



## Comportamento físico-químico sob diferentes temperaturas de secagem de compósitos de fécula de mandioca e fibra de sisal

Larissa Moreira Barbosa<sup>1\*</sup>, Ricardo H.L. Leite<sup>1</sup>; Edna Maria Mendes Aroucha<sup>1</sup>; Francisco Klebson Gomes dos Santos<sup>1</sup>

**RESUMO:** Nas últimas pesquisas, aumentou o interesse pelo uso de biodegradáveis devido ao grande uso de materiais poliméricos sintéticos que acarretam diversos problemas para o ambiente e para sociedade. Com isso, o uso de fibras naturais em materiais compósitos poliméricos tem aumentado significativamente. Foram investigadas as propriedades físico-químicas de compósitos com a matriz de fécula de mandioca e fibra de sisal. O objetivo foi avaliar a qualidade e o desempenho mecânico do biocompósito em diferentes temperaturas de secagem, visando obter o material de maneira mais rápida e econômica. Foram realizados ensaios mecânicos para obtenção das propriedades como: limite de resistência à tração (LRT), alongamento (Along.); e módulo de elasticidade (ME) e estudos por microscopia eletrônica de varredura (MEV) no rompimento da fibra com a finalidade de verificar a interação da matriz polimérica com a fibra nos diferentes casos.. Os biocompósitos apresentaram propriedades mecânicas distintas, à medida que aumenta a temperatura ocorre uma redução dos valores de propriedades, onde essa mudança é acentuada na variação de 50°C para 70°C. Com isso, é possível determinar que a melhor temperatura de secagem é na temperatura de 50°C, onde as propriedades são satisfatórias.

**Palavras-chave:** biocompósito. fibra. propriedades. mecânica.

## Physicochemical behavior under different drying temperatures of cassava starch and sisal fiber composites

**ABSTRACT:** In the latest research, interest in the use of biodegradables has increased due to the large use of synthetic polymeric materials that cause several problems for the environment and for society. As a result, the use of natural fibers in polymeric composite materials has increased significantly. The physicochemical properties of composites with a matrix of cassava starch and sisal fiber were investigated. The objective was to evaluate the quality and mechanical performance of the biocomposite at different drying temperatures, aiming to obtain the material in a faster and more economical way. Mechanical tests were performed to obtain properties such as: tensile strength limit (LRT), elongation (Along.); and modulus of elasticity (ME) and studies by scanning electron microscopy (SEM) in the breaking of the fiber in order to verify the interaction of the polymeric matrix with the fiber in different cases. Biocomposites showed different mechanical properties, as the temperature occurs a reduction of the values of properties, where this change is accentuated in the variation of 50 ° C to 70 ° C. With this, it is possible to determine that the best drying temperature is at a temperature of 50 ° C, where the properties are satisfactory.

**Keywords:** biocomposite, fiber, properties, mechanical.

## INTRODUÇÃO

No decorrer dos anos, a sociedade começou a se conscientizar sobre o mau e exagerado uso de materiais poluentes, entre eles os provenientes de combustíveis fósseis. A expansão de pesquisas e estudos sobre materiais e forma de substituição de polímeros sintéticos por alternativas mais ecológicas e sustentáveis vem crescendo ano a ano.

Os microplásticos são oriundos da degradação dos polímeros sintéticos, são classificados com essa nomenclatura as partículas de plásticos que tem diâmetro inferior a 5 mm (Moore *et al.*, 2008; Zarfl *et al.*, 2011; Von Moos *et al.*, 2012). Além da poluição

ambiental, os microplásticos possuem outros malefícios, como efeitos tóxicos aos serem ingeridos por animais aquáticos, podendo facilmente entrar em toda cadeia alimentar; podendo interferir no crescimento, reprodução e sobrevivência de diversas espécies (Yu *et al.*, 2018; Xu *et al.*, 2019).

Com isso, o desenvolvimento de compósitos de maneira sustentável, com recursos renováveis e sem afetar negativamente ao ambiente é um objetivo ambicioso dos pesquisadores. Tendo em vista que os materiais compósitos têm uma vasta aplicação em diferentes formas, setores e campos na indústria.

Onde, o biocompósito é a junção de uma matriz polimérica com fibras naturais como reforço (Nuthong *et al.*, 2013).

As fibras naturais possuem várias vantagens, como: biodegradabilidade, propriedades mecânicas específicas altas (tração e módulo), disponibilidade, baixa densidade, materiais renováveis, sustentabilidade ambiental, processabilidade e relativa ausência de abrasão (Bassyouni, 2018). Porém, existem algumas desvantagens, por exemplo, fraca força interfacial e baixas propriedade mecânicas nos biocompósitos (Idicula *et al.*, 2009).

