

APLICAÇÃO DE PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL PARA OTIMIZAÇÃO DE FORMULAÇÃO DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS COM FIBRAS NATURAIS

João Gutemberg Valentim Marçal, joaogutembergvm@gmail.com¹

Danilo Hansen Guimarães, dhanseng@yahoo.com.br¹

Luã Fonseca Seixas, lua.seixas03@gmail.com e-mail¹

¹Centro Universitário SENAI CIMATEC, Av. Orlando Gomes, 1845 – Piatã. 41650-010, Salvador – BA

Resumo: Neste trabalho foi aplicado Planejamento Experimental para o estudo da relação entre quantidade de fibras e uso de compatibilizante na influência de propriedades de um compósito de matriz polimérica utilizando Polietileno de Alta Densidade (PEAD) reforçado com fibra de coco. Utilizando concentrações de 10% e 20% de fibra e 3,5% de PEAD funcionalizado com anidrido maleico (Polybond®) como compatibilizante com o intuito de melhorar a interação resina-fibra. Para o estudo de análise de interação foram realizados ensaios de dureza, impacto e densidade. Com os resultados obtidos foi possível observar a influência e a interação dos materiais utilizados utilizando a metodologia de análise de variância (ANOVA) para determinar a influência de cada um dos compostos em suas propriedades.

Palavras-chave: Polietileno de Alta Densidade, Compósitos, Fibras Naturais, Planejamento Experimental, ANOVA

1. INTRODUÇÃO

A necessidade da substituição de resinas por materiais de fonte renováveis vem se tornando cada vez mais necessário, fazendo com que a busca pela utilização de materiais compósitos com fibras naturais, previamente descartados como resíduos pela indústria de alimentos, seja cada vez mais incentivada nas mais diversas aplicações, como na fabricação de móveis, talheres entre outros.

G. Marinucci (2011) define um material compósito como um material composto por um ou mais componentes, formando assim uma fase contínua e outra descontínua que apresente nítidas diferenças de propriedades físicas e químicas. Essa classe de material apresenta uma revolução para indústria, possibilitando alcançar combinações de propriedades consideradas antagônicas como diminuição da densidade e aumento da resistência mecânica.

Segundo Coutinho et al (2003), o polietileno é um polímero parcialmente cristalino, cujas propriedades são acentuadamente influenciadas pela quantidade relativa das fases amorfa e cristalina. Os polietilenos são na maioria das vezes quimicamente inertes, devido a sua natureza parafínica, em condições normais não são tóxicos, sendo utilizados tanto na indústria automotiva, civil e química, como na indústria alimentícia e farmacêutica. O polietileno pode admitir diferentes formas dependendo da sua polimerização. Coutinho et al (2003) descreve o Polietileno de Alta Densidade (PEAD) como altamente cristalino, pois apresenta baixo teor de ramificações, sua temperatura de fusão cristalina é de aproximadamente 132° C, e sua densidade é de 0,95 a 0,97 g/cm³. Devido a sua cristalinidade o PEAD é menos transparente que o polietileno de baixa densidade (PEBD). O PEAD, a temperatura ambiente, não é solúvel em nenhum solvente conhecido, apesar de alguns solventes causarem certo inchamento. Suas aplicações incluem uma gama de área, já que pode ser utilizado tanto por processo de moldagem a sopro, extrusão e injeção. Por ser mais duro, resistente que o PEBD, ele é utilizado em aplicações que exijam mais esforços.

O compatibilizante utilizado é um homopolímero de Polipropileno (PP) grafitizado com anidrido maleico (PP-g-MA), que atua como um agente compatibilizante de alta performance que provê um melhoramento da interação entre a resina e a fibra, o que se reflete na melhoria das propriedades de resistência mecânica.

