

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO DE MATRIZ POLIMÉRICA REFORÇADO PELA FIBRA DA PALHA DO MILHO

OBTAINING AND CHARACTERIZATION OF POLYMER MATRIX COMPOSITE REINFORCED BY CORN STRAW FIBERS

Josimar Torres de Oliveira Machado¹

RESUMO: A busca por alternativas mais ecológicas para produção de materiais é um dos grandes pólos de discussão no planeta. Estudos apontam a utilização de fibras vegetais como reforço para substituir as fibras sintéticas em materiais compósitos. Para isso, os compósitos foram fabricados por laminação manual com orientação de fibras da palha de milho aleatórias nas formulações percentuais de 5, 10 e 20%, com objetivo de caracterizar pelos ensaios mecânicos realizados de tração uniaxial, flexão em três pontos, impacto, caracterização microestrutural através da análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e ensaio térmico por calorimetria exploratória diferencial (DSC). Diante dos resultados, podemos concluir que o compósito de 20% de carga apresentou melhores resultados de resistência mecânica, principalmente na absorção de impacto. O compósito desenvolvido comprovou que pode ser utilizado na prática como substitutivos de outras fibras vegetais de forma eficiente e satisfatória para ter aplicação estrutural principalmente em peças de pouca solicitação mecânica, tais como, reservatórios, tubulações, prateleiras, telhas, entre outros.

Palavras-chave: Fibras da palha de milho. Compósito. Epóxi. Resistência mecânica. Microestrutural.

ABSTRACT: The search for more ecological alternatives for the production of materials is one of the major poles of discussion on the planet. Studies indicate the use of vegetable fibers as reinforcement to replace synthetic fibers in composite materials. For this purpose, the composites were manufactured by manual lamination with random orientation of corn straw fibers in percentage formulations of 5, 10 and 20%, with the objective of characterizing them through mechanical tests performed in uniaxial traction, three-point bending, impact, microstructural characterization through scanning electron microscopy (SEM) analysis and thermal testing by differential scanning calorimetry (DSC). Given the results, we can conclude that the composite with 20% load presented better results in mechanical resistance, mainly in impact absorption. The developed composite

¹ Artigo originado da dissertação de mestrado em Engenharia de Materiais do Instituto Federal de Educação, Ciências e Tecnologia da Bahia – IFBA - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais – PPGEM, Rua Emídio dos Santos s/n, CEP: 040301-015, Salvador, BA, Brasil. E-mail: josimartorres@ifba.edu.br.

Agradecimento: Aos Laboratórios de ensaios mecânicos e processamento de materiais não metálicos do Instituto Federal de Educação, Ciências e Tecnologia da Bahia - IFBA, campus Simões Filho e ao Laboratório e técnicos de caracterização de materiais do IFBA campus Salvador, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais – PPGEM.

Artigo recebido em agosto de 2024 e aceito para publicação em novembro de 2024.

proved that it can be used in practice as a substitute for other vegetable fibers in an efficient and satisfactory way for structural application mainly in parts with little mechanical stress, such as tanks, pipes, shelves, tiles, among others.

Keywords: Corn leaf fibers. Composite. Epoxy. Mechanical strength. Microstructural.

INTRODUÇÃO

A busca por alternativas mais ecológicas, biodegradáveis e naturais para produção de materiais é um dos grandes pólos de discussão no planeta. Há uma diminuição na geração de resíduos e a preservação ambiental vem sendo tópico dos desafios colocados à sociedade, com foco na reciclagem. Assim, existe uma tendência mundial em buscar recursos naturais alternativos em substituição às fibras sintéticas, que sejam ecologicamente corretos, desenvolvendo novos produtos, gerando emprego e renda, utilizando o desenvolvimento de novas tecnologias para a construção civil (Souza, 2020).

Embora os polímeros e seus derivados tenham historicamente feito grandes contribuições para o desenvolvimento tecnológico global e melhorado a qualidade de vida das pessoas modernas, o uso contínuo destes materiais tem causado preocupação social. Isso porque, em grande medida, são menos recicláveis e têm maior capacidade de acumulação na biosfera, principalmente devido à sua baixa biodegradabilidade pois são fontes não renováveis, materiais sintéticos derivados da indústria petroquímica (Froehlich; Bitencourt, 2016). Os compósitos poliméricos reforçados com fibras apresentam uma ampla gama de aplicações de engenharia, incluindo construção civil, indústria automotiva, aeroespacial e blindagem balística (Zhang *et al.*, 2020).

As fibras sintéticas apresentam algumas desvantagens em comparação às fibras vegetais, incluindo: são abrasivas, possuem alto consumo de energia durante a produção, desgaste nos equipamentos de processamento e não biodegradáveis, o que leva a problemas no manuseio e descarte destes materiais. Conforme Ramos (2019), “a palha de milho é uma fibra natural do tipo lignocelulósica”. Essas fibras têm como vantagens: baixa densidade, boas propriedades mecânicas específicas, não são abrasivas e são biodegradáveis (Pereira, 2015).

Outro aspecto que contribui para o estudo e desenvolvimento do presente trabalho é que o Brasil é um dos maiores produtores de fibras vegetais, o que aumenta a expectativa de inclusão destas no reforço de materiais poliméricos (Moreira; Seo, 2016).

Assim, a utilização das fibras da palha do milho para produção de compósitos é uma alternativa em potencial para humanidade, sendo a Bahia um dos grandes produtores de milho do mundo, e tal produção é aproveitada em boa parte, com poucas partes do milho não aproveitadas (Azevedo *et al.*, 2016).

A palha do milho, de nome científico *Zea mays*, tem propriedades específicas que são poucas aproveitadas no Brasil, onde estas partes são descartadas. Além disso, esses resíduos descartados podem ainda ser utilizados como reforço de resina sintética, que é utilizada para obtenção de materiais compósitos (Foguesatto *et al.*, 2018). Esses materiais compósitos são aqueles formados a partir da mistura de dois ou mais constituintes em escala macroscópica que não se misturam e possuem características diferentes na sua forma e composição (Ferreira *et al.*, 2022).

Nesse sentido, a produção baseada em produtos biodegradáveis pode ser aplicada com a utilização de matérias-primas locais. Na Bahia, o milho é sem dúvidas um desses produtos, por ser o Estado um grande produtor. Sendo assim, utilizar as fibras da palha do milho nessa produção é um caminho que une a utilização de compostos biodegradáveis à produção local, utilizando uma das partes do milho que costuma ser descartado, o que traria grandes benefícios à sociedade, gerando emprego e rentabilidade aos produtores.