Esse trabalho teve como objetivo avaliar as melhores condições de secagem do biocompósito de fécula de mandioca e fibra de sisal sem o comprometimento de suas propriedades físico-químico.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### Materiais

O material utilizado na composição dos biocompósitos fécula de mandioca proveniente da Indústria Primícias do Brasil Ltda., Macaíba, Rio Grande do Norte- Brasil; as fibras de sisal foram doadas pela Sisaltec Co., Brasil; e glicerol (P.A; P.M: 92,10) foi adquirido pela Dinâmica Química Contemporânea Co., Brasil.

### Metodologia

#### Obtenção dos materiais

Os biocompósitos foram produzidos através do método casting com uma massa seca de 10%. A composição principal para análise de variação de temperatura e tempo de secagem sem comprometer as propriedades dos biocompósitos foi realizada em metodologia desenvolvida por Gomes *et al.* (2019).

Os biocompósitos para esse primeiro teste foram todos utilizados a mesma composição e modo de

preparo. A composição estabelecida foi de 75 g de fécula de mandioca, 15 g de fibra de sisal, 10 g de glicerol e 900 mL de água.

Inicialmente a fécula de mandioca, o glicerol, a fibra de sisal e água destilada foram adicionadas e em seguida iniciando o processo de mistura sob agitação constante com auxílio de um homogeneizador mecânico TE-099 da Tecnal por um tempo de aproximadamente 40 min, em banho Maria em uma temperatura de 70°C, até gelatinização da fécula. As fibras de sisal que possui 20 mm de comprimento, foram adicionadas na mistura de maneira aleatória.

Após completa gelatinização da fécula, as misturas foram colocadas em bandejas com 200mm de largura e 300mm de comprimento e levadas para secagem em estufa com renovação de ar (TE-394/2 da Tecnal).

Os experimentos foram conduzidos com uma variação de temperatura de 20°C, iniciando com a temperatura de 50 e variando até 110°C. Para cada experimento foi observado o tempo de secagem do material, o monitoramento aconteceu a cada 6 horas, depois reduziu para cada 4, 2 e pôr fim a cada 30, 15 e 5 minutos.

### Caracterização dos materiais

#### Espessura dos biocompósitos

Para determinar a espessura dos corpos de provas foi realizada a medição de cinco pontos aleatórios com auxílio de um micrômetro digital Mitutoyo MDC Lite 293-821-30. Essas medidas foram utilizadas para auxiliar na obtenção das propriedades mecânicas do material.

#### Propriedades mecânicas

Após a secagem, as placas dos biocompósitos com tamanhos de 200 mm x 300 mm foram retiradas das bandejas e obtidos os corpos de prova com dimensões de 100 mm x 20 mm, como mostra a Figura 1.

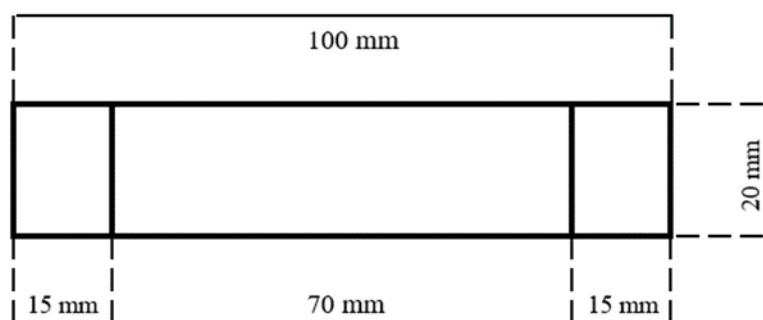


Figura 1 - Dimensões dos corpos de prova.

Os corpos de provas obtidos foram colocados na máquina de ensaio universal de acordo com a norma ASTM D3039M para obtenção das propriedades mecânicas. A célula de carga utilizada foi de 5 KN com uma velocidade 5 mm/min.

#### Microscopia eletrônica de varredura

A morfologia do biomaterial foi avaliada após a ruptura do corpo de prova no ensaio de tração através de MEV, modelo Tescan VEJA 3, utilização uma tensão de operacional de 10 kV. Nesse teste as amostras obtidas são colocadas em um suporte metálico com fita de carbono que logo após são

metalizadas com uma camada fina de ouro para tornar o material condutor e então realizou-se a análise microscópica.

