

# DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS REFORÇADOS POR FIBRAS NATURAIS PARA APLICAÇÕES ESTRUTURAIS

**Rafael Levy Martins** 

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientadores: Fernando Luiz Bastian

Rossana Mara da Silva Moreira Thiré.

Rio de Janeiro Dezembro de 2012

## DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS REFORÇADOS POR FIBRAS NATURAIS PARA APLICAÇÕES ESTRUTURAIS

**Rafael Levy Martins** 

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COM PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

Prof. Fernando Luiz Bastian, Ph. D.

Prof. Rossana Mara da Silva Moreira Thiré, D. Sc.

Prof. Enrique Mariano Castrodeza, D. Sc.

Prof. José Roberto Moraes d'Almeida, D. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL DEZEMBRO DE 2012 Martins, Rafael Levy

Desenvolvimento de Compósitos Reforçados por Fibras Naturais para Aplicações Estruturais/ Rafael Levy Martins. - Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2010.

XIV, 108 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadores: Fernando Luiz Bastian

Rossana Mara da Silva Moreira Thiré

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de

Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2012.

Referências Bibliográficas: p. 94-96

1. Juta. 2. Sisal. 3. Compósito. I Bastian, Fernando Luiz *et al*. Il Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III Título.

### AGRADECIMENTOS

- Ao meu orientador, Prof. Fernando Luiz Bastian, por toda a orientação, atenção dedicada ao meu trabalho e boa vontade em ajudar em tudo que fosse possível.
- À minha orientadora, Prof. Rossana Mara da Silva Moreira Thiré, que em apenas um ano teve grande contribuição em meu trabalho, com muita dedicação e empolgação do começo ao fim.
- À minha família pelo apoio e paciência ao longo destes dois anos de trabalho.
- À Lívia por toda ajuda e apoio, com muita boa vontade e paciência em todas as conversas sobre minhas ideias e dúvidas.
- À CAPES pela bolsa de estudos e apoio financeiro ao projeto.
- À Companhia Têxtil de Castanhal pela doação da fibra de juta cardada.
- Ao meu amigo, Rafael Cidade, que, com boa vontade e paciência, participou intensamente de todas as etapas deste trabalho.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M. Sc.)

## DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS REFORÇADOS POR FIBRAS NATURAIS PARA APLICAÇÕES ESTRUTURAIS

**Rafael Levy Martins** 

Dezembro/2012

Orientadores: Fernando Luiz Bastian Rossana Mara da Silva Moreira Thiré

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

As fibras naturais são um recurso de baixo custo e com alta disponibilidade no Brasil. Atualmente elas são utilizadas em aplicações pouco nobres como a fabricação de sacos e cordas. No entanto, estas fibras apresentam boas propriedades mecânicas, o que possibilita sua aplicação como fase de reforço em compósitos estruturais. Este trabalho teve como objetivo a fabricação de laminados reforçados por fibras longas de juta cardada e sisal como fase de reforço em uma matriz de poliéster. Para a fabricação dos laminados compósitos foi projetado e construído um equipamento que garantiu o controle de espessura, fração de fibras e acabamento superficial em ambas as faces das placas produzidas. As fibras foram tratadas em soluções com concentrações de NaOH variando de 0,5% a 4,0%, por 30 minutos e a temperatura ambiente. As fibras de sisal foram tracionadas com uma carga de 0,5kg/g\*m de fibra durante o tratamento. Análises de ATR-FTIR indicaram remoção parcial de hemicelulose e lignina pelo tratamento alcalino. A DRX indicou que o índice de cristalinidade da celulose aumentou para o sisal tratado com tracionamento das fibras. As imagens de MEV mostraram que o tratamento foi eficiente na limpeza superficial das fibras, aumento da rugosidade da fibra e, no caso na juta, na remoção da lignina superficial. A partir dos ensaio de flexão foi determinado que os tratamentos com solução de 2,0% e 1,0% de NaOH foram os mais eficientes para a juta e sisal, respectivamente, aumentando a resistência à flexão e módulo de elasticidade.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M. Sc.)

## DEVELOPMENT OF NATURAL FIBER REINFORCED COMPOSITES FOR STRUCTURAL APPLICATIONS

**Rafael Levy Martins** 

December/2012

Advisors: Fernando Luiz Bastian Rossana Mara da Silva Moreira Thiré

Department: Metallurgical and Materials Engineering

Natural fibers are low cost and available in Brazil. Presently, natural fiber are used in low technology applications such as ropes and bags. However, these fibers have excellent mechanical properties which turns possible their application as reinforcement phase in structural composites. This work focused on the production of carded jute and sisal reinforced polyester matrix laminates. An equipment was designed and built for the production of the laminates. Fibers were treated in NaOH solutions of 0,5% to 4,0% concentrations for 30 minutes at room temperature. Sisal fibers were tensioned with a load of 0,5kg/g\*m of fiber during alkali treatment. ATR-FTIR analysis indicated partial removal of hemicelullose and lignin after alkali treatment. X-Ray Diffraction indicated increase in crystallinity index of cellulose in the sisal fibers after alkali treatment. Jute and sisal fiber observed in SEM showed cleaner surface, increased roughness end, for jute fiber, the removal of superficial lignin. It has been determined form flexural tests that NaOH solutions with concentrations of 2,0% and 1,0% were the best fiber treatments for jute and sisal, respectively, improving their flexural resistance and modulus.

# SUMÁRIO

| 1.Introdução   | 1  |
|--|----|
| 2.Fibras naturais de origem vegetal                      | 3  |
| 2.1.Celulose   | 3  |
| 2.2.Hemicelulose   | 4  |
| 2.3.Lignina  | 4  |
| 2.4.Pectina  | 5  |
| 2.5.Lipídeos   | 5  |
| 2.6.Minerais   | 5  |
| 2.7.Estrutura das fibras naturais                        | 5  |
| 2.8.Exemplos de fibras                                   | 8  |
| 2.9.Seleção das fibras                                   | 10 |
| 3.Compósito de fibra natural e matriz polimérica         | 13 |
| 3.1.Juta   | 13 |
| 3.1.1.Agricultura  | 14 |
| 3.1.2.Extração das fibras                                | 14 |
| 3.1.3.Classificação das fibras                           | 16 |
| 3.1.4.Processamento das fibras                           | 16 |
| 3.1.5. Propriedades mecânicas e constituintes das fibras | 17 |
| 3.2.Sisal  | 18 |
| 3.2.1.Agricultura  | 19 |
| 3.2.2.Extração das fibras                                | 19 |
| 3.2.3.Processamento das fibras                           | 19 |
| 3.2.4.Classificação das fibras                           | 20 |
| 3.2.5. Propriedades mecânicas e constituintes das fibras | 21 |
| 3.3.Análise comparativa das fibras                       | 22 |
| 3.4.Matriz polimérica                                    | 22 |
| 3.4.1.Poliéster  | 23 |
| 4.Fabricação de compósitos                               | 25 |
| 4.1.Tratamentos de superfície                            | 25 |
| 4.1.1.Tratamento alcalino                                | 25 |
| 4.1.2.Acetilação   | 27 |
| 4.1.3.Silanização  | 27 |
| 4.2.Processos de fabricação                              | 28 |
| 4.2.1.Laminação Manual                                   | 28 |
| 4.2.2.Spray-up   |    |

| 4.2.3.Vacuum bag   | 29 |
|--|----|
| 4.2.4.Moldagem por transferência de resina                         | 29 |
| 5.Materiais  | 30 |
| 5.1.Juta   |    |
| 5.2.Sisal  | 31 |
| 5.3.Resina de poliéster  |    |
| 6.Procedimentos experimentais                                      | 34 |
| 6.1.Tratamento alcalino das fibras                                 |    |
| 6.1.1.Juta   |    |
| 6.1.2.Sisal  |    |
| 6.2.Secagem das fibras   |    |
| 6.3.Ensaios  |    |
| 6.3.1.Absorção de água nas fibras                                  | 37 |
| 6.3.2.Absorção de água nos compósitos                              |    |
| 6.3.3.Fração de fibras nos compósitos                              |    |
| 6.3.4. Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier |    |
| 6.3.5.Análise termogravimétrica                                    |    |
| 6.3.6.Difração de raios X  |    |
| 6.3.7.Microscopia ótica  | 40 |
| 6.3.8.Microscopia eletrônica de varredura                          | 40 |
| 6.3.9.Ensaio de tração   | 40 |
| 6.3.10.Ensaio de flexão em três pontos                             | 41 |
| 7.Equipamento de laminação   | 44 |
| 7.1.Projeto  | 44 |
| 7.1.1.Quadro   | 45 |
| 7.1.2.Cilindros  | 45 |
| 7.1.3.Molde  |    |
| 7.2.Instruções de operação   |    |
| 7.2.1.Posicionamento das fibras                                    |    |
| 7.2.2.Regulagem da espessura                                       |    |
| 7.2.3.Impregnação das fibras com a matriz                          | 51 |
| 7.2.4.Retirada da placa  | 51 |
| 7.3.Fabricação dos compósitos                                      |    |
| 7.4.Fabricação dos corpos de prova                                 | 53 |
| 7.4.1.Corpos de prova de resina                                    | 53 |
| 7.4.2.Medição das dimensões dos corpos de prova                    | 54 |

| 8.Resultados  | 55 |
|---|----|
| 8.1.Absorção de água nas fibras                                 | 55 |
| 8.2.Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier | 56 |
| 8.2.1.Juta  | 56 |
| 8.2.2.Sisal   | 58 |
| 8.3.Análise termogravimétrica                                   | 59 |
| 8.3.1.Juta  | 59 |
| 8.3.2.Sisal   | 62 |
| 8.4.Difração de raios X   | 65 |
| 8.4.1.Juta  | 65 |
| 8.4.2.Sisal   | 67 |
| 8.5.Microscopia eletrônica de varredura                         | 69 |
| 8.5.1.Juta  | 69 |
| 8.5.2.Sisal   | 70 |
| 8.6.Ensaio de tração  | 71 |
| 8.7.Fabricação dos compósitos                                   | 73 |
| 8.7.1.Distribuição das fibras                                   | 73 |
| 8.7.2.Fração de fibras nos compósitos                           | 75 |
| 8.7.3.Controle dimensional                                      | 76 |
| 8.7.4.Processo de laminação                                     | 77 |
| 8.8.Absorção de água nos compósitos                             | 78 |
| 8.9.Microscopia ótica   | 79 |
| 8.9.1.Juta  | 79 |
| 8.9.2.Sisal   | 80 |
| 8.10.Ensaio de flexão em três pontos                            | 81 |
| 8.10.1.Matriz de poliéster                                      | 81 |
| 8.10.2.Juta   | 82 |
| 8.10.3.Sisal  | 85 |
| 8.10.4.Comparação entre os compósitos                           | 89 |
| 9.Conclusões  | 91 |

## LISTA DE FIGURAS

| Figura 1.1: Tipos de fibra de acordo com sua origem1  |
|---|
| Figura 2.1: Estrutura química da celulose3  |
| Figura 2.2: Ligações de Hidrogênio na celulose I e celulose II4                                       |
| Figura 2.3: Esquema da parede celular de uma cebola6  |
| Figura 2.4: Estrutura da celulose6  |
| Figura 2.5: Lúmens na fibra de Sisal7   |
| Figura 2.6: Estrutura da parede celular e AMF de: a) monocotiledônea e b)<br>dicotiledônea8           |
| Figura 2.7: Esquema gráfico tensão x deformação para diferentes AMF8                                  |
| Figura 2.8: Módulo de elasticidade em tração de diversas fibras9                                      |
| Figura 2.9: Resistência à tração de diversas fibras.(MARINELLI et al., 2008, FARUK et<br>al., 2008, ) |
| Figura 2.10: Deformação em ruptura em tração de diversas fibras10                                     |
| Figura 2.11: Gráfico tensão x deformação das fibras e resina em um compósito12                        |
| Figura 3.1: Cultivo de juta na região Norte do Brasil13   |
| Figura 3.2: Secagem ao sol da fibra de juta16   |
| Figura 3.3: Esquema de funcionamento de uma carda17   |
| Figura 3.4: Sisal em plantação.(WIKIPEDIA, 2012)18  |
| Figura 3.5: Produção mundial de sisal19   |
| Figura 3.6: Tipos de fibra de sisal: a) mecânica, b) fita e c) xilema                                 |
| Figura 3.7: Representação esquemática de um monômero de poliéster insaturado23                        |
| Figura 4.1: Imagens de MEV de fibra de sisal: a) sem tratamento e b) após tratamento com NaOH         |
| Figura 5.1: Rolo de juta cardada  |
| Figura 5.2: Detalhe do paralelismo das fibras de juta cardada   |
| Figura 5.3: Microscopia ótica de fibra de juta31  |
| Figura 5.4: Meada de fibra de sisal31   |
| Figura 5.5: Detalhe das fibras de sisal   |

| Figura 5.6: Microscopia ótica de fibra de sisal   | 32       |
|---|----------|
| Figura 6.1: Tanque de tratamento alcalino com o equipamento de tracionamento d fibras           | as<br>35 |
| Figura 6.2: Detalhe das fibras de sisal durante tratamento                                      | 35       |
| Figura 6.3: Fibras de sisal durante tratamento  | 36       |
| Figura 6.4: a) Corpos de prova para ensaio de tração e b) detalhe do tab                        | 41       |
| Figura 7.1: Desenho do equipamento de laminação   | 44       |
| Figura 7.2: Desenho de montagem do quadro do equipamento de laminação                           | 45       |
| Figura 7.3: Desenho de montagem do cilindro   | 46       |
| Figura 7.4: Mancal móvel do cilindro superior   | 47       |
| Figura 7.5: Desenho de montagem dos cilindros   | 47       |
| Figura 7.6: Desenho de montagem do molde  | 49       |
| Figura 7.7: Equipamento de laminação construído   | 49       |
| Figura 7.8: Esquema de fixação do filme de PTFE   | 50       |
| Figura 7.9: Fibra de juta sobre a placa de acrílico   | 52       |
| Figura 7.10: Fibras de sisal prontas para a laminação   | 53       |
| Figura 8.1: Perda de água nas fibras durante secagem  | 55       |
| Figura 8.2: Absorção de água nas fibras   | 56       |
| Figura 8.3: FTIR da fibra de juta para os diferentes tratamentos com NaOH, bandas hemicelulose. | da<br>57 |
| Figura 8.4: FTIR da fibra de juta para os diferentes tratamentos com NaOH, bandas lignina.      | da<br>57 |
| Figura 8.5: FTIR da fibra de sisal para os diferentes tratamentos com NaOH                      | 58       |
| Figura 8.6: FTIR da fibra de sisal para os diferentes tratamentos com NaOH                      | 59       |
| Figura 8.7: TGA e DTG da fibra de juta 0,0% NaOH  | 59       |
| Figura 8.8: TGA e DTG da fibra de juta 0,4% NaOH  | 60       |
| Figura 8.9: TGA e DTG da fibra de juta 1,0% NaOH  | 60       |
| Figura 8.10: TGA e DTG da fibra de juta 2,0% NaOH   | 61       |
| Figura 8.11: TGA e DTG da fibra de sisal 0,0% NaOH  | 62       |
| Figura 8.12: TGA e DTG da fibra de sisal 1,0% NaOH  | 63       |

| Figura 8.13: TGA e DTG da fibra de sisal 1,0% NaOH ST6  | 33       |
|---|----------|
| Figura 8.14: TGA e DTG da fibra de sisal 2,0% NaOH  | 34       |
| Figura 8.15: Espectros de DRX das fibras de juta para diferentes tratamentos                      | 36       |
| Figura 8.16: Espectros de DRX das fibras de sisal para diferentes tratamentos6                    | 37       |
| Figura 8.17: Fibra de juta: a) 0,0% NaOH, b) 0,4% NaOH, c) 1,0% NaOH e d)2,0<br>NaOH              | %<br>39  |
| Figura 8.18: Fibra de juta: a) 0,0% NaOH e b) 2,0% NaOH7  | 70       |
| Figura 8.19: Sisal: a) 0,0% NaOH, b) 0,5% NaOH, c) 1,0% NaOH e d)4,0% NaOH7                       | 71       |
| Figura 8.20: Placa de juta com regiões mais ricas em resina                                       | 74       |
| Figura 8.21: Placa de juta com distribuição de fibras uniforme                                    | 75       |
| Figura 8.22: Absorção de água nos compósitos de fibra de juta                                     | 78       |
| Figura 8.23: Absorção de água nos compósitos de fibra de sisal                                    | 79       |
| Figura 8.24: Compósito de juta 0,0% NaOH, corte transversal7                                      | 79       |
| Figura 8.25: Compósito de juta 4,0% NaOH, corte longitudinal                                      | 30       |
| Figura 8.26: Compósito de sisal 0,0% NaOH, corte transversal                                      | 30       |
| Figura 8.27: Compósito de sisal 0,0% NaOH, corte transversal                                      | 31       |
| Figura 8.28: Tensão de ruptura dos corpos de prova da matriz de poliéster                         | 32       |
| Figura 8.29: Curvas tensão x deformação do ensaio de flexão dos corpos de prova o juta 2,0% NaOH  | de<br>33 |
| Figura 8.30: Compósito com fibra de juta 2,0%: a) fratura das fibras e b) em detalhe.             | 34       |
| Figura 8.31: Compósito com fibra de juta 2,0%: a) delaminação e b) detalhe                        | 35       |
| Figura 8.32: Curvas tensão x deformação do ensaio de flexão dos corpos de prova o sisal 1,0% NaOH | de<br>36 |
| Figura 8.33: a) Superfície pintada com caneta e b) após limpeza com álcool                        | 37       |
| Figura 8.34: Trincas na matriz em compósito de sisal 0,0% CP - 7                                  | 38       |
| Figura 8.35: Trincas na fibra em compósito de sisal 4,0%  | 38       |
| Figura 8.36: Curvas tensão x deformação do ensaio de flexão dos corpos de prova o sisal 1,0% NaOH | 1e<br>39 |
| Figura 8.37: Resistência e módulo de elasticidade em flexão de diversos materiais                 | 90       |

