



METODOLOGIA DE CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E TERMO-DINÂMICO-MECÂNICA DE PALHA DE MILHO

José M. Marconcini*¹, Edson N. Ito^{1,2}, Douglas de Britto¹, Rodrigo M. Oliveira¹, Maria Cristina D. Paes³, Flávia França Teixeira³, Odílio B. G. de Assis¹

1 Laboratório Nacional de Nanotecnologia para o Agronegócio - LNNA
Embrapa Instrumentação Agropecuária, São Carlos, SP.

2 Departamento de Engenharia de Materiais - Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP.

3 Embrapa Milho e Sorgo, Sete Lagoas, MG.

* marconcini@cnpdia.embrapa.br

Projeto Componente: PC 4 **Plano de Ação:** 01.05.1.01.04.02

Resumo

Metodologias de caracterização da mecânica e termo-dinâmico mecânica de palhas de milho foram validadas por meio do estudo empregando ensaios mecânicos de tração e análise térmica dinâmico mecânica (DMA). Observaram-se diferenças de propriedades mecânicas e termo-dinâmico-mecânicas ao se variar sentido de preparação de corpo de prova, longitudinal ou transversal às nervuras das palhas de milho. Estudos mais aprofundados de caracterização mecânica e termo-dinâmico-mecânica da palha de milho e com nanofibras obtidas de palha de milho serão realizados em trabalhos futuros.

Palavras-chave: palha de milho, propriedades termomecânicas, DMA, propriedades mecânicas.

Introdução

Metodologias para análise das propriedades termomecânicas de resíduos agroindustriais são importantes para a descoberta de potencialidades e novos usos para esses resíduos. As características mecânicas de palhas de milho têm sido pouco estudadas, mesmo tendo esse material utilizado como matéria prima para fabricação de artigos de artesanato, como cadeiras e bonecas, aplicação essa sujeita a solicitações mecânicas. Além disso, a seleção de cultivares de milho, que apresentem boas características mecânicas da palha, necessita de metodologias precisas que auxiliem o melhorista a identificar os cultivares, fornecendo dados que tenham boa correlação com aqueles obtidos de avaliações sensoriais, realizadas pelos artesões.

As potencialidades de uso da palha em compósitos e a obtenção de nanoestruturas da palha de milho não foram ainda exploradas, portanto a caracterização dessas fibras vegetais precisam ser realizadas. Esse trabalho teve como objetivo avaliar metodologias de análise mecânica^{1,2} e termo-dinâmico-mecânica³ para palhas de milho, definindo o melhor método para avaliação dos atributos termomecânicos do material.

Materiais e métodos

Materiais

Palhas de milho provenientes de espigas de mesmo cultivar produzida em campo experimental (safra 2006/2007) do programa de seleção de palha com qualidade para artesanato foram utilizadas nos ensaios. As amostras secas foram mantidas em sacos de plástico até o preparo dos corpos de prova.

Métodos

1) Análise Térmica Dinâmico Mecânica de Palhas de Milho (DMA)

Amostras de palha de milho 30mm de comprimento e 6mm de largura foram cortadas diretamente ds palhas com molde tipo faca em prensa. Ensaios de DMA para a definição da metodologia foram realizados em um equipamento DMA Q800 (TA Instruments). Para determinação dos limites de forças máximas, que poderiam ser aplicadas durante esse ensaio, inicialmente foram definidas rampas de força de 0,5N/min nas temperaturas de -50, 25 e 100°C. Na seqüência, com a força máxima já determinada, foram realizadas análises com força dinâmica à frequência de 1Hz, na faixa de temperatura de -50 a 100°C, observando-se o comportamento mecânico (módulo de armazenamento e módulo de perda) das palhas de milho em função da temperatura. Semelhante aos ensaios de tração, as análises de DMA foram realizadas nos sentidos longitudinal e transversal às fibras de palha de milho, devido à anisotropia das propriedades mecânicas.

