

15º Congresso Brasileiro de Polímeros  
27 a 31 de outubro de 2019

## AVALIAÇÃO COMPARATIVA DA DEGRADAÇÃO POR INTEMPERISMO NATURAL E POR COMPOSTAGEM DE COMPÓSITOS DE PLA REFORÇADO COM FIBRA VEGETAL DA ÁRVORE EMBIRA

Rafael G. Silvestrim<sup>1\*</sup>, Ruth M. C. Santana<sup>1</sup>, Adriana da S. Moura<sup>1,2</sup>

1 - Laboratório de Materiais Poliméricos (LAPOL), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS.

2 - Laboratório de Processos Ambientais (LAPA), Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS

\*[rafael@silvestrim.com](mailto:rafael@silvestrim.com)

**Resumo:** Compósitos biodegradáveis reforçados com fibras vegetais podem contribuir com a preservação do meio ambiente, visto que, a sua decomposição é mais rápida. Deste modo, o objetivo deste trabalho é avaliar a influência do tipo de degradação natural e compostagem em compósitos de PLA (poli ácido láctico), reforçado com fibra vegetal da árvore Embira (*Daphnopsis racemosa Griseb*). Foram produzidos compósitos biodegradáveis de PLA reforçados com fibra longa (PLA/FL) e de fibra curta (PLA/FC), com granulometria de 2,36 mm e 1,0 mm, respectivamente, na proporção mássica de 70/30. Amostras de PLA e seus compósitos, foram submetidos a degradação em intemperismo natural por um período de 2 meses e avaliado por MEV e degradação em solo, por compostagem por 90 dias, os quais foram analisadas a perda de massa e análise reológica por MFI. Resultados mostraram que os compósitos foram mais afetados ao intemperismo em comparação com o PLA virgem. Entretanto, os compósitos após compostagem apresentaram perda de massa de aproximadamente 9% e o PLA virgem de 0,6% no mesmo período, indicando que a fibra vegetal nos compósitos facilita a degradação hidrolítica e a biodegradação.

**Palavras-chave:** Poli ácido láctico (PLA), Embira, *Daphnopsis racemosa Griseb*, degradação, compósitos.

### **COMPARATIVE EVALUATION OF DEGRADATION BY NATURAL INTEMPERISM AND COMPOSTING OF COMPOSITES OF PLANT REINFORCED WITH VEGETABLE FIBER OF THE EMBIRA TREE**

**Abstract:** Biodegradable composites reinforced with plant fibers can contribute to the environment, since their decomposition is faster. Thus, the objective of this work is to evaluate the influence of the natural degradation and composting type on PLA (polylactic acid) composites, reinforced with the plant fiber of the Embira (*Daphnopsis racemosa Griseb*) tree. Biodegradable PLA reinforced with long fiber (PLA / FL) and short fiber (PLA / FC), with particle size of 2.36 mm and 1.0 mm, respectively, in the 70/30 mass ratio were produced. Samples of PLA and their composites were submitted to degradation by natural weathering for a period of 2 months and evaluated by MEV and degradation in soil by composting for 90 days where it was analyzed by mass loss and rheological analysis by MFI. Results showed that composites were more affected to weathering compared to virgin PLA. Composites after composting showed a loss of mass of approximately 9% and the PLA virgin of 0.6% in the same period, indicating that the vegetal fiber in the composites facilitates hydrolytic degradation and biodegradation.

**Key words:** Poly lactic acid (PLA), Embira, *Daphnopsis racemosa Griseb*, degradation, composites.

### **Introdução**

À medida que a população mundial cresce, o termo sustentabilidade de nossos sistemas de produção é colocado em questão. E para obter a sustentabilidade deve-se não somente ampliar a

preocupação com desenvolvimento de novos materiais, mas também com a degradação desses materiais, além de maior aplicação de biopolímeros degradáveis e o uso de fibras naturais [1]. Os bioplásticos, que podem incluir o poli (ácido lático) - PLA e a poliamida são amplamente descritos como plásticos derivados de material vegetal ou materiais que têm a capacidade de se degradar em componentes naturais. Esses podem ser biodegradáveis, por um mecanismo natural que quebra o polímero devido à ação de bactérias, fungos ou algas, assim como compostáveis, um mecanismo que divide o material em dióxido de carbono, água e compostos inorgânicos [2].

O PLA é um poliéster que desempenha um papel importante dentre os outros polímeros pelo seu caráter biodegradável, devido a suas ligações éster que sofrem hidrólise. Este polímero é uma alternativa sustentável para a substituição dos produtos derivados do petróleo, visto que, finalmente pode ser produzido em grande escala a partir da fermentação microbiana de subprodutos agrícolas, com maior potencial para as substâncias ricas em carboidratos, como insumo [3].