# ÍNDICE DE TABELAS

| Tabela 3.1: Produção mundial de juta, kenat e outras da mesma família  | 14   |
|--|--|
| Tabela 3.2: Propriedades mecânicas e densidade da fibra de juta  | 17   |
| Tabela 3.3: AMF e frações em massa dos constituíntes da fibra de juta  | 18   |
| Tabela 3.4: Classes da fibra de sisal beneficiada  | 21   |
| Tabela 3.5: Classes de fibra de sisal bruta  | 21   |
| Tabela 3.6: Propriedades mecânicas e densidade da fibra de sisal   | 21   |
| Tabela 3.7: AMF e frações em massa dos constituíntes da fibra de sisal   | 22   |
| Tabela 3.8: Resumo das propriedades da juta e do sisal   | 22   |
| Tabela 4.1: Picos de difração da Celulose I e Celulose II  | 27   |
| Tabela 5.1: Propriedades da resina Polydyne 4004   | 33   |
| Tabela 6.1: Concentrações das soluções de NaOH   | 34   |
| Tabela 6.2: Condições de ensaio de tração e dimensões dos corpos de prova  | 41   |
| Tabela 6.3: Dimensões do corpo de prova para ensaio de flexão em três p  | ontos  |
| sugeridos  | 42   |
| Tabela 7.1: Parafusos, arruelas e porcas utilizados no quadro  | 45   |
| Tabela 7.2: Barras roscadas, parafusos e porcas utilizados na montagem dos cilir   | ndros.   |
|  | 47   |
|  |  |
| Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizado  | os na  |
| Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizadomontagem do molde   | os na<br>48  |
| Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizadomontagem do moldeTabela 8.1: Espécies químicas observadas por ATR-FTIR  | os na<br>48<br>56  |
| Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizadomontagem do moldeTabela 8.1: Espécies químicas observadas por ATR-FTIRTabela 8.2: Índice de cristalinidade da celulose na fibra de juta   | os na<br>48<br>56<br>66  |
| Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizadomontagem do moldeTabela 8.1: Espécies químicas observadas por ATR-FTIRTabela 8.2: Índice de cristalinidade da celulose na fibra de jutaTabela 8.3: Índices de cristalinidade da celulose na fibra de sisal  | os na<br>48<br>56<br>66<br>68  |
| <ul> <li>Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizado montagem do molde</li> <li>Tabela 8.1: Espécies químicas observadas por ATR-FTIR</li> <li>Tabela 8.2: Índice de cristalinidade da celulose na fibra de juta</li> <li>Tabela 8.3: Índices de cristalinidade da celulose na fibra de sisal</li> <li>Tabela 8.4: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de juta</li> </ul>  | os na<br>48<br>56<br>66<br>68<br>72  |
| <ul> <li>Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizado montagem do molde</li> <li>Tabela 8.1: Espécies químicas observadas por ATR-FTIR</li> <li>Tabela 8.2: Índice de cristalinidade da celulose na fibra de juta</li> <li>Tabela 8.3: Índices de cristalinidade da celulose na fibra de sisal</li> <li>Tabela 8.4: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de juta</li> <li>Tabela 8.5: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de sisal</li> </ul>  | os na<br>48<br>56<br>66<br>68<br>72<br>72  |
| <ul> <li>Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizado montagem do molde</li> <li>Tabela 8.1: Espécies químicas observadas por ATR-FTIR</li> <li>Tabela 8.2: Índice de cristalinidade da celulose na fibra de juta</li> <li>Tabela 8.3: Índices de cristalinidade da celulose na fibra de sisal</li> <li>Tabela 8.4: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de juta</li> <li>Tabela 8.5: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de sisal</li> <li>Tabela 8.6: Densidades médias e frações de fibras médias dos compósitos de</li> </ul>  | os na<br>48<br>56<br>66<br>68<br>72<br>72<br>e juta  |
| <ul> <li>Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizado montagem do molde</li> <li>Tabela 8.1: Espécies químicas observadas por ATR-FTIR</li> <li>Tabela 8.2: Índice de cristalinidade da celulose na fibra de juta</li> <li>Tabela 8.3: Índices de cristalinidade da celulose na fibra de sisal</li> <li>Tabela 8.4: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de juta</li> <li>Tabela 8.5: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de sisal</li> <li>Tabela 8.6: Densidades médias e frações de fibras médias dos compósitos de para os diferentes tratamentos</li> </ul>   | os na<br>48<br>66<br>68<br>72<br>72<br>e juta<br>75  |
| <ul> <li>Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizado montagem do molde</li> <li>Tabela 8.1: Espécies químicas observadas por ATR-FTIR</li> <li>Tabela 8.2: Índice de cristalinidade da celulose na fibra de juta</li> <li>Tabela 8.3: Índices de cristalinidade da celulose na fibra de sisal</li> <li>Tabela 8.4: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de juta</li> <li>Tabela 8.5: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de sisal</li> <li>Tabela 8.6: Densidades médias e frações de fibras médias dos compósitos de para os diferentes tratamentos</li> <li>Tabela 8.7: Densidades médias e frações de fibras médias dos compósitos de</li> </ul>                               | os na<br>48<br>56<br>66<br>68<br>72<br>e juta<br>75<br>sisal   |
| <ul> <li>Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizado montagem do molde</li> <li>Tabela 8.1: Espécies químicas observadas por ATR-FTIR</li> <li>Tabela 8.2: Índice de cristalinidade da celulose na fibra de juta</li> <li>Tabela 8.3: Índices de cristalinidade da celulose na fibra de sisal</li> <li>Tabela 8.4: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de juta</li> <li>Tabela 8.5: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de sisal</li> <li>Tabela 8.6: Densidades médias e frações de fibras médias dos compósitos de para os diferentes tratamentos</li> <li>Tabela 8.7: Densidades médias e frações de fibras médias dos compósitos de para os diferentes tratamentos</li></ul> | os na<br>48<br>56<br>66<br>68<br>72<br>e juta<br>75<br>s sisal<br>75                                 |
| <ul> <li>Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizado montagem do molde</li> <li>Tabela 8.1: Espécies químicas observadas por ATR-FTIR</li> <li>Tabela 8.2: Índice de cristalinidade da celulose na fibra de juta</li> <li>Tabela 8.3: Índices de cristalinidade da celulose na fibra de sisal</li> <li>Tabela 8.4: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de juta</li> <li>Tabela 8.5: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de sisal</li> <li>Tabela 8.6: Densidades médias e frações de fibras médias dos compósitos de para os diferentes tratamentos</li> <li>Tabela 8.7: Densidades médias e frações de fibras médias dos compósitos de para os diferentes tratamentos</li></ul> | os na<br>48<br>56<br>66<br>68<br>72<br>e juta<br>75<br>e sisal<br>75<br>adrão.                       |
| <ul> <li>Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizado montagem do molde</li> <li>Tabela 8.1: Espécies químicas observadas por ATR-FTIR</li></ul>  | os na<br>48<br>56<br>66<br>68<br>72<br>e juta<br>75<br>sisal<br>75<br>adrão.<br>76                   |
| <ul> <li>Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizada montagem do molde</li></ul>   | os na<br>48<br>56<br>66<br>68<br>72<br>e juta<br>75<br>e sisal<br>75<br>adrão.<br>76<br>adrão.       |
| Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizado         montagem do molde  | os na<br>48<br>66<br>66<br>68<br>72<br>e juta<br>75<br>e sisal<br>75<br>adrão.<br>76<br>adrão.<br>77 |
| Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizado         montagem do molde  | os na<br>48<br>56<br>66<br>68<br>72<br>e juta<br>75<br>adrão.<br>76<br>adrão.<br>77<br>e juta        |

| Tabela 8.11: F | Resultados dos | s ensaios   | de flexão | em três | s pontos o | dos c | ompósitos | de s | sisal |
|----------------|----------------|-------------|-----------|---------|------------|-------|-----------|------|-------|
| para os difere | ntes tratamen  | tos das fib | oras      |         |            |       |           |      | 85    |

### 1. INTRODUÇÃO

Os compósitos são materiais empregados nas mais avançadas tecnologias da atualidade para atender a requisitos inatingíveis para os materiais chamados de "tradicionais" como os metais, cerâmicos e polímeros. Os setores aeroespacial e aeronáutico são sem dúvida os que aderiram mais rapidamente aos compósitos devido à possibilidade de obter materiais com elevados módulo de elasticidade e resistência mecânica com baixo peso. Estas mesmas características levaram a indústria naval e de artigos esportivos a terem aplicações significativas de compósitos. No setor automobilístico o uso de compósitos está em franca expansão assim como na construção civil.

Apesar de serem materiais de alta tecnologia, os compósitos surgiram há milhares de anos. Como exemplo, podemos citar os egípcios, que há 3000 mil anos utilizavam palha como fase de reforço em uma matriz de argila (BLEDZKI *et al.*, 2002). Com desenvolvimento de novos materiais, as fibras naturais perderam importância e foram substituídas pelas sintéticas como o vidro, carbono e aramida.

A fibra de vidro é a fase de reforço mais utilizada nos compósitos de matriz polimérica, principalmente devido ao seu baixo custo e boas propriedades mecânicas. As fibras de Carbono, Aramida e Boro são fibras com propriedades especiais e com custo mais elevado, ficando restritas a aplicações específicas. As fibras naturais são em geral de menor custo e podem ser de origem animal, vegetal ou mineral. A Figura 1.1 apresenta os tipos de fibras existentes de acordo com sua origem.



Figura 1.1: Tipos de fibra de acordo com sua origem. (Adaptado de (BLEDZKI *et al.*,2002)

As fibras naturais de origem vegetal possuem grande diversidade, sendo extraídas de diversas plantas adaptadas a diferentes climas, o que torna viável sua

produção a nível mundial. No Brasil existem diversas fibras naturais entre elas: algodão, curauá, coco, juta, piaçava e sisal.

O uso de fibras naturais como fase de reforço em matrizes poliméricas apresentou crescimento nos últimos anos. A indústria automotiva já utiliza fibras naturais em forrações internas e tampas de porta-malas. A indústria de móveis utiliza o Medium Density Fiberboard (MDF), um aglutinado de fibras de madeira e em uma matriz polimérica, e a madeira plástica, um aglutinado de serragem de madeira em uma matriz termoplástica.

As fibras naturais existem no Brasil com grande disponibilidade e baixo custo. Outro ponto importante é a possibilidade de se obter fibras longas e orientadas permitindo maior reforço e controle das propriedades mecânicas. Estas características trazem, portanto, para as fibras naturais um grande potencial para sua utilização como reforço em matrizes poliméricas.

Este trabalho teve como objetivo produzir laminados utilizando fibras de juta e sisal como reforço em uma matriz de poliéster. As pesquisa foram voltadas para:

- Tratamento das fibras;
- Processo de fabricação dos compósitos.

Durante este trabalho, foram elaborados os procedimentos de tratamento das fibras e fabricação dos compósitos. Os processos foram selecionados buscando a viabilidade de aplicação em escala industrial e a redução do custo final do produto.

A partir dos compósitos produzidos, foram efetuados os ensaios necessários para a caracterização do material. O conhecimento das propriedades físicas e mecânicas do material é essencial para a sua produção em escala industrial e para a sua utilização.

### 2. FIBRAS NATURAIS DE ORIGEM VEGETAL

As fibras naturais de origem vegetal são as paredes celulares dos caules e folhas. As fibras são formadas por celulose, hemicelulose, lignina, lipídeos e minerais (AKIN, 2010). Estas fibras são por si só um compósito natural formado por uma matriz de hemicelulose e a celulose como fase de reforço. As características destes componentes e suas influências nas propriedades das fibras serão descritas a seguir.

### 2.1. Celulose

A celulose é um polímero sindiotático formado por β-1,4 Glicose. A união de duas glucoses pelos carbonos 1 e 4 forma o dímero celobiose que é na verdade a unidade básica de repetição da celulose, como pode ser visto na Figura 2.1. Por ser um polímero polidisperso, a celulose apresenta diferentes comprimentos de cadeia. Apesar de geralmente apresentar distribuição normais de comprimentos de cadeia, já foram observadas distribuições bimodais. A polidispersão é geralmente determinada por técnicas convencionais em polímeros como a viscosimetria. A celulose possui um elevado grau de polimerização, podendo chegar a 1200 (KLEMM *et al.*, 1998).



Nos vegetais, a celulose é encontrada com uma parte cristalina e outra amorfa. A parte cristalina tem duas fases: Celulose I e Celulose II; sendo a primeira encontrada em maior quantidade. A celulose I apresenta conformação t-g (trans-gauche), enquanto a celulose II é g-t (gauche-trans) ou uma mistura de t-g e g-t. A presença de átomos de Hidrogênio e Oxigênio na celulose possibilita a formação de ligações de Hidrogênio intermoleculares, como pode ser visto na Figura 2.2 (KLEMM *et al.*, 1998).



Figura 2.2: Ligações de Hidrogênio na celulose I e celulose II. (Adaptado de KLEMM *et al.*, 1998)

### 2.2. Hemicelulose

A hemicelulose é composta por um grupo de diversos polissacarídeos cuja composição e estrutura variam de acordo com sua origem. Estes polissacarídeos têm como monômeros a glicose, manose, galactose, arabinose e xilose. A hemicelulose não é um tipo de celulose, diferenciando-se em três aspectos importantes. Primeiramente, a hemicelulose é constituída por diferentes monossacarídeos, enquanto a celulose por apenas um, a glicose. Além disso, a hemicelulose apresenta muitas ramificações, já a celulose é uma cadeia linear. Por fim, a celulose apresenta grau de polimerização de 10 a 100 vezes maior do que a hemicelulose (THOMAS *et al.*, 2011).

### 2.3. Lignina

A lignina é um polímero termoplástico totalmente amorfo formado por um ou mais alcoóis aromáticos, sendo eles o coumaril, coniferil e sinapil. As diferenças na composição da lignina afetam principalmente a sua degradabilidade (AKIN, 2010). A temperatura de transição vítrea da lignina é de 90°C e a temperatura de fusão é de 170°C (THOMAS *et al.*, 2011).

A lignina é o segundo constituinte mais abundante dos vegetais, sendo responsável pela resistência mecânica, rigidez e proteção contra microrganismos. A hemicelulose e a celulose formam ligações covalentes com a lignina, dando origem a estrutura da parede celular.

#### 2.4. Pectina

A Pectina é um polissacarídeo formado por ácido galacturônico, ramnose e galactose, assemelhando-se a hemicelulose. A pectina aparece geralmente em pequenas quantidades nos vegetais. Entretanto, ela está situada em locais estratégicos, como entre os tecidos e as fibras (AKIN, 2010). A pectina tem um papel importante, pois é responsável pela flexibilidade dos vegetais (THOMAS *et al.*, 2011).

