maior organização das macromoléculas resulta em grau de cristalinidade maior (52% para o PEAD) e a resposta obtida em termos de propriedades mecânicas é um valor de módulo elástico maior. Já para os compósitos com 5, 10 e 20% de torta de oiticica os valores de grau de cristalinidade são menores (48% e 46% respectivamente) quando se comparado com o PEAD. Esse último resultado mostra que a presença de oiticica atua dificultando a organização das macromoléculas de PEAD o que leva a formação de mais regiões amorfas influenciando diretamente na redução do módulo de elasticidade. Um resultado parecido também foi observado por IBRAHIM *et al.* [13], no qual estudaram compósitos de polietileno de alta densidade com diferentes tipos de fibra de bananeira (essas diferenças estavam relacionadas com o tipo de obtenção de cada fibra). Dos quatro tipos de fibras de bananeira utilizadas nesse estudo apenas uma não reduziu o módulo de elasticidade. As demais fibras foi observando redução do módulo à medida que o teor da fibra foi aumentando na matriz e esse resultado foi correlacionado com a redução do grau de cristalinidade para cada compósito.

Já o resultado obtido para a tensão na força máxima pode estar atrelado a distribuição não homogênea das fibras e a desagregação das partículas, já que a torta de oiticica é um aglomerado de fibra, partículas, impurezas além da presença de óleo. Essa torta dentro do compósito pode ocasionar a formação de aglomerados provocando vazios resultando, então, na diminuição desta propriedade [6]. Além disso, o fator interface (matriz/fase dispersa) pode ter influenciado na diminuição desta propriedade e uma interface fraca pode ter sido formada e com isso ter impedido a distribuição de carga da matriz para a fase dispersa [14]. Esse resultado também foi observado por BARCZEWSKI *et al.* [15], o qual fez estudos de compósitos de polietileno de ultra baixa densidade (ULDPE) com resíduos de casca de girassol e foi observado que com o aumento do teor de resíduo não modificado (5, 10 e 20%) na matriz a tensão da força máxima foi reduzida [15]. Outro fato que também pode ter relação com a redução dessa propriedade é a presença de fibras curtas na torta de oiticica, em que o comprimento crítico é exigido para que a carga transferida da matriz para a fibra seja eficiente.

Os compósitos com 10 e 20% de torta de oiticica apresentam um comportamento de deformação muito baixo quando se compara com o PEAD e o compósito com 5% de torta de oiticica. A alta deformação do compósito com 5% de torta de oiticica demonstra que a quantidade presente não foi suficiente para interferir no comportamento de ductilidade relacionado a matriz de PEAD. No entanto, as baixas deformações apresentadas pelos compósitos com 10 e 20% de torta de oiticica faz com que a matriz PEAD perca a sua característica dúctil e esse resultado pode estar relacionado com dois fatores: o primeiro é que a presença de maior quantidade de partículas da torta dificulta a mobilidade das cadeias e o segundo fato é que as fibras presentes possuem um certo comportamento quebradiço. Logo, esses dois fatores podem influenciar na mudança de comportamento de um compósito com matriz dúctil para um compósito de matriz quebradiço [6, 11].

## 4.2. Caracterização morfológica

A partir das imagens obtidas pela microscopia eletrônica de varredura da torta de oiticica (Figura 5), bem como da superfície de fratura dos compósitos (Figura 6) é possível observar a presença de pequenas partículas, fibras e possíveis impurezas constituintes da torta de oiticica envolvidas na matriz de PEAD. Como observado nas figuras (a), (b) e (c), a torta de oiticica possui uma característica heterogênea. É notado a presença de partículas



que podem ser impurezas adquiridas durante a etapa de prensagem para a retirada de óleo. Além disso, é possível observar a presença de fibras curtas e com superfície rugosa.

O comportamento dúctil característico da matriz de PEAD pode ser notado através da Figura 6(a), em que a rugosidade está relacionada à propagação da trinca, nucleada no entalhe, que leva a ruptura do material [14]. As imagens da superfície de fratura dos compósitos, Figuras 6(b)–(d), revelam a existência de vazios, fibras arrancadas e a presença de *pull-out* (desprendimento da fibra [15]), principalmente, para as composições com 10 e 20% de torta de oiticica Figura 6(c) e (d). Além disso, não é observado uma boa adesão entre a torta e a matriz de PEAD fazendo com que a transferência de esforço desejada da matriz para a fibra seja mínima, o que resulta em propriedades mecânicas baixas [16]. A torta de oiticica, nesse caso, pode atuar como carga de enchimento trazendo algumas vantagens como diminuir a quantidade de matriz no compósito e a redução de custos do produto final.