Buscando novas alternativas para utilização de compósitos poliméricos, a partir de matriz de resina sintética epóxi com reforço/carga de fibras da palha do milho, o presente estudo teve

como objetivo caracterizar e encontrar possíveis aplicações para o material concebido, utilizando a fibra da palha do milho, reforçado com resina sintética epóxi.

MATERIAIS E MÉTODOS

As palhas do milho foram retiradas das espigas, adquiridas e colhidas de um material descartado das lavouras de cooperativa rural situada na região agrícola de Santo Estevão na Bahia, de forma manual e, com auxílio de uma tesoura, foram seccionadas em tamanho padrão de 100 a 160mm. As fibras foram desfiadas utilizando-se uma escova de aço em um processo manual e foram colocadas em exposição solar para uma pré-secagem de aproximadamente 2 dias, conforme mostra a Figura 1.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 1. Processo manual de corte, desfição e exposição solar das fibras.

Após a secagem, as fibras foram adicionadas em um recipiente de vidro e imersas em uma solução de carbonato de sódio (Na_2CO_3), produto conhecido no mercado como barrilha. Preparada uma solução contendo 100 gramas de barrilha em um litro de água. Mergulharam-se as fibras nessa solução por um período de 12 horas, visando causar inchaço nas fibras e a remoção parcial dos extrativos, lignina e ceras impregnadas na superfície celulósica das fibras para uma melhor adesão na interface, conforme mostra a Figura 2a.

O tratamento das fibras com água fervente por 30 minutos foi realizado para eliminar ceras em torno das fibras com a finalidade de melhorar a adesão da interface fibra/matriz, conforme a Figura 2b. As fibras foram lavadas repetidas vezes com água corrente e friccionadas em uma peneira para limpeza e remoção do excesso de resíduos aderidos. Após a lavagem, a secagem das fibras por exposição ao sol por 24 horas, deu-se em ao ar livre como processo de desumidificação natural. Após a secagem solar, as fibras foram levadas a uma estufa de circulação de ar a uma temperatura de 50° Celsius por 8 horas para secagem. As fibras secas foram armazenadas juntamente com sílica-gel em recipientes plásticos, hermeticamente fechados a fim de mantê-las totalmente secas até o dia em que foram utilizadas para confecção dos compósitos.



Fonte: Elaborado pelo autor.

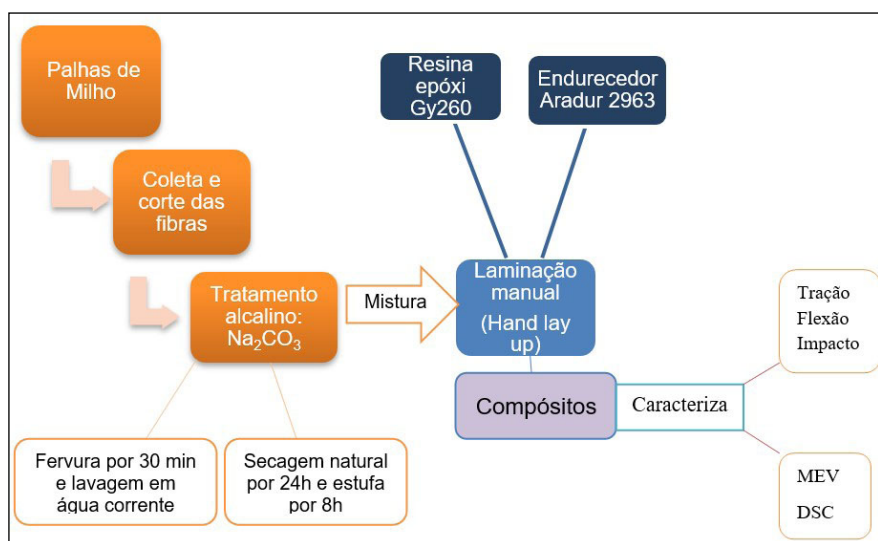
Figura 2. Tratamento alcalino das fibras com barrilha (a) e Limpeza das fibras com água fervente (b).

Para preparação dos corpos de provas, foi adotado o método de *hand lay-up*, no qual a superfície do molde foi preparada com aplicação de uma cera desmoldante à base de carnaúba e álcool desmoldante, no qual é colocada uma manta de fibras, em torno de 100 a 160 mm, laminadas com a resina epóxi e um endurecedor para acelerar a cura da matriz.

Foi utilizada resina epóxi do tipo DGEBA de marca Araldite GY 260, e o endurecedor utilizado foi a amina cicloalifática Aradur 2963 para cura a frio; é livre de fenol e baixa viscosidade.

Primeiro, a massa de fibra foi pesada e calculada com base nos percentuais volumétricos para definição do volume de matriz e carga para esses compósitos. A conversão de massa para volume entre os constituintes pode ser realizada utilizando suas densidades. A aplicação do desmoldante é essencial, pois ele facilita a remoção do compósito curado de dentro do molde, garantindo integridade à placa do compósito. A aplicação do desmoldante é feita em três demãos intercaladas por 30 minutos. Com auxílio de um pincel, o desmoldante é espalhado pelo molde.

O fluxograma da Figura 3 sintetiza os procedimentos utilizados para obtenção e caracterização do compósito.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 3. Fluxograma de obtenção do compósito.

As proporções utilizadas foram definidas nas composições dos compósitos as quais permitiram estabelecer suas formulações, assim como definir os quantitativos mais viáveis para desenvolver e confeccionar um compósito reforçado com fibras. Sendo assim, foram determinadas as proporções de massa de fibras para produção das placas desse compósito,

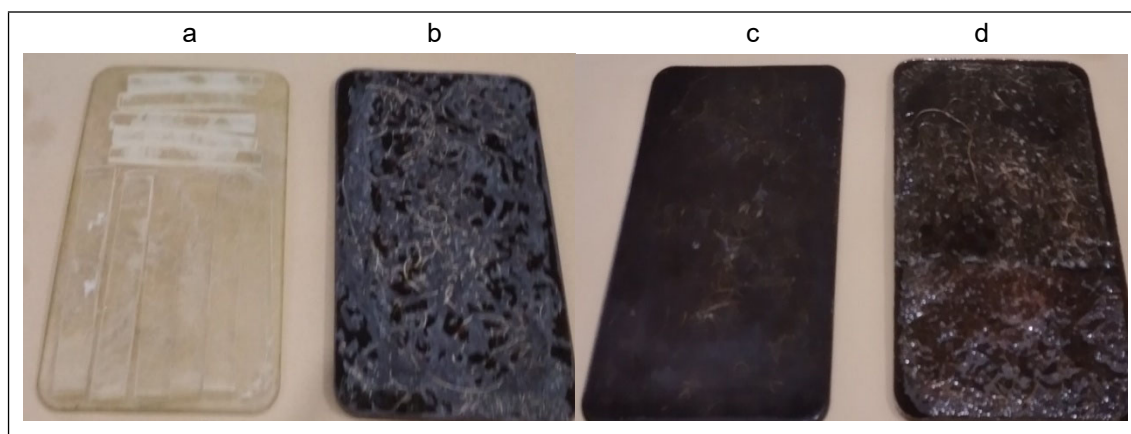
com as formulações de 5, 10 e 20% da massa de fibras, e 95, 90 e 80% do volume da matriz epóxi, conforme mostra a Tabela 1.