#### 2.5. Lipídeos

Os lipídeos são hidrocarbonetos insolúveis em água com diversas funções nos vegetais. Uma de suas principais funções é o armazenamento de energia, além de participar de diferentes processos biológicos nos vegetais. Outro fator importante é que os lipídeos servem de barreira entre as células e o meio externo, impedindo a perda de água e o ataque de microrganismos. O percentual de lipídeos nos vegetais é geralmente pequeno se comparado com os dos demais constituintes (THOMAS *et al.*, 2011).

### 2.6. Minerais

O teor de minerais nos vegetais é pequeno, não ultrapassa de 2% na maioria dos casos. Quando ocorre a queima de um vegetal, são os minerais que dão origem às cinzas. Eles não tem influências significativas nas propriedades mecânicas das fibras (THOMAS *et al.*, 2011).

### 2.7. Estrutura das fibras naturais

A estrutura das fibras naturais é muito complexa e variada, devido a diversos fatores como: a idade, as condições climáticas, do solo, espécie e outros. Como dito anteriormente, a fibra natural é um compósito contendo a matriz de hemicelulose e celulose como reforço.

As moléculas de celulose são longas e de elevada resistência mecânica, sendo portanto, a fase de reforço. As cadeias de celulose se alinham formando as microfibrilas que são feixes longos e finos. As microfibrilas estão imersas em uma matriz de hemicelulose, pectina e/ou lignina constituindo assim, o compósito natural (Figura 2.3). Quando agrupadas, as microfibrilas são chamadas de fibrilas e formam as camadas da parede celular, em uma estrutura similar a apresentada na Figura 2.4(THOMAS *et al.*, 2011).



Figura 2.4: Estrutura da celulose. (Adaptado de THOMAS *et al.*, 2011)

As microfibrilas encontram-se enroladas na parede celular da fibra. O ângulo de enrolamento em relação ao eixo da fibra é conhecido como Ângulo Microfibrilar (AMF) e tem grande influência nas propriedades mecânicas da fibra.

A parede celular é formada por várias camadas com arranjos específicos para cada espécie vegetal. A região central da fibra, o lúmen, é a parte viva da célula que se torna vazia quando a fibra é extraída, resultando em uma fibra oca. Esta característica é muito interessante do ponto de vista de isolamento térmico e acústico, além de resultar na redução de peso do material. Na Figura 2.5, os lúmens da fibra de sisal podem ser vistos em branco.



Figura 2.5: Lúmens na fibra de Sisal.

A primeira camada é conhecida como parede celular primária e apresenta características semelhantes em todas as espécies. Nesta camada, as microfibrilas não têm uma orientação bem definida e, por este motivo, a parede celular primária não tem muita influência nas propriedades mecânicas da fibra.

Os vegetais monocotiledôneos, como o sisal e o bambu têm fibras que continuam vivas durante toda a vida da planta. Estes vegetais possuem uma parede celular secundária composta por diversas camadas que são depositadas gradativamente com o envelhecimento da planta. Estas camadas apresentam AMFs diferentes.

As dicotiledôneas, como a juta e o cânhamo, têm fibras com uma vida longa, mas não necessariamente igual ao tempo de vida do vegetal. A parede celular secundária também é formada por várias camadas. Porém, diferentemente das monocotiledôneas, suas camadas apresentam AMFs semelhantes e, na maioria dos casos, inferiores a 10°. O número de camadas aumenta com o envelhecimento da planta até o desaparecimento quase por completo do lúmen (EDER e BURGERT, 2010). A Figura 2.6 ilustra a estrutura e as diferenças das paredes celulares secundárias das monocotiledôneas e dicotiledôneas.



Figura 2.6: Estrutura da parede celular e AMF de: a) monocotiledônea e b) dicotiledônea. (EDER e BURGERT, 2010)

O AMF tem grande influência nas propriedades mecânicas da fibra. Quanto menor o ângulo, maior o módulo de elasticidade e a resistência à tração. Isto é coerente, pois, em ângulos menores, o carregamento está mais alinhado com a cadeia polimérica da celulose. Nestes casos, ocorre fratura frágil com pequena deformação da fibra. Com o aumento do ângulo, a fibra passa a sofrer deformação plástica. Para ângulos muito elevados, ocorre o cisalhamento da matriz com as microfibrilas escorregando entre si, como pode ser visto na Figura 2.7 (EDER e BURGERT, 2010).



Figura 2.7: Esquema gráfico tensão x deformação para diferentes AMF (Adaptado de EDER e BURGERT, 2010).

### 2.8. Exemplos de fibras

A diversidade de fibras existentes é muito grande, permitindo uma escolha que melhor se adeque à aplicação. Serão apresentadas a seguir as propriedades

mecânicas das principais fibras utilizadas atualmente. Os módulos de elasticidade são mostrados na Figura 2.8.



O cânhamo se destaca com um módulo de elasticidade até mesmo superior ao da fibra de vidro tipo E. O linho e a juta têm os módulos mais altos após o cânhamo, enquanto que a fibra de côco tem módulo de apenas 5 GPa.

A resistência à tração de todas as fibras naturais é consideravelmente inferior a da fibra de vidro. Sisal, juta, cânhamo e linho apresentam as maiores resistência à tração, superando 500 MPa como pode ser visto na Figura 2.9.



As deformações em ruptura das fibras naturais ficam em torno de 3% com exceção do algodão que chega a 8%. A juta e o linho, no entanto apresentam valores menores de deformação, 1,6% e 2%, respectivamente. Na Figura 2.10 podem ser vistas as deformações de ruptura em tração das fibras e na linha tracejada a deformação em ruptura típica de uma resina de poliéster.



(MARINELLI *et al.*, 2008, FARUK *et al.*, 2008, )

### 2.9. Seleção das fibras

A seleção das fibras para utilização como matéria-prima neste trabalho levou em consideração os fatores listados abaixo:

- Disponibilidade no mercado;
- Custo;
- Propriedades mecânicas;

### a. Disponibilidade no mercado

Todas as fibras citadas anteriormente estão disponíveis no mercado brasileiro, com exceção do cânhamo. Esta fibra tem a comercialização proibida no Brasil, pois a planta que lhe dá origem, a *Canabis sativa,* também origina a maconha. Um importante ponto a ressaltar é que a fibra de cânhamo tem concentrações inofensivas de THC (tetraidrocanabiol), a substância alucinógena da maconha, e que sua produção industrial foi regulamentada na Europa no ano de 1998 (ABREU, 2009).

Se for considerada a disponibilidade no mercado, o sisal é o principal candidato, uma vez que o Brasil detém aproximadamente 60% da vasta produção mundial desta fibra (ANANDJIWALA e JOHN, 2010).

As cascas de côco representam um problema ambiental devido aos grandes volumes gerados no Brasil. Por este motivo, estas fibras têm grande disponibilidade, além de sua utilização ser uma destinação para este resíduo.

Apesar de serem produzidos em larga escala, o linho e o algodão têm sua produção destinada principalmente à indústria têxtil. A juta é produzida na região Norte, sendo destinada à fabricação de sacas de café e cordas.

Considerando a disponibilidade no mercado, as fibras de côco e sisal são as mais adequadas para utilização no Brasil. As demais fibras, com exceção do cânhamo,

também estão disponíveis no mercado nacional, porém em quantidades um pouco menores ou já tem sua produção destinada a outras aplicações.

#### b. Custo

As fibras naturais têm, em geral, baixo custo, porém, algumas se destacam. O sisal devido à grande produção em território nacional. A fibra de côco, pois este é um resíduo abundante para o qual ainda carece de destinação adequada. As fibras de algodão e linho apresentam geralmente custo superior.

A utilização de fibras de côco e sisal é, portanto, a mais adequada considerando o custo. A juta também apresenta preços acessíveis no mercado.

#### c. Propriedades mecânicas

A juta e o sisal têm os maiores módulos de elasticidade e resistência à tração após o cânhamo e o linho que seriam, portanto, as melhores opções.

A deformação em ruptura tem grande importância, pois caso ela seja maior do que da resina poliéster a fratura ocorrerá na matriz sem que seja atingida a tensão máxima na fibra. Na Figura 2.11, podem ser observadas as três situações possíveis: deformação em ruptura da fibra menor do que a da matriz, igual e maior. Quando a deformação na fibra é menor, a fratura começa pela ruptura das fibras, antes da matriz ser carregada até seu limite. No caso da deformação da fibra ser maior, a fratura ocorre inicialmente na resina, sem que a fibra tenha sido carregada até seu limite. Quando as duas deformações são iguais, a fratura do compósito se inicia simultaneamente na fibra e na matriz, pois ambas estão carregadas nos seus respectivos limites. Esta última situação é a ideal do ponto de vista da micromecânica de compósitos (NETO e PARDINI, 2006).

Todas as fibras, com exceção do algodão, têm deformações em ruptura próximas à do poliéster, sendo, portanto, adequadas para uso como fase de reforço em um compósito.



Figura 2.11: Gráfico tensão x deformação das fibras e resina em um compósito.

#### d. As fibras selecionadas

A partir do módulo de elasticidade e resistência à tração, o cânhamo e o linho seriam as melhores escolhas. No entanto, o cânhamo não pode ser comercializado no Brasil e o linho tem um custo em geral mais elevado do que as demais fibras.

Em seguida, as fibras com maiores módulos de elasticidade e resistências à tração, além de deformação na ruptura próxima à do poliéster, são a juta e o sisal. Estas fibras também estão disponíveis no mercado nacional e com baixo custo. A juta e o sisal por atenderem a todos os requisitos foram as fibras escolhidas para este trabalho.

## 3. COMPÓSITO DE FIBRA NATURAL E MATRIZ POLIMÉRICA

Neste capítulo serão descritas as matérias-primas que foram selecionadas para a fabricação dos compósitos. Como fase de reforço foram utilizadas as fibras de juta e sisal, a matriz polimérica selecionado foi um poliéster insaturado ortoftálico.

### 3.1. Juta

A juta *Corchorus capsularis* é uma planta originária da Índia, sendo cultivada em climas com elevada umidade. A Juta tem comprimento entre 3 m e 4 m e o diâmetro do caule de 3 cm, como pode ser visto na Figura 3.1. Uma outra espécie cultivada no Brasil é a Malva, espécie próxima à Juta e com características muito parecidas, sendo, por isso, comumente comercializada como Juta (TOLEDO, 2010).



Figura 3.1: Cultivo de juta na região Norte do Brasil. (TOLEDO, 2010).

A produção de Juta no mundo é mais elevada nos países asiáticos (RAHMAN, 2010), como pode ser visto na Tabela 3.1. A produção no Brasil tem expectativa de crescimento para os próximos anos com o aumento da importância da fibra de Juta no mercado (TOLEDO, 2010).

| (RAHMAN, 2010)     |                            |  |  |  |
|--------------------|----------------------------|--|--|--|
| País               | Produção 2007/2008 (1000t) |  |  |  |
| Índia              | 1872                       |  |  |  |
| Bangladesh         | 1237                       |  |  |  |
| China              | 86                         |  |  |  |
| Myanmar            | 40                         |  |  |  |
| Tailândia          | 36                         |  |  |  |
| Nepal              | 17                         |  |  |  |
| Vietnam            | 10                         |  |  |  |
| Brasil *Safra 2009 | 8                          |  |  |  |
| Mundo              | 2994                       |  |  |  |
|                    |                            |  |  |  |

| Tabela 3.1: Produção mundial de juta, kenaf e outras da |
|---|
| mesma família.  |
| (RAHMAN 2010)   |

A principal destinação da fibra de Juta é a produção de sacos para estocagem de café e batata, pois é capaz de controlar a umidade desses produtos devido a seu caráter higroscópico. Outras aplicações são a fabricação de cordas, carpetes e produtos de artesanato (TOLEDO, 2010).

### 3.1.1. Agricultura

O cultivo da juta ocorre na região Norte do país em regiões próximas a grandes rios e que podem ser inundadas nos períodos de cheia. O cultivo feito de forma majoritariamente manual começa entre o final de julho e setembro, após o período de cheia dos rios. Neste começo, é feita a semeadura ainda com a terra molhada ou em lama. No final de dezembro, (cerca de seis meses) tem-se início a colheita da juta. A malva tem um ciclo de cultivo mais longo, sendo colhida a aproximadamente oito meses da semeadura. Geralmente há o cultivo de juta e malva conjugado, pois a juta permite um retorno financeiro mais rápido em contrapartida a malva tem maior rendimento (TOLEDO, 2010).

O cultivo da juta dispensa a adubação e o uso de produtos químicos com exceção de inseticidas contra lagartas utilizados por poucos agricultores. Estas características reduzem o impacto ambiental na produção destas fibras (TOLEDO, 2010).

### 3.1.2. Extração das fibras

A extração e separação das fibras do caule são realizadas através da dissolução e decomposição da pectina, lipídeos e polissacarídeos através de um processo chamado de maceração. Este processo tem grande influência na qualidade das fibras e, consequentemente, no seu valor comercial (TOLEDO, 2010).

A maceração química faz uso de substâncias químicas para a separação das fibras. Este processo no entanto tem um custo mais elevado não sendo utilizado pelos produtores. A maceração biológica é feita por microrganismos e enzimas que consomem os polissacarídeos, separando as fibras (TOLEDO, 2010).

#### a. Maceração biológica

A maceração biológica é feita logo após a colheita da juta. Nela os caules são agrupados e submersos nos próprios rios ou lagos onde foram cultivadas. Dispostos lado a lado começa a proliferação de bactérias aeróbicas em seu entorno. Estas bactérias consomem o oxigênio localmente, criando um ambiente propício à proliferação de bactérias anaeróbicas (RAHMAN, 2010).

O processo de maceração ocorre em sua maior parte pela atividade das bactérias anaeróbicas que consomem os polissacarídeos presentes no caule. Diversos subprodutos destas reações de decomposição como ácidos orgânicos, acetona, alcoóis e gases são liberados no meio. Estes subprodutos, no entanto, não apresentam riscos ambientais (RAHMAN, 2010).

Os principais fatores que afetam a maceração são a qualidade da água, a temperatura, o pH e a idade da juta. A temperatura tem grande efeito no tempo, quanto mais elevada mais rápida a ação das bactérias e menor o tempo de maceração. O processo ocorre em cerca de quatro dias para a malva e até doze para a juta. A verificação deve ser feita manualmente pressionando o caule entre os dedos. Quando a maceração está no ponto correto, as fibras saltam sem grande esforço. Se a extração das fibras for realizada antes do tempo, elas se desprendem com dificuldade e se degradam devido ao esforço. Se passar do tempo, as bactérias começam a consumir também a celulose, degradando as fibras (RAHMAN, 2010).

Após o fim do processo de maceração, as fibras são lavadas em água e estendidas ao sol para secagem natural, como pode ser visto na Figura 3.2.



Figura 3.2: Secagem ao sol da fibra de juta. (TOLEDO, 2010)

### 3.1.3. Classificação das fibras

A classificação das fibras é feita de acordo com os seguintes fatores:

- Cor
- Comprimento das fibras
- Espessura dos feixes
- Brilho
- Resistência
- Limpeza
- Defeitos
- Quantidade de raízes

Em países como Índia e Bangladesh, existem classificações segundo normas (RAHMAN, 2010). No entanto, o Brasil ainda não possui normas semelhantes.

### 3.1.4. Processamento das fibras

Após a extração, a fibra de juta passa por uma série de transformações antes da fiação que ainda é o principal subproduto. Serão descritas a seguir as etapas até a cardagem da juta.

Primeiramente, há a seleção na qual são avaliados defeitos e a coloração das fibras. Em seguida, a fibra é batida para que possa ser separada dos fardos. Após a separação, a fibra é amaciada com água e lubrificada com um óleo específico para reduzir o atrito entre as fibras durante o processamento. As fibras são então empilhadas durante um período de 48 a 72 horas e as raízes cortadas antes da cardagem (RAHMAN, 2010).

As fibras desorganizadas passam pela carda onde ocorre a remoção de impurezas, quebra dos nós entre as fibras e alinhamento das fibras. A carda é um equipamento constituído de uma série de cilindros com pinos que se prendem as fibras e as puxam aumentando o grau de paralelismo. A Figura 3.3 apresenta o esquema de funcionamento de uma carda (RAHMAN, 2010).



dura 3.3: Esquema de funcionamento de uma card Adaptado de(RAHMAN, 2010).

A cardagem da juta ocorre em duas etapas. Durante a primeira etapa ocorre a quebra dos nós entre as fibras. Na segunda etapa os cilindros tem uma distribuição de pinos mais fina e resultam num aumento do grau de cardagem, melhor limpeza das fibras e maior uniformidade da fita cardada (RAHMAN, 2010).