O Estudo de planejamento e análise estatística de experimentos é fundamental para otimizar o desenvolvimento de pesquisas e processos industriais, viabilizando projetos que outrora foram impossibilitados por tempo, insumos e mão-de-obra, utilizando a redução do número de experimentos agregado as ferramentas estatísticas. Entre esses métodos estão o planejamento fatorial, descrito por Montgomery (2000) como a tentativa completa ou réplica do experimento, onde é possível combinar todas as variáveis que estão sendo estudadas. Outra ferramenta que pode ser utilizado em conjunto com o planejamento fatorial é a Análise de Variância (ANOVA). Segundo G. A. Martins (2000) com a Análise de Variância é possível verificar as mudanças sistemáticas e influências que as variáveis independentes acarretam na igualdade de médias.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Planejamento Experimental

Para realizar a análise estatística dos experimentos iniciou-se primeiro o planejamento experimental. Embora tenha-se optado por produzir a formulação base, F1 com 100% de PEAD, para a análise estatística foram consideradas apenas as formulações com fibra de coco (F2, F3, F4 e F5), afim de ter-se uma quantidade fatores favorável e viável para os estudos estatísticos, podendo assim planejar um experimento fatorial 2x2, como foi realizado. Para o experimento fatorial 2x2, foram consideradas como níveis de Fibra de coco as porcentagens de 10% e 20% e para o Polybond® e os níveis numéricos de 0% e 3,5%, com o intuito de analisar apenas a presença de um valor fixo, 3,5%, do compatibilizante. Utilizaram-se estes valores de níveis, pois para estudar o efeito de qualquer fator sobre a resposta é preciso fazê-lo variar e observar o resultado dessa variação. Isso implica obviamente na realização de ensaios em pelo menos dois níveis desses fatores, como se pode ver na matriz de planejamento a baixo na Tab. 1:

Tabela 1. Matriz de Planejamento.

OrdemPad	OrdemEns	PtCentral	Blocos	Fibra (%)	Polybond (%)
1	1	1	1	10	0
2	2	1	1	20	0
3	3	1	1	10	3,5
4	4	1	1	20	3,5

2.2 Materiais

Para a fabricação do compósito, foi utilizado o PEAD em formato de pellets prontos para extrusão e a fibra de coco foi obtida através de uma manta e cortada em um moinho de facas a fim de se obter fibras curtas e dispersas. O Polybond 3049 foi utilizado em formato de grânulos. O processo de extrusão foi utilizado com o intuito principal de unir o PEAD com a Fibra, para ajudar na uniformização das formulações o material era constantemente mixado no funil para evitar uma concentração maior de PEAD ou fibra de coco. Para cada formulação foi utilizado uma proporção usando 3 kg de PEAD como base, a distribuição pode ser vista na Tab. 2.

Tabela 2. Formulações.

PtCentral	PEAD (kg)	Fibra (kg)	Polybond (kg)
F1	3	0	0
F2	2,7	0,3	0
F3	2,4	0,6	0
F4	2,595	0,3	0,105
F5	2,395	0,6	0,105

Os materiais foram misturados manualmente e depois processados numa extrusora dupla rosca a fim de garante melhor homogeneidade do material. Após a extrusão os pellets passaram 24 horas dentro da estufa a 90° C para eliminar qualquer resíduo de umidade durante o processo de injeção dos corpos de prova. Os corpos de prova foram injetados numa máquina de injeção fabricada pela ROMI modelo Primax, e os parâmetros utilizados foram o tempo de permanência na temperatura de 1min 35s, as temperaturas dos 4 cilindros foram 195, 200, 189 e 170 respectivamente, a temperatura de manutenção do bico foi de 100 e o percentual de aquecimento do bico foi de 26%.

2.3 Ensaios

Os ensaios escolhidos para verificar a análise de variância do compósito foram os de impacto, dureza e densidade. Para isso foram realizadas 7 amostras para cada configuração do planejamento experimental a fim de se obter melhor robustez nos resultados. O ensaio de impacto utilizado foi do tipo Izod (com o corpo de prova apoiado verticalmente), o

mesmo foi realizado utilizando uma máquina EMIC AIC 1. Através do seu pêndulo balanceado é aplicada uma carga quando este é liberado de uma altura já fixada. Primeiramente é feito uma queda livre sem o corpo de prova para calcular a energia dissipada pela resistência do ar, em seguida é feito o ensaio com o corpo de prova, onde a energia foi calculada através da dimensão do corpo de prova em formato de barra e da variação da altura do pêndulo depois de romper a barra diminuindo a energia obtida na queda livre.