2) Ensaios Mecânicos de Tração de Palhas de Milho

Ensaios mecânicos de tração para a definição da metodologia foram realizados em Máquina Universal de Ensaios Mecânicos Emic modelo DL3000, célula de carga de 50kgf, velocidade de ensaio de 5 mm min⁻¹ e corpos de prova de 50mm de comprimento e 10mm de largura. Os ensaios foram realizados em cinco corpos de prova, em dois sentidos diferentes, longitudinal e transversal às fibras de palha de milho, devido à anisotropia das propriedades mecânicas nas duas direções, observadas sensorialmente. As medidas dimensionais (comprimento, largura e espessura) dos corpos de prova foram realizadas com paquímetro digital. O corte das amostras foi feito com tesoura, durante o qual foram formadas pequenas ranhuras nas bordas laterais dos corpos de prova, o que poderia causar erros no ensaio e dificuldade de cortar algumas amostras.

Resultados e discussão

Análise Termo-Dinâmico-Mecânica de Palhas de Milho (DMA)

- Avaliação da resistência mecânica em três temperaturas, -50, 25 e 100°C, (rampa de força), para escolha de condições experimentais.

A força estática para a realização dos ensaios foi selecionada a partir dos resultados das rampas de força a três temperaturas distintas (Fig. 1). Para a amostra testada, foi possível aplicar uma tensão mecânica na faixa de 2 a 4 MPa para manter a força estática durante o ensaio, região em que ocorre comportamento linear entre tensão e deformação e não ocorre ruptura da palha de milho. Não ocorreram problemas de quebra ou escorregamento dos corpos de prova durante as análises.

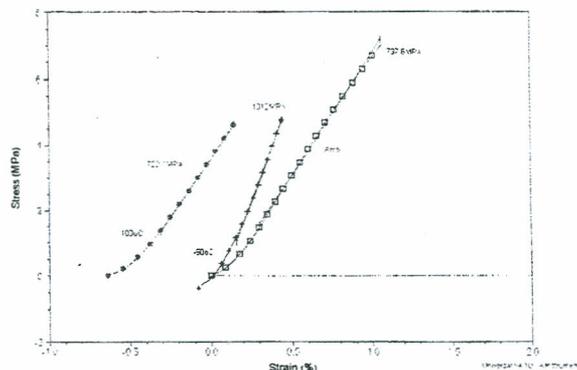


Figura 1. Rampas de força de palhas de milho a -50, 25 e 100°C.

▪ Avaliação do módulo de armazenamento (storage modulus) e $\tan \delta$ com a temperatura

Procedimento inicial: resfriamento a -60°C, equilíbrio por 2min, razão de aquecimento de 2°C/min até 100°C, sob força oscilatória com frequência de 1Hz.

Sentido Longitudinal

As primeiras análises não apresentaram reprodutibilidade com o procedimento inicial, com grande dispersão de resultados. Os valores de módulo de armazenamento ficaram entre 1000 e 1500MPa. Assim, o procedimento experimental foi modificado com aquecimento inicial a 100°C, isoterma de 5min. para secagem de amostra durante a análise, seguido de resfriamento a -60°C, razão de aquecimento de 2°C/min a 100°C, devido a possível influência de umidade na amostra. Após essa modificação, observou-se reprodutibilidade no comportamento mecânico do material, que é um indicativo da influência da umidade no comportamento mecânico da palha de milho.

Observou-se um decréscimo do módulo de armazenamento com o aumento da temperatura, sendo o material mais rígido a baixas

temperaturas, reduzindo a rigidez com o aumento de temperatura.

Porém, o módulo de armazenamento dentro de uma mesma palha de milho variou em valores de 1500 a 2500 MPa, indicando valores maiores e de maior rigidez do que os sem aquecimento, o que demonstra uma grande dispersão de resultados, característico da natureza do material.

Os valores $\tan \delta$ não apresentaram variações significativas durante a análise, com valores máximos em torno de 0,02. Como quando ocorrem transições térmicas, como a transição vítrea, o valor de $\tan \delta$ varia, em geral, mais que 0,1, não foram observadas transições térmicas nítidas da palha de milho. Entretanto, pode ter havido uma transição muito sutil na faixa de temperatura entre 0 e 20°C, de difícil localização, observando-se pelos gráficos do módulo de armazenamento versus temperatura.