Tabela 1. Compósitos formulados com resina epóxi.

Compósitos Formulados	Quantidade de Fibras (% massa)	Quantidade de Resina epóxi (% massa)	Massa total do Compósitos (g)
CP 0	0	100	400
CP 5	5	95	400
CP 10	10	90	400
CP 20	20	80	400

Fonte: Elaborado pelo autor.

Conforme mostra a Figura 4, após o processo de laminação e cura, retira-se a placa de compósito do molde com dimensões de (300 x 200 x 10mm).

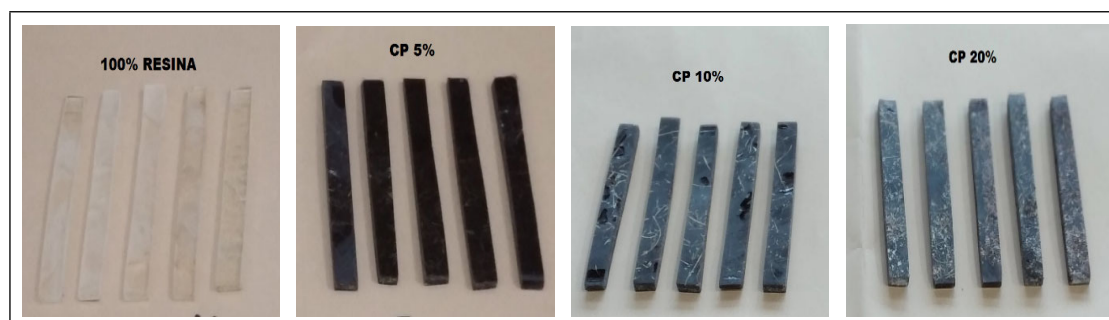


Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 4. Placas de compósitos. (a) CP0. (b) CP5. (c) CP10. (d) CP20.

Os cortes dos corpos de prova foram colocados em uma máquina de serra fita modelo Beccaro L2 34. Por fim, os corpos de prova resultantes do processo de corte foram submetidos às etapas de lixamentos e polimento, de acordo com as técnicas metalográficas, utilizando respectivamente as lixas d'água 220, 400, 600 e 1000 *mesh* e o pano de polimento metalográfico.

Os corpos de prova foram fabricados para cada tipo de ensaio realizado, como mostra a Figura 5, os corpos de prova com as formulações de 100% resina, com 5%, 10% e 20% de massa de fibras da palha de milho para ensaio de flexão de acordo a norma ASTM D790 (2017).



Fonte: Elaborado pelo autor.

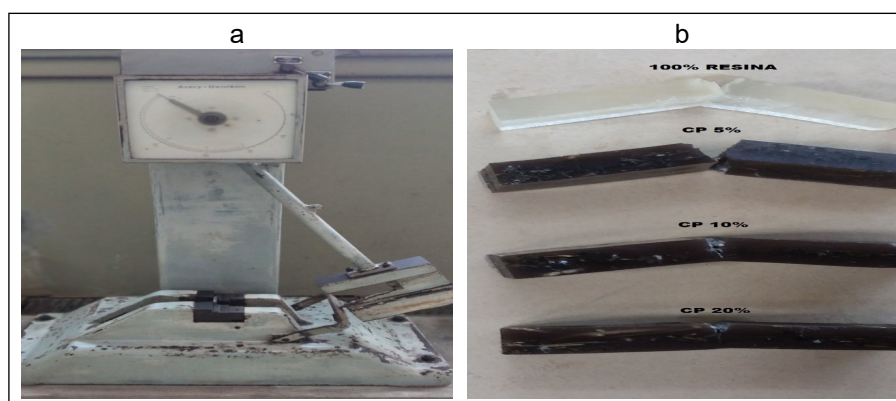
Figura 5. Corpos de provas para ensaio de flexão.

O ensaio de tração realizado nas fibras sem tratamento e nas fibras tratadas, de acordo com a norma ASTM 3822 (2014), foi realizado no laboratório de ensaios mecânicos do Instituto Federal da Bahia (IFBA) do *campus* Simões Filho, utilizando-se uma máquina universal de ensaios da Time Group, modelo WDW-20E com uma velocidade de 2 mm/min. Para cada caso, 10 fibras foram testadas com a distância entre garras de 100 mm.

Para determinação da densidade das fibras, foram avaliadas pelo princípio de Arquimedes e na norma ASTM D792 (2020). As fibras secas tratadas foram inseridas no picnômetro e depois submersas em água destilada a 25°. A massa foi determinada com auxílio de uma balança analítica da marca BEL modelo M 214 Ai.

A morfologia das fibras foi observada em microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando o microscópio TESCAN, modelo LMU-Vega 3. Nesta análise, uma pequena amostra de fibra da palha do milho foi fixada, de forma transversal e longitudinal, em um suporte metálico e metalizada com ouro, com o metalizador da Quorum modelo Q150R, para que a análise estrutural das fibras e suas características individuais fossem feitas.

A resistência do material compósito foi determinada pelo ensaio de tração, flexão em três pontos e impacto, realizado nos materiais poliméricos com a finalidade de avaliar e determinar a capacidade do material em resistir às forças aplicadas. Para o ensaio de tração, os corpos de prova foram cortados nas dimensões 165 x 19 x 6 mm seguindo a norma ASTM D 638 (2014). Para verificar as propriedades flexivas dos compósitos, como resistência a flexão e módulo de elasticidade, foi realizado o ensaio de flexão em três pontos, seguindo a norma ASTM D790 (2017), com 5 corpos de provas para cada formulação, nas dimensões 125 x 12,7 x 6 mm. Para o ensaio de impacto *Charpy*, de acordo a norma ASTM D6110 (2010), utilizando um equipamento conhecido como máquina com pêndulo analógico da *Avery-Denison* de 300J, conforme Figura 6a. Foram confeccionados 5 corpos de prova para cada formulação do compósito nas dimensões 125 x 10 x 10 mm com entalhe de 2 mm e 45° de angulação e raio de 0,25 mm, Figura 6b.