### 3.1.5. Propriedades mecânicas e constituintes das fibras

As propriedades mecânicas e físicas da fibra de juta existentes na bibliografia serão utilizadas como referência neste trabalho. Ressalta-se que por se tratar de uma matéria-prima natural, ocorrem variações nas propriedades apresentadas na Tabela 3.2.

| (RAHMAN, 2010)                 |            |  |  |  |
|--------------------------------|------------|--|--|--|
| Densidade (g/cm <sup>3</sup> ) | 1,48       |  |  |  |
| E (GPa)                        | 8,6 – 17,4 |  |  |  |
| σ <sub>R</sub> (MPa)           | 393 - 773  |  |  |  |
| ε <sub>R</sub> (%)             | 0,8 – 1,8  |  |  |  |

#### Tabela 3.2: Propriedades mecânicas e densidade da fibra de juta. (RAHMAN, 2010)

O AMF e as frações dos constituintes da fibra de juta estão listados na Tabela 3.3.

| (BLEDZKI et al.,2002) |         |  |  |
|-----------------------|---------|--|--|
| AMF (°)               | 8       |  |  |
| Celulose (%)          | 58 - 63 |  |  |
| Lignina (%)           | 12 - 15 |  |  |
| Hemicelulose (%)      | 20 - 24 |  |  |
| Minerais (%)          | < 2     |  |  |

#### Tabela 3.3: AMF e frações em massa dos constituíntes da fibra de juta. (BLEDZKL et al. 2002)

### 3.2. Sisal

A *Agave sisalana* é uma planta originária da América Central, cultivada geralmente em climas tropicais e subtropicais por suportar longos períodos sem chuva. No Brasil, a maior parte da produção de sisal está na região semiárida do Nordeste. A planta apresenta folhas rígidas com comprimento em torno de 1,20m de onde são extraídas as fibras como pode ser visto na Figura 3.4.



Figura 3.4: Sisal em plantação. (WIKIPEDIA, 2012)

O Brasil é o maior produtor de Sisal do mundo contribuindo com 58% da produção total como pode ser visto na Figura 3.5. A Bahia é o estado com maior produção representando 95% da produção brasileira. Aproximadamente 80% da produção brasileira é exportada, sendo os principais mercados os Estados Unidos, China, México e Portugal (ANANDJIWALA e JOHN, 2010).



### 3.2.1. Agricultura

O sisal tem um ciclo de vida entre 8 e 10 anos cuja primeira colheita ocorre após 3 anos com uma produção de aproximadamente 30 folhas por ano. Existe também uma espécie híbrida que tem a primeira colheita após 4 anos e produz de 50 a 70 folhas por ano. Apesar de existirem diversas maneiras, o cultivo é na maior parte das vezes organizado em fileiras com espaçamento de 2m e 1m entre as plantas, totalizando 5000 plantas por hectare. A colheita é feita cortando-se as folhas próximo à roseta. Deve-se deixar cerca de dez folhas remanescentes na planta (SILVA E COUTINHO, 2006).

#### 3.2.2. Extração das fibras

O desfibramento acontece com auxílio de uma máquina conhecida como "Paraibana" que consiste em um conjunto de rotores responsável pela raspagem mecânica. Este equipamento exige esforço do operador, além de representar um grande risco de mutilação. Existem alternativas um pouco melhores que, no entanto, só são utilizadas pelos grandes produtores (SILVA E COUTINHO, 2006).

#### 3.2.3. Processamento das fibras

A fibra de sisal tem um processamento bastante simples em comparação à juta. Após a extração as fibras são lavadas em água limpa, ficando imersas por 8 a 12 horas para a extração da mucilagem péctica e da seiva clorofílica aderidas às fibras. A secagem das fibras ocorre ao sol por 8 a 10 horas. Posteriormente, as fibras são amarradas em pequenos feixes sem que sejam dobradas (SILVA E COUTINHO, 2006).

A limpeza ocorre com o batimento ou penteamento para a eliminação de pó, tecido parenquimatoso e fibras de pequeno comprimento aumentando o brilho, a

maciez e, consequentemente, o valor das fibras. No entanto, esta etapa não é sempre efetuada uma vez que muitas vezes o produto é comercializado na forma bruta (SILVA E COUTINHO, 2006).

O enfardamento ocorre com o auxílio de prensas que compactam as fibras em fardos de aproximadamente 150x50x70 cm e 250 kg. Posteriormente, o fardo é envolto por um tecido com informações de safra, lote, classe, tipo, peso, origem e data de prensagem. Os fardos devem ser armazenados com empilhamento máximo de 2,4 m e com boa ventilação. O galpão deve ter um cuidado especial devido ao perigo de incêndio (SILVA E COUTINHO, 2006).

### 3.2.4. Classificação das fibras

### a. Morfológica

As fibras de sisal são classificadas em três tipos: mecânicas, fita e xilema (Ll *et al.*, 2000). As fibras mecânicas estão localizadas na superfície da folha. As fibras de fita se encontram em uma linha média na folha, próxima aos tecidos de condução. As do xilema estão associadas às fibras de fita.

Estas fibras apresentam diferentes formatos, conforme apresenta o desenho esquemático do corte transversal das fibras na Figura 3.6. A fibra mecânica tem a forma aproximada de uma elipse, a de fita se assemelha a um círculo incompleto e a do xilema é alongada e com uma divisão no meio.



Figura 3.6: Tipos de fibra de sisal: a) mecânica, b) fita e c) xilema.

### b. Comercial

As fibras de sisal beneficiadas são classificadas de acordo com a classe (comprimento) e tipo (qualidade) pela a Portaria nº 71 de 16 de Março de 1993, como pode ser visto na Tabela 3.4.

| Classe | Comprimento da fibra<br>(cm) |  |
|--------|------------------------------|--|
| Longa  | L > 90                       |  |
| Média  | 71 < L < 90                  |  |
| Curta  | 60 < L < 70                  |  |

Tabela 3.4: Classes da fibra de sisal beneficiada.

Por esta mesma portaria existem quatro tipos de fibras que são: Tipo superior, Tipo 1, Tipo 2 e Tipo 3, em ordem decrescente de qualidade. Cada tipo tem suas características específicas determinadas detalhadamente na portaria.

As fibras brutas são classificadas de acordo com classe e tipo por uma outra Portaria, a de nº 211 de 21 de Abril de 1975. Os tipos são A, de melhor qualidade, e B. As classes estão representadas na Tabela 3.5 (SILVA E COUTINHO, 2006).

| Classe      | Comprimento da Fibra<br>(cm) |  |
|-------------|------------------------------|--|
| Extra-longa | L > 110                      |  |
| Longa       | 90< L < 110                  |  |
| Média       | 71 < L < 90                  |  |
| Curta       | 60 < L < 70                  |  |

Tabela 3.5: Classes de fibra de sisal bruta.

### 3.2.5. Propriedades mecânicas e constituintes das fibras

As propriedades mecânicas e físicas da fibra de sisal apresentam grande variação como toda fibra natural. Estas propriedades, o AMF e as frações dos constituintes da fibra estão listados nas Tabelas 3.6 e 3.7.

| Tabela 3.6: Propriedades mecânicas e |
|--------------------------------------|
| densidade da fibra de sisal.         |
| (SAXENA et al.,2011)                 |

| Densidade (g/cm <sup>3</sup> ) | 1,45       |  |
|--------------------------------|------------|--|
| E (GPa)                        | 9,4 – 15,2 |  |
| σ <sub>R</sub> (MPa)           | 412 - 640  |  |
| ε <sub>R</sub> (%)             | 2,5 - 5,0  |  |

| AMF (°)          | 20  |  |
|------------------|-----|--|
| Celulose (%)     | 66  |  |
| Lignina (%)      | 10  |  |
| Hemicelulose (%) | 12  |  |
| Minerais (%)     | < 1 |  |

#### Tabela 3.7: AMF e frações em massa dos constituíntes da fibra de sisal. (BI EDZKI *et al.* 2002)

### 3.3. Análise comparativa das fibras

A principal diferença entre as fibras de juta e sisal utilizadas neste trabalho é o fato de a juta ser cardada. Isto pode ser uma vantagem, pois o processamento se torna semelhante ao de uma manta ou tecido de fibra de vidro, além de reforçar o compósito em todas as direções, mesmo que não seja de forma homogênea. O sisal, por sua vez, permite a produção de laminados unidirecionais, o que pode ser vantajoso para a produção de lâminas anisotrópicas. As principais características de ambas as fibras estão resumidas na Tabela 3.8.

| SISal.                         |            |            |  |  |
|--------------------------------|------------|------------|--|--|
|                                | Juta       | Sisal      |  |  |
| Densidade (g/cm <sup>3</sup> ) | 1,48       | 1,45       |  |  |
| E (GPa)                        | 8,6 – 17,4 | 9,4 - 15,2 |  |  |
| σ <sub>R</sub> (MPa)           | 393 - 773  | 412 - 640  |  |  |
| ε <sub>R</sub> (%)             | 0,8 – 1,8  | 2,5 – 5,0  |  |  |
| AMF (°)                        | 8          | 20         |  |  |
| Celulose (%)                   | 58 - 63    | 66         |  |  |
| Lignina (%)                    | 12 - 15    | 10         |  |  |
| Hemicelulose (%)               | 20 - 24    | 12         |  |  |
| Unidirecional                  | Não        | Sim        |  |  |

Tabela 3.8: Resumo das propriedades da juta e do

### 3.4. Matriz polimérica

Os polímeros são os principais constituintes das matrizes nos compósitos havendo, no entanto, matrizes cerâmicas e metálicas. Entre os polímeros, os termorrígidos são os mais utilizados, principalmente quando o reforço é feito por fibras longas (NETO e PARDINI, 2006).

As principais matrizes termorrígidas estão listadas a seguir:
- Poliéster;
- Epóxi;
- · Fenólica;
- Poliimida e bismaleimidas.

A matriz selecionada foi um poliéster insaturado ortoftálico devido, principalmente, ao seu custo reduzido e boas propriedades mecânicas. As demais matrizes citadas anteriormente apresentam características especias, porém a um custo mais elevado que não justifica a aplicação prevista para o compósito em desenvolvimento. A seguir será apresentada uma descrição mais detalhada da resina de poliéster.

### 3.4.1. Poliéster

As resinas de poliéster são formadas por uma reação de polimerização entre um biálcool e um biácido, resultando em diversos grupos éster e água. Durante a polimerização, a água deve ser retirada do reator, deslocando o equilíbrio no sentido da formação do éster. A molécula de um poliéster insaturado pode ser vista na Figura 3.7 (NETO e PARDINI, 2006).

OHER1-0-C-R2-C-0-R1

Figura 3.7: Representação esquemática de um monômero de poliéster insaturado.

O processo de cura da resina poliéster ocorre através da adição de um catalisador e um acelerador. O catalisador mais comum é o peróxido de metil-etil-cetona (MEKP) que é uma mistura de peróxidos. Comercialmente, existem MEKPs com diferentes composições, cada uma delas com reatividades diferentes para atender às necessidades de cada aplicação. Os aceleradores naftenato de cobalto e dimetilamina são os mais utilizados com MEKP. A fração em massa de catalisador não passa de 2% enquanto a de acelerador de 0,5%. Quanto maior a quantidade de catalisador e acelerador, menor será o tempo de gel e o tempo de cura do polímero (NETO e PARDINI, 2006).

As resinas de poliéster não são formadas somente por biácidos insaturados, pois as ligações duplas ficariam muito próximas, resultando em uma resina muito frágil. Por este motivo, são adicionados biácidos saturados que atuam como extensores de cadeia, os principais utilizados são o ácido ortoftálico e o ácido isoftálico, seu isômero. As resinas ortoftálicas têm menor custo além de maior rigidez. No entanto, tem menor resistência química, à umidade e é mais frágil do que a isoftálica (NETO e PARDINI, 2006).

O biálcool utilizado na composição do poliéster tem influência na tenacidade e nas propriedades físico-químicas. Quanto maior a cadeia molecular do glicol, maior a tenacidade à fratura. O etilenoglicol e o propilenoglicol são os biálcoois mais utilizados. O primeiro por ter uma estrutura simétrica dá origem a regiões cristalinas e mais rígidas, enquanto que o segundo por apresentar uma cadeia mais longa e assimétrica resulta em maior tenacidade à fratura (NETO e PARDINI, 2006).

As resinas de poliéster são formuladas com misturas desses precursores de maneira a atingir as necessidades de cada aplicação. Justificando, portanto, a existência de uma enorme diversidade de resinas no mercado. A resina mais comum é a ortoftálica, pois tem o menor preço, boas propriedades mecânicas, resistência à umidade e ao calor suficientes para a maior parte das aplicações (NETO e PARDINI, 2006).

# 4. FABRICAÇÃO DE COMPÓSITOS

A fabricação de compósitos de matriz polimérica pode ser realizada por diversos processos que consistem na impregnação da fase de reforço com a matriz e na conformação do compósito antes da cura. Estas duas etapas acontecem na maior parte dos processos de maneira simultânea ao inserir a resina num molde onde as fibras estão posicionadas. Porém, podem acontecer separadamente como no caso do enrolamento filamentar.

As fibras adquiridas pelo transformador estão quase sempre prontas para a fabricação do compósito. Estas fibras já passaram por uma etapa de tratamento superficial, essencial para a boa adesão à matriz polimérica. O tratamento deve ser adequado para cada tipo de fibra e matriz a serem utilizados.

Serão descritos a seguir os principais tratamentos de superfícies e processos de fabricação utilizados atualmente.

#### 4.1. Tratamentos de superfície

O uso de fibras naturais como fase de reforço em matrizes poliméricas requer uma boa adesão fibra/matriz. Este fato, no entanto, não ocorre em todos os casos sendo comum a realização de tratamentos de superfície nas fibras. Existem os métodos físicos como o plasma frio, tratamento com descargas elétricas e radiações gama. Os tratamentos químicos são mais os diversificados, podendo ser com soluções alcalinas, permanganatos, ácidos estéricos, silanos, peróxidos, alvejamento e diversos outros (SAXENA *et al.*, 2011).

A seguir, serão descritos os principais tratamentos aplicados em fibras naturais. Neste trabalho, foi realizado apenas o tratamento alcalino devido ao baixo custo, à simplicidade para execução e à geração de um efluente neutro que pode ser descartado diretamente na rede de esgoto.

## 4.1.1. Tratamento alcalino

O tratamento alcalino mais comum é realizado com soluções concentradas de Hidróxido de Sódio (NaOH). Durante este tratamento, a hemicelulose e a lignina são eliminadas parcialmente ou totalmente, resultando no aumento da fração de celulose. Este aumento na fração de celulose é interessante, pois ela é a principal responsável pela resistência mecânica da fibra (KIM e NETRAVALI, 2010).

A remoção da hemicelulose e da lignina faz com que as microfibrilas se desprendam umas das outras, como pode ser visto na Figura 4.1. Como

consequência, há um aumento na área superficial de contato com a matriz polimérica, melhorando a adesão entre a fibra e a matriz (SREEKUMAR *et al.*, 2009). Outra modificação que melhora a adesão é o aumento das irregularidades na superfície da fibra, devido ao melhor ancoramento mecânico. Em certas situações, são criadas até mesmo cavidades que servem de caminho para a penetração da matriz na fibra vegetal.



Figura 4.1: Imagens de MEV de fibra de sisal: a) sem tratamento e b) após tratamento com NaOH. (SREEKUMAR *et al.*, 2009)

Outro ponto importante é que a solução aquosa de NaOH atua como plastificante na hemicelulose, aumentando a mobilidade das microfibrilas. No caso das fibras estarem tracionadas durante o tratamento, as microfibrilas podem se reorganizar e se alinharem com o eixo da fibra, diminuindo o AMF e, consequentemente, aumentando o módulo de elasticidade e a resistência à tração das fibras (KIM e NETRAVALI, 2010).