Sentido Transversal

Os ensaios no sentido transversal das nervuras da palha foram todos realizados com pré-aquecimento antes das análises, similar à metodologia anterior. Os valores de módulo de armazenamento observados foram menores que os da longitudinal (na faixa de 100 a 600MPa) e com o mesmo comportamento de redução do módulo de armazenamento em relação ao aumento da temperatura, sem a observação de uma transição nítida, e também com grande variação nos resultados. Similarmente à longitudinal, os valores $\tan \delta$ não apresentaram variações significativas durante a análise, com variações máximas em torno de 0,02. Porém, o ruído nas análises aumentou consideravelmente, o que pode ter relação com a frequência de oscilação e o fato do ensaio ser realizado no sentido “sanfonado” da amostra, resultando em imprecisões nas medidas de deformação. Nesse caso, há a necessidade de um ajuste de parâmetros experimentais para melhor adequação das condições de ensaio conduzidos na seção transversal.

A análise de DMA é uma excelente ferramenta para avaliação das propriedades mecânicas de materiais onde exista uma transição bem definida, explorando-se melhor a região com mudanças nas análises. Porém, no caso da palha de milho, não se observou uma transição pronunciada, além de uma dispersão muito grande de resultados. Deve-se estar atento e propor novas metodologias devido aos problemas ocasionados pela umidade.

▪ **Ensaio Mecânico de Tração de Palhas de Milho.**

Nos ensaios de tração foram realizados 5 ensaios na longitudinal e 5 ensaios na transversal. Somente um corpo de prova na longitudinal (o ensaio 2) apresentou escorregamento e uma amostra na transversal rompeu na região da garra (o ensaio 2), invalidando esses ensaios. A fita dupla face mostrou-se mais eficiente em tempo de preparo de amostra e também por não contaminar a região útil do corpo de prova. Para uma primeira estimativa, os resultados para os corpos de prova válidos (excluindo-se o ensaio 2) estão apresentados na tabela 1. Para uma análise inicial, pode-se observar maior resistência mecânica na longitudinal e uma dispersão de resultados alta, com altos desvio padrão e coeficiente de variação. Assim, seria recomendado o aumento no número de corpos de prova, tanto para melhorar a estimativa da média, quanto para verificar o comportamento de dispersão dos resultados.

Tabela 1. Resultados obtidos dos ensaios mecânicos

CP	Força na ruptura (N)		Deformação na ruptura (%)	
	Longitudinal	Transversal	Longitudinal	Transversal
1	54,69	5,81	8	6
3	41,91	3,83	5	2
4	25,79	7,45	4	6
5	42,85	11,28	4	10
Média	41,31	7,09	5	7
DP	11,87	3,16	1,4	4,2
CV (%)	28,7	44,6	28	61

Conclusões

Nos ensaios mecânicos para avaliação de palha de milho seca, deve-se aumentar a quantidade de corpos de prova e modificar a metodologia de corte dos corpos de prova para facas, cortando na prensa, semelhante ao DMA.

Os resultados tanto dos ensaios de tração quanto os ensaios de DMA mostraram a diferença de propriedades mecânicas existentes entre medidas no sentido longitudinal e transversal às nervuras das palhas de milho, quantificando estes valores.

Agradecimentos

Este trabalho foi amparado pelas agências de fomento: Embrapa, CNPq e FINEP.

Referências

- 1 SOUZA, S. A. **Ensaio Mecânico de Materiais Metálicos**. 5. ed. [S. l.]: Ed. Edgard Blucher, 1982.
- 2 TAGER, A. **Physical Chemistry of Polymer**. Moscou: Mir Publishers, 1978.
- 3 SPERLING, L. H. **Introduction to Physical Polymer Science**. 2nd ed. New York: John Wiley and Sons, 1992.