#### Análise estatística

A partir dos dados obtidos foram analisados com auxílio do software Excel®, para realização de uma análise estatística, a análise de variância (ANOVA) e o teste F com a finalidade de verificar se os modelos foram estatisticamente significativos com  $p < 0,05$ .

Foi realizada uma ANOVA ( $p < 0,05$ ) para as respostas obtidas, onde em todos os pontos os valores de  $p$  foi inferior, além do valor de  $F_{calculado} > F_{tabelado}$  em todos os pontos, podendo assim considerar que os valores foram estatisticamente significativos.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

### Caracterização da fécula de mandioca

O valor médio do percentual de amilose da fécula de mandioca utilizada no desenvolvimento do biocompósito obtido por Oliveira *et al.* (2018) de 29,24 % de amilose e 70,76 % de amilopectina,

valores esse dentro da faixa esperada onde a quantidade de amilose varia entre 20 a 30 % e o de amilopectina de 70 a 90 %. Lu *et al.* (2018) constatou valores de 26,4%, 73,2% de amilose e amilopectina, respectivamente, constatando que a fécula utilizada está de acordo com o padrão descrito na literatura.

O que determina a estrutura e as propriedades de amido é a quantidade proporcional de amilose e amilopectina. Além de que, é observado que o aumento da cristalinidade é relacionado diretamente com maior estabilidade térmica e temperaturas de decomposição mais altas (Vasilyev *et al.*, 2019; Liu *et al.*, 2010).

### Propriedades mecânicas

Ao produzir os compósitos (Figura 2) e colocá-los na estufa variando a temperatura de secagem foi observado uma grande redução no tempo, como mostra a Tabela 1. A redução foi expressiva de 63 horas no tempo de secagem. Devido a diversos fatores, entre eles, economia de tempo de fabricação e de energia, a possibilidade de uso de uma temperatura mais elevada é levada em consideração.

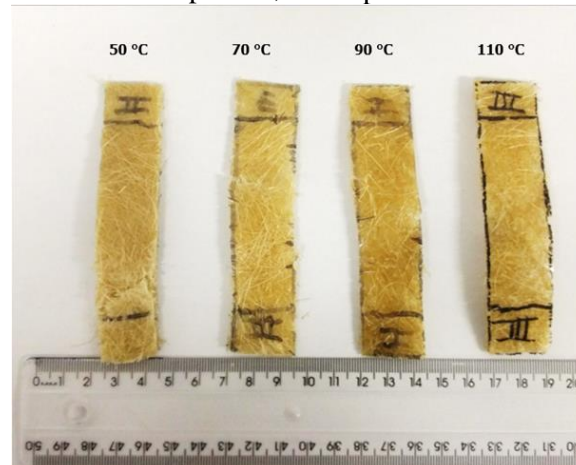


Figura 2- Corpos de prova do biocompósito

Tabela 1- Valores médios das propriedades mecânicas: limite de resistência à tração (LRT), alongamento (ALONG) e módulo de elasticidade (ME)

Temperatura (°C)	TEMPO (HORA)	LRT (mPA)	ALONG(%)	ME (mPA)
50	76	5,22±1,66	14,17±1,63	30,31±2,24
70	34	3,71±1,53	8,74±0,90	14,85±3,64
90	16	3,46±1,79	8,40±2,05	19,98±1,48
110	13	4,66±0,82	9,61±3,22	26,17±2,21

O maior valor de LRT obtido foi de 5,22 MPa, em relação ao biocompósito com temperatura de secagem de 50° C, enquanto o menor foi de 3,46 MPa para o biocompósito com a temperatura de 90°C.

Sabendo que a fécula possui a desvantagem de ser um material instável com relação a temperatura, esse fator pode ter causada essa mudança das propriedades, como está representado na Figura 3(C),

onde existe nitidamente uma fratura no material (Mali *et al.*, 2005; Syafri *et al.*, 2019).

O alongamento na ruptura teve maior valor na temperatura de 50 °C, com valor máximo de 14,17 % e a ocorreu uma redução nas demais temperaturas. Então, é notório que a alteração de temperatura reduz a capacidade do material de se deformar, observado na Figura 3(A). Esse comportamento está intrínseco a plasticidade do material, de acordo com Suderman *et al.* (2018), o alongamento pode ser alcançado com a mistura de um polímero que possui baixo peso molecular ou com outro polímero que auxilie na redução da cristalização, neste caso, ambos pertencem a mesma classe de polímero, não houve essa maior flexibilidade, além de que a presença da quantidade de glicerol pode ter feito o efeito contrário deixando o material com menor alongamento.

