



**THALITA PAULA DOS SANTOS**

**COMPÓSITOS DE POLIPROPILENO RECICLADO  
REFORÇADOS COM TORTA DE MAMONA IN NATURA E  
TRATADA QUIMICAMENTE**

**LAVRAS - MG  
2020**

**THALITA PAULA DOS SANTOS**

**COMPÓSITOS DE POLIPROPILENO RECICLADO REFORÇADOS COM TORTA  
DE MAMONA IN NATURA E TRATADA QUIMICAMENTE**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-graduação em Engenharia de Biomateriais, área de concentração em Compósitos e Nanocompósitos Lignocelulósicos para a obtenção do título de Mestre.

Prof. Dr. Lourival Marin Mendes  
Orientador

Prof. Dr. José Benedito Guimarães Jr.  
Coorientador

**LAVRAS – MG  
2020**

**Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração de Ficha Catalográfica da Biblioteca  
Universitária da UFLA, com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).**

dos Santos, Thalita Paula.

Compósitos de polipropileno reciclado reforçados com torta de mamona in natura e tratada quimicamente / Thalita Paula dos Santos. - 2020.

61 p. : il.

Orientador(a): Lourival Marin Mendes.

Coorientador(a): José Benedito Guimarães Junior.

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de Lavras, 2020.

Bibliografia.

1. Polímero. 2. Partículas naturais. 3. Tratamentos químicos. I. Mendes, Lourival Marin. II. Guimarães Junior, José Benedito. III. Título.

**THALITA PAULA DOS SANTOS**

**COMPÓSITOS DE POLIPROPILENO RECICLADO REFORÇADOS COM TORTA  
DE MAMONA IN NATURA E TRATADA QUIMICAMENTE**

**RECYCLED POLYPROPYLENE COMPOSITES REINFORCED WITH NATURAL  
AND CHEMICALLY TREATED CASTOR CAKE**

APROVADA em 14 de dezembro de 2020.

Dr. Lourival Marin Mendes - UFLA

Dra. Marali Vilela Dias- UFLA

Dra. Lina Bufalino - UFRA

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-graduação em Engenharia de Biomateriais, área de concentração em Compósitos e Nanocompósitos Lignocelulósicos para a obtenção do título de Mestre.

Prof. Dr. Lourival Marin Mendes  
Orientador

Prof. Dr. José Benedito Guimarães Jr.  
Coorientador

**LAVRAS – MG  
2020**

*À minha família, por acreditar e me incentivar a seguir meus sonhos*

*Dedico.*

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por essa conquista tão almejada e por colocar grandes mestres me guiando durante essa trajetória.

À minha mãe Nilda, ao meu padrasto Ivanir e à minha irmã Sabrina por todo amor e apoio que foram imprescindíveis para chegar até aqui.

Ao meu namorado Claudinei por todo amor, incentivo e ajuda.

À minha amiga Laura Amaral de Oliveira (*in memoriam*) presente em tantos momentos importantes que me guiaram até a realização deste sonho.

Ao Professor Dr. Lourival Marin Mendes pela orientação, amizade e confiança e por ter me acolhido tão bem como sua orientanda.

Ao Professor Dr. José Benedito Guimarães Junior por aceitar me coorientar e por toda colaboração no desenvolvimento deste trabalho.

Ao Professores Dr. Alfredo Rodrigues de Sena Neto, Dr. Juliano Elvis de Oliveira e ao Grupo Interdisciplinar de Polímero (GIP) por expandirem meu conhecimento em materiais poliméricos e por tornarem estes momentos de aprendizagem também em momentos repletos de diversão.

Aos técnicos Arlei e Lohan da UEPAM e às alunas Carina do curso de Engenharia de Materiais e Amanda da Física por me auxiliarem durante o processamento e caracterização do material.

Aos colegas feitos durante esta jornada pela ajuda e amizade, em especial à Carol Furtini, Carol Santos, Carol Narciso, Bruna, Lorena, Nayra, Fernanda, Samanta, Laura, Ísis e Karolayne.

À Universidade Federal de Lavras por toda estrutura necessária para o desenvolvimento deste trabalho e pelo ensino público de qualidade.

À CAPES pela concessão da bolsa de mestrado.

Por fim, a todos que contribuíram direta ou indiretamente para a execução deste trabalho, os meus mais sinceros agradecimentos.

## RESUMO

A produção de materiais compósitos de matriz polimérica reforçados por fibras naturais tem se tornado uma alternativa interessante devido ao baixo custo das fibras, sua biodegradabilidade, baixa massa específica e por serem encontradas em abundância na natureza. Assim, tem-se buscado combinar os mais diferentes tipos de polímeros com fibras de resíduos agrícolas que produzam compósitos com propriedades semelhantes ou superiores aos polímeros puros. Um método bastante utilizado na fabricação desses compósitos é o tratamento químico das fibras naturais para melhorar a adesão interfacial entre a fibra e matriz. Assim, este estudo objetivou aplicar diferentes teores de partículas de torta de mamona *in natura* e tratada com anidrido maleico e hidróxido de sódio como reforço em compósitos de matriz de polipropileno (PP) reciclado e avaliar as alterações das propriedades físicas, mecânicas e microestruturais resultantes. As composições de substituição parcial do PP reciclado pela torta de mamona foram de 0%, 10%, 20% e 30% (m/m), que passaram pelo processo de extrusão e prensagem para fabricação dos corpos-de-prova. Após confecção, os corpos-de-prova foram acondicionados em sala de climatização a  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  e umidade relativa de  $65 \pm 3\%$  até realização dos ensaios físico-mecânicos de absorção de água, densidade, tração, flexão e impacto. Também foi realizada a análise morfológica por microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos compósitos e partículas da torta de mamona *in natura* e tratadas superficialmente. Os resultados obtidos mostraram que não houve variação significativa na densidade para os teores de substituição estudados. Os tratamentos com anidrido maleico e hidróxido de sódio aumentaram a rugosidade superficial das partículas e dos compósitos, o que melhora a adesão interfacial entre o reforço e a matriz. No entanto, o anidrido maleico causou a desfibrilação das partículas de torta de mamona. Os compósitos com partículas tratadas com hidróxido de sódio apresentaram o melhor comportamento de resistência à tração. O aumento do teor de partículas de torta de mamona *in natura* aumentou significativamente a resistência ao impacto nos compósitos, sendo este aumento de até 75% quando comparado à resistência ao impacto do PP reciclado puro. Não ocorreram alterações significativas para a absorção de água e módulo de elasticidade (MOE) na flexão dos compósitos. Estes resultados evidenciam um potencial de uso deste compósito.

**Palavras-chave:** Polímero. Partículas naturais. Tratamentos químicos.

## ABSTRACT

The production of polymeric composite materials reinforced by natural fibers has become an interesting alternative due to the low cost of fibers, their biodegradability, low specific mass and because they are found in abundance in nature. Thus, it has been sought to combine the most different types of polymers with fibers from agricultural residues that produce composites with properties similar to or superior to pure polymers. A widely used method in the manufacture of these composites is the chemical treatment of natural fibers to improve the interfacial adhesion between the fiber and matrix. Thus, this study aimed to apply different contents of castor cake particles *in natura* and treated with maleic anhydride and sodium hydroxide as reinforcement in recycled polypropylene (PP) composites and to evaluate how changes in physical, mechanical and microstructural properties before. The compositions for partial replacement of recycled PP with castor cake were 0%, 10%, 20% and 30% (w / w), which went through the extrusion and pressing process to manufacture the specimens. After preparation, the specimens were placed in an air conditioning room at  $20 \pm 2$  ° C and a relative humidity of  $65 \pm 3$ % until the physical-mechanical tests of water absorption, density, traction, flexion and impact were carried out. A morphological analysis was also performed by scanning electron microscopy (SEM) of the composites and particles of the castor cake *in natura* and superficially treated. The results sought that there was no limited variation in density for the studied replacement contents. The treatments with maleic anhydride and sodium hydroxide increased the surface roughness of the particles and composites, which improves the adhesion between the reinforcement and the matrix. However, maleic anhydride caused the defibrillation of castor cake particles. The compounds with particles treated with sodium hydroxide differentiated the best behavior of tensile strength. The increase in the particle content of fresh castor cake increases the impact resistance in compacts, which is up to 75% when compared to the impact resistance of pure recycled PP. There were no relevant changes for water absorption and elastic modulus (MOE) in the bending of the composites. These results show a potential use of this composite.

**Keywords:** Polymer. Natural particles. Chemical treatments.

## LISTA DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| Figura 1-Moléculas de propileno e polipropileno. ....  | 16 |
| Figura 2-Economia de materiais linear e economia de materiais circular.....  | 17 |
| Figura 3-Classificação das fibras de reforço. ....   | 19 |
| Figura 4-Mamona (A) e torta de mamona (B).....   | 21 |
| Figura 5- Partículas de torta de mamona. ....  | 30 |
| Figura 6- Processamento dos compósitos. (A) Extrusão do material (B) Peletização (C) Pellets dos compósitos (D) Molde utilizado para conformação dos materiais por prensagem.....  | 33 |
| Figura 7-Corpos de prova utilizados nos ensaios de tração, flexão, impacto e absorção de água, respectivamente.....  | 34 |
| Figura 8- Micrografias das partículas de torta de mamona: (A) <i>in natura</i> ; (B) tratadas com anidrido maleico; (C) tratadas com hidróxido de sódio. ....  | 38 |
| Figura 9- Micrografias da superfície de fratura de tração do PP reciclado puro e dos compósitos contendo 20% em massa de partículas de torta de mamona: (A) PP reciclado puro; (B) compósito com partículas sem tratamento; (C) compósito com partículas tratadas com partículas tratadas com anidrido maleico; (D) compósito com partículas tratadas com hidróxido de sódio. .... | 39 |

## LISTA DE GRÁFICOS

|   |    |
|---|----|
| Gráfico 1- Absorção de água dos compósitos em relação ao teor de partículas. ....   | 41 |
| Gráfico 2- Absorção de água dos compósitos em relação aos tratamentos. ....   | 42 |
| Gráfico 3- Densidade dos compósitos em relação ao teor de partículas. ....  | 43 |
| Gráfico 4- Densidade dos compósitos em relação aos tratamentos. ....  | 44 |
| Gráfico 5- Resistência à tração dos compósitos. ....  | 45 |
| Gráfico 6- Módulo de elasticidade dos compósitos na tração. ....  | 47 |
| Gráfico 7- Módulo de elasticidade na tração dos compósitos com partículas de torta de mamona <i>in natura</i> e tratadas. ....  | 48 |
| Gráfico 8- Resistência à flexão dos compósitos. ....  | 49 |
| Gráfico 9- Resistência à flexão dos compósitos com partículas de torta de mamona <i>in natura</i> e tratadas. ....              | 50 |
| Gráfico 10- Módulo de Elasticidade dos compósitos na flexão. ....   | 51 |
| Gráfico 11- Módulo de elasticidade na flexão dos compósitos com partículas de torta de mamona <i>in natura</i> e tratadas. .... | 52 |
| Gráfico 12- Resistência ao impacto dos compósitos de PP reciclado com partículas de torta de mamona. ....                       | 53 |
| Gráfico 13- Resistência ao impacto dos compósitos com partículas de torta de mamona <i>in natura</i> e tratadas. ....           | 54 |

## LISTA DE TABELAS

|  |    |
|--|----|
| Tabela 1 -Planejamento experimental dos compósitos de torta de mamona <i>in natura</i> e pré-tratada. .... | 32 |
| Tabela 2- Perfil de temperatura de extrusão .....  | 33 |
| Tabela 3- Caracterização química das partículas torta de mamona <i>in natura</i> e tratadas.....           | 36 |
| Tabela 4- Caracterização física das partículas de torta de mamona <i>in natura</i> e tratadas .....        | 37 |

## SUMÁRIO

|   |    |
|---|----|
| PRIMEIRA PARTE .....  | 13 |
| 1 INTRODUÇÃO .....  | 13 |
| 2 REFERENCIAL TEÓRICO .....   | 15 |
| 2.1 Polímeros .....   | 15 |
| 2.2 Polipropileno Reciclado .....   | 15 |
| 2.3 Fibras Vegetais .....   | 18 |
| 2.3.1 Torta de Mamona.....  | 20 |
| 3 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....  | 22 |
| SEGUNDA PARTE – ARTIGO .....  | 26 |
| COMPÓSITOS DE POLIPROPILENO RECICLADO REFORÇADO COM TORTA DE MAMONA <i>IN NATURA</i> E TRATADA QUIMICAMENTE ..... | 26 |
| RESUMO .....  | 26 |
| ABSTRACT .....  | 27 |
| 1 INTRODUÇÃO.....   | 28 |
| 2 MATERIAIS E MÉTODOS.....  | 30 |
| 2.1 Tratamento da Torta de Mamona com Agentes Compatibilizantes .....   | 30 |
| 2.1.1 Tratamento com Anidrido Maleico .....   | 31 |
| 2.1.2 Tratamento com Hidróxido de Sódio .....   | 31 |
| 2.2 Caracterização Química e Física da Torta de Mamona.....   | 31 |
| 2.3. Processamento dos Compósitos Poliméricos .....   | 32 |
| 2.4 Caracterização Microestrutural.....   | 34 |
| 2.5 Caracterização Física e Mecânica dos Compósitos .....   | 34 |
| 2.6 Análise Estatística .....   | 35 |
| 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....  | 36 |
| 3.1 Caracterização química e física da torta de mamona .....  | 36 |

|  |    |
|--|----|
| 3.2 Caracterização Microestrutural.....                  | 38 |
| 3.3 Caracterização Física e Mecânica dos Compósitos..... | 40 |
| 4 CONCLUSÃO.....   | 55 |
| 5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....                       | 57 |

## PRIMEIRA PARTE

### 1 INTRODUÇÃO

Pesquisas relacionadas à substituição de polímeros puros por compósitos poliméricos reforçados com fibras vegetais em aplicações industriais têm se destacado por utilizarem recursos encontrados em abundância na natureza, de origem renovável, biodegradáveis e econômicos (BANSAL; RAMACHADRAN; RAICHURKAR, 2017). Além disso, já existem estudos que comprovam a melhoria das propriedades de polímeros ao serem reforçados com fibras vegetais, o que torna seu uso ainda mais atrativo quando se deseja um melhor desempenho da matriz polimérica em relação à determinadas propriedades (OLIVEIRA, 2017).

Devido às vantagens supracitadas, os setores automotivo, aeroespacial e de construção civil têm demonstrado interesse em utilizar compósitos reforçados com fibras vegetais no lugar de peças poliméricas reforçadas com fibras sintéticas. Um exemplo interessante desta aplicação é o carro ECO *Elise* desenvolvido pela empresa *Lotus Cars*, em que os painéis, estofamento, assentos, freio de mão, entre outros componentes, são fabricados com fibras naturais reforçando matrizes poliméricas, o que reduziu o seu custo e peso (OLIVEIRA, 2017).

Um dos principais desafios para o desenvolvimento de compósitos poliméricos reforçados com fibras vegetais é a baixa interação fibra-matriz que ocorre entre as mais diversas matrizes poliméricas e os materiais lignocelulósicos, devido ao caráter hidrofílico dessas fibras em oposição ao hidrofóbico dos polímeros. Para amenizar esta limitação, uma alternativa é a modificação química das fibras vegetais a fim de reduzir sua hidrofobicidade, o que otimiza sua compatibilidade com a matriz polimérica. Esta modificação pode ocorrer por diferentes métodos, como a mecerização e o tratamento com agentes compatibilizantes (APRELINI, 2016; DAI *et al.*, 2014).