Fonte: Elaborado pelo autor.

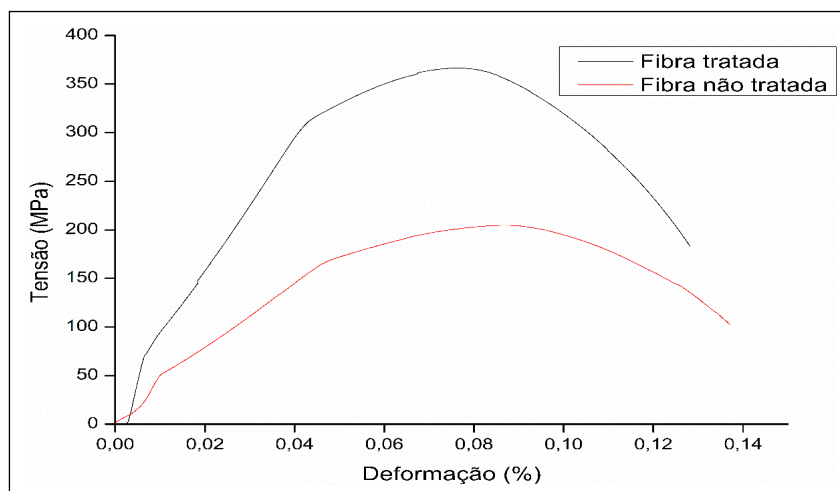
Figura 6. (a) Máquina para ensaio de impacto. (b) Corpos de provas ensaiados.

O ensaio térmico do material compósito foi realizado por Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) em um equipamento de marca Shimadzu modelo DSC-60. As amostras foram analisadas em um cadinho de alumínio tampado com cerca de 3 mg de amostra em uma faixa de temperatura de 20° a 500°C sob atmosfera de N₂ (fluxo de 50 ml/min) e uma taxa de aquecimento de 10°C min⁻¹.

Para verificar a fratura, as amostras dos compósitos pós ensaios mecânicos foram colocadas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca TESCAN, modelo LMU-Vega 3.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O gráfico da Figura 7 mostra o comportamento comparativo médio das curvas em sobreposição das fibras sem tratamento e tratadas. Comprovando a significância do tratamento alcalino das fibras, a fibra da palha do milho tratada com barrilha obteve mais de 70% de resistência à tração em relação a fibra sem tratamento.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 7. Comportamento comparativo médio da curva tensão x deformação das fibras.

A Tabela 2 apresenta a média dos resultados para o ensaio de tração nas fibras.

Tabela 2. Média dos resultados para Tração das fibras.

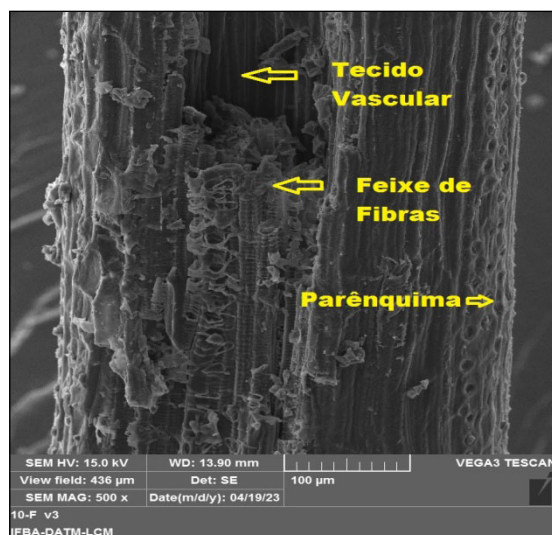
Fibras	Módulo de Elasticidade GPa	Resistência à Tração MPa
Sem tratamento	16,03 ±1,49	207,91 ±12,25
Tratadas	25,74 ±1,81	361,03 ±25,94
Diferença %	60,57%	73,64%

Fonte: Elaborado pelo autor.

O teste inicial do comportamento à tração das fibras permitiu uma melhor discussão para o cálculo das frações volumétricas de cada formulação do compósito investigado na pesquisa. Os módulos de elasticidade e a resistência à tração das fibras proporcionaram um aumento médio de 60,57 e 73,64 %, respectivamente.

A densidade obtida neste estudo para a fibra da palha do milho utilizando um picnômetro foi de 1,32 g/cm³. De acordo com Lopes (2020), o valor de densidade relatado pela literatura para fibras vegetais é em torno de 0,7 - 1,4 g/cm³, e os valores mencionados dependem muito da região cultivada, pelas diferenças de condições de clima e solo.

A microscopia eletrônica por varredura mostra o aspecto da fibra de palha do milho, notando a forma heterogênea que é uma característica das fibras naturais. Por meio da imagem do MEV com um aumento de 500 vezes, analisando a microestrutura da fibra, também é possível observar uma estrutura semi-esférica na parede celular da fibra, chamada de parênquimas, mostrada na Figura 8. A parênquima é um tecido composto por células vivas com capacidade de divisão celular, processo importante de cicatrização das fibras vegetais. Esse tecido tem a função de absorver água e nutrientes.

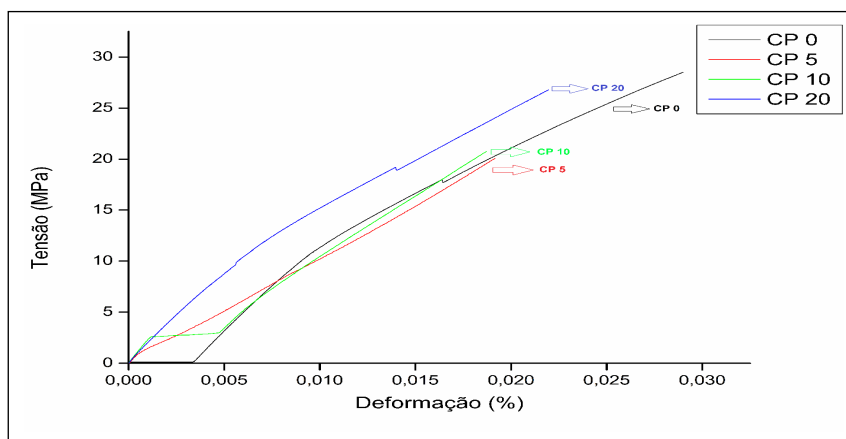


Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 8. Análise microscópica da seção longitudinal da fibra da palha do milho.