O ensaio de dureza selecionado foi o Shore D específico para medir a dureza de polímeros rígidos. O ensaio foi executado com um penetrador endurecido, uma mola calibrada com precisão, um indicador de profundidade e uma pastilha. O aparelho é colocado sobre o corpo de prova o qual estava em uma superfície plana, com isso a mola empurra o penetrador na amostra e o com um indicador de profundidade da penetração

Realizou-se o ensaio para encontrar a densidade dos materiais em uma máquina de ensaio *GEHAKA DSL910 - Medidor de Densidade*. Para a realização do ensaio, foram cortadas as extremidades maiores dos corpos de provas com aproximadamente o mesmo tamanho. Primeiro, foi pesada a extremidade cortada no prato do topo. Esta etapa é chamada de pesagem a seco. Em seguida, foi pesada a extremidade dentro um recipiente imerso em álcool etílico em uma cesta. Esta etapa é chamada de pesagem molhada. A máquina imprime o resultado após as pesagens com o peso da extremidade seca e o peso dela imersa no álcool etílico e a densidade com base nos pesos. O mesmo se repete para cada extremidade dos corpos de prova, além disso a máquina informa a temperatura do álcool.

2.4 Análise de Variância

Para a ANOVA foi utilizado um nível de confiança de 95%, está análise estuda a influência dos fatores variáveis nas propriedades de interesse do estudo e possibilita avaliar se existe uma diferença significativa entre as médias e se os fatores medidos a partir do nível-p, que representa a probabilidade de erro envolvida em aceitar o resultado obtido como válido exercem influência em alguma variável dependente. Para a realização da análise de variância, utilizou-se o software MiniTAB.

3. RESULTADO E DISCUSSÃO

Observando os resultados do gráfico de Pareto avaliado pelo planejamento experimental, exposto na Fig. 1, percebe-se que a presença da fibra no compósito tem uma influência maior para o aumento da massa do material e consequentemente da sua densidade, ou seja, a fibra de coco possui uma influência muito maior que a presença do Polybond® como compatibilizante, mas a interação dos dois fatores mostrou-se considerável para o resultado do peso. Pelos gráficos de efeitos e interações pode-se confirmar que realmente há forte interação dos dois fatores no resultado do

peso dos materiais fabricados. Os efeitos dos dois fatores devem ser interpretados conjuntamente, para que a interação entre eles fique claramente evidenciada (Barros et al, 1995).

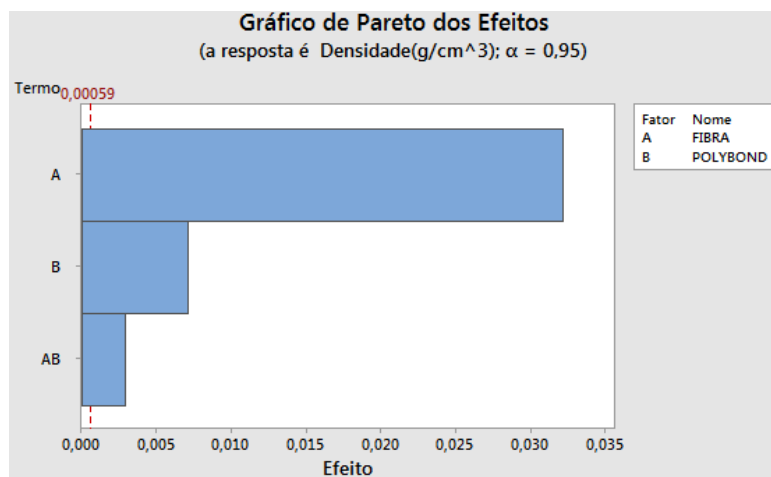


Figura 1. Gráfico de Pareto em resposta ao ensaio de densidade analisando a influência da fibra e do polybond.