As fibras vegetais possuem algumas vantagens como a baixa densidade e propriedades específicas, além do potencial para reforço em estruturas leves [4]. Este trabalho baseia-se no estudo da fibra extraída da casca do tronco da árvore Embira (*Daphnopsis racemosa* Griseb), visto o seu potencial de resistência, pois a planta é utilizada para amarrações caseiras [5].

Neste trabalho foram estudados dois métodos para analisar a degradação de compósitos biodegradáveis, um por intemperismo natural e outro por solo compostado, para determinação da biodegradação aeróbia dos polímeros em um ambiente simulado de solo para descarte. No método por intemperismo os compósitos são expostos ao ambiente externo e sofrem a ação da chuva e luz solar ultravioleta, o que degrada as propriedades físicas e mecânicas dos corpos de prova. Além disso, o intemperismo natural pode mudar a cristalinidade na fase matriz pela absorção de umidade e radiação [6]. A compostagem é considerada um processo de fermentação em estado sólido aeróbio, termofílico (ambiente de calor), mediado por microrganismos, onde diferentes materiais orgânicos são transformados em compostos mais estáveis que são precursores de substâncias húmicas [7], [8].

## Experimental

### *Materiais*

A Fibra vegetal foi coletada da região de Canela, sul do Rio Grande do Sul, onde foi retirada a casca da árvore Embira, da espécie *Daphnopsis racemosa* Griseb. O PLA foi fornecido, em pellets, pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), procedente da empresa Nature Works – USA da marca INGEO.

### *Processamento*

Os compósitos e PLA foram processados em câmara de mistura HAAKE Rheomix OS Polylab, a temperatura de 190°C, por 6 minutos com rotação de 50 rpm. Depois de passar pelo misturador Haake, os compósitos foram então moídos e triturados, em um moinho de facas Retsch, modelo SM300, para a redução de tamanho, na forma de flakes. Depois da granulação foi utilizado a mini-injetora Thermo Scientific Haake MiniJet II para a obtenção dos corpos de prova.

### *Intemperismo Natural – Análise da Degradação*

As amostras de PLA virgem e dos compósitos PLA/FL e PLA/FC, (70/30) foram expostas a ambiente natural externo no campus da universidade de Porto Alegre, no Bairro Agronomia, em frente ao Centro Estadual de Pesquisas em Sensoriamento Remoto e Meteorologia-UFRGS com ângulo de inclinação de 45° em relação ao chão, em Porto Alegre, RS (Brasil), Latitude 30 ° 05 S, Longitude 51 ° 11 W, durante os meses de outubro a dezembro de 2017, conforme a norma ASTM D 1435. Foram utilizados 7 corpos de prova de impacto e 5 corpos de prova de tração para cada

composição.

### *Compostagem – Análise da Degradação*

As amostras de PLA virgem e dos compósitos PLA/FL e PLA/FC, (70/30) foram colocadas em solo compostado, em ambiente externo, para avaliar a biodegradação. Neste método os corpos de prova foram enterrados em um ambiente simulado de solo compostado, a base de terra e descartes orgânicos, conforme a norma ASTM D6400-12. O teste iniciou no dia 09/02/2018. Os corpos de prova foram enterrados (6 corpos de prova de cada composição), e após um mês foram retirados para avaliação da perda de massa e novamente enterrados, sendo concluído o teste com a retirada das amostras no dia 09/05/2018 para avaliação de suas propriedades. Além da degradação das amostras por avaliação da perda de massa, também foram realizadas imagens de MEV. O cálculo da perda da massa das amostras foi realizado seguindo a equação 1:

$$\text{Perda de Massa (\%)} = \frac{(m_i - m_f)}{m_i} \times 100 \quad (1)$$

### *Índice de fluidez do fundido*

O ensaio de índice de fluidez (IF) das amostras foi realizado no equipamento Ceast Modular Melt Flow, segundo a norma ASTM D1238-13. Foram utilizadas as condições de 190 °C/2,16 Kg com tempos de pré-aquecimento e de corte de 20 s e 10 s, respectivamente.

### *Microscopia eletrônica de Varredura-MEV*

A superfície das amostras antes e após envelhecimento ao intemperismo natural e a compostagem foi avaliada as mudanças morfológicas, para isto as imagens foram obtidas em um microscópio eletrônico JEOL JSM 6060, com voltagem de 10 kV previamente metalizado em ouro. e ampliação de 30 e 100 vezes .