O tratamento alcalino quando efetuado em concentrações elevadas e por períodos prolongados, pode levar à transformação total da Celulose I em Celulose II. Este processo ocorre porque, durante o tratamento, a solução de NaOH se solubiliza na celulose amorfa ligando-se a ela, formando a Soda celulose I. Isto leva à transformação gradual da celulose I cristalina em cristalitos de soda celulose I que absorvem mais NaOH e se convertem em soda celulose II. Após a lavagem, as moléculas de NaOH são eliminadas e, durante a secagem, ocorre finalmente a transformação em celulose II. Este processo é denominado de mercerização e é utilizado frequentemente na indústria têxtil. Entretanto, destaca-se que este processo é indesejável no caso de utilização das fibras como fase de reforço em compósitos, pois a celulose II tem menor módulo de elasticidade do que a celulose I (OUDIANI *et al.*,

2011). Os picos de difração destas estruturas cristalinas podem ser vistos na Tabela 4.1.

|                  | 2θ (°)     |             |  |
|------------------|------------|-------------|--|
| Plano cristalino | Celulose I | Celulose II |  |
| 101              | 14         | 11          |  |
| 101              | 16         | 20          |  |
| 002              | 23         | 22          |  |
| 040              | 35         | 37          |  |

Tabela 4.1: Picos de difração da Celulose I e Celulose II.

O tratamento de fibras de *Agave americana*, espécie semelhante ao sisal, em soluções alcalinas com concentrações acima de 2% em volume, a temperatura de 30°C por 1 hora levou ao início da transformação de celulose I em celulose II, resultando na diminuição da resistência a tração das fibras, segundo OUDIANI *et al.* (2011). Ainda neste estudo, as fibras tratadas em soluções com concentrações de até 2% de NaOH apresentaram maior resistência a tração do que as fibras não tratadas.

## 4.1.2. Acetilação

A acetilação da celulose é uma reação que introduz um grupo funcional acetila em substituição de uma hidroxila presente na estrutura da celulose. Esta modificação torna a celulose hidrofóbica, reduzindo sua absorção de água e melhorando a adesão à matriz polimérica (SAXENA *et al.*, 2011).

A acetilação de fibras naturais é feita através da imersão das fibras em uma solução de ácido acético. As condições de temperatura, tempo do tratamento e concentração da solução afetam o grau de acetilação das fibras.

### 4.1.3. Silanização

A silanização é um tratamento de superfície aplicado em larga escala nas fibras de vidro. Os silanos utilizados tem a função de acoplamento, tendo uma parte da molécula que se liga à fibra e outra à matriz.

Durante a silanização, ocorre a hidrólise do silano ao misturá-lo com água. A etapa seguinte é a condensação, na qual é formada a cadeia do silano e seus radicais OH. Estes radicais OH formam ligações de Hidrogênio com os radicais OH presentes na fibra. As ligações de Hidrogênio são responsáveis pela maior adesão na interface fibra/matriz e pela melhora nas propriedades mecânicas do compósito (SAXENA *et al.*, 2011).

#### 4.2. Processos de fabricação

O processo de fabricação escolhido tem grande influência nos laminados compósitos produzidos. Fatores como acabamento, controle dimensional, fração de fibras, limite dimensional e muitos outros dependem do processo escolhido. Serão descritos a seguir os principais processos utilizados industrialmente, com o objetivo de apresentar as vantagens e desvantagens de cada um.

#### 4.2.1. Laminação Manual

Este é o processo mais simples e, portanto, o que permite menor controle sobre as características do produto final. A laminação manual consiste no posicionamento das fibras sobre um molde, em seguida a resina é vertida sobre o molde e espalhada por toda a superfície até que ocorra a impregnação completa das fibras.

A laminação manual utiliza somente um molde permitindo, portanto, o acabamento em somente uma das superfícies. A superfície que não tem contato com o molde tem aspecto rugoso, resultando em uma peça com espessura variável. A variação da espessura torna impossível o controle preciso da fração de fibras e do peso da peça. Outro ponto negativo deste processo é que a qualidade do produto depende diretamente da experiência do trabalhador.

A fabricação por laminação manual é , no entanto, um processo simples de ser aplicado, adequado a séries pequenas e não requer profissionais altamente qualificados. Ela é aplicada em peças onde não haja carregamentos mecânicos elevados e sem grandes responsabilidades envolvidas.

#### 4.2.2. Spray-up

A técnica de *spray-up* é muito semelhante à laminação manual com a diferença da utilização de um equipamento que deposita as fibras, já impregnadas em resina, diretamente no molde. Esse equipamento é uma espécie de pistola que puxa a fibra de um *roving*, corta em pedaços pequenos, impregnando-os e atirando-os contra o molde.

Este processo é mais produtivo do que a laminação manual, porém, apresenta os mesmos problemas decorrentes do acabamento em somente uma das faces e da falta de controle da espessura. Há também a limitação do operador do equipamento que não consegue aplicar as fibras de maneira perfeitamente uniforme sobre o molde. Outra desvantagem deste processo é a impossibilidade de produzir laminados direcionais, pois as fibras são cortadas e dispostas aleatoriamente sobre o molde.

#### 4.2.3. Vacuum bag

O processo de *vaccum bag* é semelhante à laminação manual, diferindo no modo como ocorre a impregnação das fibras. Estas são dispostas sobre o molde, que é, então, fechado em toda sua superfície com um filme plástico. Duas aberturas são posicionadas sobre o molde, uma para a entrada da resina e outra para fazer vácuo. A impregnação ocorre com a entrada da resina no molde, ela preenche todo o espaço até que saia pelo orifício do vácuo.

Os parâmetros de controle do processo, como o nível de vácuo, posicionamento dos orifícios de entrada da resina e de vácuo, os canais para a resina percorrer a peça, gramatura do tecido ou manta de fibra, viscosidade da resina e diversos outros têm grande influência na qualidade do produto final. A definição correta destes parâmetros permite obter peças com melhor controle da espessura e com boa reprodutibilidade. Porém, o acabamento, assim como na laminação manual e spray-up, é em apenas uma das faces. O *vaccum bag* permite a produção de séries maiores do que os processos descritos anteriormente, além de depender menos do operador do equipamento. Este processo, no entanto, requer maior nível de qualificação e experiência por parte da equipe para especificação dos parâmetros de fabricação.

#### 4.2.4. Moldagem por transferência de resina

A moldagem por transferência de resina é muito semelhante ao *vaccum bag* com a diferença de que o fechamento do molde é feito por um contramolde, ao invés do filme plástico. Os moldes e contramoldes introduzem grandes vantagens, porém, por serem confeccionados em compósito de fibra de vidro com matriz polimérica ou até mesmo em ligas metálicas, podem ser muito onerosos sendo, tornando-os viáveis, em alguns casos, apenas para séries de milhares de peças.

A utilização do contramolde provoca grandes mudanças nas peças obtidas, entre elas o acabamento em ambas as faces, o controle rígido da espessura e, consequentemente, da fração volumétrica. Outro ponto importante é que como as dimensões estão limitadas pelo molde e contramolde, ambos rígidos, a infusão da resina não depende somente do vácuo, pode ser aplicada pressão positiva para forçar a entrada da resina. A pressão positiva permite que a resina percorra peças maiores, camadas com mais fibras e, consequentemente, com frações volumétricas e espessuras maiores, principalmente no caso dos moldes metálicos, nos quais é possível aplicar pressões ainda mais elevadas.

# 5. MATERIAIS

Este capítulo descreverá as especificações das matérias-primas recebidas para este estudo.

# 5.1. Juta

A fibra de juta cardada foi obtida através de doação da **Companhia Têxtil de Castanhal**. A juta cardada é uma espécie de manta com aproximadamente 30 cm de largura, dobrada ao meio e enrolada em um cilindro de aproximadamente 60 cm de diâmetro e 15 kg como pode ser visto na Figura 5.1.



Figura 5.1: Rolo de juta cardada.

As fibras cardadas apresentam um elevado grau de paralelismo e tem diâmetro aparente aproximado de 76 µm como pode ser visto nas Figuras 5.2 e 5.3.



Figura 5.2: Detalhe do paralelismo das fibras de juta cardada.



Figura 5.3: Microscopia ótica de fibra de juta.

# 5.2. Sisal

A fibra de sisal foi fornecida pela **Sisalsul**. Diferentemente da juta, as fibras de sisal não passaram pelo processo de cardagem estando, portanto, alinhadas e quase que totalmente desembaraçadas. Elas foram fornecidas em meadas de aproximadamente 1 kg, com comprimento de 80cm e desemaranhadas, como pode ser visto na Figura 5.4 e em detalhe na Figura 5.5.



Figura 5.4: Meada de fibra de sisal.



Figura 5.5: Detalhe das fibras de sisal.

O diâmetro aparente das fibras de sisal é de aproximadamente 250µm, como pode ser visto na Figura 5.6.



Figura 5.6: Microscopia ótica de fibra de sisal.

# 5.3. Resina de poliéster

A matriz selecionada para a confecção das placas foi a Polydyne 4004, um poliéster insaturado ortoftálico do fabricante Crayvalley. Os dados técnicos fornecidos pelo fabricante são apresentados na Tabela 5.1. O catalisador utilizado foi o peróxido de metil-etil-cetona (MEKP), Butanox M-50 do fabricante Akzo Nobel. A quantidade adicionada à resina foi de 2% em peso.

| Visc. Brookfield a 25°C (cP) | 280-350     |
|------------------------------|-------------|
| Índice de Tixotropia         | > 1,1       |
| Gel Time a 25°C (min)        | 9 - 13      |
| Pico Exotérmico (°C)         | 160 - 190   |
| Índ. Acidez (mg KOH/g)       | < 25        |
| Teor de Sólidos (%)          | 54 - 56     |
| Densidade a 25°C (g/cm³)     | 1,10 – 1,12 |
| Dureza Barcol 24 horas       | 38          |

 Tabela 5.1: Propriedades da resina Polydyne 4004.

Esta resina é própria para processos de laminação manual e *spray-up* e sua cura ocorre a frio. A seleção de uma resina de cura a frio teve como objetivo reduzir os custos, gasto energético e tempo de produção em relação a uma resina de cura a quente.

# 6. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Os procedimentos experimentais deste trabalho, desde as formas de processamento das fibras até os ensaios realizados serão descritos a seguir, com exceção do processo de fabricação dos compósitos, que será descrito detalhadamente no Capítulo 7.

### 6.1. Tratamento alcalino das fibras

O tratamento alcalino das fibras foi efetuado em um tanque de polipropileno devido à sua elevada resistência química a NaOH (BRASKEM, 2010). Para cada tratamento, foram preparados 10 litros de solução nas concentrações apresentadas na Tabela 6.1. A designação das fibras e dos compósitos foi feita de acordo com a concentração de NaOH da solução de tratamento. As fibras de sisal tratadas sem tracionamento foram identificadas com a sigla ST.

| Tabela 6.1: Concentrações das soluções de NaOH. |                                   |  |  |
|---|-----------------------------------|--|--|
| Juta  | 0,1%; 0,2%; 0,4; 1%, 2% e 4%      |  |  |
| Sisal   | 0,5% ; 1,0%; 1,0%ST ; 2,0% e 4,0% |  |  |

olucãos do Na

As fibras ficaram submersas na solução por um período de 30 minutos. Durante o tratamento, foi promovida a agitação manual da solução a cada 5 minutos. Ao final dos 30 minutos do tratamento, a solução foi neutralizada com HCI, ainda com as fibras dentro do tanque. A neutralização foi efetuada para eliminar resquícios de NaOH das fibras e viabilizar o descarte do efluente diretamente na rede de esgoto, seguindo os padrões estabelecidos pela Resolução CONAMA 430/2011. Após retiradas do tanque, as fibras foram lavadas em água corrente para a retirada de impurezas.

### 6.1.1. Juta

As fibras de juta foram cortadas do rolo, totalizando 250g e dispostas horizontalmente dentro do tanque. O único cuidado especial a ser tomado foi garantir que todas as fibras estavam submersas na solução de NaOH.

### 6.1.2. Sisal

O tratamento do sisal ocorreu de forma semelhante ao da juta, apenas com a diferença de que as fibras estavam tracionadas durante todo o tempo. O tracionamento das fibras foi realizado prendendo-as em uma extremidade da caixa. Na outra ponta, um peso foi preso às fibras, passando por uma roldada com uma redução de maneira a atingir a carga estipulada. O esquema da fixação das fibras e imagens do tratamento podem ser vistos nas Figuras 6.1, 6.2 e 6.3. Destaca-se os dois discos vistos nas Figuras 6.2 e 6.3 que foram utilizados apenas como contra-peso para que a caixa não virasse durante o tratamento, sem nenhuma influência no tracionamento das fibras.



Figura 6.1: Tanque de tratamento alcalino com o equipamento de tracionamento das fibras.



Figura 6.2: Detalhe das fibras de sisal durante tratamento.



Figura 6.3: Fibras de sisal durante tratamento.

As fibras foram tracionadas com uma força de 5N para cada 1g de fibra com 1m de comprimento (5N/g.m). A equação 6.1 permite calcular a força total a ser aplicada para uma determinada massa de fibra com um determinado comprimento.

$$P = \frac{500 \times m_f}{L}$$
 Equação 6.1

Onde:

P = força aplicada nas fibras (N);

m<sub>f</sub> = massa de fibras (g);

L = comprimento das fibras (cm).

A massa de sisal por tratamento foi de aproximadamente 140g o que resultaria em uma força aplicada de 875N. Por questões práticas, seria inviável pendurar um peso de 87,5kg. Por este motivo, foi montado um sistema de redução permitindo que fossem pendurados apenas 7,5kg. Destaca-se que a tensão nas fibras aplicada durante os tratamentos deste trabalho é cerca de um quarto da tensão proposta por KIM *et al.* (2010). Foi decidido diminuir a tensão aplicada, pois para reproduzir o tratamento nas mesmas condições seria necessário um sistema muito mais rígido e, consequentemente, pesado. Outro problema seria o posicionamento deste tanque na capela durante o tratamento. Outro fator a ser considerado para a diminuição da carga é a viabilidade do tratamento em escala industrial, pois nas condições propostas por KIM *et al.* (2010) a força aplicada para tratar 10kg de fibra seria de 25 toneladas. Forças tão elevadas tornam o processo mais complexo e requerem equipamentos de maior porte, portanto, mais caros.

### 6.2. Secagem das fibras

A secagem das fibras foi realizada na estufa a 60°C por 2 horas. O tempo e a temperatura de secagem foram estipulados após o ensaio de absorção de água nas fibras e será discutido posteriormente.

## 6.3. Ensaios

A caracterização das fibras e dos compósitos foi realizada com o objetivo de avaliar os efeitos dos tratamentos e determinar as propriedades mecânicas dos compósitos, cujo conhecimento é essencial para projetos de estruturas.

## 6.3.1. Absorção de água nas fibras

As fibras de juta e sisal absorvem umidade pela simples exposição ao ar. Dessa forma, é necessária a secagem das fibras antes de sua utilização como fase de reforço.

### a. Secagem das fibras

Foi elaborado um procedimento para determinar o percentual em peso de água absorvida, assim como o tempo necessário para secagem das fibras em estufa.

Este procedimento consistiu em pesar uma amostra de 5g de fibras em uma balança de precisão, determinando a massa inicial de fibra+umidade. Em seguida, essa amostra foi colocada na estufa a 60°C. As pesagens seguintes foram efetuadas a cada 1 hora até completar 12 horas e uma última vez com 30 horas.

O procedimento de pesagem consistiu na retirada das fibras da estufa, resfriamento por 1 minuto no dissecador sob vácuo, para que não reabsorvessem umidade, e pesagem. Imediatamente após a pesagem, as fibras eram recolocadas na estufa.

# b. Velocidade de absorção de água

A determinação da velocidade de absorção de água pelas fibras quando expostas ao ar consistiu em secar previamente as fibras por 12 horas na estufa a 60° e pesá-las, para determinar a massa inicial de fibras secas. As fibras foram então expostas ao ar para que absorvessem a umidade e pesadas a cada meia hora até completar 3 horas, a cada hora até completar 8 horas e uma última pesagem com 24 horas.

#### 6.3.2. Absorção de água nos compósitos

Os corpos de prova utilizados neste ensaio foram extraídos a partir das extremidades dos corpos de prova de ensaio de flexão. Estas regiões não sofreram danos durante os ensaios, pois, estavam localizadas além dos apoios, portanto, sem sofrer carregamento mecânico. As dimensões dos corpos de prova foram de 15mm x 15mm com a espessura do laminado.

A absorção de água pelas bordas é muito elevada, devido às extremidades das fibras estarem expostas. Para contornar este problema e permitir avaliar a absorção pelas faces, as arestas foram impermeabilizadas com a própria resina utilizada na fabricação dos compósitos. As amostras foram pesadas antes da impermeabilização, e a massa de resina adicionada foi subtraída, permitindo que os cálculos fossem realizados considerando apenas a massa do compósito.