### 4.3. Caracterização térmica

O comportamento térmico exibido nas curvas da Figura 7 e pelos dados demonstrados na Tabela 2 revelam que a variação da temperatura de fusão dos compósitos em relação a matriz de PEAD é mínima, o que indica que a presença da torta de oiticica não interfere na estabilidade térmica dos compósitos com matriz PEAD. Já para a entalpia de fusão, ocorre uma tendência em diminuir com o aumento de teor de torta de oiticica. Além disso, influi nos resultados do grau de cristalinidade, embora que a cristalinidade para os compósitos com 10 e 20% não é alterada. Esse comportamento pode estar relacionado com a dificuldade de mobilidade da cadeia de se organizar devido a presença da torta e com isso há uma diminuição da cristalinidade e formação de mais regiões amorfas [17], corroborando com o resultado do módulo de elasticidade, onde o menor grau de cristalinidade resulta em um menor módulo para todas as composições do compósito. Uma alternativa para o aumento de grau de cristalinidade dos compósitos seria o tratamento superficial ou a modificação química das fibras presente na torta. Esse tratamento superficial ou modificação química foi feito por MULINARI [18] o qual foi realizado tratamentos nas fibras de celuloses do bagaço da cana-de-açúcar e foi observado, de uma maneira geral, um aumento no grau de cristalinidade dos compósitos. Esse aumento no grau de cristalinidade resultou na melhoria das propriedades mecânicas sendo uma delas o módulo de elasticidade.

## 5. CONCLUSÕES

De acordo com os resultados é possível concluir que a presença da torta de oiticica (10 e 20%) reduz a deformação na ruptura o que está relacionado com a característica frágil da fibra. O módulo de elasticidade diminui gradativamente à medida que aumentou o teor de torta de oiticica na matriz de PEAD e esse resultado pode estar associado as características anisotrópicas das fibras presentes na torta. A tensão na força máxima foi reduzida quando inseriu a torta de oiticica na matriz onde a presença de impurezas, agregados, fibras e o óleo pode ter corroborado com a diminuição dessa propriedade.

Nas imagens de microscopia eletrônica de varredura foi possível observar a interação da matriz (PEAD) e a fase dispersa (torta de oiticica) o qual foi mostrado na imagem que não houve uma boa adesão da fibra na matriz. Além disso, foi observado a presença de vazios o que resultou em baixas propriedades mecânicas. Para as propriedades térmicas foi possível concluir que a presença de torta de oiticica não interfere na estabilidade térmica dos compósitos, enquanto para a entalpia de fusão e o grau de cristalinidade foram reduzidos à medida que se aumentou o teor de torta de oiticica na matriz. Esse resultado foi associado com a dificuldade de organização das cadeias na presença da torta o que gerou uma maior quantidade de regiões amorfas.

## 6. AGRADECIMENTOS

Gostaríamos de agradecer ao CNPQ pela abertura do edital nº 18/2013 MCTI/CNPQ/SPM-PR/Petrobras por meio do qual foi adquirido o BIO-PEAD. Gostaríamos de expressar nossa gratidão ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal De Sergipe e ao SENAI CIMATEC por fornecerem a infraestrutura necessária para o avanço desta iniciativa de pesquisa.

## 7. BIBLIOGRAFIA

- [1] ALAERTS, L., AUGUSTINUS, M., ACKER, K.V., “Impact of bio-based plastics on current recycling of plastics”, *Sustainability*, v. 10, n. 5, pp. 1487, Maio 2018. doi: <http://dx.doi.org/10.3390/su10051487>.
- [2] COUTINHO, F.M.B., MELLO, I.L., MARIA, L.C.S., “Polietileno: principais tipos, propriedades e aplicações”, *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, v. 13, n. 1, pp. 1–13, Jan. 2003. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/S0104-14282003000100005>.