## **Resultados e Discussão**

### *Intemperismo Natural*

A Fig 1 mostra as imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) das amostras, com ampliações de 30x. As imagens foram obtidas da superfície do corpo de prova, a fim de avaliar as mudanças morfológicas da superfície após envelhecimentos nos dois ambientes submetidos.

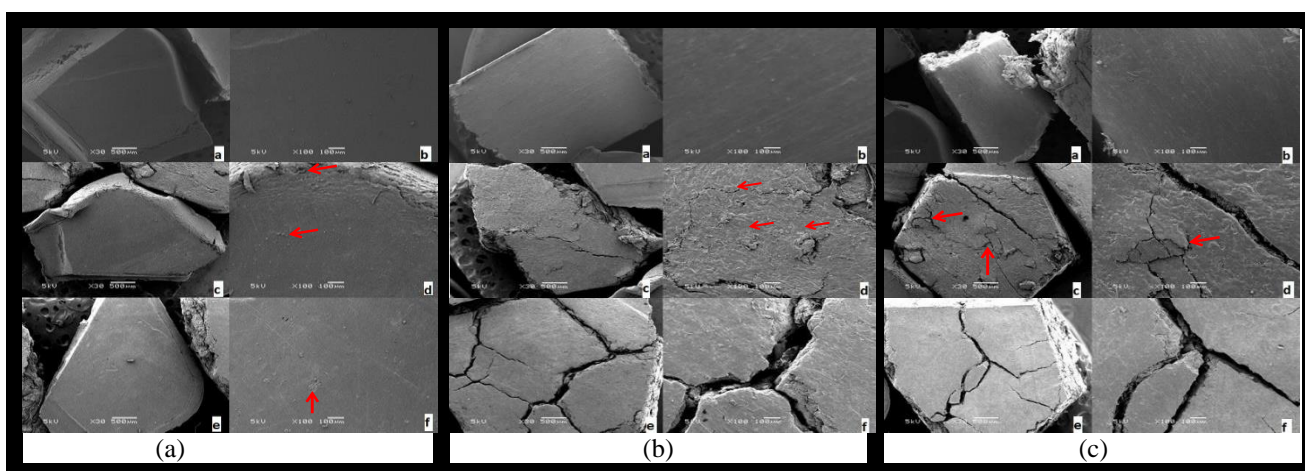


Figura 1: Micrografias obtidas por MEV das amostras: (a) PLA tempo zero; após intemperismo e após compostagem, (b) PLA/FL tempo zero, após intemperismo, após compostagem, (c) PLA/FC tempo zero, após intemperismo e após compostagem.

A Fig 1-a não apresenta indícios muito significativos de degradação após a exposição no intemperismo, já na figura 1-b é visto uma grande erosão na superfície, indicando degradação por tensofissuramento ambiental (*stress-cracking environment*) ocasionado pelas condições climáticas e pela presença das fibras, que originou maior rugosidade na superfície dos corpos de prova, o que facilitou a formação de fendas, indicando que a degradação hidrolítica foi mais favorecida. Verificou-se que o mês de outubro foi mais chuvoso do que o mês de novembro, atingindo valores altos de precipitação (70 mm). As médias dos parâmetros durante o período foram: precipitação = 6,3 mm; umidade relativa = 72,06 %; temperatura máxima = 26 °C e insolação = 7,4 horas diária.

A figura 1-c mostrou também que os compósitos apresentaram *stress cracking* na compostagem. Foi verificado nas micrografias de MEV que os compósitos sofreram maiores mudanças morfológicas após envelhecimento em comparação com o PLA virgem.

### Compostagem

Na figura 2 é apresentada a perda de massa das amostras de PLA virgem, PLA com fibra longa e PLA com fibra curta, nos períodos de 1 (zero mês), 2 (1 mês) e 3 (3 meses) em compostagem. Observa-se que após 3 meses de ensaio houve variação significativa, principalmente do compósito de fibra longa, pois foi o que apresentou maior perda de massa, com aproximadamente 9%. No caso do compósito de fibra curta, esta foi mais bem encapsulada pela matriz.