Um agente compatibilizante bastante utilizado é o anidrido maleico que propicia a formação de ligações covalentes através da interface matriz/reforço, aumentando a energia de superfície das fibras para um nível de energia mais próximo do existente na matriz polimérica, o que gera uma melhor adesão interfacial (MESQUITA, 2013). Já a mecerização é um

tratamento alcalino que consiste na imersão das fibras vegetais em solução de hidróxido de sódio por um período pré-estabelecido, o que resulta na redução de lignina, hemiceluloses, cera e óleos presentes na superfície das fibras. Os efeitos são um aumento da rugosidade da superfície e molhabilidade, além da diminuição da absorção de umidade das fibras, aumentando a força de ligação interfacial e melhorando as propriedades mecânicas dos compósitos (OLADELE *et al.*, 2019).

Neste estudo foi utilizado o polipropileno reciclado como matriz polimérica combinado às partículas da torta de mamona *in natura* e tratadas com anidrido maleico e hidróxido de sódio. A torta de mamona é formada pelos resíduos de processamento da mamona, oleaginosa cujo Brasil se destaca como terceiro maior produtor mundial, tendo produzido 30,6 mil toneladas somente nas safras de 2018/2019 (CONAB, 2019). Este resíduo agrícola é o principal subproduto resultante da extração do óleo das sementes dessa planta, utilizada principalmente na indústria do biodiesel. Por ser uma excelente fonte de Nitrogênio e proteínas, a torta de mamona é utilizada como adubo orgânico e na alimentação animal, sendo que para este último ela precisa ser detoxificada (EMBRAPA, 2005).

Assim, espera-se com este projeto produzir um compósito de polipropileno reciclado substituído parcialmente por partículas de torta de mamona e avaliar os efeitos causados pelos diferentes teores e tratamentos de partículas. Para isso, serão avaliadas as propriedades físico-químicas dessas partículas e físicas, mecânicas e microestruturais dos compósitos.

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

### 2.1 Polímeros

Polímeros são macromoléculas formadas por milhares de unidades de repetição chamadas de *mero*, unidas por ligação covalente. Todo polímero tem como matéria-prima o monômero, nome dado a molécula com uma unidade de repetição. De acordo com o tipo de monômero, número médio de meros por cadeia e o tipo de ligação covalente (simples, dupla ou tripla), os polímeros são classificados como termoplásticos e termofixos (CANEVAROLO, 2010).

Os polímeros termofixos e termoplásticos podem ser diferenciados em termos de processamento e desempenho mecânico em aplicações estruturais. O processamento de compósitos termofixos, por exemplo, é muito mais fácil, pois o sistema inicial de resina geralmente está no estado líquido, enquanto para polímeros termoplásticos é necessário aplicar uma temperatura e pressão mais elevadas. Os compósitos termoplásticos podem ser reformulados e conformados várias vezes, em contrapartida, os termofixos após solidificados e curados não podem ser conformados para obter outras formas (DOGAN; ARIKAN, 2017).

Os materiais poliméricos possuem uma variedade de aplicações na nossa sociedade moderna devido às suas propriedades únicas. Eles dispõem de uma faixa de temperatura de trabalho muito ampla, alto isolamento térmico e elétrico, resistência à corrosão e à luz e boas propriedades mecânicas como alta relação força-peso, rigidez, tenacidade e ductilidade. Estas propriedades os tornam adequados para a fabricação de vários produtos que possuem baixo custo, baixo peso e alto desempenho, sendo muitos destes produtos fundamentais para o desenvolvimento tecnológico (SANCHEZ *et al.*, 2017).

### 2.2 Polipropileno Reciclado

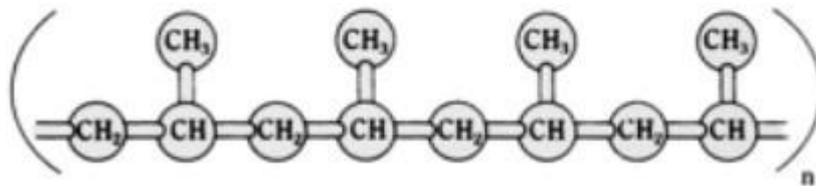
O polipropileno é um termoplástico resultante da polimerização de propileno, um subproduto gasoso da refinação de petróleo, com uso de um catalisador sob calor e pressão cuidadosamente controlados. É um hidrocarboneto insaturado constituído apenas por carbono e átomos de hidrogênio. Sua reação de polimerização ocorre através da união de várias

moléculas (monômeros) de propileno que formam uma grande molécula de polipropileno, conforme exibido na Figura 1 (MAIER; CALAFUT, 1998).

Figura 1-Moléculas de propileno e polipropileno.



**Monômeros de propileno**



**Cadeia de polipropileno**

Fonte: Adaptada de Maier e Calafut (1998).

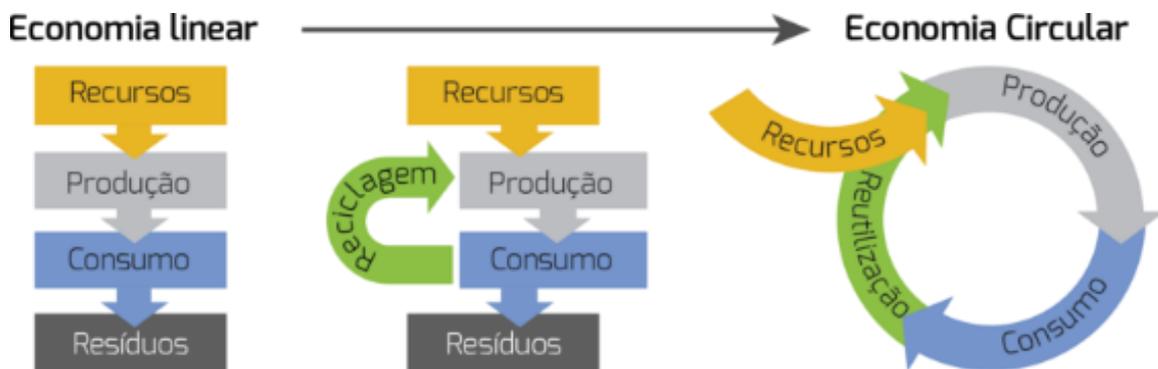
O polipropileno possui como vantagens baixo custo, leveza, alta relação resistência-peso, rigidez, elevada temperatura de fusão (160-170°C), alta resistência química e à solventes orgânicos, boa resistência à fadiga e pode ser processado por praticamente todos os métodos (moldagem por injeção, moldagem por sopro, extrusão, etc.). Devido a isso, seu uso é solicitado na confecção de produtos como fibras, filamentos, filmes, peças moldadas por injeção para automóveis, eletrodomésticos, equipamentos médicos, embalagens para alimentos e produtos de consumo.

Por ser um dos polímeros mais utilizado no mundo, uma enorme quantidade de resíduos de polipropileno é descartada anualmente após o fim de sua vida útil, o que contribui para a poluição ambiental, já que mundialmente apenas cerca de 5% dos resíduos plásticos

são recuperados pelos processos de reciclagem industrial (mecânica, química, energética). Como consequência, cerca de 95% do valor dos materiais plásticos (100 bilhões de dólares) é perdido na economia anualmente e 50 milhões de toneladas de resíduos plásticos são depositados em aterros e no oceano todo ano. Assim, caso não ocorra uma mudança urgente, estima-se que até 2050, o oceano terá um peso maior de plásticos do que de peixes, uma vez que a produção anual de polímeros deverá chegar a 1,12 bilhão de toneladas neste período (HONG; CHEN, 2019).

Buscando deixar a economia linear e alcançar o ciclo da economia circular (Figura 2), pesquisadores incentivam que os polímeros sejam totalmente reciclados após seu uso e reutilizados. Particularmente, o PP reciclado pode ser usado de diferentes maneiras, como por exemplo material de embalagens, filmes, matriz de compósitos plástico-madeira, peças automotivas e brinquedos. Outra vantagem no processo de reciclagem do PP é que este não é um material constituído por compostos químicos tóxicos, o que torna seu processo de reciclagem seguro (SAMPER *et al.*, 2018).

Figura 2-Economia de materiais linear e economia de materiais circular



Fonte: Circular Economy Portugal

Para reciclagem do polipropileno, o método mais indicado é a reciclagem mecânica em que o PP é coletado, separado de acordo com sua utilização, moído, extrudado e colorido com corantes, podendo ser vendido como pellets. Também pode ser vendido como produto final, neste caso o PP reciclado passa pelo processo de injeção em moldes com o formato desejado.

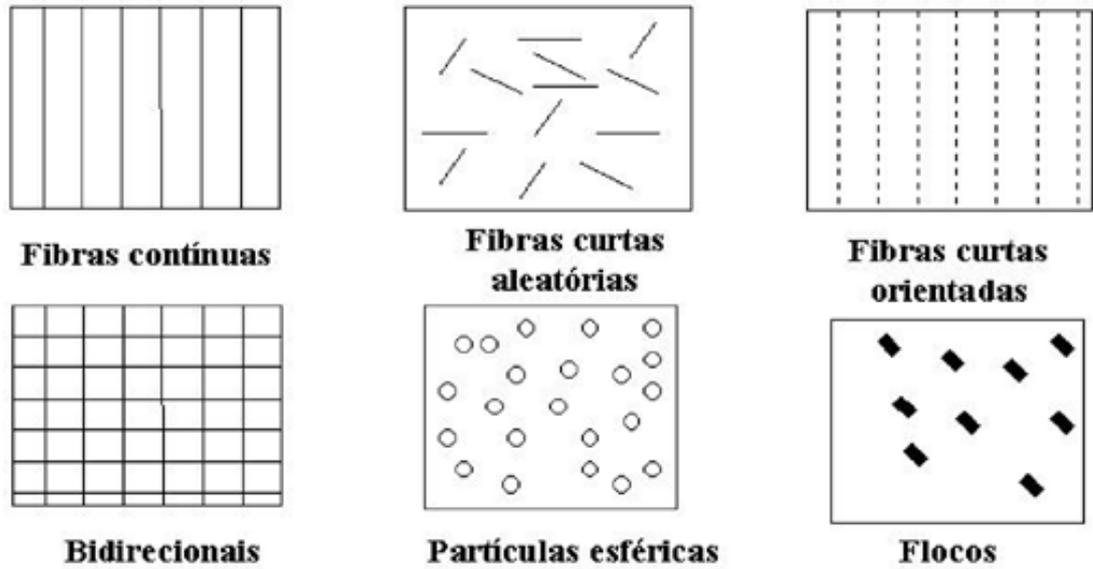
## 2.3 Fibras Vegetais

As fibras vegetais são provenientes de plantas e são compostas de celulose, hemiceluloses, lignina, pectina e materiais cerosos. A celulose é um polímero natural e constituinte presente em maior quantidade na fibra vegetal que é responsável por proporcionar estabilidade, força e rigidez à fibra. As hemiceluloses são polímeros ramificados (polissacarídeos) encontrados na parede celular da fibra que confere elasticidade à mesma. A lignina é uma matéria amorfa estruturada aromática responsável por conferir rigidez, resistência à ataques biológicos e impermeabilidade à fibra. Já as pectinas são polissacarídeos que conferem adesão às células da fibra. Além disso, existe uma pequena quantidade de substâncias orgânicas e inorgânicas na fibra natural que são responsáveis pela cor, odor, resistência à deterioração e natureza abrasiva da fibra (SOOD; DWIVEDI, 2018).

Aspectos como espécie, condições de crescimento, idade, tecido da planta, local de plantio, métodos de transporte e armazenamento afetam a qualidade das fibras vegetais. Portanto, para obter fibras vegetais de melhor qualidade, os parâmetros citados devem ser otimizados para cada tipo fibra (SANJAY *et al.*, 2019).

As fibras vegetais têm se destacado como possibilidade de substituição parcial de materiais de origem não-renovável na fabricação de compósitos, pois possuem alta disponibilidade, caráter não tóxico, assim como proporcionam ao compósito leveza, alta resistência à corrosão e durabilidade (FONSECA *et al.*, 2019; YANG; PARK; PARK, 2019). Além disso, desempenham um papel fundamental no setor agroindustrial por destinar uma utilização para seus resíduos, já que são gerados milhares de toneladas destes anualmente (BINOJ; BIBIN, 2019). De acordo com a orientação na matriz dos compósitos e/ou tipo, as fibras podem ser classificadas como contínuas, curtas aleatórias, curtas orientadas, bidirecionais, esféricas ou flocos (Figura 3).

Figura 3-Classificação das fibras de reforço.



Fonte: Ventura (2009).

Nos últimos anos, muitos estudos de desenvolvimento de compósitos poliméricos reforçados com fibras vegetais têm sido realizados a fim de solucionar os problemas ambientais advindos do descarte inadequado de milhões de toneladas de polímeros anualmente no mundo todo. Entretanto, existem relativamente poucas aplicações de compósitos poliméricos com fibras vegetais implementadas em escala industrial. Isso ocorre devido à natureza hidrofílica das fibras naturais e natureza hidrofóbica da matriz polimérica, o que gera uma baixa adesão entre as fases (ABDELWAHAB; MISRA; MOHANTY, 2019).

A natureza hidrofílica das fibras, resultante dos grupos hidroxilas polarizados, pode ocasionar problemas durante o processamento do material, pois há a possibilidade de se formar ligações de hidrogênio, o que faz as fibras se aglomerarem em feixes e se distribuírem desigualmente por toda matriz do polímero não polar durante o processamento do compósito. Assim, as matrizes poliméricas geram umedecimento insuficiente nas fibras vegetais, o que resulta em uma baixa adesão interfacial (AMOR; AROUS; KALLEL, 2014).

A superfície de contato da fibra vegetal pode ser facilmente modificada para mudar sua natureza hidrofílica. Para isso, existem vários tratamentos químicos e agentes de acoplamento capazes de melhorar a compatibilidade entre a fibra e a matriz polimérica, melhorando sua funcionalidade (SOOD; DWIVEDI, 2018).

A maioria dos tratamentos químicos utilizados são tratamentos alcalinos que removem a lignina, cera e óleo, cobrindo parte das fibras naturais e aumentando sua rugosidade superficial, o que gera uma melhor adesão entre a fibra vegetal e a matriz. Um dos tratamentos alcalinos mais utilizados é a merceirização das fibras por meio da imersão destas em solução de hidróxido de sódio por um tempo e temperatura pré-determinados (SOOD; DWIVEDI, 2018).

Os agentes de acoplamento, também chamados de agentes compatibilizantes, são aditivos que atuam na superfície da fibra, aumentando seu acoplamento com a matriz. Muitos estudos mostram a eficácia da aplicação do agente compatibilizante anidrido maleico sobre a fibra ou por meio de enxerto no próprio polímero. O anidrido maleico ao ser aplicado nas fibras e polímeros reagem com os grupos hidroxila, formando ligações covalentes, o que gera um maior controle do tamanho da fase e uma forte adesão interfacial (ZUO *et al.*, 2013).

### **2.3.1 Torta de Mamona**

A mamona (*Ricinus Communis*) é uma planta de crescimento rápido que pertence à família das euforbiáceas. Seu cultivo é realizado principalmente para fins de extração do óleo de suas sementes. É uma planta proveniente de regiões tropicais, sendo a Índia o país que lidera a produção de sementes de mamona no mundo, seguida pela China. O Brasil ocupa a terceira posição dos maiores produtores dessa oleaginosa, tendo produzido 30,6 mil toneladas de bagas de mamona só na safra de 2018/2019 (KAUR *et al.*, 2019; CONAB, 2019).

O óleo extraído das sementes de mamona é utilizado na indústria para produção de fármacos, cosméticos, detergentes, lubrificantes e na produção de biodiesel, sendo que para este último desenvolveu-se um programa de incentivo para aderir à produção com o óleo de mamona no Brasil, devido à facilidade de cultivo da planta no país (ANDRADE, *et al.*, 2019) denominado Programa Nacional de Produção e Uso do Biodiesel (PNPB). Esta iniciativa promovida pelo governo federal a partir de 2004, estimulou o crescimento do cultivo de mamona no país, porém uma série de problemas envolvendo o uso da mamona para este fim foram detectados posteriormente, fazendo com que a área de lavoura deste insumo crescesse sem um plano de destinação em grande escala para o mesmo no país (CÉSAR; BATALHA, 2010).