Alguns estudos de Beltrami *et al.* (2014) e Moreira; Seo (2016) relatam que quando essas fibras são utilizadas em compósitos, os resíduos presentes na superfície das fibras vegetais reduzem a adesão, portanto, tratamentos químicos são realizados para melhorar as propriedades superficiais das fibras. Comparando as fotomicrografias das fibras de sisal, curauá e abacaxi com as fibras da palha de milho, foram observadas características semelhantes comuns na maioria das fibras vegetais.

O gráfico da Figura 9 apresenta o comportamento médio comparativo da resistência à tração para as formulações dos compósitos e matriz epóxi.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 9. Comportamento médio comparativo da curva tensão x deformação das formulações dos compósitos.

A Tabela 3 apresenta os resultados do comportamento médio comparativo da curva tensão x deformação das formulações dos compósitos e matriz epóxi.

Tabela 3. Resultado comparativo médio da curva tensão x deformação dos compósitos.

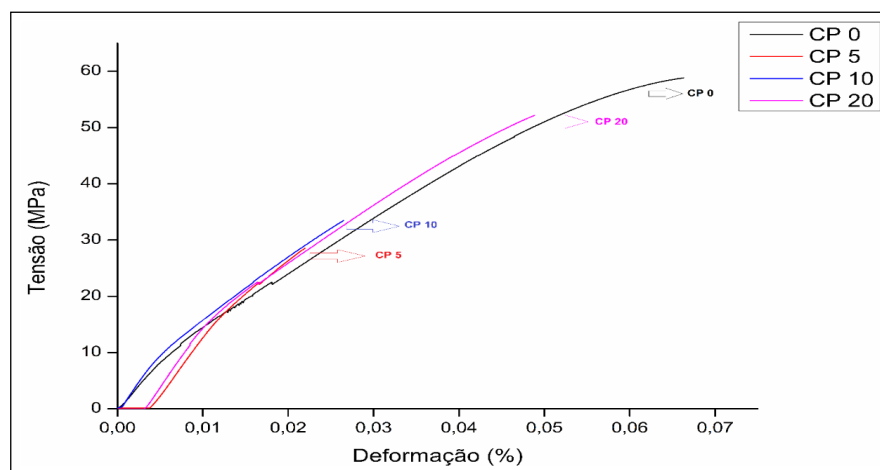
Amostras	Resistência à Tração (MPa)	Módulo de Elasticidade (Gpa)	Deformação (%)
CP 0	28,51 $\pm$ 1,296	1,09 $\pm$ 0,042	0,026 $\pm$ 0,0023
CP 5	19,57 $\pm$ 2,180	1,03 $\pm$ 0,014	0,019 $\pm$ 0,0033
CP 10	20,84 $\pm$ 1,117	1,04 $\pm$ 0,018	0,020 $\pm$ 0,0053
CP 20	26,76 $\pm$ 1,065	1,16 $\pm$ 0,032	0,023 $\pm$ 0,0015

Fonte: Elaborado pelo autor.

As amostras sem adição de fibras, formulação de 0% se configura na resina epóxi pura, apresentaram uma tensão de ruptura maior, sendo a máxima de 28,51 MPa. Os compósitos fabricados ficaram com resistência menor em relação ao da matriz, comprovando a pouca eficiência da laminação manual e que a formação de vazios nos compósitos de matriz polimérica está quase sempre associada às seguintes causas: impregnação incompleta da fibra pela matriz e aprisionamento de ar entre as camadas do compósito.

A resistência à tração aumentou na medida que se acrescentava um percentual de massa de fibras no compósito. Pode-se observar que a formulação de 5% foi a que apresentou menor resistência, o compósito de 10% obteve um aumento pouco significativo em relação ao menor, apresentando uma função de carga de enchimento, e a formulação de 20 % foi a que melhor apresentou em resultado de resistência à tração, um acréscimo de 36% em relação às formulações menores.

O gráfico da Figura 10 apresenta o comportamento médio comparativo da resistência à flexão para as formulações dos compósitos e matriz epóxi.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 10. Comportamento médio comparativo da curva tensão x deformação das formulações dos compósitos.

A Tabela 4 apresenta os resultados do comportamento médio comparativo da curva tensão x deformação das formulações dos compósitos e matriz epóxi.

Tabela 4. Resultado comparativo médio da curva tensão x deformação dos compósitos.

Amostras	Resistência à Flexão (MPa)	Módulo de Elasticidade (Gpa)	Deformação (%)
CP 0	59,11 ±1,172	1,02 ±0,008	0,058 ±0,0019
CP 5	29,98 ±1,303	1,16 ±0,011	0,026 ±0,0012
CP 10	34,44 ±0,967	1,25 ±0,013	0,027 ±0,0013
CP 20	52,66 ±0,995	1,08 ±0,009	0,049 ±0,0009

Fonte: Elaborado pelo autor.

Nota-se no gráfico da Figura 10 acima que a resistência à flexão do compósito aumenta significativamente quando a quantidade de fibras da palha do milho incorporadas na matriz epóxi também aumenta. O compósito de maior massa de fibras teve um aumento na resistência à flexão superior a 75% em relação a menor formulação e obteve uma queda na resistência de mais de 12% em relação a matriz epóxi.

Os resultados obtidos dos ensaios de flexão realizados do compósito de fibras da palha do milho apontaram que a resistência mecânica à flexão e alongamento total de todas as formulações foram bem superiores aos resultados de tração, mostrando uma maior viabilidade do compósito em resistir às cargas de flexão do que na tração. Com o comportamento da deformação ocorreu diferente da resistência à tração (RT), aumentou em relação a matriz epóxi e aumentou com incremento percentual de fibras nos compósitos formulados de 5% e 10%.

Silva (2014), avaliando resultados dos ensaios de flexão realizado com seu compósito reforçado com matriz epóxi e fibras do juta, percebeu que os valores medidos para as matrizes utilizadas são compatíveis e às vezes até mais elevados.

A Tabela 5 apresenta os resultados da energia de absorção de impacto (Charpy) para as formulações do compósito e da matriz epóxi.

Tabela 5. Resultados da absorção de impacto dos compósitos e da matriz.