Como pode-se observar na Fig. 2, o gráfico de interação mostra que apesar da relevância da fibra na densidade do compósito, a interação é ligeiramente aumentada com a adição do compatibilizante. Isso pode ser observado através do paralelismo entre as retas na Fig. 2.

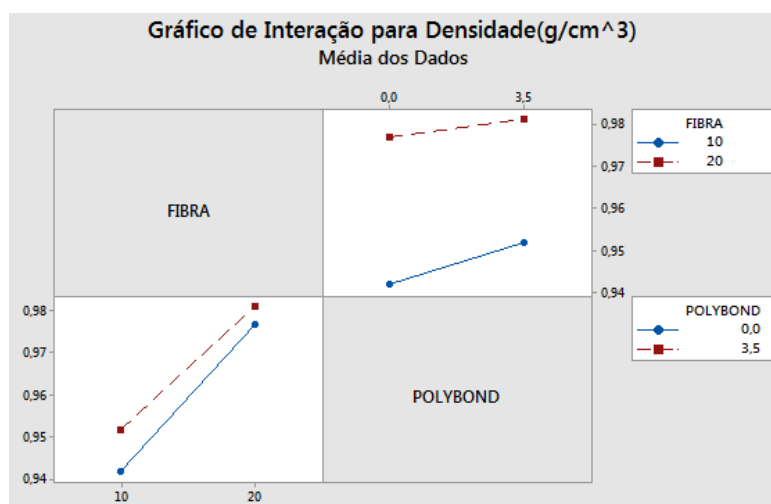


Figura 2. Gráfico de interação entre a fibra e o polybond em resposta ao ensaio de densidade.

A interação entre a fibra natural e o compatibilizante chega a ter a mesma influência que o próprio compatibilizante nos efeitos na resistência ao Impacto. Isto pode ter ocorrido devido a uma maior cristalização do polímero durante o

processamento, resultado de uma maior interação entre a fibra e a matriz, na região interfacial que pode gerar um aumento da cristalização na região adjacente.

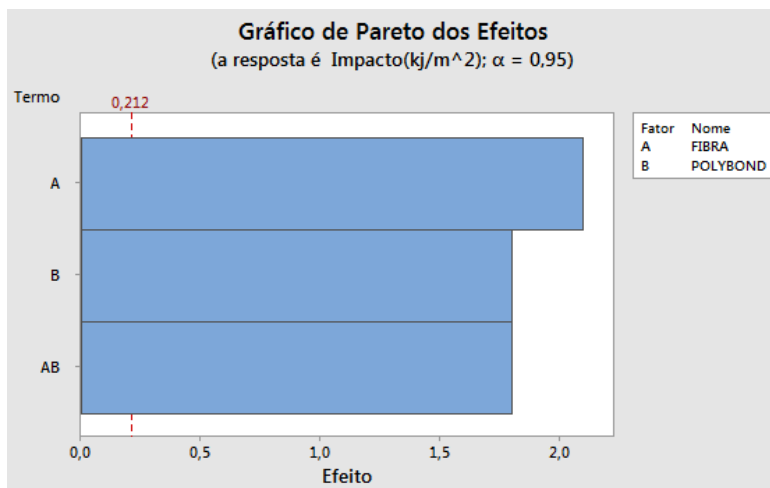


Figura 3. Gráfico de Pareto em resposta ao ensaio de impacto analisando a influência da Fibra e do Polybond.