A mamona em baga passa por um processo de limpeza para retirada das impurezas, seguido por cozimento e prensagem para extração do óleo. Deste processo de extração, resulta a torta de mamona (Figura 4), subproduto comumente utilizado como fertilizante orgânico. Contudo, suas propriedades também são interessantes para alimentação animal desde que seja desintoxicada a fim de retirar a ricina, substância extremamente letal se ingerida (ANDRADE *et al.*, 2019).

Figura 4-Mamona (A) e torta de mamona (B).



Fonte: (A) EMBRAPA-Site (B) Cultivando- Site.

Devido ao caráter tóxico da ricina, muitos estudos têm sido realizados com o objetivo de desintoxicar a mamona, permitindo utilizar a torta na alimentação animal e em outras aplicações em que possa ser inalada, como na fabricação de compósitos. Atualmente, existem vários métodos com eficácia comprovada utilizados como tratamento para a desintoxicação da ricina. Esses métodos podem ser físicos (calor e pressão), químicos (uso de álcali, soda cáustica, ácidos, mono e fosfato dicálcio, ureia, amoníaco, sais taninos, etc.), biotecnológico (microorganismos e genética) e a combinação de dois ou mais métodos (AKANDE *et al.*, 2015).

Os resíduos gerados pela mamona correspondem a mais de 50% da planta inteira, sendo que por tonelada de mamona, 468 kg correspondem às sementes, 388 kg aos caules e 144 kg às folhas (BATENI; KARIMI, 2016). Assim, a utilização do subproduto da mamona como fertilizante e na alimentação animal, embora seja uma boa opção, não aproveita totalmente o resíduo que acaba sendo descartado em grande quantidade, o que têm estimulado pesquisas com o uso da torta de mamona como matéria-prima de novos produtos, biomassa para energia e materiais compósitos.

### 3 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDELWAHAB, M. A.; MISRA, M.; MOHANTY, A. K. Injection molded biocomposites from polypropylene and lignin: effect of compatibilizers on interfacial adhesion and performance. **Industrial Crops and Products**, v. 132, p. 497-510, 2019.

AKANDE, T. O. *et al.* A review of nutritional and toxicological implications of castor bean (*Ricinus communis L.*) meal in animal feeding systems. **Journal of Animal Physiology and Animal Nutrition**, v. 100, n. 2, 2015.

AMOR, I.; AROUS M. KALLEL, A. Effect of maleic anhydride on dielectric properties of natural fiber composite. **Journal of Electrostatics**, v. 72, n. 2, p. 156-160, 2014.

ANDRADE, I. *et al.* Inactivation of lectins from castor cake by alternative chemical compounds. **Toxicon**, v. 160, p. 47-54, 2019.

APRELINI, L. O. **Caracterização térmica, mecânica e morfológica de compósitos de polietileno de alta densidade com fibras da casca da semente da Moringa oleífera**. 2016. 83p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2016.

BANSAL, S.; RAMACHANDRAN, M.; RAICHURKAR, P. Comparative analysis of bamboo using jute and coir fiber reinforced polymeric composites. **Materials Today: Proceedings**, v. 4, n. 2, p. 3182-3187, 2017.

BATENI, H., KARIMI, K. Biodiesel production from castor plant integrating ethanol production via a biorefinery approach. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 107, p. 4-12, 2016.

BINOJ, J.; BIBIN, J. Failure analysis of discarded Agave tequilana fiber polymer composites. **Engineering Failure Analysis**, v. 95, p. 379-391, 2019.

CÉSAR, A. S.; BATALHA, M. O. Biodiesel production from castor oil in Brazil: a difficult reality. **Energy Policy**, v. 38, n. 8, p. 4031-4039, 2010.

CONAB. COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO. Acompanhamento da safra brasileiro – grãos: Segunda levantamento, novembro 2019 – safra 2018/2019.: Brasília: Companhia Nacional de Abastecimento. 2019. Disponível em: <<https://www.conab.gov.br/info-agro/safras/graos/boletim-da-safra-de-graos>>. Acesso em: 16 nov. 2019.

CANEVAROLO, S. V. Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros. 3 ed. São Paulo: Artliber Editora, 2010.

CULTIVANDO. Torta de mamona o que é quando usar?. Disponível em: <https://www.cultivando.com.br/torta-de-mamona-o-que-e-e-quando-usar/>. Acesso em 02 abr. 2020.

DAI, D.; FAN, M. Wood fibres as reinforcement in natural fibre composites: structure, properties, processing and applications, **Natural fibre composites: Materials, processes and properties**, v.1, n. 47, p. 18 – 20, 2014.

DOGAN, A.; ARIKAN, V. Low-velocity impact response of E-glass reinforced thermoset and thermoplastic based sandwich composites. **Composites Part B: Engineering**. v. 127, p. 63-69, 2017.

EMBRAPA. EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. Pesquisa genética desenvolve mamona atóxica capaz de alimentar animais. Disponível em: <<https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/35596997/pesquisa-geneticadesenvolve-mamona-atoxica-capaz-de-alimentar-animais>> Acesso em: 02 abr. 2020.

EMBRAPA. EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. O que sabemos sobre a torta de mamona. Documentos ISSN 0103-0205. Disponível em: <

<https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/CNPA-2009-09/17172/1/DOC134.pdf>.

Acesso em 26 mar.2020.

FONSECA, C. S. *et al.* Jute fibers and micro/nanofibrils as reinforcement in extruded fiber-cement composites. **Construction and Building Materials**, v. 211, p. 517-527, 2019.

HONG, M.; CHEN, E. Future directions for sustainable polymers. **Trends in Chemistry**, v. 1, n. 2, p. 148-151, 2019.

KAUR, R. *et al.* Optimization of process parameters for hydrothermal conversion of castor residue. **Science of The Total Environment**, v. 686, p. 641-647, 2019.

MAIER, C.; CALAFUT, T. Polypropylene The Definitive User's Guide and Databook. Plastics Design Library. Nova York: Elsevier Science, 1998.

MALNATI, P. **Eco Elise Concept: lean, speed yand green.** Disponível em:<<http://www.compositesworld.com/articles/eco-elise-concept-lean-speedy-and-green>>.

Acesso em: 12 nov.2017.

MESQUITA, R. G. A. **Inclusão de materiais lignocelulósicos na produção de compósitos plásticos.** 2013. 104 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia da Madeira) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2013.

OLIVEIRA, L. A. **Investigação das propriedades físico-mecânicas de compósitos poliméricos reforçados com fibras curtas de coco.** 2017. 105 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de São João del-Rei, São João del-Rei, 2017.

OLADELE, I. *et al.* Effect of mercerization on the mechanical and thermal response of hybrid bagasse fiber/CaCO<sub>3</sub> reinforced polypropylene composites. **Polymer Testing**, v. 76, p. 192-198, 2019.

SAMPER, M. D. *et al.*, Interference of Biodegradable Plastics in the Polypropylene Recycling Process. **Materials (Basel)**, v. 11, p. 1-18, 2018.

SANCHEZ, F. C. *et al.* Polymer recycling in an open-source additive manufacturing context: Mechanical issues. **Additive Manufacturing**, v. 17, p. 87-105, 2017.

SANJAY *et al.* A comprehensive review of techniques for natural fibers as reinforcement in composites: preparation, processing and characterization. **Carbohydrate Polymers**, v. 207, p. 108-121, 2019.

SOOD, M.; DWIVEDI, G. Effect of fiber treatment on flexural properties of natural fiber reinforced composites: a review. **Egyptian Journal of Petroleum**, v. 27, n. 4, p. 775-783, 2018.

YANG, G.; PARK, M.; PARK, S. Recent progresses of fabrication and characterization of fibers-reinforced composites: A review. **Composites Communications**, v. 14, p. 34-42, 2019.

ZUO, Y. *et al.* Synthesis and characterization of maleic anhydride esterified cornstarch by the dry method. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 62, p. 241-247, 2013.

## SEGUNDA PARTE – ARTIGO

### COMPÓSITOS DE POLIPROPILENO RECICLADO REFORÇADO COM TORTA DE MAMONA *IN NATURA* E TRATADA QUIMICAMENTE

#### RESUMO

O uso de resíduos lignocelulósicos como reforço em compósitos poliméricos tornam estes materiais mais sustentáveis. É comum tratar superficialmente as partículas desses resíduos para melhorar a adesão interfacial destes compósitos, que geralmente é fraca. Este estudo avaliou o efeito da aplicação de partículas de torta de mamona nos teores 0, 10, 20 e 30% (m/m) e nas condições *in natura*, tratadas com hidróxido de sódio (NaOH) e anidrido maleico (AM) como reforço de polipropileno (PP) reciclado. Foram realizados ensaios de absorção de água, densidade aparente, tração, flexão e impacto nestes compósitos. Os compósitos com partículas tratadas com NaOH apresentaram o melhor comportamento de resistência à tração. O aumento do teor de partículas de torta de mamona *in natura* aumentou a resistência ao impacto nos compósitos em até aproximadamente 75,5% e não alterou a absorção de água e módulo de elasticidade (MOE) na flexão, o que evidencia um potencial de uso deste compósito.

**Palavras-chave:** Polímero. Partículas naturais. Tratamentos químicos.

# RECYCLED POLYPROPYLENE COMPOSITES REINFORCED WITH NATURAL AND CHEMICALLY TREATED CASTOR CAKE

## ABSTRACT

The use of lignocellulosic residues as reinforcement in polymeric composites makes these materials more sustainable. It is common to superficially treat the particles of these residues to improve the interfacial adhesion of these composites, which is generally weak. This study evaluated the effect of the application of castor cake particles in the contents 0, 10, 20 and 30% (w/w) and *in natura* conditions, treated with sodium hydroxide (NaOH) and maleic anhydride (MA) as reinforcement of recycled polypropylene (PP). Water absorption, bulk density, tensile strength, bending and impact tests were performed on these composites. Composites with particles treated with NaOH showed the best tensile strength behavior. The increase in the content of castor cake particles *in natura* increased the impact resistance in composites by up to approximately 75.5% and did not alter the water absorption and elasticity modulus (MOE) in static bending, which shows a potential use of this composite.

**Keywords:** Polymer. Natural particles. Chemical treatments.

## 1 INTRODUÇÃO

A busca global pela difusão de ações mais sustentáveis mudou a percepção da indústria em relação à escolha das matérias-primas utilizadas na fabricação de bens de consumo. Materiais advindos de recursos não renováveis como petróleo, por exemplo, têm sido substituídos por fibras de resíduos agrícolas e derivados, quando possível (OKOLI; OFOMAJA, 2019). Quando esta substituição ocorre de forma parcial, combinando a matriz de um material de origem não renovável com as fibras destes resíduos, forma-se então um material compósito. Os polímeros são exemplos destes materiais que têm sido combinados parcialmente com fibras vegetais nas mais diversas aplicações, uma vez que o seu descarte inadequado em larga escala, têm levado à poluição de oceanos e aterros em todo o mundo.

A geração mundial de resíduos plásticos pós-consumo é atualmente estimada em aproximadamente 150 milhões de toneladas por ano. Destes, estima-se que cerca de 8 milhões de toneladas são depositados nos oceanos anualmente, o que ameaça a vida dos organismos marinhos e provoca a contaminação já que é necessário centenas de anos para estes materiais se degradarem (KAUL *et al.*, 2019). Dentre os polímeros termoplásticos, o polipropileno (PP) se destaca pelo enorme volume pós-consumo gerado em todo o mundo, produzindo grandes quantidades de resíduos sólidos urbanos. Isto se deve ao seu uso em larga escala na fabricação dos mais diversos produtos como peças automotivas, equipamentos de laboratório, embalagens, peças plásticas de eletrodomésticos, entre outros. Devido às suas importantes propriedades como alta estabilidade química, dureza, rigidez, resistência ao calor e tenacidade, o PP se torna um atraente lixo reciclado para ser usado como matriz composta de alto desempenho (RAMOS *et al.*, 2020).

Nas últimas décadas, os pesquisadores têm estudado a utilização de fibras vegetais como reforço em compósitos poliméricos, devido às suas vantagens como baixa densidade, baixo custo, origem renovável e biodegradabilidade. No entanto, a interface fibra/matriz é geralmente fraca nestes compósitos, devido à incompatibilidade gerada pelo caráter hidrofílico das fibras vegetais e pelo caráter hidrofóbico dos polímeros, o que pode resultar na diminuição das propriedades mecânicas, e conseqüentemente, em uma falha prematura do compósito (NG *et al.*, 2020).

Para melhorar a adesão entre a fibra e a matriz, a superfície externa das fibras vegetais pode ser alteradas por diferentes tratamentos superficiais com agentes químicos, como por

exemplo, os tratamentos com hidróxido de sódio (merceirização), agentes de acoplamento como o anidrido maleico, entre outros. Estes tratamentos químicos proporcionam às fibras vegetais um aumento da hidrofobicidade e remoção de hemiceluloses e lignina, o que gera um aumento da rugosidade superficial e, conseqüentemente, possibilita uma melhor ancoragem mecânica com a matriz, melhorando as propriedades mecânicas do compósito (KARTHI *et al.*, 2020).

Um dos resíduos vegetais encontradas em abundância no Brasil, porém com um leque de aplicações bem restrito, é a torta de mamona, que é constituída por um material fibroso particulado, resultante do processo de extração do óleo das sementes da mamona. Atualmente, a principal aplicação da torta de mamona é o seu uso como fertilizante orgânico, porém também é destinada à alimentação animal quando detoxicada para a retirada da ricina, que é uma proteína extremamente tóxica se ingerida ou inalada (DINIZ *et al.*, 2011). A produção mundial de óleo de mamona é estimada em cerca de 1,8 milhão de toneladas por ano, sendo a Índia, China e o Brasil os maiores produtores (AZAD *et al.*, 2018). Do processo de extração do óleo são geradas cerca de 1,2 toneladas de torta de mamona por tonelada de óleo extraído (MELO *et al.*, 2008), o que evidencia a necessidade de se pesquisar novas alternativas de aplicação deste resíduo.

Neste sentido, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da utilização da torta de mamona *in natura*, tratada com hidróxido de sódio e anidrido maleico como substituinte parcial do polipropileno reciclado em diferentes proporções, buscando dar uma nova destinação à este resíduo e fabricar um compósito com propriedades físicas, mecânicas e microestruturais semelhantes ou superiores às propriedades do PP reciclado puro.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

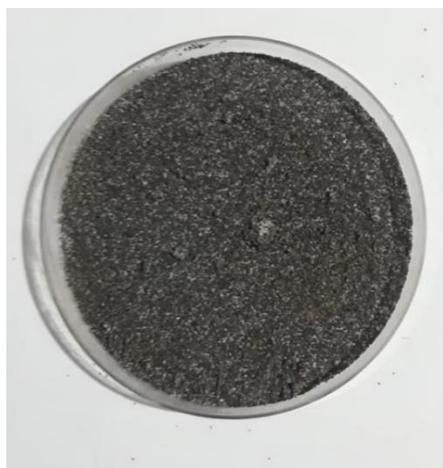
Os materiais utilizados neste trabalho foram o polipropileno reciclado fornecido pela Tergo Plásticos, a torta de mamona fornecida pela empresa Mato Verde e os agentes compatibilizantes anidrido maleico e hidróxido de sódio adquiridos através da CS Científica.

Foram formuladas composições de substituição parcial do polipropileno (PP) reciclado pela torta de mamona *in natura* e tratada com anidrido maleico e hidróxido de sódio a 0, 10, 20 e 30% (m/m). Os compósitos foram fabricados por meio do processo de extrusão, seguido por peletização e prensagem dos corpos de prova.