Formulação	Energia de Impacto (J)
CP 0	4,20 (±0,19)
CP 5	4,40 (±0,22)
CP 10	6,00 (±0,61)
CP 20	8,20 (±0,75)
Média do compósito	5,70 (±0,44)

Fonte: Elaborado pelo autor.

A formulação com melhor resultado foi o CP20 que teve absorção de energia de impacto quase o dobro em relação à matriz epóxi. E o compósito de pior resultado foi CP5, que teve valor absorvido de energia de impacto quase igual à da resina epóxi, tendo um aumento pouco significativo de 5% em relação à matriz.

Analisando a média das formulações do compósito, apresenta-se um crescimento de energia de impacto de 36% em relação à da matriz epóxi, caracterizando maior viabilidade de aplicação do compósito, principalmente nas demandas de pequenas cargas mecânicas. No teste com a matriz epóxi, observa-se uma ruptura transversal devido a sua fragilidade ao impacto, diferente dos compósitos que indicam uma trinca nucleada no entalhe que se propaga na transversal, mas o acréscimo de fibras proporcionou maior tenacidade, impedindo a separação do compósito em duas partes.

O estudo de Martins Neto (2016), utilizando também a fibra de sisal como reforço, apresentou energia de impacto semelhante a esse trabalho com absorção de energia na faixa de 3,8 a 5,7J. Sá (2019) realizou o ensaio de impacto das amostras de compósitos de polipropileno com reforço de

fibras de palmeira-real, analisou que a adição da fibra causou diminuição na resistência ao impacto. Isso ocorreu porque a fibra confere uma maior rigidez à matriz e quanto maior a quantidade de carga inserida nos compósitos, menores serão os valores de resistência ao impacto.

A Tabela 6 apresenta os resultados das curvas do ensaio de DSC na resina epóxi e do compósito.

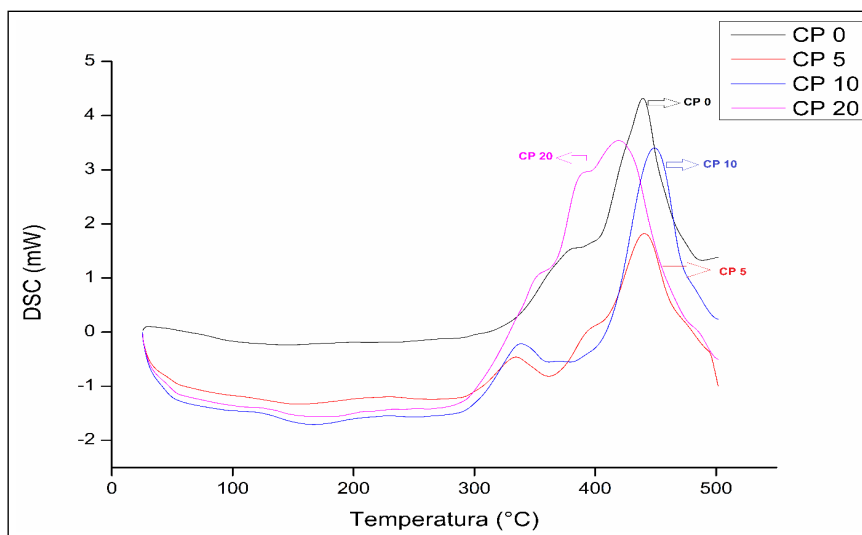
Tabela 6. Dados do DSC da matriz epóxi e das amostras de compósitos.

Amostras	Tinicial (°C)	Tpico (°C)	ΔH (J/g)
CP 0	374,5	441,4	111,91
CP 5	377,9	446,3	79,73
CP 10	389,4	452,7	128,70
CP 20	296,6	419,8	202,09

Fonte: Elaborado pelo autor.

No gráfico da Figura 11, são apresentados os resultados das curvas sobrepostas da análise do ensaio de DSC na resina epóxi e do compósito. Nota-se um único evento exotérmico entre 420°C a 440°C para as formulações de 0% e 20%, destacando o maior pico para a matriz epóxi. Para os compósitos de 5% e 10%, ocorreram dois picos exotérmicos, o primeiro na faixa de temperatura de 310°C a 340°C, e o segundo pico na faixa de temperatura entre 445°C e 455°C.

A amostra de 20% foi a que apresentou uma maior variação de entalpia (ΔH) em relação às outras amostras, 202,09J/g, mesmo com a menor temperatura de pico do ensaio realizado. Além disso, os picos exotérmicos observados para os compósitos reforçado com a fibra da palha de milho são demonstrados nos resultados pela combustão da hemicelulose e decomposição da lignina e impurezas que não foram removidas pelo tratamento alcalino das fibras.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 11. Curvas de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) para as amostras: 0%, 5%, 10% e 20%.

Observam-se, na Tabela 6, os valores da temperatura do pico exotérmico, da temperatura inicial do ensaio e da variação de entalpia (ΔH) para cada amostra percentual do compósito e resina epóxi. Nessa análise do DSC, ocorrem as reações exotérmicas em diferentes temperaturas, em que a magnitude dos picos indica a transformação da fase térmica do compósito.

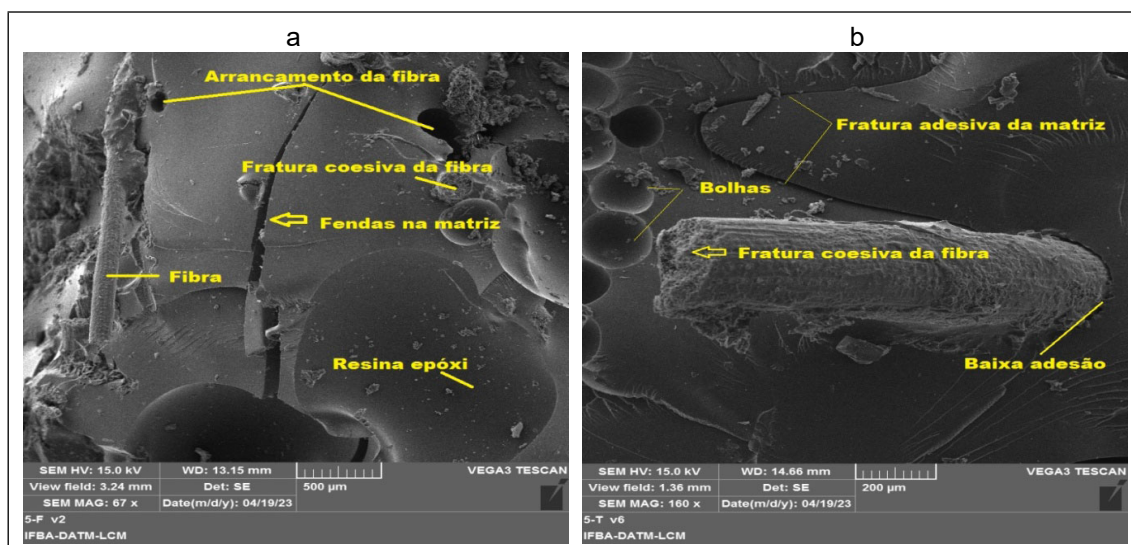
A amostra de 20% foi a que apresentou uma maior variação de entalpia (ΔH) em relação às outras amostras, 202,09J/g, mesmo com a menor temperatura de pico do ensaio realizado. Além disso, os picos exotérmicos observados para os compósitos reforçados com a fibra da palha de milho são demonstrados nos resultados pela combustão da hemicelulose e decomposição da lignina e impurezas que não foram removidas pelo tratamento alcalino das fibras.