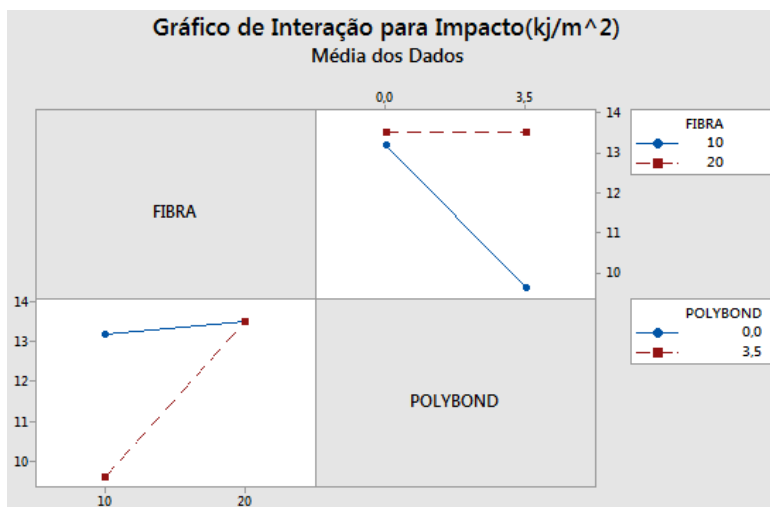


Figura 4. Gráfico de interação entre a fibra e o polybond em resposta ao ensaio de impacto

Com a ANOVA e gráficos de Pareto, pode-se perceber algo interessante. A presença do polybond como compatibilizante entre a fibra e o PEAD mostrou-se ter uma maior influência na dureza do material, mais que a própria

presença da fibra. Fato que se deve às ligações de segunda ordem estabelecidas entre o polímero compatibilizado e a fibra natural, agregando ao material final maior dureza, e consequentemente, maior rigidez.

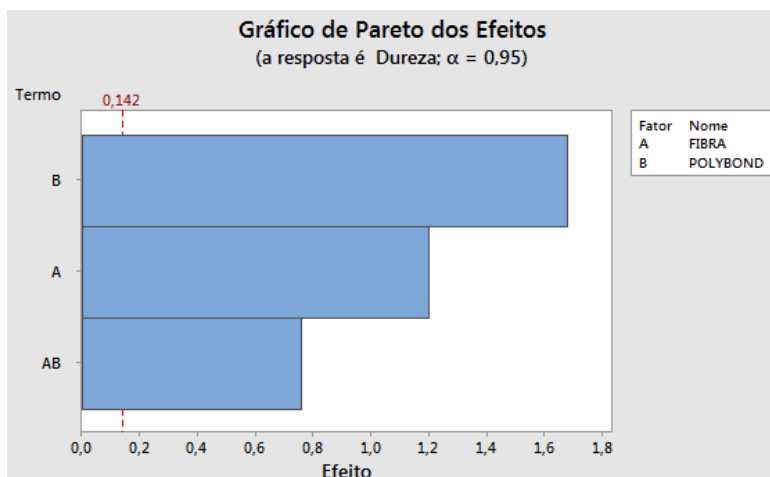


Figura5. Gráfico de Pareto em resposta ao ensaio de dureza analisando a influência da Fibra e do Polybond.

Por meio dos gráficos de efeitos e interações entre os fatores da dureza e da resistência ao Impacto pode-se notar a influência da interação entre a fibra de coco e o polybond, que para resultar numa resistência ao Impacto menor em comparação as formulações com fibra e sem o compatibilizante. Para os efeitos da Dureza, essa interação não é grande, mas não faz o polybond perder sua importância como agente causador da perda de resistência, pois sua influência na dureza para interferir na resistência ao Impacto foi tomada como considerável.

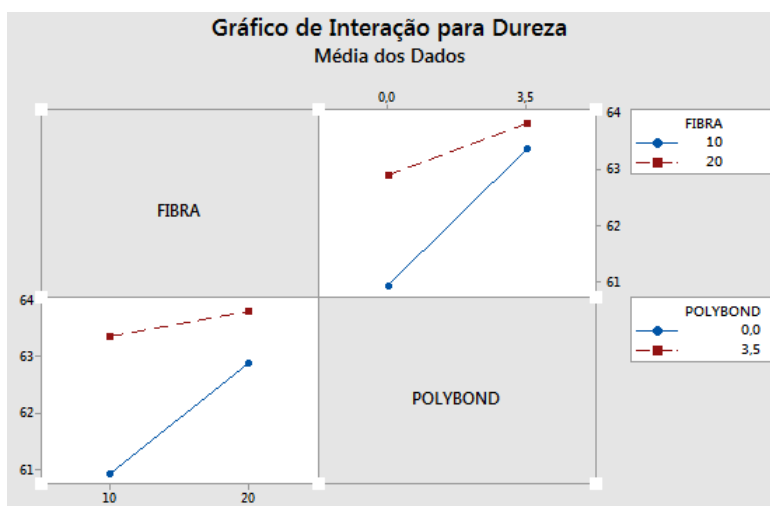


Figura 6. Gráfico de interação entre a fibra e o polybond em resposta ao ensaio de dureza.