### 2.1 Tratamento da Torta de Mamona com Agentes Compatibilizantes

A torta de mamona foi inicialmente moída em um moinho martelo e peneirada, sendo utilizada neste projeto a camada do material lignocelósico que passou na peneira de 40 mesh e ficou retida na peneira de 60 mesh (Figura 5). Após peneirada, as partículas de torta de mamona passaram pelo processo de destoxificação por autoclavagem a 120°C e pressão de 1 MPa durante 20 minutos e foram secas em estufa à 105°C durante 24 horas. Foi separado parte do material *in natura* e a outra parte foi tratada com agentes compatibilizantes a fim de reduzir sua hidrofiliabilidade, e conseqüentemente, melhorar a adesão reforço-matriz quando aplicada ao compósito.

Figura 5- Partículas de torta de mamona.



Fonte: Do autor (2020).

### **2.1.1 Tratamento com Anidrido Maleico**

A reação de esterificação com anidrido maleico foi realizada conforme trabalhos prévios de Abreu (2011), Cantero *et al.* (2003) e Mesquita (2013). Por este método, uma solução de acetona e anidrido maleico de 25:1 (v/m) foi preparada, sendo a massa de anidrido maleico equivalente a 10% da quantidade de material lignocelulósico a ser tratada. Posteriormente, a solução e o material lignocelulósico foram depositados em um balão encaixado no condensador e a mistura foi aquecida durante 24 horas a 50° C em banho-maria. Após esta etapa, o material foi filtrado, lavado com acetona e álcool etílico e seco em estufa a 105°C durante 24 horas. Por fim, as partículas da torta de mamona tratadas foram armazenadas em sala de climatização a 20±2°C e umidade relativa de 60±3% até caracterização físico-química e fabricação dos compósitos.

### **2.1.2 Tratamento com Hidróxido de Sódio**

O tratamento da torta de mamona com hidróxido de sódio, chamado de merceirização, foi realizado conforme trabalho adaptado de Sanches *et al.* (2014) a uma concentração de 5% de NaOH. Após, ficarem imersas durante 1 hora nesta solução em temperatura ambiente (aproximadamente 20°C), as partículas foram filtradas em um conjunto de filtração completo acoplado à uma bomba à vácuo e lavadas com água destilada. Posteriormente, foram imersas em água destilada, sendo a água trocada a cada 24 horas, até o pH da suspensão atingir aproximadamente 7,0. Tal valor foi atingido após 7 dias e as fibras foram secas ao ar livre e depois em estufa a 105°C por 24 horas. Por fim, as partículas da torta de mamona tratadas por este método foram armazenadas em sala de climatização a 20±2°C e umidade relativa de 60±3% até a sua caracterização físico-química e fabricação dos compósitos.

## **2.2 Caracterização Química e Física da Torta de Mamona**

A caracterização química da torta de mamona foi feita por meio da quantificação de extrativos totais, lignina e cinzas, com base nas normas NBR 14853 (ABNT, 2010), NBR 7989 (ABNT, 2010) e NBR 13999 (ABNT, 2003), respectivamente. Também foi calculado o teor de holocelulose por diferença.

A umidade na base seca foi determinada de acordo com a NBR 14929 (ABNT, 2017). Já a densidade básica das partículas de torta de mamona *in natura* e tratada com anidrido maleico e hidróxido de sódio foi determinada de acordo com metodologia adaptada da norma NBR 11941 (ABNT, 2003).

### 2.3. Processamento dos Compósitos Poliméricos

O polipropileno reciclado foi misturado manualmente à torta de mamona *in natura* e tratada com anidrido maleico e hidróxido de sódio nas proporções (m/m) exibidas na Tabela 1.

Tabela 1 -Planejamento experimental dos compósitos de torta de mamona *in natura* e pré-tratada.

| <b>Tratamento químico</b> | <b>Torta de mamona (%)</b> | <b>Polipropileno (%)</b> |
|---------------------------|----------------------------|--------------------------|
| Sem tratamento            | 0                          | 100                      |
|                           | 10                         | 90                       |
|                           | 20                         | 80                       |
|                           | 30                         | 70                       |
| Anidrido maleico          | 10                         | 90                       |
|                           | 20                         | 80                       |
|                           | 30                         | 70                       |
| Hidróxido de sódio (NaOH) | 10                         | 90                       |
|                           | 20                         | 80                       |
|                           | 30                         | 70                       |

Fonte: Do autor (2020).

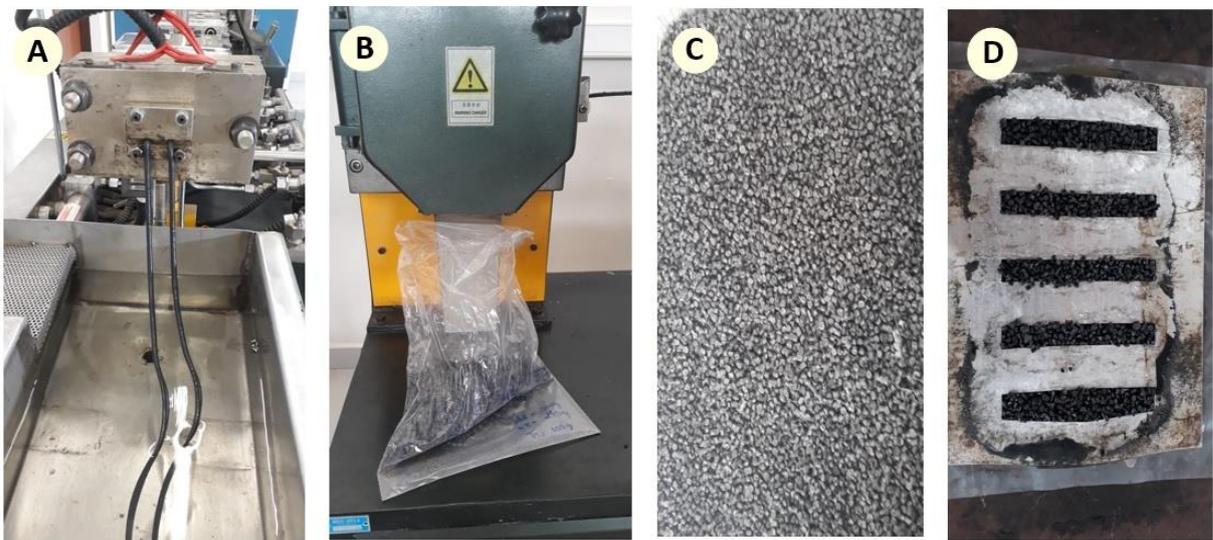
Após mistura, o material foi extrudado em uma extrusora dupla rosca co-rotante modelo SJSL20 da NZ Philpolymer. A Tabela 2 mostra os perfis de temperatura que foram estabelecidos para as zonas de aquecimento da extrusora. Após a extrusão, os compósitos foram peletizados e secos em estufa a aproximadamente 50°C durante 24 horas. Em seguida, este material foi moldado por meio da prensagem a quente a uma temperatura de 180°C durante 12 minutos para confecção dos corpos-de-prova utilizados para a caracterização física, mecânica e microestrutural do compósito (Figuras 6 e 7). Por fim, os corpos-de-prova foram acondicionados em sala de climatização a 20±2 °C e umidade relativa de 60±3% até ensaios.

Tabela 2- Perfil de temperatura de extrusão

| Temperatura de extrusão (°C) |        |        |        |        |        |       | Rosca (rpm) |
|------------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|-------|-------------|
| Zona 1                       | Zona 2 | Zona 3 | Zona 4 | Zona 5 | Zona 6 | Molde |             |
| 185                          | 185    | 190    | 190    | 190    | 200    | 190   | 180         |

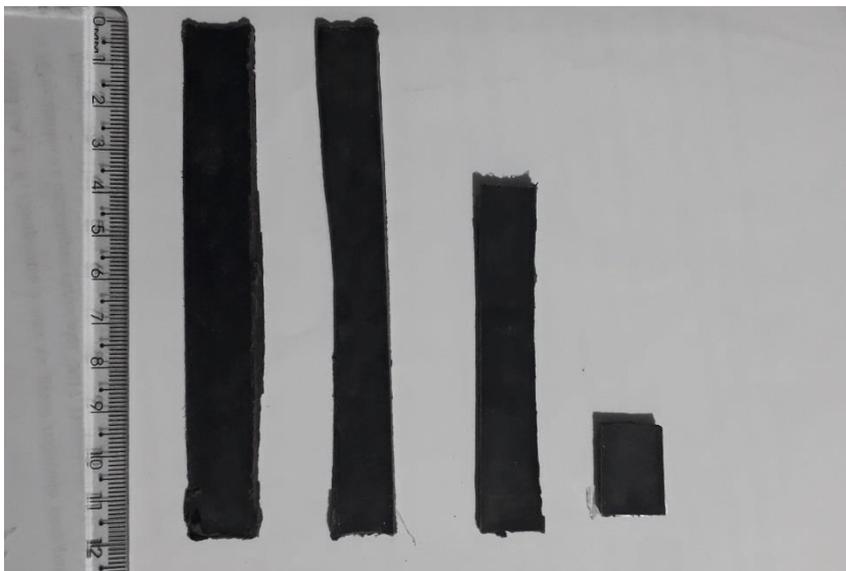
Fonte: Do autor (2020).

Figura 6- Processamento dos compósitos. (A) Extrusão do material (B) Peletização (C) Pellets dos compósitos (D) Molde utilizado para conformação dos materiais por prensagem.



Fonte: Do autor (2020).

Figura 7-Corpos de prova utilizados nos ensaios de tração, flexão, impacto e absorção de água, respectivamente.



Fonte: Do autor (2020)

## 2.4 Caracterização Microestrutural

A caracterização microestrutural foi realizada por meio da análise da superfície das partículas de torta de mamona *in natura* e tratadas com anidrido maleico ou hidróxido de sódio e da região de fratura de tração dos compósitos. As amostras foram recobertas com uma camada fina de ouro e observadas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo LEO EVO 40 XVP.

## 2.5 Caracterização Física e Mecânica dos Compósitos

A absorção de água (AA) dos compósitos e a densidade aparente foram determinadas de acordo com as normas ASTM D570 (ASTM, 1998) e ASTM D792 (ASTM, 2013), respectivamente. Os ensaios foram conduzidos em dez corpos de prova que foram imersos durante 24 horas em solução de água. Os corpos de prova utilizados foram adaptados a uma forma retangular 3,0 x 1,2 x 0,3 cm de comprimento, largura e espessura, respectivamente.

Os parâmetros utilizados para os ensaios de tração foram: célula de carga de 2 KN e velocidade de afastamento das garras de 5 mm/min. Foram ensaiados 10 corpos de prova de

seção retangular de acordo com a norma ASTM D 638 (2014) adaptada. As propriedades analisadas nestes ensaios foram a resistência à tração e o módulo de elasticidade ( $E_t$ ) para tração.

Os parâmetros utilizados para os ensaios de flexão estática foram: célula de carga de 2 KN, velocidade de separação das garras de 5 mm/min e 3 pontos de apoio com vão de 5 cm. Foram ensaiados 5 corpos de prova conforme o estabelecido pela norma ASTM D790 (2017) adaptada. Assim, foram estudadas as propriedades de resistência à flexão e módulo de elasticidade (MOE) na flexão.

Os ensaios de resistência ao impacto foram feitos pelo método Charpy, em 5 corpos de prova se seção retangular com dimensões estabelecidas pela norma ASTM D 256-10 (2018) adaptada.

## **2.6 Análise Estatística**

O software Sisvar foi utilizado para realização da Análise de Variância (ANOVA) dos modelos estatísticos estudados. Para os dados de densidade básica e da caracterização química das partículas da torta de mamona foi utilizado o Teste de Tukey a 5% de significância. Para avaliar a interação e resultados médios obtidos para as propriedades físicas e mecânicas dos compósitos foi utilizado delineamento inteiramente casualizado (DIC) em esquema fatorial, sendo o compatibilizante considerado o fator principal e a inserção das partículas de torta de mamona os níveis.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Caracterização química e física da torta de mamona

A Tabela 2 apresenta os resultados médios obtidos para o teor de extrativos totais, lignina, cinzas e holocelulose das partículas da torta de mamona *in natura* e tratada com os agentes compatibilizantes utilizados neste estudo.

Tabela 3- Caracterização química das partículas torta de mamona *in natura* e tratadas.

| <b>Tratamento</b>  | <b>Extrativo (%)</b> | <b>Lignina (%)</b> | <b>Cinzas (%)</b> | <b>Holocelulose (%)</b> |
|--------------------|----------------------|--------------------|-------------------|-------------------------|
| Sem tratamento     | 2,94±0,31B           | 10,93±0,67 B       | 11,67±0,41 B      | 89,07±0,66 A            |
| Anidrido Maleico   | 2,37±0,45 B          | 6,67±0,57 A        | 13,37±0,16 C      | 93,33±0,59 A            |
| Hidróxido de Sódio | 1,13±0,29 A          | 7,52±0,31 A        | 9,40±0,10 A       | 92,48±0,69 A            |

Nota: Valores seguidos de mesma letra na coluna não diferem estatisticamente pelo teste Tukey a 5% de significância.

Fonte: Do autor (2020).

O teor de extrativos totais encontrado para a torta de mamona *in natura* está abaixo do encontrado por Assmann (2009), que obteve 7,2% para extração etanol-tolueno. Esta variação pode ocorrer em função dos diferentes solventes utilizados, já que neste trabalho, foi feita a extração em acetona. Outros fatores responsáveis por essa diferença pode ser a variação da cultura, cultivo e região de extração da mamona.

Conforme observado, não há diferença significativa no teor de extrativos das partículas tratadas com anidrido maleico em relação às partículas da torta de mamona *in natura*. Porém, o tratamento dessas partículas com hidróxido de sódio, reduziu significativamente o teor de extrativos. Os valores médios do teor de lignina também estão abaixo do encontrado por Assmann (2009), que obteve 19,1%. Houve redução significativa do teor de lignina para os dois tratamentos químicos realizados em relação às partículas *in natura* do material lignocelulósico. O baixo teor de extrativos e lignina nas amostras é benéfico, uma vez que, indica a retirada de materiais amorfos da estrutura da celulose, o que proporciona uma melhor aderência entre a fibra e a matriz. (GUIMARÃES JÚNIOR *et al.*, 2012). Em contrapartida, a redução do teor de lignina nas fibras pode gerar uma redução da

temperatura de trabalho dos compósitos, uma vez que, esta é responsável por conferir estabilidade térmica à fibra (OLIVEIRA *et al.*, 2014).

Silva *et al.* (2013) obtiveram 12,11% de teor de cinzas ao avaliaram este constituinte da torta de mamona. Este resultado está próximo ao resultado obtido neste estudo para o teor de cinzas da torta de mamona *in natura* que é de 11,67%. A concentração de cinzas aumentou significativamente com o tratamento anidrido maleico, enquanto para a amostra merceirizada, esta concentração foi reduzida. Para produção de compósitos poliméricos, um baixo teor de cinzas é desejável, pois indica redução do nível de minerais alcalinos e sílica, que quando existentes em grande quantidade, podem se fundir e se depositar no interior da extrusora, causando o desgaste do equipamento (NAKASHIMA *et al.*, 2017).

A holocelulose é o conjunto da celulose e das hemiceluloses das partículas, sendo a celulose a principal responsável pela resistência das partículas (AYRIMILIS; KAYMAKCI; GULEÇ, 2015). Como foi mostrado na Tabela 3, o teor de holocelulose das partículas de torta de mamona não variou significativamente com os tratamentos.

A Tabela 4 exhibe os resultados obtidos para as análises físicas de umidade na base seca e densidade básica das partículas.

Tabela 4- Caracterização física das partículas de torta de mamona *in natura* e tratadas

| <b>Tratamento</b>  | <b>Umidade na Base Seca (%)</b> | <b>Densidade Básica (g/cm<sup>3</sup>)</b> |
|--------------------|---------------------------------|--|
| Sem tratamento     | 1,58±0,36 A                     | 0,148±0,115 A                              |
| Anidrido Maleico   | 2,66±0,93 A                     | 0,157±0,082 A                              |
| Hidróxido de Sódio | 2,84±0,59 A                     | 0,145±0,115 A                              |

Nota: Valores seguidos de mesma letra na coluna não diferem estatisticamente pelo teste Tukey a 5% de significância.