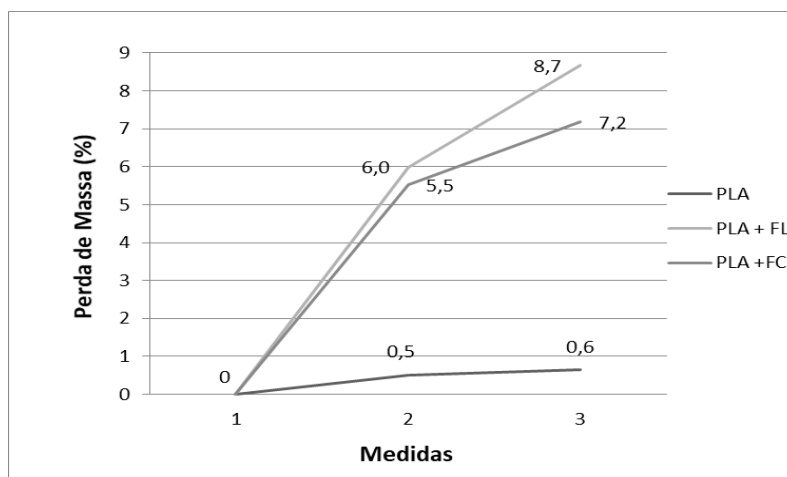


Figura 2: Perda de massa das amostras após 3 meses de degradação sob compostagem.

### Índice de Fluidez

Na Fig 3 são apresentados os resultados do índice de fluidez das amostras antes e após envelhecidas ao intemperismo natural. Observa-se que todas as amostras tanto a matriz pura quanto os compósitos sofreram degradação após a exposição ao intemperismo. Dentre os compósitos, o de fibra longa apresentou um maior acréscimo no índice de fluidez após o intemperismo, o que pode ter favorecido a degradação hidrolítica e por *Stress-cracking*.

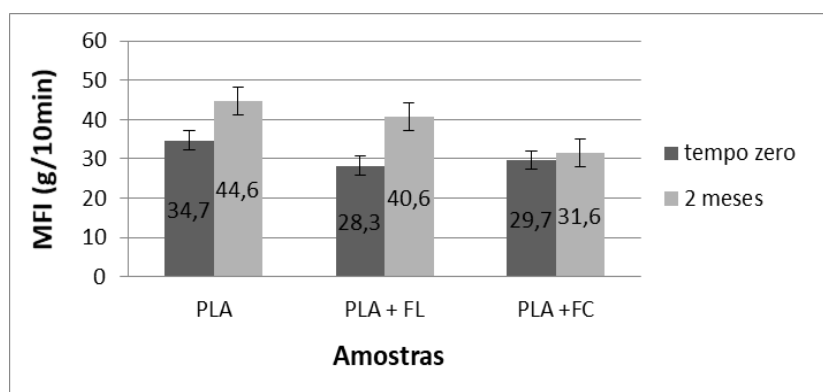


Figura 3: Índice de fluidez das amostras em tempo zero e após 2 meses de intemperismo natural.

## Conclusões

As micrografias da superfície das amostras antes e após envelhecimento no diferentes ambientes obtidas por MEV mostraram maiores mudanças morfológicas nos compósitos em comparação com o PLA virgem.

O PLA virgem após o ensaio de compostagem não apresentou perda de massa significativa. Já os compósitos apresentaram uma maior perda de massa.

Resultados do MFI indicou uma maior degradação dos compósitos em relação ao PLA virgem, após o intemperismo natural.

## Agradecimentos

Ao LAPOL (UFRGS) pela realização de várias análises.

## Referências

1. P. M. Dickerp. A review of material attributes and complementary applications. 2014, 280–289.
2. K. G. Harding. “Biodegradable” plastics: a myth of marketing? *Procedia Manufacturing*. 2017, 106–110.
3. R. P. John. Solid-state fermentation for l-lactic acid production from agro wastes using *Lactobacillus delbrueckii*. *Process Biochemistry*. 2006, 759–763.
4. K. Begum. Natural fiber as a substitute to synthetic fiber in polymer composites: a review. *Research Journal of Engineering Sciences*. 2013, 2278–9472.
5. R. T. Botrel. Uso da vegetação nativa pela população local no município de Ingaí, MG. 2006, 143–156.
6. T. Ratanawilai. Alternative polymeric matrices for wood-plastic composites: Effects on mechanical properties and resistance to natural weathering. 2018, 349–357.
7. D. S. Rosa. Avaliação da biodegradação de Poli-beta-(Hidroxibutirato), Poli-beta-(Hidroxibutirato-co-valerato) e Poli-épsilon-(caprolactona) em solo compostado. *Polímeros: ciência e tecnologia*. 2002, 311–317.
8. Ó. J. Sánchez; D. A. Ospina. Compost supplementation with nutrients and microorganisms in composting process. 2017, 136-153.