O ensaio ocorreu segundo o procedimento B da norma "ASTM D5229-92 Moisture Absorption Properties and Equilibrium Conditioning of Polymer Matrix Composites", que estabelece que a amostra deve ficar submersa em água até que a absorção atinja o equilíbrio. No presente trabalho, as amostram serão submersas até que seja atingido o equilíbrio ou no máximo sete dias.

A pesagem após 24 horas foi utilizada na comparação com a absorção de água em compensados, que segue a norma ABNT NBR 9486:2011 Compensado: Determinação da absorção de água.

#### 6.3.3. Fração de fibras nos compósitos

A técnica de queima, comumente utilizada em compósitos de fibra de vidro e matriz polimérica, consiste em realizar a queima do compósito a temperaturas elevadas. Durante este processo a matriz é queimada por completo, sobrando apenas a fibra de vidro. Pela massa do compósito e da fibra, agora determinadas, é possível calcular a fração de fibras. Este procedimento é, no entanto, inadequado para compósitos com fibras naturais, pois a fibra também seria queimada por completo.

Como alternativa, foi elaborado um procedimento em que os corpos de prova de flexão foram pesados para determinação da massa do compósito. Em seguida, os corpos de prova foram medidos para o cálculo de sua área, na face da largura e do comprimento. A partir da determinação da área foi possível calcular a massa de fibra no corpo de prova, um vez que, estes foram fabricados com uma distribuição uniforme da massa de fibras por unidade de área. Dividindo a massa de fibras pela massa do compósito, foi calculada fração de fibras em peso nos corpos de prova.

#### 6.3.4. Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier

A espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) foi realizada em um equipamento com cristal de ZnSe e acessório de reflectância total atenuada (ATR). A análise compreendeu os números de onda entre 4000cm<sup>-1</sup> e 650cm<sup>-1</sup>, com resolução de 4cm<sup>-1</sup> e 64 varreduras por amostra.

A análise de ATR-FTIR foi realizada para verificar a presença de lignina e hemicelulose nas fibras de juta e sisal. Foram analisadas a fibras sem tratamento e as fibras tratadas de todas as concentrações de NaOH. Para cada tratamento, foram retiradas diversas pequenas porções de fibras. Em seguida, estas fibras foram cortadas com comprimento entre 2mm e 5mm. Estas pequenas porções foram misturadas garantido que o resultado da análise fosse a média da constituição global das fibras daquele tratamento.

#### 6.3.5. Análise termogravimétrica

Na análise termogravimétrica, as amostras das fibras de juta e sisal foram separadas em procedimento igual ao realizado para a análise de ATR-FTIR, porém, foram cortadas em tamanhos menores, entre 1mm e 3mm. Para esta análise, as amostra apresentaram massa entre 1mg e 3mg. A taxa de aquecimento utilizada foi de 10°C/min até 800°C em atmosfera de Nitrogênio.

## 6.3.6. Difração de raios X

A difração de raios X foi realizada em um difratômetro com um alvo de CU operado a tensão de 30kV e corrente de 30mA. A radiação emitida da série K $\alpha$  tem comprimento de onda de 1,541Å. Foi efetuada uma varredura contínua com 20 entre 10° e 40°, a uma velocidade de 2°/min e um passo de 0,02°.

A preparação das amostras foi semelhante à realizada para a análise de FTIR e foram analisadas amostras de fibras de todos os tratamentos.

A cristalinidade da celulose foi calculada pela Equação 6.2 do método Segal (SEGAL *et al.*, 1959).

$$I_{c} = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} * 100$$
 Equação 6.2

Onde  $I_c$  é o índice de cristalinidade da celulose,  $I_{002}$  a intensidade máxima do pico correspondente ao plano (002) e  $I_{am}$  a intensidade da parte amorfa, que se considera a intensidade mínima entre os picos dos planos (002), em 2 $\theta$ =22° e (10 $\overline{1}$ ) em 2 $\theta$ =16°.

#### 6.3.7. Microscopia ótica

As imagens de microscopia ótica dos compósitos fabricados foram efetuadas a partir de amostras retiradas dos laminados nos sentidos transversais e longitudinais em relação à orientação das fibras. As lixas utilizadas para a preparação das amostras foram as de: 400, 600, 1000 e 2500, seguidas de polimento com alumina 1µm.

Um procedimento de ensaio de líquidos penetrantes foi elaborado para a visualização de trincas na matriz formadas na superfície submetida à tração nos corpos de prova de flexão. A região da superfície a ser observada foi pintada com caneta azul para escrita em CDs. Após a secagem da tinta, foi realizada a limpeza superficial com álcool. As amostras foram, em seguida, observadas em microscópio estereoscópico.

#### 6.3.8. Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para caracterizar morfologicamente a superfície das fibras de juta e sisal. Foram analisadas as fibras sem tratamento, as fibras de juta tratadas em solução de 0,4%, 1%, 2% e 4% de NaOH e as fibras de sisal tratadas em solução de 0,5%, 1%, 2% e 4% de NaOH.

As fibras esticadas foram presas com uma fita dupla-face condutora em uma placa de alumínio. Em seguida, foi realizada deposição de ouro para tornar a superfície das fibras condutoras. As imagens foram formadas a partir de elétrons secundários em um microscópio Zeiss modelo DSM 940.

#### 6.3.9. Ensaio de tração

Foram realizados ensaios de tração para a caracterização mecânica dos compósitos segundo a norma "ASTM D3039/D3039M – 08, *Standard Tensile Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composites*", em uma máquina de ensaios universal com acionamento eletromecânico. Os parâmetros de ensaio e as dimensões dos corpos de prova podem ser vistos na Tabela 6.2. Foram preparados no mínimo de 5 corpos de prova para cada tratamento.

O ensaio de tração foi efetuado preliminarmente com intuito de avaliar o procedimento de fabricação das placas. Para a fabricação destes corpos de prova a massa de fibra de juta por área foi de aproximadamente 0,9 kg/m<sup>2</sup> e de 0,6 kg/m<sup>2</sup> para os corpos de prova de sisal.

Para a fixação dos corpos de prova na máquina de ensaio, foram colados *tabs* feitos em compósito de tecido bidirecional de fibra de vidro em matriz de poliéster. Destaca-se que também foram utilizados corpos de prova sem *tabs*.

| (ASTM D3039/D3039M, 2008)        |                  |     |  |
|----------------------------------|------------------|-----|--|
| Velocidade do Travessão (mm/min) |                  | 2   |  |
| Corpo de Prova                   | Espessura (mm)   | 2   |  |
|                                  | Largura (mm)     | 15  |  |
|                                  | Comprimento (mm) | 250 |  |
| TAB                              | Espessura (mm)   | 2   |  |
|                                  | Largura (mm)     | 15  |  |
|                                  | Comprimento (mm) | 56  |  |

Tabela 6.2: Condições de ensaio de tração e dimensões dos corpos de prova.

Os corpos de prova dos ensaios de tração com os *tabs* colados podem ser vistos na Figura 6.4.



Figura 6.4: a) Corpos de prova para ensaio de tração e b) detalhe do tab.

# 6.3.10. Ensaio de flexão em três pontos

Os ensaios de flexão em três pontos foram realizados segundo o procedimento A da norma "ASTM D7264 – 07, *Standart Test Method for Flexural Properties of Polymer Matrix Composites*", em uma máquina de ensaios universal com acionamento eletromecânico a uma taxa de deslocamento do travessão de 1mm/min.

Os corpos de prova foram fabricados com características diferentes daqueles dos ensaios de tração. A diferença foi a massa de fibras por área que passou para 1,75 kg/m<sup>2</sup> e de 1,25 kg/m<sup>2</sup> para a juta e sisal respectivamente.

A tensão máxima trativa na superfície pode ser calculada pela equação 6.3:

$$\sigma = \frac{3PL}{2bh}$$
 Equação 6.3

onde:

σ = tensão máxima trativa na superfície;

P = carga aplicada pela máquina;

L = distância entre os apoios;

b = largura do corpo de prova;

h = espessura do corpo de prova.

A deformação máxima na superfície submetida à tração pode ser calculada pela equação 6.4.

$$\varepsilon = \frac{6 \,\delta h}{L^2}$$
 Equação 6.4

onde:

ε = deformação máxima na superfície externa;

 $\delta$  = deslocamento do travessão;

h = espessura do corpo de prova;

L = distância entre os apoios.

O módulo de elasticidade em flexão pode ser calculado pela equação 6.5.

$$E_f = \frac{\Delta \sigma}{\Delta \varepsilon}$$
 Equação 6.5

onde:

E<sub>f</sub> = módulo de elasticidade em flexão;

 $\Delta \sigma$  = diferença entre as tensões máximas na superfície externa;

 $\Delta \varepsilon$  = diferença entre as deformações máximas na superfície externa.

Para a determinação do módulo de elasticidade em flexão foram usados os valores de tensão e deformação para deformações de 0,1% e 0,3%.

As dimensões dos corpos de prova sugeridas pela norma ASTM D 7264 - 07 podem ser vistas na Tabela 6.3. Foram preparados no mínimo 5 corpos de prova para cada tratamento.

| para ensaio de flexão em três pontos<br>sugeridos.<br>(ASTM D7264, 2007) |     |  |
|--|-----|--|
| Espessura t (mm)   | 3   |  |
| Largura (mm)   | 15  |  |
| Distância entre apoios (mm)  | 96  |  |
| Comprimento (mm)   | 115 |  |

Tabela 6.3: Dimensões do corpo de prova

As espessuras podem sofrer variações, porém, deve ser mantida a razão de 1/32 entre a espessura e a distância entre apoios. O comprimento deve ser aproximadamente 20% maior do que a distância entre apoios para evitar que o corpo de prova escorregue durante o ensaio.

# a. Inferência estatística

A análise dos resultados dos ensaios de flexão foi realizada calculando-se os intervalos de confiança com  $\alpha$  = 0,05. Anteriormente, foi verificada a normalidade dos dados obtidos pelo teste de Shapiro-Francia, também com  $\alpha$  = 0,05.

A detecção de *outliers* foi realizada através do Critério de Chauvenet. Estes valores foram excluídos e, em seguida, recalculadas as médias, desvios padrão e erros.

# 7. EQUIPAMENTO DE LAMINAÇÃO

A fabricação de peças em compósitos pode ser realizada por diversos métodos, alguns deles já descritos anteriormente. Dentre os métodos citados apenas o processo de moldagem por transferência de resina resulta em uma peça com acabamento em ambas as faces. Este processo, no entanto, requer um equipamento específico, além da fabricação de moldes. Por estes motivos, optou-se por projetar e construir um equipamento em escala laboratorial para a fabricação das placas das quais foram extraídos os corpos de prova.

O equipamento de laminação foi projetado com objetivo de ser possível sua aplicação à nível industrial com o menor número de adaptações necessárias. O projeto foi elaborado com auxílio da versão do estudante do software Autodesk Inventor Professional 2012, uma ferramenta de CAD em 3 dimensões. O projeto completo e as instruções de operação serão descritos a seguir. Os desenhos completos com as medidas para a fabricação de um novo equipamento estão no ANEXO I.

# 7.1. Projeto

O equipamento projetado é constituído por um quadro metálico onde foram montadas todas as demais partes, que são: placa de apoio, cilindros e molde de saída. A placa de apoio é a entrada, pois, é por ela que vão passar primeiro as fibras e a resina. Os cilindros são montados no meio do equipamento dividindo-o em duas partes. A segunda parte é a saída, pois ali está localizado o molde por onde sai a placa de compósito pronta. O equipamento de laminação pode ser visto na Figura 7.1, o sentido de entrada e saída é da esquerda para a direita.



Figura 7.1: Desenho do equipamento de laminação.

# 7.1.1. Quadro

O quadro foi montado com perfil de aço em U com altura de 50mm, abas com 28mm e espessura de 2mm. A partir de um perfil com 3m de comprimento foram cortados 2 pedaços de 900mm e 2 de 400mm. Os furos foram feitos em uma furadeira de bancada para garantir o bom alinhamento. Após as furações, a fixação das partes do quadro foi feita com parafusos, arruelas e porcas cujas medidas estão detalhadas na Tabela 7.1.

|            | <i>.</i>          |                 |
|------------|-------------------|-----------------|
| Quantidade | Tipo              | Tamanho (d x I) |
| 4          | Parafuso ISO 4018 | M6 x 25         |
| 8          | Parafuso ISO 4018 | M6 x 16         |
| 12         | Arruela ISO 7089  | M6              |
| 12         | Porca ISO 4032    | M6              |

Tabela 7.1: Parafusos, arruelas e porcas utilizados no quadro.

A montagem da placa de apoio é feita simultaneamente com a montagem do quadro, como pode ser visto na Figura 7.2. Este apoio é na verdade constituído por duas placas, uma de compensado e outra de polipropileno. O polipropileno, de menor custo, foi montado sobre o compensado, protegendo-o da resina e podendo ser substituído sempre que necessário.



Figura 7.2: Desenho de montagem do quadro do equipamento de laminação.

# 7.1.2. Cilindros

Os cilindros foram feitos em madeira maciça e embutidos em um tubo de PVC. A madeira tem função estrutural no cilindro, garantindo que este não quebre durante a prensagem das fibras e da resina. O tubo de PVC protege a madeira contra danos

superficiais e contra o acúmulo de resina que possa vir a ocorrer. Assim como a placa de polipropileno, o tubo de PVC pode ser substituído facilmente quando necessário. Como eixo, foram utilizados suportes de prateleiras em latão. Estes suportes foram fixados nas extremidades dos cilindros com auxílio de parafusos, como pode ser visto na Figura 7.3.



Figura 7.3: Desenho de montagem do cilindro.

O mancal para o cilindro inferior é o próprio perfil de 900mm, onde foi feito um furo para a passagem do eixo. Para o cilindro superior, foi projetado, utilizando um pedaço de perfil, um mancal móvel permitindo a regulagem de sua altura e, consequentemente, da placa produzida. O mancal pode ser visto na Figura 7.4.

A montagem do cilindro inferior é bastante simples, consistindo em posicioná-lo no mancal, com apenas um dos eixos instalado. O segundo eixo deve ser posicionado no mancal e só depois fixado ao cilindro, pois se os dois eixos forem fixados anteriormente, não é possível posicionar o cilindro no quadro.

O cilindro superior pode ter os dois eixos fixados antecipadamente. As barras roscadas de 10mm de diâmetro são fixadas no perfil de 900mm com uma porca na parte inferior e uma contraporca. A partir deste momento, uma porca é colocada em cada barra roscada, o mancal em seguida com os eixos posicionados e as porcas restantes são posicionadas acima do mancal, limitando a movimentação deste. Esta montagem pode ser vista na Figura 7.5. Para a montagem do mancal e dos cilindros foram utilizados as barras roscadas, parafusos e porcas listados na Tabela 7.2.



Figura 7.4: Mancal móvel do cilindro superior.

| Tabela 7.2: Barras | roscadas, | parafusos    | e porcas | utilizados na |
|--------------------|-----------|--------------|----------|---------------|
|                    | montagem  | n dos cilind | ros.     |               |

| Quantidade | Тіро             | Tamanho (d x l) |  |
|------------|------------------|-----------------|--|
| 4          | Barra Roscada    | M10 x 200       |  |
| 4          | Parafuso Madeira | 3,8 x 40        |  |
| 16         | Porca ISO 4032   | M10             |  |



Figura 7.5: Desenho de montagem dos cilindros.

### 7.1.3. Molde

O molde é composto por duas placas de granito com uma das faces polidas. A fixação é feita com barras roscadas, borboletas, parafusos, porcas e arruelas que estão listados na Tabela 7.3.

| Quantidade | Tipo              | Tamanho (d x l) |
|------------|-------------------|-----------------|
| 4          | Barra Roscada     | M4 x 200        |
| 8          | Borboletas        | 3,8 x 40        |
| 2          | Parafuso ISO 4018 | M6 x 16         |
| 2          | Arruela ISO 7089  | M6              |
| 2          | Porca ISO 4032    | M6              |

Tabela 7.3: Barras roscadas, borboletas, parafusos, arruelas e porcas utilizados na montagem do molde.

A placa de granito inferior é posicionada com a face polida voltada para cima e a aresta arredondada para os cilindros. A placa superior é posicionada da mesma maneira, porém com a face polida para baixo. As faces polidas garantem o acabamento liso na superfície da placa de compósito produzida, enquanto que a aresta arredondada facilita a entrada das fibras e da resina no molde.