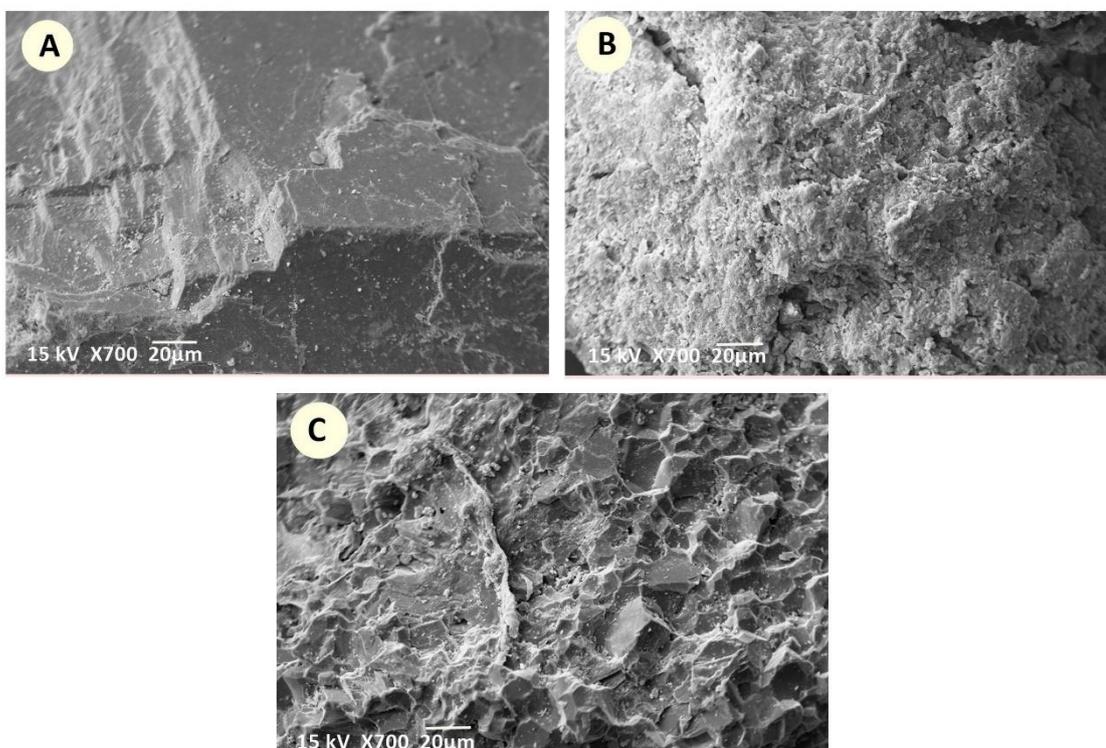
Fonte: Do autor (2020).

Os resultados obtidos para umidade na base seca das partículas da torta de mamona *in natura* e tratada com anidrido maleico e hidróxido de sódio não foram altos, o que é desejável, pois indica que este teor não afetará negativamente as propriedades mecânicas dos compósitos. Os resultados de densidade básica das partículas de torta de mamona se assemelham ao encontrado por Azzini e Salgado (1981) que obtiveram 0,156 g/cm<sup>3</sup>.

### 3.2 Caracterização Microestrutural

Buscando-se conhecer a morfologia das partículas de torta de mamona e da superfície de fratura dos compósitos, foram conduzidas análises de microscopia eletrônica de varredura. A Figura 8 exibe as micrografias obtidas das partículas de torta de mamona *in natura* e tratadas com anidrido maleico e hidróxido de sódio.

Figura 8- Micrografias das partículas de torta de mamona: (A) *in natura*; (B) tratadas com anidrido maleico; (C) tratadas com hidróxido de sódio.



Fonte: Do autor (2020).

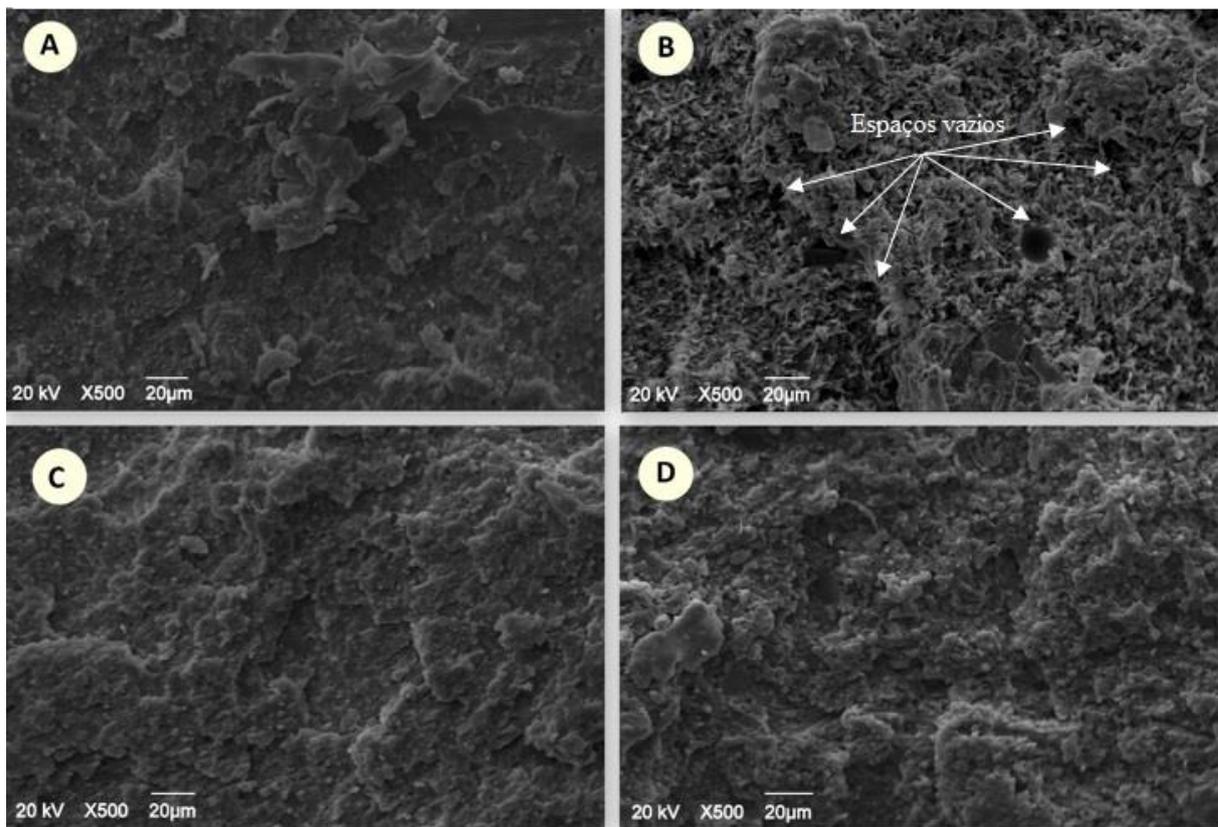
Observa-se por meio da comparação das micrografias das partículas da torta de mamona *in natura* (Figura 8A) e das partículas tratadas com anidrido maleico (Figura 8B) e hidróxido de sódio (Figura 8C) que os tratamentos provocaram a remoção de componentes amorfos da superfície das partículas, o que gerou um aumento da rugosidade na superfície.

A remoção de hemiceluloses e lignina gerada pelo tratamento com hidróxido de sódio modifica a composição química das partículas e fibras, o que torna a parede celular estratificada, ou seja, com várias camadas, como pode ser visto na Figura 8C. A Figura 8B

mostra que as partículas de torta de mamona tratadas com anidrido maleico apresentam uma maior rugosidade superficial em comparação às partículas tratadas com hidróxido de sódio (Figura 8C). Este aumento da rugosidade pode indicar que este tratamento foi bem mais intenso que a merceirização, provocando uma desfribilação excessiva na superfície das partículas, o que pode reduzir a resistência mecânica dos compósitos (MIRANDA *et al.*, 2015).

A Figura 9 exibe as micrografias obtidas para o PP reciclado puro e para os compósitos com 20% em massa de torta de mamona *in natura*, tratada com anidrido maleico e tratada com hidróxido de sódio substituindo parcialmente a matriz de PP reciclado.

Figura 9- Micrografias da superfície de fratura de tração do PP reciclado puro e dos compósitos contendo 20% em massa de partículas de torta de mamona: (A) PP reciclado puro; (B) compósito com partículas sem tratamento; (C) compósito com partículas tratadas com anidrido maleico; (D) compósito com partículas tratadas com hidróxido de sódio.



Fonte: Do autor (2020).

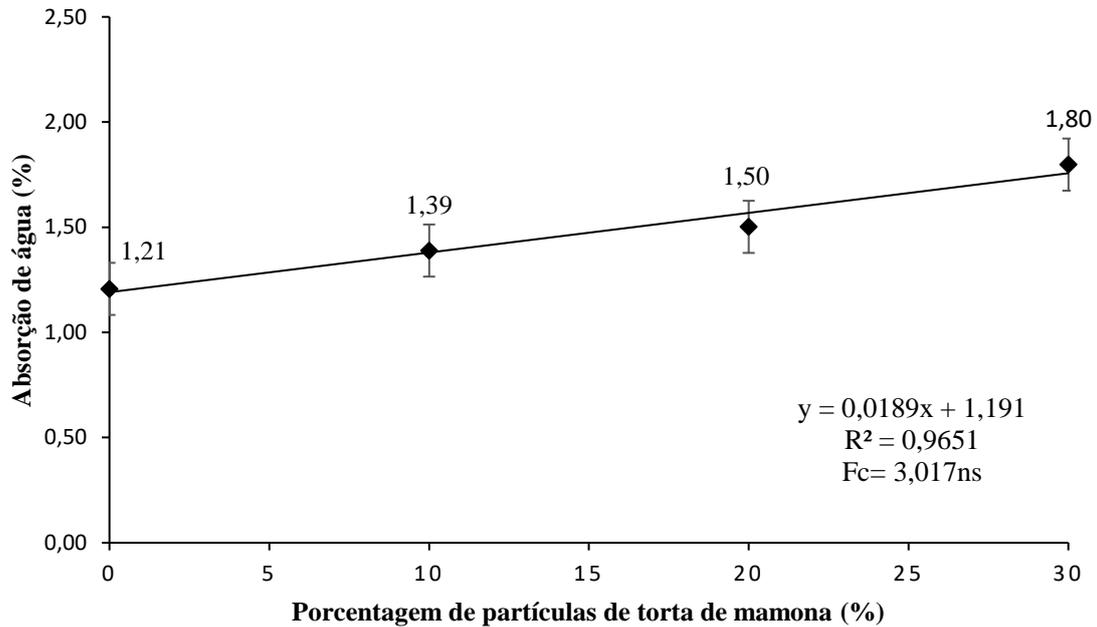
É possível observar pela análise das micrografias o aumento de espaços vazios após a adição das partículas de torta de mamona à matriz de PP reciclado. O compósito com partículas da torta de mamona *in natura* (Figura 9B) exibe uma maior quantidade de espaços vazios, indicando uma menor adesão fibra/matriz quando comparado aos compósitos com partículas tratadas quimicamente (Figuras 9C, 9D). Para os compósitos com partículas tratadas com hidróxido de sódio observa-se uma maior rugosidade quando comparada ao compósito com partículas tratadas com anidrido maleico. O aumento da rugosidade proporciona uma melhor ancoragem mecânica entre as partículas de reforço e a matriz.

Assim, embora o tratamento com anidrido maleico tenha provocado maior rugosidade na superfície das partículas (Figura 8B), este tratamento foi tão intenso que estas chegaram a se desfibrilar, e conseqüentemente, reduziram a sua capacidade de adesão à matriz de PP reciclado, o que pode ocasionar a redução da resistência à tração e resistência á flexão dos compósitos. Além disso, esta modificação prejudicial da superfície das partículas da torta de mamona causada por este tratamento químico, pode ter influenciado no aumento significativo do teor de cinzas (Tabela 3).

### **3.3 Caracterização Física e Mecânica dos Compósitos**

Ao analisar a absorção de água (AA) dos compósitos, observou-se que não houve interação entre os fatores ( $F_c = 0,9266ns$ ), por isso, estes foram estudados separados. O Gráfico 1 exibe os resultados médios obtidos para a absorção de água dos compósitos em relação ao teor de substituição parcial de partículas de torta de mamona pela matriz de PP reciclado.

Gráfico 1- Absorção de água dos compósitos em relação ao teor de partículas.

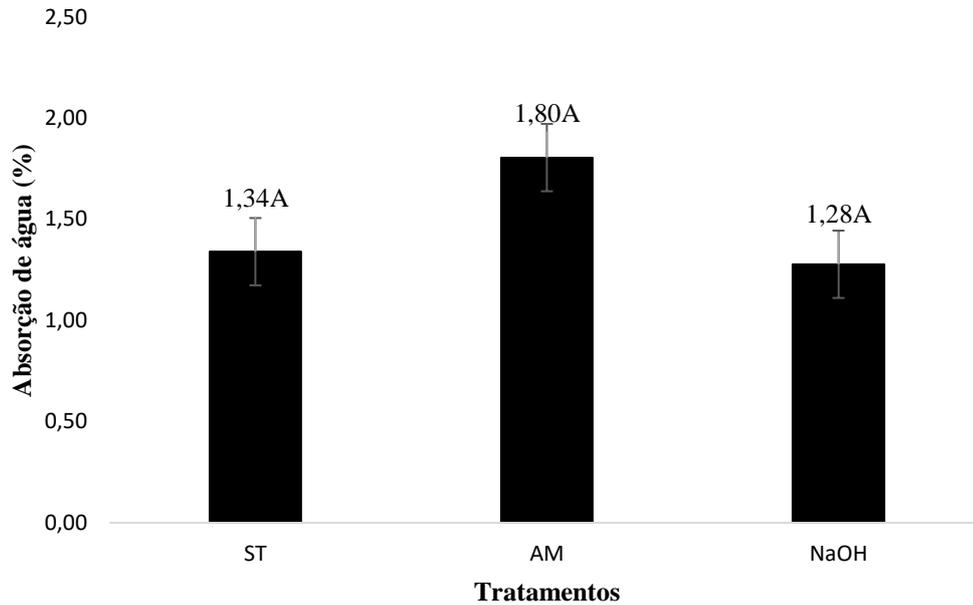


Nota: ns: Análise de regressão não significativa ao nível de 5%.

Não houve efeito significativo do aumento do teor de partículas de torta de mamona sobre a absorção de água, embora seja possível notar uma tendência de aumento dos resultados médios obtidos para esta propriedade com o acréscimo de partículas de torta de mamona ao compósito. Esta tendência de acréscimo da absorção de água é comum em compósitos reforçados com partículas ou fibras naturais, devido à natureza hidrofílicas destas. Para o PP reciclado puro a absorção de água obtida se assemelha ao valor médio encontrado por Mahlmann *et al.* (2009) e Bayer e Riegel (2009) que obtiveram aproximadamente 1,2% e 1,4%, respectivamente.

O Gráfico 2 mostra os resultados médios obtidos para os compósitos produzidos com as partículas de torta de mamona *in natura* e tratadas com anidrido maleico e hidróxido de sódio.

Gráfico 2- Absorção de água dos compósitos em relação aos tratamentos.