No DSC de Moreira; Seo (2016), a fibra apresentou pico exotérmico em 300°C, em que ocorreu perda de massa devido à decomposição da celulose e da hemicelulose da fibra, demonstrando a oxidação do material. A calorimetria exploratória diferencial de Sá (2019) mostrou que a inserção da fibra da Palmeira-real ao Polipropileno reciclado não alterou substancialmente a temperatura de fusão e a cristalização que apresentou um ΔH igual a 130,88J/g. A presença de dois picos nas curvas de DSC indicou a contaminação das amostras por polietileno devido à origem do polipropileno reciclado.

Segundo o ensaio realizado por Jesus; Luz (2019), as curvas de DSC do PS reciclado e dos compósitos de bagaço de cana-de-açúcar apresentaram um único evento endotérmico na temperatura de 420°C, característico da decomposição destes materiais.

A análise microscópica do material compósito foi realizada para avaliar os mecanismos de interação interfacial da matriz polimérico epóxi e da distribuição de fibras de palha do milho na região de rompimento dos corpos de prova dos ensaios de tração, flexão e de impacto.

Na imagem da Figura 12a, é possível perceber uma trinca na matriz epóxi formada numa região entre arrancamento de duas fibras. Verificam-se também fraturas coesivas das fibras e uma boa interação das fibras com a matriz. Observa-se a presença de vazios e desprendimentos das fibras que são ocasionados durante o tracionamento dos corpos de prova. A imagem da Figura 12 (b) mostra a presença de bolhas na matriz epóxi e verifica-se também uma baixa adesão da fibra com a matriz.

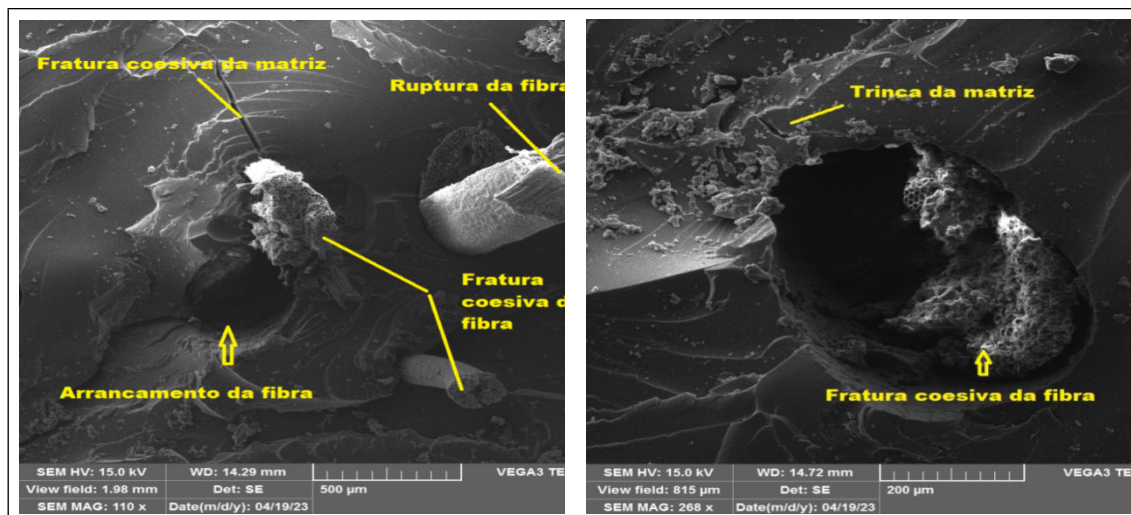


Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 12. Microscopia da região de fratura do compósito.

A presença de bolhas observadas em algumas imagens do compósito indica que é preciso melhorar o processo de laminação manual na fabricação dos corpos de prova para eliminá-las e obter uma melhor resistência mecânica.

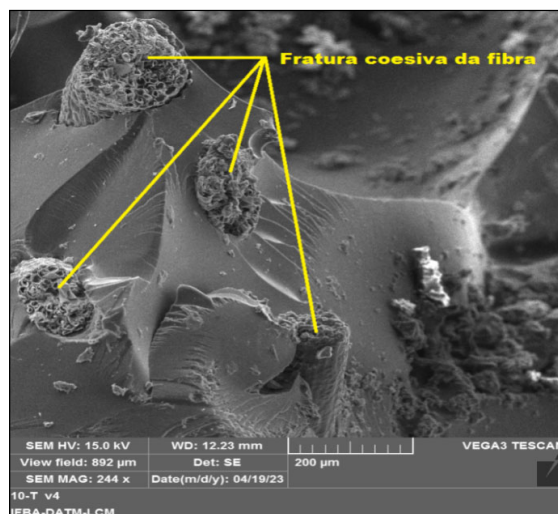
É possível observar pelo MEV, na Figura 13 da região de fratura, após os ensaios de tração, flexão e impacto, a presença de fibras desalinhadas e quebra da interface.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 13. Microscopia da região de fratura do compósito.

Nas imagens apresentadas, é possível perceber trincas na matriz, fraturas coesivas das fibras, fratura coesiva na matriz, fratura adesiva da matriz, arrancamento de fibras, a baixa adesão da fibra à matriz e, em alguns casos, uma adesão parcial, devido à pouca eficiência do tratamento alcalino na remoção de ceras com carbonato de sódio. Em comparação com imagens reportadas da literatura, o material investigado neste estudo apresentou mecanismos de danos semelhantes ao de outros estudos com fibras naturais diversas.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 14. Fraturas coesivas da fibra.