Ao comparar os valores do ME é visto que há uma diferença de mais da metade do valor, ao aumentar a temperatura para 70° C, onde o valor passa de 30,31 MPa para 14,85, e nas demais temperaturas essa redução é menor. O módulo de elasticidades é o parâmetro utilizado para medir a rigidez do material. Devido a mistura entre a fécula e as fibras serem feitas de maneira aleatória durante a fabricação, isso implica em uma matriz não totalmente homogênea, interferindo na estabilidade térmica, pois ocorre uma má distribuição da fibra na matriz, tendo uma baixa adesão interfacial, como mostra a Figura 3 (B) e (D) (Suderman *et al.*, 2018).

Gomes *et al.* (2019) para a mesma quantidade de fécula e de fibra de sisal utilizada na composição do biopolímero e mesma temperatura de secagem de 50 °C, o LRT foi de 11,22 MPa e o ALONG de 6,72 e obtido nesse trabalho foi de 5,22 MPa e 14,17%, respectivamente. Nota-se que teve uma redução no LRT, onde no mesmo o tempo de secagem foi de 16 horas a mais, o que pode ter interferido diretamente na propriedade, pois a presença do material em maior contato com a temperatura pode ter deixando o material mais frágil. Em contrapartida, o valor do ALONG foi duas vezes maior, isso pode ser justificado pois o material se deformar em uma maior proporção para que ocorra a sua ruptura.

Analisando a utilização de materiais biodegradáveis em diferentes temperaturas e diferentes tempos de exposição é possível afirmar que as suas propriedades vão se alterar devido suas limitações termoplásticas, podendo ocorrer degradação do material. Isso devido a presença de calor nos constituintes sensíveis como ceras, pectinas, hemiceluloses e lignina (Liang *et al.*, 2015; Ramírez *et al.*, 2014).

Ramírez *et al.* (2014), observaram em seus estudos que o tempo de exposição das fibras em diferentes temperaturas acaba reduzindo as propriedades mecânicas do material, observando que

ciclo térmicos mais rápidos em temperaturas mais elevadas sejam mais eficazes. Com isso, Van de Velde e Kiekens (2003) estudaram os efeitos da modificação do processamento do compósito alterando os parâmetros, notando que a temperatura e tempo, no processo de prensagem a quente para fabricação de compósito com matriz de PP e reforço de fibra de linho não tecido sobre as propriedades mecânicas recomendaram que a temperatura máxima de processamento seja de 200 ° C preservar as propriedades mecânicas das fibras de linho.

A variação entre as propriedades mecânicas de acordo com a mudança de temperatura está relacionada com as propriedades termomecânicas, como pode ser observado houve diferenças bem elevadas entre as temperaturas de 50°C e 70°C sendo notório que por passar por essa mudança de temperatura, o biocompósito possui maior degradação até atingir o equilíbrio de perda de massa após os 80°C, notado por Ghosh *et al.* (2019) ao analisar biofilmes com amido da Arábia.

## CONCLUSÕES

As variações na temperatura e do tempo de secagem na estufa dos biocompósitos mostram alterações nas propriedades mecânicas do material, sendo as maiores diferenças nas temperaturas de 70 e 90°C. As alterações nessas propriedades podem estar relacionadas diretamente a interação da fibra e da matriz, onde a fibra é colocada de maneira aleatória não favorecendo a um biocompósito totalmente homogêneo, o que interfere diretamente na estabilidade térmica do material. Além de que, à medida que o biomaterial é exposto a diferentes temperaturas por diferentes tempos isso implica em propriedades mecânicas diferentes. Onde, existem diversas recomendações na literatura sobre a exposição de fibras naturais à temperatura elevadas podem modificar a propriedades física em relação a determinada aplicação

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Laboratório de Pós-Colheita, ao Laboratório de Fitotecnia, ao Laboratório de Processos Químicos da UFERSA e ao PPGCEM/UFERSA por total apoio no desenvolvimento da pesquisa.

## REFERÊNCIAS

BASSYOUNI, M. Dynamic mechanical properties and characterization of chemically treated sisal fiber-reinforced polypropylene biocomposites. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, 073168441879804. 2018.