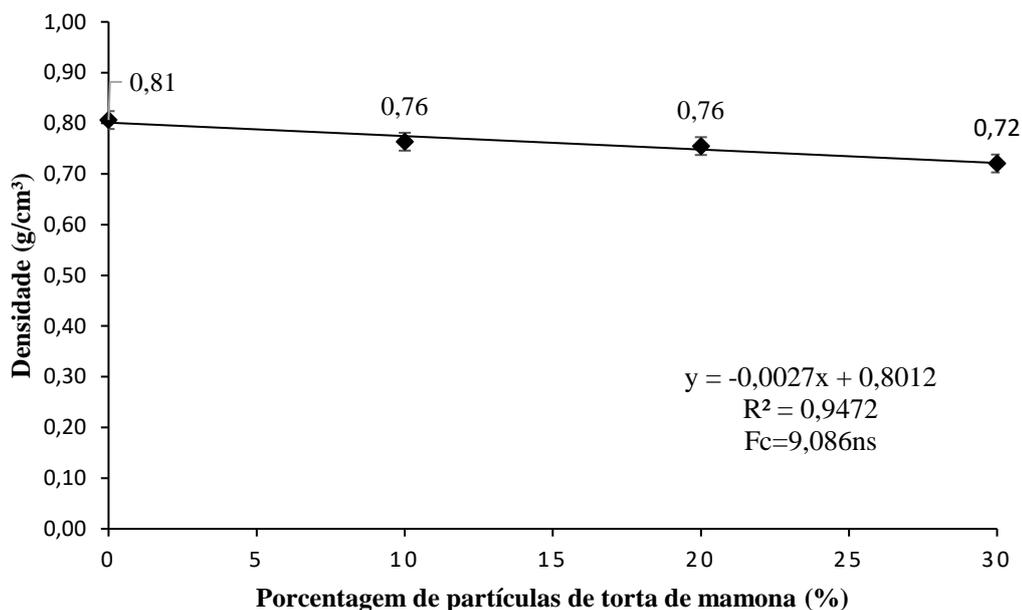


Nota: ST: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona *in natura*.  
AM: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona tratada com anidrido maleico.  
NaOH: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona tratada com hidróxido de sódio.

A absorção de água para os compósitos com partículas da torta de mamona *in natura* e tratados com anidrido maleico e hidróxido de sódio não se difere estatisticamente, o que mostra que não houve efeito dos tratamentos realizados sobre essa propriedade. Isto comprova uma ineficácia destes tratamentos em relação à redução do caráter hidrofílico das partículas.

Não houve interação entre os fatores estudados para a densidade aparente dos compósitos ( $F_c = 0,6307ns$ ). Assim, estudou-se separadamente os fatores, que são exibidos nos Gráficos 3 e 4.

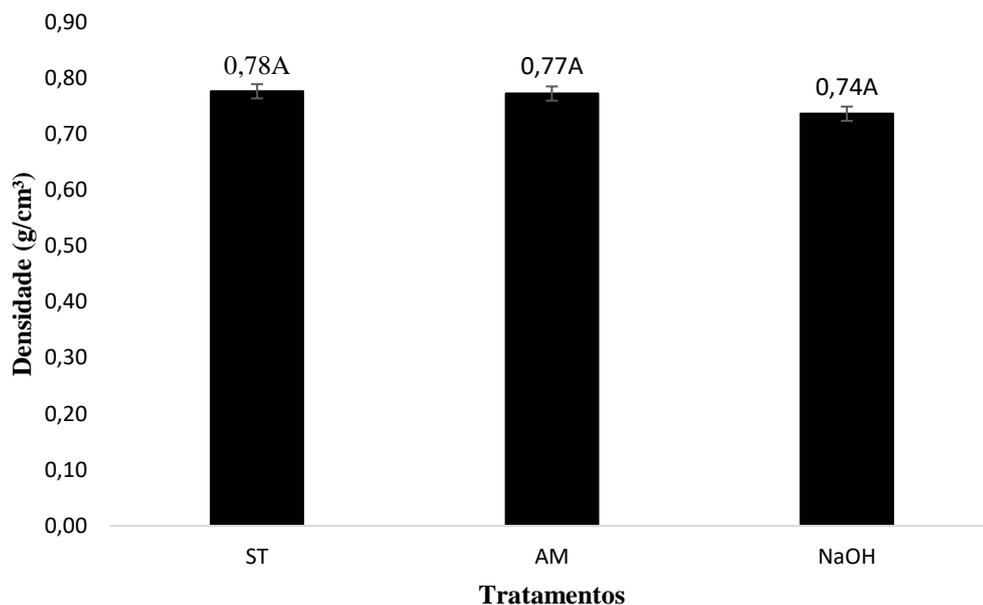
Gráfico 3- Densidade dos compósitos em relação ao teor de partículas.



Nota: ns: Análise de regressão não significativa

Observa-se pela Gráfico 3, que houve uma tendência não significativa da redução da densidade dos compósitos, com o aumento do teor de partículas da torta de mamona. Este comportamento já era esperado, uma vez que o acréscimo das partículas de torta de mamona substituindo parcialmente o PP reciclado tendem a aumentar a leveza aos compósitos por estas serem menos densas que a matriz polimérica. Estes resultados são próximos ao encontrado por Hung *et al.* (2016) que obtiveram 0,91 g/cm<sup>3</sup> para o PP reciclado puro.

Gráfico 4- Densidade dos compósitos em relação aos tratamentos.

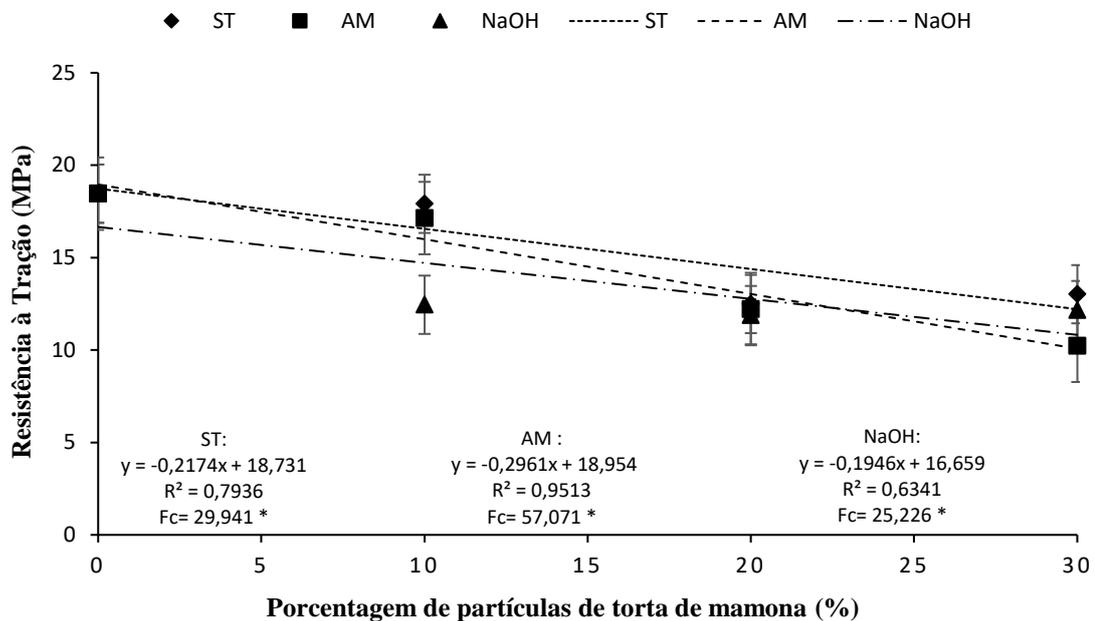


Nota: ST: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona *in natura*.  
AM: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona tratada com anidrido maleico.  
NaOH: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona tratada com hidróxido de sódio.

O Gráfico 4 mostra que os tratamentos não alteraram a densidade dos compósitos, o que também já era esperado, uma vez que a densidade básica das partículas da torta de mamona *in natura* e tratada não variou significativamente, como foi mostrado na Tabela 4.

O Gráfico 5 mostra os resultados obtidos para a resistência à tração dos diferentes compósitos fabricados. Houve interação entre os fatores estudados para esta propriedade ( $F_c=3,231^*$ ).

Gráfico 5- Resistência à tração dos compósitos



Nota: \* Análise de regressão significativa ao nível de 5%.

ST: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona *in natura*.

AM: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona tratada com anidrido maleico.

NaOH: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona tratada com hidróxido de sódio.

A resistência à tração dos compósitos reduziu significativamente conforme aumentou-se o teor de substituição parcial da matriz de PP reciclado pelas partículas da torta de mamona para todos os tratamentos realizados. Os compósitos de PP reciclado reforçados com as partículas da torta de mamona tratada com hidróxido de sódio foram os que apresentaram os melhores resultados, uma vez que, este tratamento causou um menor impacto na redução da resistência à tração quando comparado aos outros compósitos. Já o tratamento com anidrido maleico contribuiu para uma redução da resistência à tração mais acentuada quando comparado aos compósitos de PP reciclado com a torta de mamona *in natura*.

A redução da resistência à tração nos compósitos conforme o teor de substituição pelas partículas da torta de mamona aumentou pode ser atribuída a uma maior dificuldade no processamento dos compósitos quando se trabalha com um teor de fibras ou partículas naturais elevado, o que ocasiona um aprisionamento de bolhas em excesso. Com o aumento da concentração de material lignocelulósico, a matriz polimérica pode também se tornar

insuficiente para garantir uma boa adesão mesmo no caso em que as partículas vegetais tenham passado por algum pré-tratamento superficial para melhorar a compatibilidade (SOUSA, 2013). Outro fator a se considerar é a possível presença de descontinuidades na matriz resultante da dispersão de materiais lignocelulósicos particulados, o que dificulta a distribuição e transferência da força aplicada, reduzindo a tensão máxima suportada pelos compósitos. Nas micrografias dos compósitos (Figuras 9A, 9B, 9C e 9D) é possível observar o aumento de espaços vazios ao substituir parcialmente o PP reciclado pelas partículas de torta de mamona, o que evidencia esta redução da adesão fibra-matriz. Além disso, quando se trabalha com partículas é impossível prever a orientação destas devido à sua irregularidade e tamanho reduzido, o que também influencia na redução das propriedades mecânicas, devido à distribuição irregular das partículas no polímero (LEMOS; MARTINS, 2014).

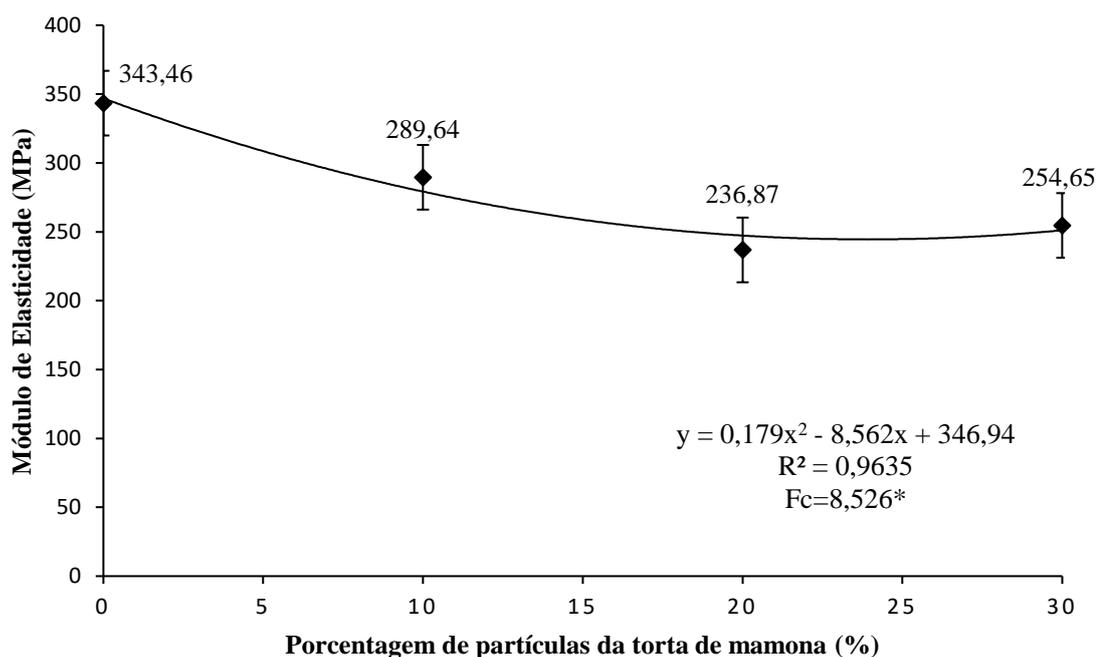
O tratamento com hidróxido de sódio se mostrou eficaz para a melhoria desta propriedade em relação aos compósitos com partículas sem tratamento, o que comprova que este melhorou a adesão entre as partículas do material lignocelulósico e da matriz polimérica, reduzindo o efeito causado pelo aumento do teor de partículas (CAMPOS *et al.*, 2011). Em contrapartida, o tratamento com anidrido maleico não ocasionou o efeito esperado nos compósitos. Tal comportamento pode ser explicado pela análise das micrografias do MEV da região de tração dos corpos de prova (Figuras 8 e 9), na qual é possível visualizar que o tratamento com hidróxido de sódio aumentou a rugosidade superficial das partículas, enquanto, o tratamento com anidrido maleico foi prejudicial à superfície destas.

Battistelle *et al.* (2014), ao caracterizarem compósitos de PP reciclado substituídos parcialmente por farinha de madeira sem aditivos, obtiveram 18,80 MPa para a resistência à tração do PP reciclado puro, resultado próximo ao encontrado neste estudo que foi de 18,46 MPa. No entanto, ao aumentarem o teor de farinha de madeira no compósito de PP reciclado, os autores observaram que houve aumento da resistência à tração para todos os teores de substituição estudados (10%, 20%, 30% m/m). Este mesmo comportamento da resistência à tração de compósitos de PP reciclado substituídos parcialmente por fibras/partículas naturais foi observado por Kakroodi, Leduc e Rodrigue (2012) ao utilizarem fibras de cânhamo como substituinte parcial nos teores de 0%, 20% e 30% m/m e por Suharty *et al.* (2016) ao utilizarem fibras de kenaf nos teores de 0% e 20% (m/m). Isto mostra que as partículas de torta de mamona, diferente de outras fibras naturais, como as utilizadas nos estudos citados,

não proporciona o aumento da resistência à tração quando aplicadas como reforço em compósitos de matriz de polipropileno reciclado.

Em relação ao módulo de elasticidade ( $E_t$ ) na tração, não houve interação entre os fatores ( $F_c = 0,634ns$ ), por isso, estes foram estudados separadamente. O Gráfico 6 exibe os resultados médios obtidos para o MOE dos compósitos em relação à adição de partículas.

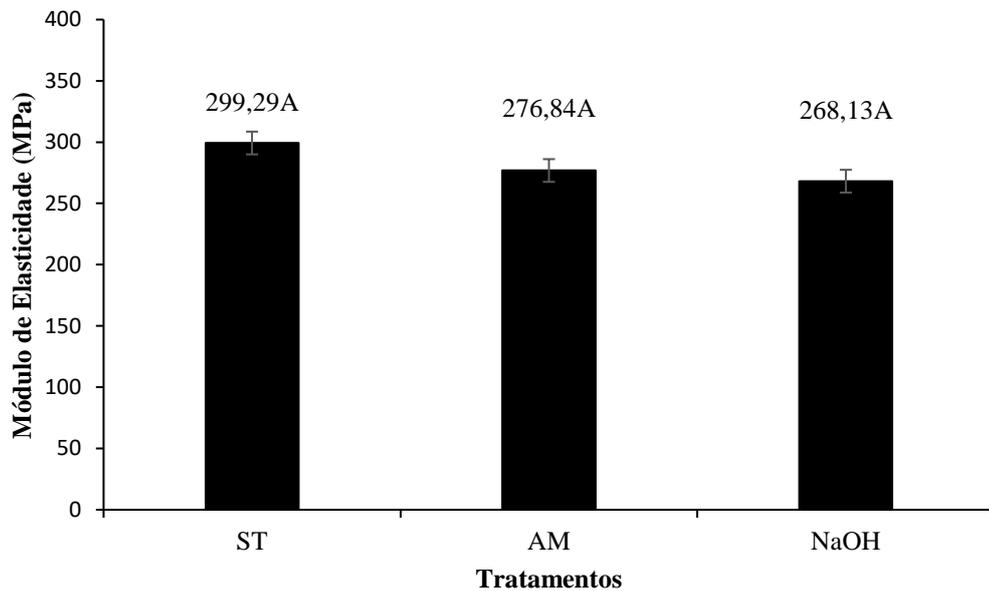
Gráfico 6- Módulo de elasticidade dos compósitos na tração.