- [3] PANTHAPULAKKAL, S., SAIN, M., “Agro-residue reinforced high-density polyethylene composites: fiber characterization and analysis of composite properties”, *Composites. Part A, Applied Science and Manufacturing*, v. 38, n. 6, pp. 1445–1454, Jun. 2007. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2007.01.015>.
- [4] VÄISÄNEN, T., DAS, O., TOMPPU, L., “A review on new bio-based constituents for natural fiber-polymer composites”, *Journal of Cleaner Production*, v. 149, pp. 582–596, Abr. 2017. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.02.132>.
- [5] YOUSSEF, A.M., EL-GENDY, A., KAMEL, S., “Evaluation of corn husk fibers reinforced recycled low density polyethylene composites”, *Materials Chemistry and Physics*, v. 152, pp. 26–33, Fev. 2015. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2014.12.004>.
- [6] MERKEL, K., RYDAROWSKI, H., KAZIMIERCZAK, J., *et al.*, “Processing and characterization of reinforced polyethylene composites made with lignocellulosic fibres isolated from waste plant biomass such as hemp”, *Composites. Part B, Engineering*, v. 67, pp. 138–144, Dez. 2014. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.06.007>.
- [7] MONTEIRO, K.L., DE OLIVEIRA, C., SILVA, B.M.S.E., *et al.*, “Caracterização morfológica de frutos, de sementes e do desenvolvimento pós-seminal de *Licania tomentosa* (Benth.) Fritsch”, *Ciência Rural*, v. 42, n. 1, pp. 90–97, Jan. 2012. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/S0103-84782011005000147>.
- [8] SOUZA, G.S., SILVA, M.C., ANDRADE, K.S.S., *et al.*, “Determinação físico-química do oiti (*Licania tomentosa*) encontrado no vale do São Francisco (Petrolina-PE)”, In: *Anais do Congresso Norte-Nordeste de Pesquisa e Inovação*, Maceió, 2010.
- [9] INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 3167**: PLASTICS - MULTI-PURPOSE TEST SPECIMENS. SWITZERLAND: ISO COPYRIGHT OFFICE, 2014.
- [10] INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 527-1**: PLASTICS – DETERMINATION OF TENSILE PROPERTIES – PART 1: GENERAL PRINCIPLES. SWITZERLAND: ISO COPYRIGHT OFFICE, 2019.
- [11] HABIBI, Y., EL-ZAWAWY, W.K., IBRAHIM, M.M., *et al.*, “Processing and characterization of reinforced polyethylene composites made with lignocellulosic fibers from Egyptian agro-industrial residues”, *Composites Science and Technology*, v. 68, n. 7–8, pp. 1877–1885, 2008. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.01.008>.
- [12] XIAN, Y.A., LI, H., WANG, C., *et al.*, “Effect of white mud as a second filler on the mechanical and thermal properties of bamboo residue fiber/polyethylene composites”, *BioResources*, v. 10, n. 3, pp. 4263–4276, 2015. doi: <http://dx.doi.org/10.15376/biores.10.3.4263-4276>.
- [13] IBRAHIM, M.M., DUFRESNE, A., EL-ZAWAWY, K.W., *et al.*, “Banana fibers and microfibrils as lignocellulosic reinforcements in polymer composites”, *Carbohydrate Polymers*, v. 81, n. 4, pp. 811–819, 2010. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.03.057>.
- [14] CHAWLA, K.K., *Composite materials: science and engineering*, 3 ed., New York, Springer Science+Business Media, 2018.
- [15] BARCZEWSKI, M., MATYKIEWICZ, D., PIASECKI, A., *et al.*, “Polyethylene green composites modified with post agricultural waste filler: thermo-mechanical and damping properties”, *Composite Interfaces*, v. 25, n. 4, pp. 287–299, Nov. 2017. doi: <http://dx.doi.org/10.1080/09276440.2018.1399713>.
- [16] JORDÁ-VILAPLANA, A., CARBONELL-VERDÚ, A., SAMPER, M.D., *et al.*, “Development and characterization of a new natural fiber reinforced thermoplastic (NFRP) with Cortaderia selloana (Pampa grass) short fibers”, *Composites Science and Technology*, v. 145, pp. 1–9, 2017. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compscitech.2017.03.036>.
- [17] RAMOS, R.R.F. “Desenvolvimento de compósitos de polipropileno (PP) com sabugo de milho (SM) proveniente de resíduos agrícolas”, Tese de M.Sc., Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, Brasil, 2013.
- [18] MULINARI, D.R., “Comportamento térmico, mecânico e morfológicos dos compósitos de polietileno de alta densidade reforçados com fibras de celulose do bagaço de cana de açúcar”, Tese de D.Sc., Universidade Estadual Paulista, São Paulo, 2009.