GHOSH, T., BHASNEY, S. M., & KATIYAR, V. Blown films fabrication of poly lactic acid based biocomposites:

- Thermomechanical and migration studies. **Materials Today Communications**, 100737. 2019.
- GOMES, A. V. R., LEITE, R. H. L., SILVA JÚNIOR, M. Q., SANTOS, F. K. G., AROUCHA, E. M. M. Influence of Composition on Mechanical Properties of Cassava Starch, Sisal Fiber and Carnauba Wax Biocomposites. **Materials Research**, São Carlos, v. 22, supl. 1, e20180887, 2019
- IDICULA, M., JOSEPH, K., & THOMAS, S. Mechanical Performance of Short Banana/Sisal Hybrid Fiber Reinforced Polyester Composites. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, 29(1), 12–29. 2009.
- LIANG S, NOURI H, LAFRANCHE E. Thermo-compression forming of flax fibre-reinforced polyamide 6 composites: influence of the fibre thermal degradation on mechanical properties. **J Mater Sci**.50,7660–72.2015.
- LIU, X. X., YU, L., XIE, F. W., LI, M., CHEN, L., & LI, X. X.. Kinetics and mechanism of thermal decomposition of cornstarches with different amylose/amylopectin ratios. **Starch-Starke**, 62(3–4), 139–146. 2010.
- LU, X., WANG, Y., LI, Y., & HUANG, Q.. Assembly of Pickering emulsions using milled starch particles with different amylose/amylopectin ratios. **Food Hydrocolloids**, 84, 47–57. 2018.
- MALI, S., GROSSMANN, M. V. E., GARCÍA, M. A., MARTINO, M. N., & ZARITZKY, N. E.. Mechanical and thermal properties of yam starch films. **Food Hydrocolloids**, 19(1), 157–164. 2005.
- MOORE, C. J.. Synthetic polymers in the marine environment: A rapidly increasing, long-term threat. **Environmental Research**, 108(2), 131–139. 2008.
- NUTHONG, W., UAWONGSUWAN, P., PIVSA-ART, W., & HAMADA, H. Impact Property of Flexible Epoxy Treated Natural Fiber Reinforced PLA Composites. **Energy Procedia**, 34, 839–847. 2013.
- OLIVEIRA, V. R. L., SANTOS, F. K. G., LEITE, R. H. L., AROCHA, E. M. M., & SILVA, K. N. O.. Use of biopolymeric coating hydrophobized with beeswax in post-harvest conservation of guavas. **Food Chemistry**, 259, 55–64. 2018.
- RAMÍREZ, M. G. L.; KESTUR, S. G.; GONZÁLEZ, R. M.; IWAKIRI, S.; MUNIZ, G. B.; SAHAGUN, T. S. F. Bio-composites of cassava starch-green coconut fiber: Part II - Structure and properties. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 102, p. 576–583, 2014.
- SUDERMAN, N., ISA, M. I. N., & SARBON, N. M. The effect of plasticizers on the functional properties of biodegradable gelatin-based film: A review. **Food Bioscience**, 24, 111–119, 2018.
- SYAFRI, E., SUDIRMAN, MASHADI, YULIANTI, E., DESWITA, ASROFI, M., FUDHOLI, A.. Effect of sonication time on the thermal stability, moisture absorption, and biodegradation of water hyacinth (*Eichhornia crassipes*) nanocellulose-filled bengkuang (*Pachyrhizus erosus*) starch biocomposites. **Journal of Materials Research and Technology**.2019.
- VAN DE VELDE, K., & KIEKENS, P.. Effect of Flax/PP Panel Process Parameters on Resulting Composite Properties. **Journal of Thermoplastic Composite Materials**, 16(5), 413–431.2003.
- VASILYEV, G., VILENSKY, R., & ZUSSMAN, E.. The Ternary System Amylose-Amylopectin-Formic Acid as Precursor for Electrospun Fibers with Tunable Mechanical Properties. **Carbohydrate Polymers**. 2019.
- VON MOOS, N., BURKHARDT-HOLM, P., KOHLER, A. Uptake and effects of microplastics on cells and tissue of the blue mussel *Mytilus edulis* L. after an experimental exposure. **Environ. Sci. Technol.** 46 (20), 11327-11335. 2012.
- XU, S., MA, J., JI, R., PAN, K., MIAO, A.J. Microplastics in aquatic environments: occurrence, accumulation, and biological effects. **Science of the Total Environment**. 2019.
- YU, P., LIU, Z., WU, D., CHEN, M., LV, W., & ZHAO, Y.. Accumulation of polystyrene microplastics in juvenile *Eriocheir sinensis* and oxidative stress effects in the liver. **Aquatic Toxicology**, 200, 28–36. 2018.
- ZARFL, C., FLEET, D., FRIES, E., GALGANI, F., GERDTS, G., HANKE, G., & MATTHIES, M. .Microplastics in oceans. **Marine Pollution Bulletin**, 62(8), 1589–1591.2011.