Nota: \* Análise de regressão significativa ao nível de 5%.

É possível observar pelo Gráfico 6 que ocorre um decréscimo significativo do  $E_t$  com o acréscimo do teor de partículas de torta de mamona adicionado. Este resultado já era esperado, devido a relação direta existente entre o  $E_t$  e a resistência à tração. O comportamento dos compósitos com adição das partículas *in natura* e tratadas superficialmente está ilustrado no Gráfico 7. Observa-se que os tratamentos químicos nas partículas de torta de mamona não alteraram significativamente o  $E_t$  dos compósitos.

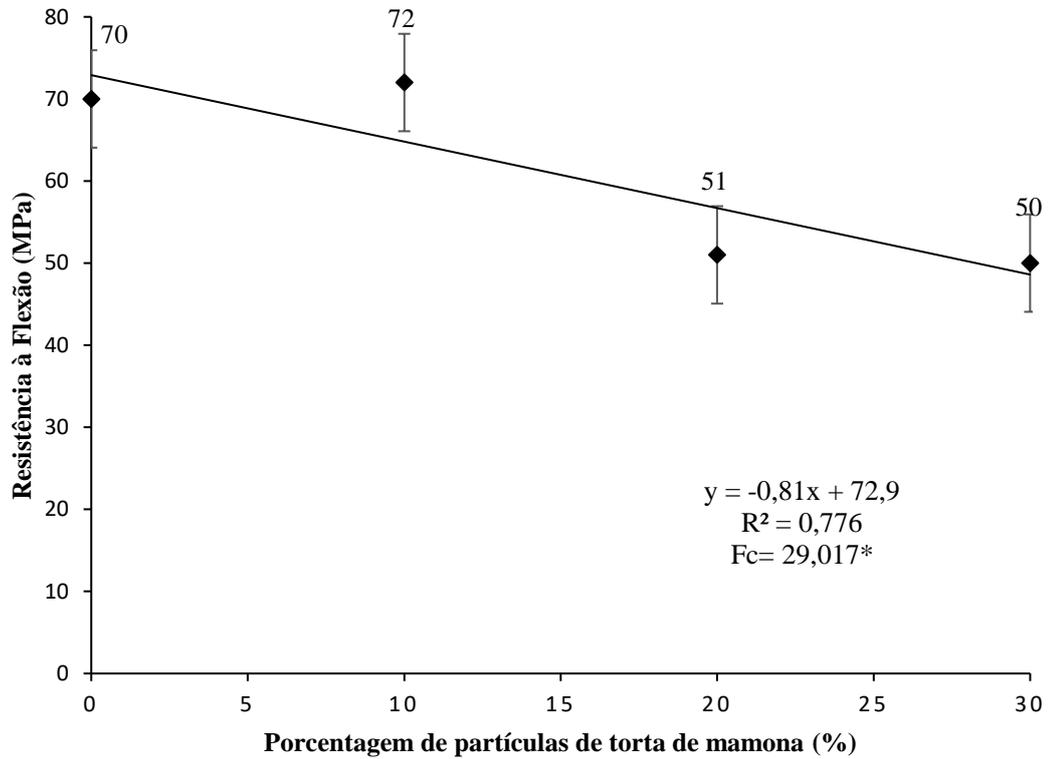
Gráfico 7- Módulo de elasticidade na tração dos compósitos com partículas de torta de mamona *in natura* e tratadas.



Nota: ST: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona *in natura*.  
AM: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona tratada com anidrido maleico.  
NaOH: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona tratada com hidróxido de sódio.

Para a resistência à flexão não houve interação significativa entre os fatores estudados ( $F_c = 1,715ns$ ). Assim, estudou-se o comportamento dos fatores separadamente. O Gráfico 8 mostra a resistência à flexão dos compósitos em relação ao teor de partículas de torta de mamona utilizado como substituinte parcial do PP reciclado.

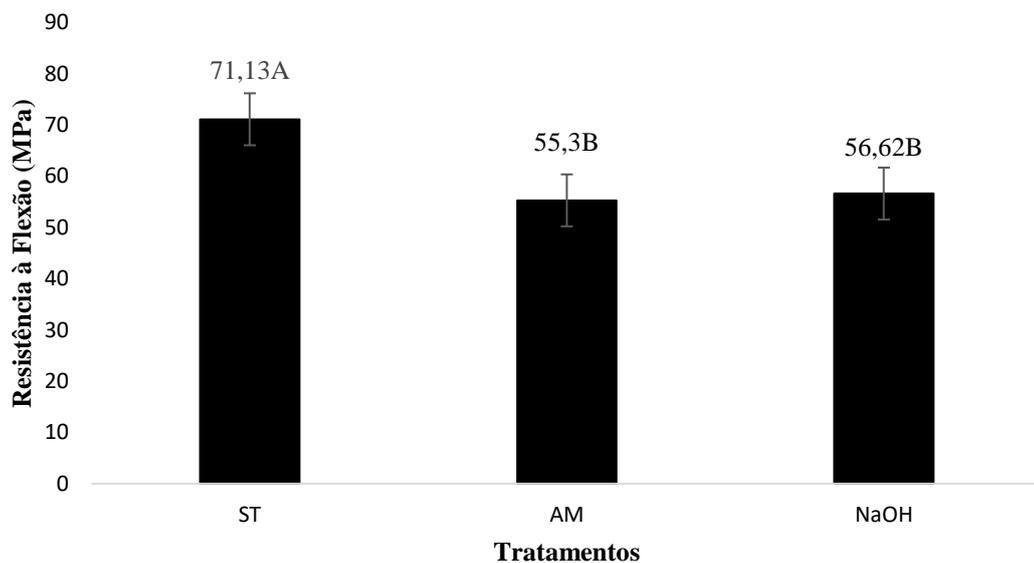
Gráfico 8- Resistência à flexão dos compósitos.



Nota: \* Análise de regressão significativa ao nível de 5%.

Conforme aumentou-se o teor de partículas de torta de mamona, a resistência à flexão dos compósitos reduziu significativamente, sendo este comportamento semelhante ao ocorrido para o aumento do teor de partículas da resistência à tração, discutido anteriormente. O Gráfico 9 exibe a resistência à flexão estática dos compósitos em relação ao tratamento realizado nas partículas.

Gráfico 9- Resistência à flexão dos compósitos com partículas de torta de mamona in natura e tratadas.



Nota: ST: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona *in natura*  
AM: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona tratada com anidrido maleico  
NaOH: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona tratada com hidróxido de sódio

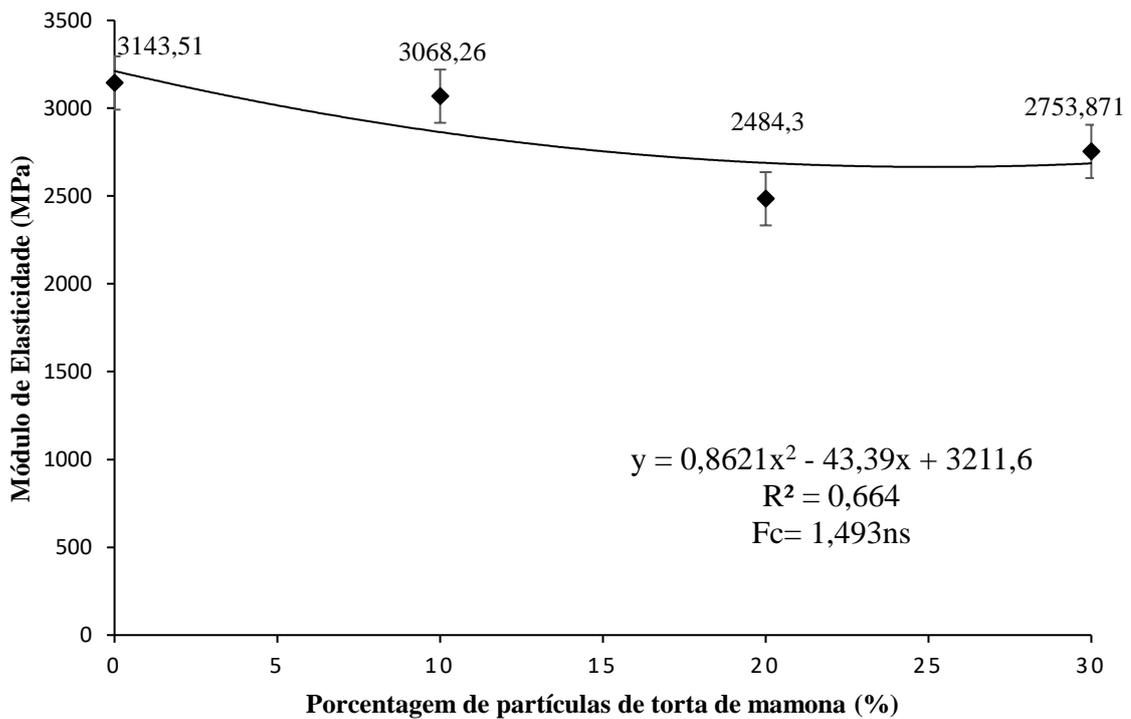
Os compósitos de PP reciclado com partículas da torta de mamona *in natura* foram os que tiveram maior resistência à flexão. Para os compósitos com partículas da torta de mamona tratadas com anidrido maleico e com o hidróxido de sódio, a resistência à flexão foi estatisticamente semelhante. A redução da resistência à flexão nos compósitos com partículas tratadas, mostra que os tratamentos químicos se mostraram ineficazes para melhoria desta propriedade.

Embora tenha ocorrido uma redução da resistência à flexão com o aumento do teor de partículas de torta de mamona nos compósitos, os resultados obtidos neste estudo são superiores aos resultados encontrados por Kordkheili e Pizzi (2019) que obtiveram  $22 \pm 3$  MPa para compósitos de PP reciclado com adição de 60% de fibras de bagaço utilizadas na preparação de polpa de papel. A resistência à flexão dos compósitos deste estudo com o aumento de 0, 10, 20 e 30% (m/m) de partículas de torta de mamona nos compósitos varia de 70 MPa a 50 MPa como visto no Gráfico 9. Estes resultados também são superiores aos encontrados por Abdul *et al.* (2012), que obtiveram aproximadamente 45,49 MPa para compósitos de PP com 30% de fibra de coco (m/m) e 56,73 MPa para compósitos de PP

graftizado com anidrido maleico e 30% de fibra de coco (m/m). Assim, é possível verificar a eficácia da incorporação das partículas de torta de mamona *in natura* e tratada com agentes compatibilizantes ao PP para a resistência à flexão, já que mesmo ocorrendo uma redução significativa dos resultados para os compósitos com as partículas tratadas, estes apresentam resultados superiores ao encontrado por outros autores, como foi comprovado pelos estudos citados.

Não ocorreu interação entre os fatores estudados para o módulo de elasticidade (MOE) na flexão estática ( $F_c = 1,972ns$ ), por isso os fatores foram estudados separadamente. O Gráfico 10 mostra o comportamento do MOE dos compósitos conforme o teor de partículas de torta de mamona utilizada como substituinte parcial ao PP reciclado aumentou.

Gráfico 10- Módulo de Elasticidade dos compósitos na flexão.

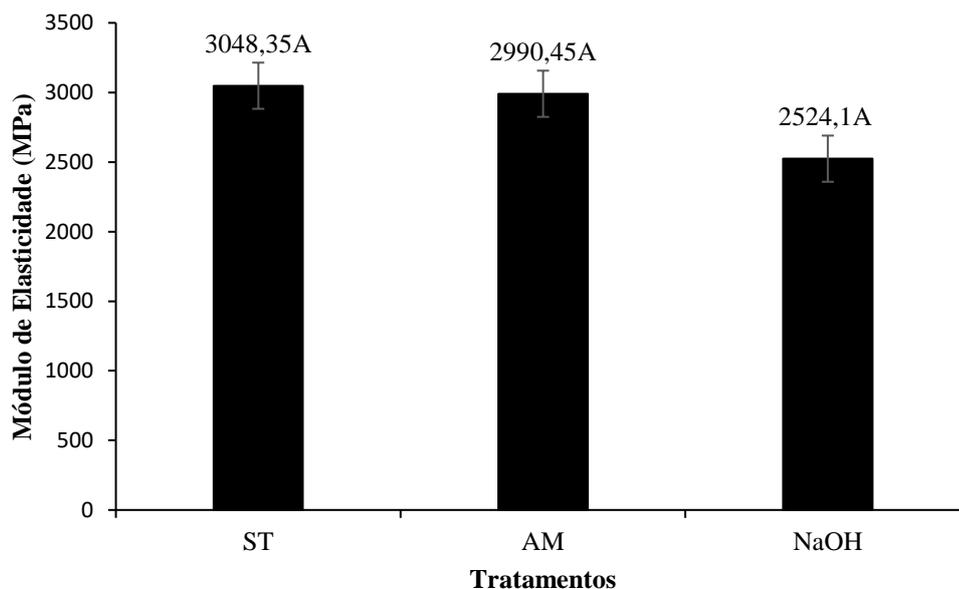


Nota: ns: Análise de regressão não significativa ao nível de 5%.

Analisando o Gráfico 10, observa-se que não houve variação significativa para o MOE na flexão dos compósitos com o aumento do teor das partículas de torta de mamona como substituinte parcial, o que mostra a viabilidade do uso destas partículas em relação à esta propriedade, uma vez que não interfere na mesma. Para um teor de substituição parcial de

25,17% partículas de torta de mamona pelo polipropileno reciclado, obtém-se o valor mínimo do MOE do compósito. O Gráfico 11 mostra os resultados médio obtidos para o MOE dos compósitos em relação aos tratamentos realizados nas partículas de torta de mamona.

Gráfico 11- Módulo de elasticidade na flexão dos compósitos com partículas de torta de mamona *in natura* e tratadas.