4. CONCLUSÃO

Pelos resultados obtidos nesse trabalho, foi possível verificar a correlação entre os materiais utilizados na fabricação do compósito e as propriedades analisadas, tendo a fibra de coco maior influência que o compatibilizante. Também conclui-se que mesmo com a redução do número de experimentos utilizando a análise fatorial, os resultados continuaram sendo satisfatórios através do uso da Análise de Variância, sendo possível observar claramente a interação dos compostos através dos gráficos obtidos. A escolha de propriedades independentes também mostrou-se uma excelente escolha para evitar tendências nos resultados.

5. AGRADECIMENTOS

Ao SENAI CIMATEC pela disponibilidade de recursos para execução do trabalho e à Valfilm pela doação do material utilizado.

6. REFERÊNCIAS

- Pisanu, L.; Viana, J.D.; Azevedo, J.B.; Santos, Z.I.G.; Nasicmento, M. L. F., 2014, Influência do pó de fibra de coco nas propriedades mecânicas do polietileno de alta densidade. 21º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais.
- Bettini, S. H.P.; Antunes, M. C.; Magnabosco, R, 2015, "Estudo da influência do agente compatibilizante no comportamento em fadiga de um compósito de polipropileno reforçado com fibra de coco.", Anais do 13º Congresso Brasileiro de Polímeros.
- Coutinho, F. M.B.; Mello, I. L.; De Santa Maria, L. C., 2003, "Polietileno: principais tipos, propriedades e aplicações. Polímeros Ciência e Tecnologia", v. 13, n. 1, p. 1-13.
- De Andrade Martins, G., 2000, "Estatística geral e aplicada", Editora Atlas AS.
- De Barros Neto, B. Scarminio I.S., Bruns R.E., 1995, "Planejamento e otimização de Experimentos" - Editora da UNICAMP.
- Marinelli, A. L. et al., 2008, "Desenvolvimento de compósitos poliméricos com fibras vegetais naturais da biodiversidade: uma contribuição para a sustentabilidade amazônica. Polímeros: Ciência e Tecnologia", vol. 18, nº. 2, p. 92-99, 2008.
- Marinucci, G., 2011, "Materiais compósitos poliméricos: fundamentos e tecnologia. São Paulo", Artliber Editora.
- Montgomery, D. C.; Runger, G. C.; Calado, V., 2000, "Estatística Aplicada E Probabilidade Para Engenheiros", Grupo Gen-LTC.

7. RESPONSABILIDADE AUTORAL

"Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo deste trabalho".

APPLICATION OF DESIGN OF EXPERIMENTS FOR OPTIMIZATION OF FORMULATION OF POLYMERIC COMPOSITES WITH NATURAL FIBERS

João Gutemberg Valentim Marçal, joaogutembergvm@gmail.com¹

Danilo Hansen Guimarães, dhanseng@yahoo.com.br¹

Luã Fonseca Seixas, lua.seixas03@gmail.com e-mail¹

¹Centro Universitário SENAI CIMATEC, BA, Brasil.

Abstract. In this work it was applied the experimental planning to the study of the ratio of quantity of fibers and the use of a compatibilizing agent in the influence of properties of a composite with polymeric matrix using High Density Polyethylene (HDPE) reinforced with coconut's fiber. Using the concentrations of 10% and 20% of fiber and 3,5% of HDPE functionalized with maleic anhydride (Polybond®) as a compatibilizer with the aim to improve the interaction resin-fiber. To this study it was performed tests for hardness, impact and density. With the results obtained it was possible to see the influence and interaction of the materials that were used.

Keywords: high-density polyethylene, composite, natural fiber, ANOVA, DoE



20 A 24 DE MAIO DE 2018 SALVADOR – BA – BRASIL