A fixação do molde pode ser vista na Figura 7.6, com orientação invertida para facilitar a visualização. Duas barras roscadas passam pelos furos nas placas e no perfil de 900mm. Em cada extremidade, é colocada uma borboleta de 4mm. Esta fixação restringe a movimentação no plano horizontal e vertical. Para auxiliar na restrição do movimento vertical, foi colocada na parte da frente das placas de granito um perfil de 500mm. Este perfil possui um furo em cada ponta por onde passam duas barras roscadas de 4mm até uma conexão que está presa na lateral do perfil de 900mm. Com auxílio das borboletas, é possível restringir o movimento vertical, assim como foi feito na outra ponta da placa.



Figura 7.6: Desenho de montagem do molde.

Finalmente, o equipamento de laminação foi fixado a uma mesa para garantir estabilidade e segurança durante a operação, como pode ser visto na Figura 7.7.



Figura 7.7: Equipamento de laminação construído.

# 7.2. Instruções de operação

O processo de fabricação da placa de compósito será descrito detalhadamente , podendo ser dividido em quatro etapas que são: posicionamento das fibras, regulagem da espessura, impregnação das fibras com a resina e retirada da placa.

### 7.2.1. Posicionamento das fibras

O posicionamento das fibras tem grande importância na qualidade da placa produzida, devendo garantir que as fibras não se desorientem ou escorreguem para trás, o que pode fazer com que elas não consigam passar pelos cilindros.

Para o posicionamento foi utilizada uma placa de acrílico com 350mm de largura, 600mm de comprimento e 10mm de espessura. Esta placa foi revestida com um filme de politetrafluoretileno (PTFE) para que o compósito não fique aderido ao acrílico. A forração da placa deve ser cuidadosa para que ela não se mova durante o processo, sendo utilizada fita dupla face para prender o PTFE à placa. O filme de PTFE deve ser preso na parte inferior e dar a volta pela frente da placa, que possui esta aresta arredondada para não cortar o filme.

As fibras foram então posicionadas sobre o filme e presas com fita adesiva na parte da frente para evitar que elas se movam durante a passagem pelos cilindros e entrada no molde. Após posicionadas as fibras, um outro filme foi passado sobre estas para evitar que a resina entre em contato com o cilindro superior e a parte superior do molde. Todo o esquema da fixação do filme PTFE e das fibras pode ser visto na Figura 7.8.



Figura 7.8: Esquema de fixação do filme de PTFE.

### 7.2.2. Regulagem da espessura

A regulagem da espessura da placa a ser produzida é muito simples. A distância entre as placas de granito deve ser igual à espessura desejada para a placa de compósito mais 10mm correspondentes à placa de acrílico. Foram colocados 4 calços entre as placas de granito e apertadas as borboletas até que as placas ficassem firmes.

#### 7.2.3. Impregnação das fibras com a matriz

As fibras foram impregnadas com a matriz antes de passarem pelos cilindros. Isto foi feito manualmente até que todas as fibras estivessem aparentemente molhadas. Na parte próxima a entrada, deixou-se um excesso de resina nas fibras, pois com a compressão das fibras ao passar pelos cilindros, esse excesso se deslocou para trás, percorrendo toda a extensão da placa. Com isso, a resina preencheu os espaços vazios entre as fibras, evitando o aparecimento de poros nas placas.

Inicialmente, foi calculado o volume da placa produzida a partir das dimensões da mesma, Equação 7.1.

$$V_c = l_1 * l_2 * l_3$$
 Equação 7.1

Onde  $V_c$  é o volume do compósito e  $l_1$ ,  $l_2$  e  $l_3$  as dimensões da placa. O volume de fibras foi calculado pela Equação 7.2:

$$V_f = \frac{m_f}{\rho_f} \qquad \qquad Equação \ 7.2$$

Onde  $V_f$  é o volume de fibra,  $m_{f}$  a massa de fibra e  $\rho_f$  a densidade da fibra. O volume de resina e sua massa foram calculados pelas Equações 7.3 e 7.4:

$$V_m = V_c - V_f$$
 Equação 7.3

$$m_m = \rho_m * V_m$$
 Equação 7.4

Onde  $V_m$  é o volume da matriz,  $m_m$  é a massa da matriz e  $\rho_m$  a densidade da matriz. Estes cálculos permitiram estimar o volume necessário de resina, evitando o desperdício do material e eliminando o risco de faltar resina.

#### 7.2.4. Retirada da placa

Após a laminação a placa de compósito produzida permaneceu no molde para a cura da resina por cerca de 40 minutos. Este tempo foi suficiente para que a placa fosse retirada do molde sem deformar. No entanto, a placa permaneceu sobre uma superfície totalmente plana. Caso contrário, ela poderia se deformar, pois ainda não estava completamente curada.

Para retirar a placa do molde, as borboletas foram afrouxadas e a placa de acrílico retirada. O filme de PTFE foi levantado facilmente, pois esse material não

adere na resina. Em seguida, o laminador já se encontrava disponível para a fabricação de uma nova placa.

# 7.3. Fabricação dos compósitos

Ressalta-se que os todos os compósitos deste trabalho foram fabricados seguindo as instruções descritas anteriormente. O posicionamento das fibras sobre o acrílico foi feito de modo cuidadoso para garantir que as fibras estivessem distribuídas uniformemente. Este posicionamento levou em torno de 10 minutos e foi feito antes da secagem das fibras na estufa para evitar que a absorção de umidade do ar. Após a secagem na estufa, as fibras foram acondicionadas em um saco plástico e levadas até o equipamento de laminação.

No caso da juta, as placas para os ensaios de flexão foram fabricadas com as dimensões de 250x115mm e foi colocado um calço de 4mm entre as placas de granito. 50g de fibra (1,75kg/m<sup>2</sup>) foram distribuídos uniformemente sobre a superfície. Destaca-se que, nos corpos de prova para ensaio de tração, a massa de fibra por área foi aproximadamente a metade e a espessura da placa de 2mm. Na Figura 7.9, pode ser vista a placa de acrílico com a juta já posicionada.



Figura 7.9: Fibra de juta sobre a placa de acrílico.

Para o ensaio de flexão, as placas de sisal foram fabricadas com as dimensões de 160x150mm e as placas de granito ajustadas para 3mm. A massa de fibra, por placa, foi de 31g (1,25kg/m<sup>2</sup>). Assim como no caso da juta, para os corpos de prova de tração, a massa de fibras por área foi aproximadamente a metade e a espessura de 2mm. As fibras de sisal na posição para a laminação, antes da secagem, podem ser vistas na Figura 7.10.



Figura 7.10: Fibras de sisal prontas para a laminação.

A partir deste momento, foram seguidos os procedimentos de fixação das fibras no filme de PTFE, impregnação com resina, passagem pelos cilindros e retirada do molde, descritos anteriormente.

# 7.4. Fabricação dos corpos de prova

Os corpos de prova foram extraídos a partir das placas produzidas no equipamento de laminação. Depois de prontas, as placas foram cortadas em tiras com a largura de 15mm. O corte dos corpos de prova foi feito com uma serra de disco manual, em uma bancada projeta com uma guia para garantir a espessura correta. Esses cortes foram realizados com água para resfriar o disco e diminuir a geração de pó durante o procedimento. Após o corte, os corpos de prova foram secados na estufa por 2 horas a 60°C.

Para cada tratamento das fibras, foi produzida apenas uma placa com dimensões adequadas para que fossem extraídos todos os corpos de prova necessários. Desta forma, evitou-se a introdução de erros experimentais devido às diferenças existentes entre as placas produzidas com o mesmo tratamento das fibras.

# 7.4.1. Corpos de prova de resina

Os corpos de prova de resina foram preparados para determinar as propriedades mecânicas da matriz de poliéster. A mistura de poliéster e catalisador foi preparada e vertida em um molde de 200mm x 200mm até atingir a espessura aproximada de 3mm. A partir deste momento, foram seguidos os mesmos procedimentos de corte e secagem dos corpos de prova dos compósitos, citados anteriormente.

### 7.4.2. Medição das dimensões dos corpos de prova

As dimensões dos corpos de prova foram utilizadas no cálculo da fração de fibras, densidade dos compósitos e espessura das placas produzidas. Para cada corpo de prova, foi efetuada uma medição de comprimento, três de largura e três de espessura. As larguras e espessuras foram medidas no meio, a 1/4 e 3/4 do comprimento e calculadas as médias.

Para a determinação da espessura da placa de compósito, foi considerada a média das espessuras de todos os corpos de prova retirados da mesma placa. Destaca-se que de cada placa foram extraídos de 5 a 8 corpos de prova.

# 8. RESULTADOS

#### 8.1. Absorção de água nas fibras

O ensaio de absorção de água permitiu determinar a massa de água presente nas fibras, assim como a velocidade com que elas perdem e absorvem água. Após a secagem das fibras, a perda de massa decorrente da eliminação da umidade da juta foi de 8,2% e do sisal de 8,6%. Apenas 1 hora após o início da secagem, os valores da perda de água já correspondiam a 88% (juta) e 86% (sisal) do total perdido nas primeiras 12 horas. Para tempos de secagem superiores a 2 horas, a massa permaneceu praticamente constante, indicando uma perda de água muito pequena em ambas as fibras, como pode ser visto na Figura 8.1. Este resultado permitiu estipular o tempo adequado de secagem em 2 horas a 60°C. Tempos de secagem maiores não teriam praticamente nenhum efeito e resultariam em maior gasto energético e de tempo de uso da estufa.



Figura 8.1: Perda de água nas fibras durante secagem.

Assim como durante a secagem, a variação de peso no início do ensaio de absorção de água é muito acentuada, como pode ser visto na Figura 8.2. Para apenas 30 minutos de exposição ao ar, as fibras já tinha reabsorvido 28% e 21% da água total, para a juta e sisal, respectivamente. Em 2 horas, esses valores passaram a 55% e 52%.

A rápida absorção de água é um fator importante, pois as fibras devem ser retiradas da estufa e seguir diretamente para a fabricação das placas. Neste trabalho, o procedimento adotado levou aproximadamente 15 minutos entre a retirada das fibras da estufa e a impregnação com a resina para a fabricação da placa.



Figura 8.2: Absorção de água nas fibras.

# 8.2. Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier

As espécies químicas observadas nas fibras naturais estão listadas na Tabela 8.1.

| Espécie química       | Atribuição           | 1/λ (cm <sup>-1</sup> ) |
|-----------------------|----------------------|-------------------------|
| Hemicelulose          | C=O                  | 1738                    |
| Lignina               | C=C (Anel aromático) | 1602                    |
| Lignina               | C=C (Anel aromático) | 1508                    |
| Lignina               | C-0                  | 1276                    |
| Hemicelulose, Lignina | C-0                  | 1238                    |

Tabela 8.1: Espécies químicas observadas por ATR-FTIR.

Serão analisados a seguir os resultados obtidos para a juta e o sisal.

# 8.2.1. Juta

Os resultados das análises de ATR-FTIR das fibras de juta podem ser vistos na Figura 8.3. Avaliando a banda de 1738cm<sup>-1</sup>, única referente exclusivamente à hemicelulose, foi observado seu desaparecimento gradual com o aumento da concentração de NaOH em que foram tratadas as fibras. Para fibras tratadas em soluções de NaOH com concentrações acima de 1%, foi observado o desaparecimento total da banda de 1738cm<sup>-1</sup>, indicando a remoção parcial da hemicelulose. Em relação à banda de 1238cm<sup>-1</sup>, também foi observada sua diminuição, porém ela continuou presente nas concentrações mais altas. Este fato pode ser explicado por esta banda ser referente tanto à hemicelulose, quanto à lignina. Assim, a hemicelulose pode ter sido removida durante o tratamento, porém, a lignina ainda pode estar presente.



Figura 8.3: FTIR da fibra de juta para os diferentes tratamentos com NaOH, bandas da hemicelulose.

As bandas de 1602cm<sup>-1</sup>, 1508cm<sup>-1</sup> e 1276cm<sup>-1</sup> referentes à lignina podem ser vistas na Figura 8.4. À exceção da banda de 1276cm<sup>-1</sup>, as demais continuaram a ser observadas mesmo quando as fibras foram tratadas em soluções com concentração de NaOH mais elevada. Isto indica que não houve remoção completa da lignina. O desaparecimento da banda de 1276cm<sup>-1</sup>, no entanto, indica que houve redução na quantidade de lignina.



Figura 8.4: FTIR da fibra de juta para os diferentes tratamentos com NaOH, bandas da lignina.

### 8.2.2. Sisal

Os resultados obtidos para as fibras de sisal são semelhantes aos da juta, como pode ser visto na Figura 8.5. A banda de 1738cm<sup>-1</sup>, referente apenas à hemicelulose, desaparece completamente para tratamentos em soluções com concentração de NaOH a partir de 2%. A banda de 1238cm<sup>-1</sup> continua presente no espectro, mesmo para fibras tratadas em soluções com a concentração de 4,0% NaOH. Novamente, isto pode ser explicado por esta banda ser comum à hemicelulose e à lignina, logo, mesmo que a hemicelulose tenha sido removida ainda pode haver presença de lignina.



Figura 8.5: FTIR da fibra de sisal para os diferentes tratamentos com NaOH, bandas da hemicelulose.

As bandas de 1602cm<sup>-1</sup>, 1508cm<sup>-1</sup> e 1276cm<sup>-1</sup> podem ser vistas na Figura 8.6. Estas bandas sofrem alterações quando as fibras são tratadas em soluções com mais de 1% de NaOH. No entanto, elas continuam presentes, demostrando que o tratamento pode ter removido apenas parcialmente a lignina, mesmo quando o tratamento é feito com soluções com concentração mais elevada de NaOH.


Figura 8.6: FTIR da fibra de sisal para os diferentes tratamentos com NaOH, bandas da lignina.

## 8.3. Análise termogravimétrica

### 8.3.1. Juta

As Figuras 8.7, 8.8, 8.9 e 8.10 apresentam os resultados das análises de degradação térmica das fibras de juta para os tratamentos de 0,0%, 0,4%, 1,0% e 2,0% NaOH, respectivamente.



Figura 8.7: TGA e DTG da fibra de juta 0,0% NaOH.



Figura 8.8: TGA e DTG da fibra de juta 0,4% NaOH.



Figura 8.9: TGA e DTG da fibra de juta 1,0% NaOH.



Figura 8.10: TGA e DTG da fibra de juta 2,0% NaOH.

Inicialmente, pode ser observada a perda de massa correspondente à perda de umidade. Estas perdas são em torno de 6,2% da massa, valor próximo à perda de umidade durante a secagem em estufa a 60°C por 2 horas. Em aproximadamente 130°C, a curva da derivada se aproxima de zero, indicando que a perda de umidade terminou.

Para cerca de 220°C, pode ser observado, pela curva da derivada, que a perda de massa deixa de ser zero, indicando o início da degradação da hemicelulose, de acordo com o observado por MARTIN *et al.* (2008). Ainda segundo estes autores, a hemicelulose termina sua degradação em aproximadamente 330°C, com um pico a 270°C. A lignina, por sua vez, se degrada em uma faixa de temperaturas muito mais ampla, que começa em torno de 280°C e vai até 500°C, com um pico suave entre 280° e 390°C e outro a 420°C (BREBU e VASILE, 2010). Portanto, entre 220°C e 280°C, pode ser esperado que ocorra degradação apenas da hemicelulose. Nesta faixa de temperatura, a perda de massa foi semelhante para todas as fibras de juta, sendo de 4,4% em média.

Na faixa de temperaturas de 280°C a 330°C, é esperado que ocorra degradação da hemicelulose e da lignina. As perdas de massa foram de 14%, 21%, 18% e 15% para as fibras de juta com os tratamentos de 0,0%, 0,4%, 1,0% e 2,0% NaOH, respectivamente. Destaca-se que, na curva da derivada da fibra sem tratamento, há uma variação entre 290°C e 320°C, fenômeno não observado nas fibras que sofreram tratamento alcalino. Esta faixa de temperatura coincide com o início da degradação da lignina, indicando que o tratamento alcalino possa ter causado redução nas

concentrações de lignina na fibra. Isto corrobora os resultados obtidos por ATR-FTIR que também indicaram a remoção parcial de lignina com o tratamento alcalino.

A celulose apresenta um pico de degradação em aproximadamente 370°C (BREBU e VASILE, 2010). Este pico pode ser observado claramente em todas as curvas de derivada, independente do tratamento das fibras.