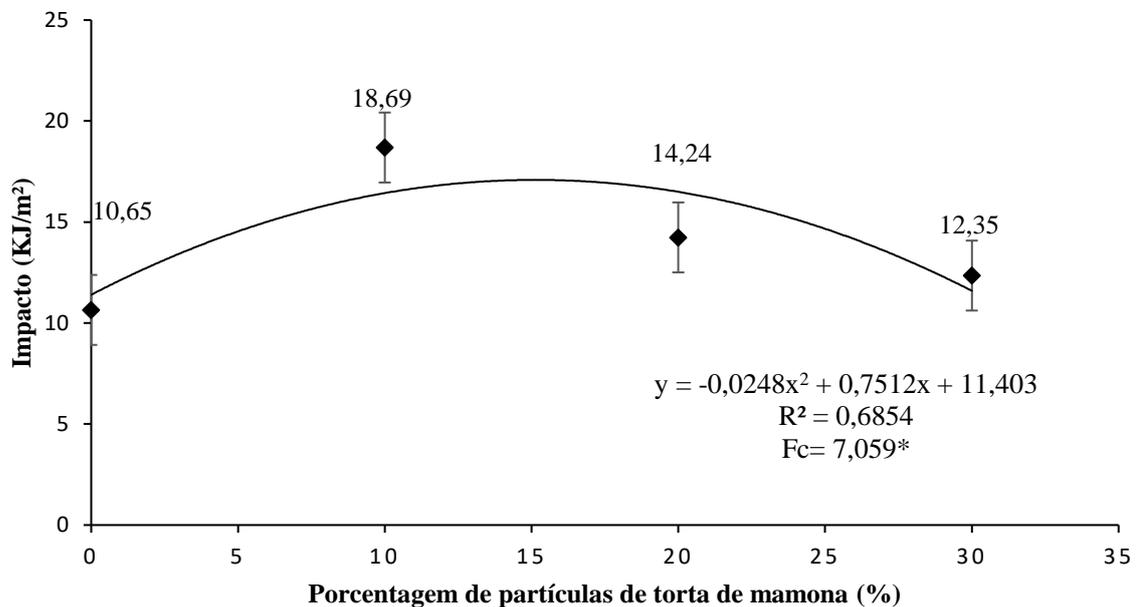
Nota: ST: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona *in natura*  
AM: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona tratada com anidrido maleico  
NaOH: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona tratada com hidróxido de sódio

O Gráfico 11 mostra que não houve diferença estatística entre os resultados obtidos para o MOE dos compósitos com torta de mamona *in natura* e tratadas com anidrido maleico e hidróxido de sódio. Kakroodi, Leduc e Rodrigue (2012), ao analisarem compósitos de PP reciclado substituído parcialmente pelos teores de 0%, 20% e 30% de cânhamo, obtiveram 1454 MPa, 1746 MPa e 2575 MPa respectivamente para o MOE na flexão estática destes compósitos. Bispo (2011) também obteve comportamento semelhante para o MOE na flexão ao trabalhar com compósitos de PP e fibra de curauá, tendo encontrado 1094,68 MPa, 1259,73 MPa, 1300,48 MPa e 1907,47 MPa para compósitos com 0%, 5%, 10% e 20% de adição de fibras vegetais. Estes resultados são inferiores aos encontrados para todos os teores

de partículas de torta de mamona utilizada como reforço dos compósitos de polipropileno reciclado deste estudo.

Para a resistência ao impacto, não ocorreu interação entre os fatores estudados ( $F_c=0,4374ns$ ). Assim, os fatores foram estudados separados. O Gráfico 12 mostra a variação da resistência ao impacto dos compósitos conforme o teor de partículas de torta de mamona substituindo parcialmente a matriz de PP reciclado aumentou.

Gráfico 12- Resistência ao impacto dos compósitos de PP reciclado com partículas de torta de mamona.



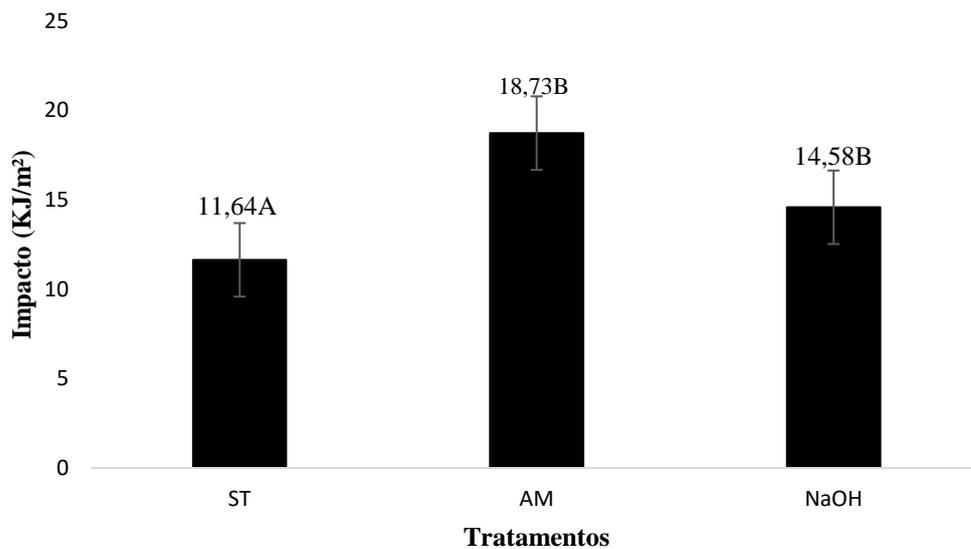
Nota: \*: Análise de regressão significativa ao nível de 5%.

O Gráfico 13 mostra que os tratamentos das partículas da torta de mamona com anidrido maleico e hidróxido de sódio também se mostraram eficiente no aumento da resistência ao impacto dos compósitos.

A resistência ao impacto aumentou significativamente para os compósitos com substituição da matriz polimérica por 10% de partículas de torta de mamona (m/m) passando de 10,65 MPa do PP reciclado puro para 18,69 MPa. O maior valor da resistência ao impacto é atingido quando o teor de partículas adicionadas ao compósito é de 15,5%. Conforme o teor de partículas da torta de mamona do compósito aumentou, para os teores de 20% e 30% (m/m), esta propriedade foi reduzindo, porém ainda se manteve com resultados acima do

obtido para o polipropileno reciclado puro. Estes resultados mostram que o aumento do teor de partículas de torta de mamona em todos os teores estudados melhorou a resistência ao impacto dos compósitos estudados, o que é benéfico em aplicações do polipropileno reciclado que demandem uma alta resistência ao impacto, possibilitando assim, a substituição por estes compósitos.

Gráfico 13- Resistência ao impacto dos compósitos com partículas de torta de mamona in natura e tratadas.



Nota: ST: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona *in natura*  
AM: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona tratada com anidrido maleico  
NaOH: Compósitos de polipropileno reforçados com torta de mamona tratada com hidróxido de sódio

De acordo com Albuquerque *et al.* (2000), a resistência ao impacto é sensível à adesão, o que faz com que, muitas vezes, compósitos com interfaces fibra/matriz muito fortes tenham um efeito prejudicial nas propriedades de impacto. Como comprovado pelos resultados obtidos nas caracterizações mecânicas de tração e flexão, os compósitos fabricados apresentaram uma baixa adesão interfacial, o que comprometeu estas propriedades, porém mostrou-se eficaz para o aumento da resistência ao impacto.

## 4 CONCLUSÃO

O aumento do teor de partículas de torta de mamona *in natura* no compósito resulta em um aumento de espaços vazios. Para os compósitos com partículas tratadas quimicamente, estes espaços vazios ocorrem em menor proporção e observa-se um aumento da rugosidade superficial, quando comparado aos compósitos com partículas da torta de mamona *in natura*. Embora ocorra um aumento de espaço vazios após a substituição parcial do PP reciclado pelas partículas de torta de mamona nos teores estudados, observa-se que não houve variação significativa da densidade. A absorção de água também se manteve estatisticamente semelhante para todos os teores estudados.

O tratamento com hidróxido de sódio das partículas melhora o comportamento destes compósitos em relação a resistência à tração. A resistência ao impacto dos compósitos aumentou significativamente com o aumento do teor de substituição parcial do PP reciclado pelas partículas de torta de mamona *in natura* e tratadas quimicamente em todos os teores de partículas utilizados como substituinte parcial ao PP reciclado e nos compósitos com partículas da torta de mamona tratadas quimicamente. Este aumento foi de aproximadamente 75,5% para os compósitos com teor de substituição de 10% (m/m) de PP reciclado pelas partículas de torta de mamona. Este resultado evidencia o possível uso deste compósito em aplicações que requerem alta resistência ao impacto.

Ao se considerar todo o conjunto das propriedades que foram avaliadas, observa-se que as partículas da torta de mamona *in natura* proporcionam a estes compósitos resultados satisfatórios. Isso mostra um potencial do uso deste resíduo como substituinte parcial ao PP reciclado em aplicações que requerem desempenho máximo dentro da faixa de valores encontradas nas propriedades avaliadas neste estudo, considerando os diferentes teores em massa de partículas da torta de mamona incorporados ao compósito.

Seria interessante que em estudos futuros fosse realizada a análise termogravimétrica (TGA), a espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e o ensaio de envelhecimento acelerado destes compósitos. Com a termogravimetria será possível verificar qual a temperatura máxima de trabalho dos compósitos para os diferentes teores de partículas de torta de mamona *in natura* e tratadas quimicamente que foram estudados. A espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) é utilizada para detectar as vibrações das ligações químicas dos materiais, por isso, poderá demonstrar a efetividade da modificação

química por meio da identificação dos principais grupamentos químicos presentes nas partículas da torta de mamona e dos compósitos de acordo com os diferentes tratamentos realizados. Por fim, o ensaio de envelhecimento acelerado mostrará a resistência ao intemperismo destes compósitos.

## 5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDUL, K.H.P.S. *et al.* Bamboo fibre reinforced biocomposites: A review. **Materials & Design**, v. 42, p. 353-368, 2012.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 11941**: Madeira: determinação da densidade básica. Rio de Janeiro, 2003.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 14853** - Madeira - Determinação do material solúvel em etanol-tolueno e em diclorometano e em acetona. Rio de Janeiro. 2010.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 7989** - Pasta celulósica e madeira - Determinação de lignina insolúvel em ácido. Rio de Janeiro. 2010.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 13999** - Papel, cartão, pastas celulósicas e madeira - Determinação do resíduo (cinza) após a incineração a 525°C. Rio de Janeiro. 2003.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR14929**- Madeira - Determinação do teor de umidade de cavacos - Método por secagem em estufa. Rio de Janeiro, 2017.

ABREU, A. L. **Modificação química de resíduo lignocelulósico para preparação de compósito**. 2011. 110p. Dissertação (Mestrado em Agroquímica)- Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2011.

ALBUQUERQUE, A. C. *et al.* Effect of wettability and ageing conditions on the physical and mechanical properties of uniaxially oriented jute-roving-reinforced polyester composites. **Composites Science and Technology**, v. 60, p. 833-844, 2000.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 638**:2010. Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. 2010.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D256 – 10** (2018). Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics, 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D570**: Standard Test Method for Water Absorption of Plastics. West Conshohocken, 1998.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 790**: Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials, 2017.

ASSMANN, V. **Obtenção de compósitos termoldados a partir da torta de mamona plastificada com glicerol, derivado do processo de transesterificação de óleos e gorduras**. 2009. 119p. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2009.

4

AYRILMIS, N.; KAYMAKCI, A.; GÜLEÇ, T. Potential use of decayed wood in production of wood plastic composite. **Industrial Crops and Products**, v.74, p. 279-284, 2015.

AZAD, A.K. *et al.*, Prospects, feedstocks and challenges of biodiesel production from beauty leaf oil and castor oil: A nonedible oil sources in Australia. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 61, p. 302-318, 2016.

AZZINI, A., SALGADO, A.L. de B. Restos vegetais da cultura da mamona como matéria-prima para celulose. **Bragantia**, v. 24, p. 115 – 124, 198.

BATTISTELLE, R., VIOLA, N.M.; BEZERRA, B.S., VALARELLI, I.D.D. Caracterização física e mecânica de um compósito de polipropileno reciclado e farinha de madeira sem Aditivos. **Revista Matéria**, v. 19, p. 7-15, 2014.

BAYER, D. R.; RIEGEL, I. Z. Estudo e caracterização de perfis fabricados a partir de polipropileno reciclado e casca de arroz. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS, 10, 2009, Joinville. **Anais...** Foz do Iguaçu, Paraná, 2009.

BISPO, S. J. L. **Estudo das propriedades mecânicas de biocompósitos de polipropileno reforçados com fibras naturais**. 2011. 97p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2011.

CANTERO, G. *et al.*, Effects of fibre treatment on wettability and mechanical behaviour of flax/polypropylene composites. **Composites Science and Technology**, v. 63, p. 1247–1254, 2003.

CAMPOS, A. *et al.* Efeito do tratamento das fibras nas propriedades do biocompósito de amido termoplástico/policaprolactona/sisal. **Polímeros**, v. 21, p. 217-222, 2011.

DINIZ, L. L. *et al.* Castor bean meal for cattle finishing: 1-Nutritional parameters. **Livestock Science**, v. 135, p. 153–167, 2011.

GUIMARAES JUNIOR, M. *et al.* Caracterização de polpas de bambu modificadas quimicamente visando melhorias em suas interações interfaciais para aplicações em compósitos. **Revista Iberoamericana de Polímeros**, v. 13, n. 3, p. 89-102, 2012.

HUNG, K. C; WU, T. L.; CHEN, Y. L.; WU, J. H. Assessing the effect of wood acetylation on mechanical properties and extended creep behavior of wood/recycled-polypropylene composites. **Construction and Building Materials**, v. 108, p. 139-145, 2016.

KAKROODI, R.; LEDUC, A.; RODRIGUE, S. Effect of hybridization and compatibilization on the mechanical properties of recycled polypropylene-hemp composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 124, p. 2494-2500, 2012.

KARTHI, N. *et al.*, An overview: Natural fiber reinforced hybrid composites, chemical treatments and application areas. **Materials Today: Proceedings**, p. 1–7, 2020.

KAUL, R. H. *et al.* Designing Biobased Recyclable Polymers for Plastics. **Trends in Biotechnology**, p. 1-18, 2019.

LEMOS, A.L.; MARTINS, R.M. Desenvolvimento e caracterização de compósitos poliméricos à base de poli(ácido láctico) e fibras naturais. **Polimeros**, v. 24, p. 190-197, 2014.

MAHLMANN, C.M. *et al.* Compósito de matriz de polipropileno reciclado reforçado com fibras de bananeira e de sisal tratadas com anidrido maléico e hidróxido de sódio. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS, 10, 2009, Joinville. **Anais...Foz do Iguaçu, Paraná**, 2009.

MELO, W.C. *et al.*, Produção de etanol a partir de torta de mamona (*Ricinus communis* L.) e avaliação da letalidade da torta hidrolisada para camundongos. **Química Nova**, v.31, p. 1104-1106, 2008.

MESQUITA, R.G.A. **Inclusão de materiais lignocelulósicos na produção de compósitos plásticos**. 2013. 104p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia da Madeira) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2013

MIRANDA, C.S.; FIUZA, R.P.; CARVALHO, R.F.; JOSÉ, N.M. Efeito dos tratamentos superficiais nas propriedades do bagaço da fibra de piaçava *Attalea funifera* Martius. **Química Nova**, v. 38, p. 161-165, 2015.

NG, W.K., JOHAR, M., ISRAR, H.A., WONG K.J.. A review on the interfacial characteristics of natural fibre reinforced polymer composites. p. 163-168, 2020.

OKOLI, C.; OFOMAJA, A. Development of sustainable magnetic polyurethane polymer nanocomposite for abatement of tetracycline antibiotics aqueous pollution: Response surface methodology and adsorption dynamics. **Journal of Cleaner Production**. v. 217, p. 42-55, 2019.

OLIVEIRA, J.C. *et al.* Avaliação térmica e espectroscópica da celulose, hemicelulose e lignina extraídas das fibras de licury (*syagrus coronata*). In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 21, Cuiabá. **Anais...** Cuiabá, MT, 2014.

RAMOS, F.J.H.T., GRAFOVA, I., GRAFOV, A., MONTEIRO, S.N. Eco-friendly recycled polypropylene matrix composites incorporated with geopolymer concrete waste particles. **Journal of Materials Research and Technology**, 2020.

SANCHES *et al.*, Avaliação do processo de merceirização da torta de mamona. In: BRASILTEC, 2014, Rio de Janeiro, Brasil.

SILVA, L.V.B.D. *et al.* Torta de mamona residual e irrigação com efluente sobre crescimento e produção de algodoeiro herbáceo. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.17, n.12, p.1264–1270, 2013.

SOUSA, L.K. Production and mechanical characterization of ramie, sisal and sponge gourd fibers reinforced castor oil polyurethane composites. 2013. 98 p. Dissertação (Mestrado em Engenharias) - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2013.

SUHARTY, N.S. Effect of Kenaf Fiber as a Reinforcement on the Tensile, Flexural Strength and Impact Toughness Properties of Recycled Polypropylene/Halloysite Composites. **Procedia Chemistry**, v. 19, p. 253-258, 2016.

YOUNESI-KORDKHEILI, H.; PIZZI, A. Ionic liquid- modified lignin as a bio- coupling agent for natural fiber- recycled polypropylene composites. **Composites Part B: Engineering**. v. 181, 2020.