A microscopia do material compósito de Moreira; Seo (2016) demonstrou que as fibras da folha do milho foram dispostas de forma descontínua e aleatória, ou seja, possuem características isotrópicas (mesma característica para diferentes direções), podendo-se, portanto, aplicar força em todos os sentidos que haverá reforço igual em toda extensão do material.

O MEV realizado por Oliveira (2015) mostrou uma deficiência de adesão entre a matriz e resíduo, fratura coesiva, impurezas e não penetração de resina no interior da estrutura do compósito, resignando uma fratura frágil.

As análises microscópicas de varredura realizadas no compósito das fibras do mamoeiro por Santos (2019) foram feitas de modo a observar as superfícies da estrutura das fibras do

mamoeiro sendo vistas devido à remoção do material não fibroso e ceras da superfície da fibra, tornando-se claro que o processo de extração físico remove muito bem as impurezas das superfícies das fibras do mamoeiro.

No estudo de Leite (2022), com material compósito reforçado com fibras de caraná e matriz epóxi, foi revelado, pelo MEV, o comportamento frágil da matriz epóxi, evidenciado pela presença de “marcas de rio e franjas de fratura”, tanto para a matriz quanto para os compósitos. Também foi observada a presença de vazios e bolhas que podem estar relacionados ao método de fabricação manual, bem como uma má distribuição das fibras na matriz epóxi, sobretudo para os compósitos com 10 e 20% em volume.

CONCLUSÕES

O presente trabalho estudou a viabilidade técnica e obtenção do compósito utilizando as fibras da palha de milho e resina epóxi, em que houve aumento da resistência à tração e flexão dos compósitos à medida que se aumentava o percentual de fibras. A fibra da palha de milho esteve presente na função de carga de enchimento para os testes de resistência à tração e flexão, pois todas as formulações apresentaram resistência abaixo da matriz epóxi.

Com relação à resistência à tenacidade do ensaio de impacto, as fibras estão presentes como carga reforço, e todas as formulações do compósito obtiveram resultados superiores ao da matriz epóxi, destacando a formulação de 20%, com aumento de 2 vezes a tenacidade da matriz epóxi.

A Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) mostra um maior pico exotérmico para todas as formulações do compósito com temperatura superior a 400°C, indicando compósito de 20% como o que apresentou maior variação de entalpia.

As imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) evidenciou a ocorrência de vazios, trincas, fraturas adesivas e coesivas na matriz e deficiência de adesão da fibra a resina, influenciando na resistência mecânica do material compósito, comprovando a necessidade de melhoria no processo de laminação manual (*Hand Lay Up*) e do tratamento alcalino para remoção de ceras, otimizando o processo de fabricação das placas de compósitos.

REFERÊNCIAS

- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D3822-14**. Standard Test Method for Tensile Properties of Single Textile Fibers. 2014.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D792-20**. Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement. 2020.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D638-14**. Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. 2014.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D790-17**. Standard Test Methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials. 2017.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D6110-10**. Standard Test Methods for Determining the Charpy Impact Resistance of Notched Specimens of Plastics. 2010.
- BELTRAMI L. V. R. Efeito do tratamento alcalino de fibras de Curauá sobre as propriedades de compósitos de matriz biodegradável, **Revista Polímeros**, v. 24, n. 3, pp.388-394, Jun. 2014.
- FERREIRA, J.L.A.N.G. **Compósitos de polipropileno reforçados com nanopartículas de alumina e fibras curtas de carbono**. 2022. 172 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais) - Instituto Politécnico, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Nova Friburgo, 2022.

- FOGUESATTO, C.R; ARTUZO, F; SOUZA, Â. R; SILVA, L. X. Gestão de custos na produção de milho e soja. Artigo • **Rev. bras. gest. neg.** 20 (02) • Apr-Jun, 2018.
- FROELICH, C; BITENCOURT, C.C. Sustentabilidade empresarial: Um Estudo de Caso na Empresa Artecola. **Revista de Gestão Ambiental e Sustentabilidade GeAS**, v. 5. nº 3. p. 55-71, 2016.
- JESUS. L.C.C; LUZ, S. M. Comportamento térmico de compósitos de poliestireno reciclado reforçado com celulose de bagaço de cana. **Revista Matéria**, v.24, n.3, artigo e-12421, 2019.
- LEITE, O. L. **Determinação das propriedades mecânicas de compósitos de matriz epóxi reforçados com fibras de caranã**. FEMat, Universidade Federal do Pará; Ananindeua, 2022.
- LOPES, M. D. M. **Uso de resíduos de bambu como reforço na fabricação de compósitos para utilização como OSB** – Painéis de partículas orientadas. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós- Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF, Campos dos Goytacazes, RJ. 2020.
- MARTINS NETO, J.A. **Obtenção, caracterização e utilização de um compósito com matriz de resina poliéster e carga de fibras de sisal**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2016.
- MOREIRA, T. M.; SEO, E. S. M. Obtenção e caracterização de polímero reforçado com fibras da folha de milho. **Revista Matéria**, v.21, n.4, pp. 1054 – 1068, 2016.
- OLIVEIRA, M.L. **Obtenção e caracterização de um compósito de matriz polimérica com carga de resíduos vegetal proveniente do sabugo de milho**. 2015. 66f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2015.
- PEREIRA, P. H. F. Vegetal fibers in polymeric composites: Polímeros. **Ciência e Tecnologia**, v. 25. nº 1. p. 9-22, 2015.
- RAMOS, M.D.F. **Produção de derivados de celulose de palha de milho**. Universidade Estadual de Maringá / Centro de Ciências Agrárias/Maringá, 2019.
- SÁ, Bruno. S. R. **Obtenção e caracterização do compósito de polipropileno reciclado com fibra de palmeira-real (Archontophoenix cunninghamiana)**. 55f. Dissertação de Mestrado: – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Londrina, 2019.
- SANTOS, C. M. da S. **Extração e caracterização das fibras do mamoeiro**. 2019. 84f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Têxtil) - Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2019.
- SILVA, I.L.A. **Propriedade e estrutura de compósitos poliméricos reforçados com fibras contiuna de juta**. Tese de Doutorado em Engenharia e Ciências de Materiais, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2014.
- SOUZA, R.F. **Obtenção, caracterização e aplicação de um compósito de matriz de poliéster e carga de pó de carnaúba**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2020.
- ZHANG, Z.; CAI, S.; LI, Y.; WANG, Z.; LONG, Y.; YU, T.; SHEN, Y. High performances of plant fiber reinforced composites - A new insight from hierarchical microstructures. **Compos. Sci. Technol.** 2020. 108151. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2020.108151>