O teor de resíduos foi de aproximadamente 15% para a fibra de 0,0% NaOH, como pode ser visto na Figura 8.7. Para as fibras tratadas em solução com 0,4%, 1,0% e 2,0% de NaOH, o teor de resíduos foi 23,7%, 22,1% e 18,9%, respectivamente.

### 8.3.2. Sisal

As Figuras 8.11, 8.12, 8.13 e 8.14 apresentam os resultados das análises de degradação térmica das fibras de sisal para os tratamento de 0,0%, 1,0%, 1,0% ST e 2,0% NaOH, respectivamente.



Figura 8.11: TGA e DTG da fibra de sisal 0,0% NaOH.



Figura 8.12: TGA e DTG da fibra de sisal 1,0% NaOH.



Figura 8.13: TGA e DTG da fibra de sisal 1,0% NaOH ST.



Figura 8.14: TGA e DTG da fibra de sisal 2,0% NaOH.

Assim como nas fibras de juta, há uma perda de massa inicial referente à umidade das fibras. Esta perda foi semelhante em todas as fibras, independentemente do tratamentos, e em média 7,4%. Este valor também é próximo ao encontrado durante a secagem das fibras em estufa por 2 horas a 60°C. Em aproximadamente 160°C, a curva da derivada se aproxima de zero, indicando a eliminação total da água.

Para a fibra de sisal sem tratamento, o valor da derivada continua próximo de zero até aproximadamente 170°C, indicando que nesta temperatura ocorre a degradação de algum constituinte da fibra, como pode ser visto na Figura 8.11. A partir desta temperatura até 220°C, a perda de massa é de aproximadamente 2% e, a princípio, não corresponde nem a hemicelulose nem a lignina. Esta perda de massa pode ser associada a degradação de impurezas presentes nas fibras, como células parenquimais, por exemplo. Para as fibras tratadas em solução alcalina, a curva da derivada permaneceu próxima de zero até aproximadamente 220°C, indicando que as impurezas foram removidas com o tratamento alcalino.

Na faixa de temperatura entre 220°C e 280°C, é esperado que somente a hemicelulose sofra degradação. A perda de massa durante esta faixa de temperatura foi de 7%, 4%, 6% e 5% para os tratamentos de 0,0%, 1,0%, 1,0% ST e 2,0% NaOH, respectivamente. Nas fibras sem tratamento, pode ser observado um ombro na curva da derivada em aproximadamente 280°C, que é a temperatura de início da degradação da lignina. Nas fibras com tratamento, este ombro é menos acentuado, indicando que possa ter ocorrido redução nas concentrações de lignina das fibras com o tratamento alcalino.

O pico de degradação da celulose em 370°C pode ser observado em todas as fibras, independentemente do tratamento. Em relação ao teor de resíduos após o final do ensaio, pode ser observado que não houve praticamente nenhuma variação, sendo de 21,7% em média.

Os resultados das análises de TGA e DTG indicaram que houve variação na quantidade de hemicelulose e lignina presentes nas fibras de juta e celulose, em concordância com as análises de ATR-FTIR. No entanto, estes resultados não permitiram realizar uma análise quantitativa da composição da fibra. Análises mais detalhadas e com maior número de amostras podem auxiliar em uma tentativa de realizar uma análise quantitativa.

#### 8.4. Difração de raios X

A difração de Raios x foi efetuada para determinar a estrutura cristalina da celulose nas fibras de juta e sisal. Serão expostas a seguir as análises dos espectros de difração destas fibras.

#### 8.4.1. Juta

Os espectros de DRX das fibras de juta para diferentes tratamentos podem ser vistos na Figura 8.15. A partir dos resultados, foi observado que os espectros são todos muito semelhantes, sem nenhum pico diferenciando-os.

O pico de  $2\theta=16^{\circ}$ , correspondente ao plano  $(10\overline{1})$  da celulose I, pode ser observado nos espectro de todas as fibras. Este pico está, aparentemente, sobreposto com o pico de  $2\theta=14^{\circ}$  do plano (101) da celulose I. O pico de  $2\theta=23^{\circ}$ , do plano (002) da celulose I, aparece nítido em todos os espectros. Próximo a  $2\theta=35^{\circ}$ , é observada uma pequena curvatura que dá indícios do pico do plano (040) da celulose I.

Os picos de  $2\theta$ =11° e  $2\theta$ =20° da celulose II não podem ser observado nos espectros. O pico de  $2\theta$ =22°, do plano (002) da celulose II, poderia estar presente e sobreposto com o pico de  $2\theta$ =23° do mesmo plano da celulose I, indicando a presença de celulose II. Este fato, no entanto, não se comprova, uma vez que não foi observado nenhum outro pico correspondente à celulose II.



diferentes tratamentos.

A partir da análise dos espectros, conclui-se que a celulose I é a fase cristalina esperada nas fibras, independente do tratamento. Pequenas porções de celulose II podem estar presentes, porém não foram detectadas. Estes resultados indicam que não houve transformação de fase da celulose, o que, segundo KLEMM *et al.* (1998), pode ocorrer em tratamentos alcalinos.

Os índices de cristalinidade da celulose na fibra de juta, para os diferentes tratamentos, podem ser vistos na Tabela 8.2. As variações da cristalinidade observadas nas fibras tratadas em soluções com concentrações de NaOH de 2% e 4% foram muito pequenas, podendo ser desconsideradas. O tratamento alcalino não afetou, portanto, o índice de cristalinidade das fibras. A manutenção do índice de cristalinidade é mais um indicativo de que não ocorreu transformação de fase da celulose I, pois essa transformação levaria à diminuição da cristalinidade(OUDIANI *et al.*, 2011).

|                    | na nora de jula.                |  |  |  |  |  |
|--------------------|---------------------------------|--|--|--|--|--|
| Tratamento (%NaOH) | Índice de<br>cristalinidade (%) |  |  |  |  |  |
| 0%                 | 76                              |  |  |  |  |  |
| 0,4%               | 76                              |  |  |  |  |  |
| 1%                 | 76                              |  |  |  |  |  |
| 2%                 | 78                              |  |  |  |  |  |
| 4%                 | 78                              |  |  |  |  |  |
|                    |                                 |  |  |  |  |  |

| Tabela 8.2 | 2: Indice de | cristalinidade | da celulose |
|------------|--------------|----------------|-------------|
|            | na fit       | ora de juta.   |             |

#### 8.4.2. Sisal

Os espectros de DRX das fibras de sisal sugerem análise semelhante a das fibras de juta, Figura 8.16. Os picos de  $2\theta$ =16° e  $2\theta$ =23° da celulose I aparecem de forma evidente. Em  $2\theta$ =35°, também há um indício do pico correspondente ao plano (040) da celulose I.



Figura 8.16: Espectros de DRX das fibras de sisal para diferentes tratamentos.

Entre os picos referentes à celulose II, o único que poderia estar presente é o de  $2\theta=22^{\circ}$ . No entanto, ele estaria sobreposto ao pico de  $2\theta=23^{\circ}$  da celulose I. No espectro das fibras tratadas com 2% de NaOH, é observado um pico próximo a  $2\theta=30^{\circ}$ . Este pico, porém, não corresponde a nenhuma estrutura cristalina da celulose Além disso, os outros constituintes da fibra são amorfos. Dessa forma, este pico deve estar associado a presença de alguma impureza na amostra.

Segundo OUDIANI *et al.* (2011), em tratamentos com NaOH, por 1 hora, a temperatura de 30°C e para concentrações a partir de 2%, ocorreu a transformação da celulose I em celulose II na espécie *Agave americana*. No presente trabalho, o tempo do tratamento foi reduzido pela metade, portanto, não era esperado que ocorresse a transformação citada. Para a concentração de 4%, a mais alta utilizada, também não houve transformação da celulose.

Os índices de cristalinidade da celulose na fibra de sisal, para os diferentes tratamentos, podem ser vistos na Tabela 8.3. Inicialmente, pode ser notado que a cristalinidade da celulose no sisal é menor do que na juta.

| Tratamento (%NaOH) | Índice de<br>cristalinidade (%) |
|--------------------|---------------------------------|
| 0%                 | 62                              |
| 0,5%               | 69                              |
| 1%                 | 72                              |
| 1% st              | 62                              |
| 2%                 | 75                              |
| 4%                 | 73                              |

Tabela 8.3: Índices de cristalinidade da celulose na fibra de sisal.

A partir desses resultados, foi observado que cristalinidade da celulose no sisal aumenta quando há tracionamento das fibras durante o tratamento alcalino. Este resultado pode ser explicado pelo fato do NaOH atuar como um plastificante da celulose durante o tratamento, aumentando a mobilidade das cadeias. A combinação da alta mobilidade das cadeias e do tracionamento das fibras faz com que as cadeias se movam, tendendo a se alinharem, levando à cristalização secundária da celulose. Podem ser esperadas estruturas do tipo *Shish-kebab*, pois estas são formadas predominantemente quando há tensões cisalhantes durante a cristalização (OSSWALD e MENGES, 2003).

A reorganização das cadeias de celulose resultou em um aumento de aproximadamente 10% na cristalinidade das fibras tratadas com soluções de 1% de NaOH a 4% de NaOH. Para a concentração de 0,5% de NaOH, o aumento foi ligeiramente menor, podendo estar associado ao erro experimental ou de amostragem. No entanto, esta menor cristalinidade pode também estar associada ao efeito plastificante do NaOH que, neste caso, foi menos evidente devido à concentração mais baixa. Portanto, pode ser esperado que o simples tracionamento das fibras, sem a utilização do NaOH como plastificante, não aumente a cristalinidade da celulose devido à baixa mobilidade das cadeias

As fibras tratadas com solução de 1% de NaOH sem tracionamento não apresentaram nenhuma modificação no índice de cristalinidade da celulose. Nesta condição, o NaOH atuou como plastificante aumentando a mobilidade das cadeias. Porém, sem o tracionamento das fibras para movimentar e alinhar as cadeias, não ocorreu cristalização secundária.

Estes resultados indicam que para o aumento da cristalinidade são necessários o aumento da mobilidade das cadeias e o tracionamento das fibras. Nos polímeros, em geral, o aumento da cristalinidade resulta em maior resistência mecânica e maior módulo de elasticidade. Portanto, espera-se que os compósitos fabricados com fibras que tiveram aumento na cristalinidade da celulose tenham melhores propriedades mecânicas.

# 8.5. Microscopia eletrônica de varredura

# 8.5.1. Juta

Uma análise morfológica da superfície das fibras foi realizada com as imagens de MEV. Na Figura 8.17 a), observa-se a fibra de juta sem nenhum tratamento. Esta fibra apresenta diversas impurezas em sua superfície que podem ser vistas na forma de placas mais claras na imagem. Estas impurezas são vestígios de células parenquimais, nas quais as fibras ficam presas no vegetal e têm apenas função de preenchimento (MARTINS *et al.,* 2011).

Com o aumento da concentração de NaOH, as fibras apresentaram cada vez menos impurezas na superfície, como pode ser visto na Figura 8.17 b), c) e d). Na fibra tratada com solução de 2% de NaOH, já não há praticamente nenhuma impureza, indicando que esta concentração foi suficiente para a limpeza da fibra.



Figura 8.17: Fibra de juta: a) 0,0% NaOH, b) 0,4% NaOH, c) 1,0% NaOH e d)2,0% NaOH.

As fibras de juta sem tratamento e tratada em solução de 2% de NaOH podem ser vistas em maior aumento na Figura 8.18 a) e b). Na fibra sem tratamento, observa-se claramente uma camada lisa de lignina revestindo-a. Na fibra tratada com solução de 2% de NaOH, esta camada foi totalmente removida, podendo ser observadas, inclusive, as microfibrilas. Esta fibra apresenta a superfície com quantidade significativamente maior de irregularidades do que a da fibra sem tratamento.

A comparação entre os diâmetros das fibras não é possível, pois, a fibra selecionada poderia ser composta por mais ou menos fibrilas. No entanto, é esperado que as fibras tratadas tenham menor diâmetro, uma vez que, o recobrimento de lignina tenha sido removido.



Figura 8.18: Fibra de juta: a) 0,0% NaOH e b) 2,0% NaOH.

### 8.5.2. Sisal

A fibra de sisal sem tratamento, Figura 8.19 a), apresenta diversas impurezas, constituídas principalmente de células parenquimais em sua superfície, como observado por FAVARO *et al.* (2010). O sisal, no entanto, não apresenta sua superfície recoberta por uma camada lisa de lignina.

Após o tratamento com solução de 0,5% de NaOH, foram observadas menos impurezas na superfície. Pode ser notado, na Figura 8.19 b), c) e d), que com o aumento da concentração de NaOH na solução de tratamento das fibras, a quantidade de impurezas diminuiu gradativamente.

Nas fibras tratadas, é possível observar, na forma de retângulos, as paredes celulares das células que constituem as fibras. A diferença entre o diâmetro das fibras tratadas em relação a fibra sem tratamento deve ser pequena, uma vez que foi removida apenas uma camada pequena de impurezas da superfície.

Nenhuma das fibras presentou desfibrilamento, como observado por MARTINS *et al.* (2011), KIM e NETRAVALI (2010). Estes autores utilizaram, no entanto, concentrações mais altas da solução de NaOH, maior tempo de tratamento, maior temperatura do tratamento ou a combinação destes. Todas estas diferentes condições, atuam no sentido de intensificar o tratamento alcalino, resultando, portanto, em tratamentos mais agressivos.

As condições de tratamento utilizadas foram insuficientes para modificar a morfologia das fibras a ponto do desfibrilamento. No entanto, deve ser avaliado se a remoção das células parenquimais e exposição das células vegetais da fibra já garantem adesão suficiente à matriz.



Figura 8.19: Sisal: a) 0,0% NaOH, b) 0,5% NaOH, c) 1,0% NaOH e d)4,0% NaOH.

# 8.6. Ensaio de tração

Os resultados dos ensaios de tração dos compósitos de juta e sisal podem ser vistos nas Tabelas 8.4 e 8.5, respectivamente.

| NaOH | σ (MPa) | z(α/2)*s/n <sup>0,5</sup> | E (GPa) | z(α/2)*s/n <sup>0,5</sup> |
|------|---------|---------------------------|---------|---------------------------|
| 0%   | 50,66   | 9,12                      | 4,61    | 0,51                      |
| 1%   | 55,23   | 8,70                      | 5,78    | 0,32                      |
| 2%   | 40,42   | 3,87                      | 5,61    | 0,52                      |
| 4%   | 48,44   | 6,81                      | 5,53    | 1,01                      |

Tabela 8.4: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de juta.

Tabela 8.5: Resultados dos ensaios de tração dos compósitos de sisal.

| NaOH | σ (MPa) | z(α/2)*s/n <sup>0,5</sup> | E (GPa) | z(α/2)*s/n <sup>0,5</sup> |
|------|---------|---------------------------|---------|---------------------------|
| 0%   | 75,85   | 13,72                     | 4,27    | 1,20                      |
| 1%   | 82,89   | 23,66                     | 9,41    | 0,93                      |
| 2%   | 65,77   | 6,56                      | 8,94    | 0,82                      |
| 4%   | 72,43   | 8,63                      | 7,79    | 0,94                      |

Estes resultados apresentam grande variabilidade, não sendo possível afirmar qualquer diferença entre os tratamentos. Um fator importante a ser ressaltado é que muitos corpos de prova, 67%, fraturaram próximo às garras de fixação, invalidando os resultados. Uma parte dos corpos de prova foi ensaiada sem *tab*, porém as fraturas também ocorreram próximas as garras.

Entres os corpos de prova que fraturaram longe das garras, foi observado que a fratura ocorreu em regiões ricas em resina, ou seja, com poucas fibras de reforço. Estas regiões podem ser identificadas facilmente, pois são translúcidas quando observadas contra a luz.

A partir destes resultados, foi possível observar uma falha no processamento dos compósitos. Conclui-se que havia uma má distribuição das fibras, resultando em placas heterogêneas, com regiões praticamente sem fibra e, portanto, muito menos resistentes.

Devido a estes motivos, os resultados obtidos dos ensaios de tração foram considerados inconclusivos do ponto de vista de avaliar os efeitos dos tratamentos nas fibras. Destaca-se, no entanto, a importância deste ensaio como método de avaliação do processamento dos compósitos. Através destes resultados, foi possível detectar o problema na fabricação dos compósitos e buscar uma solução que garantisse a produção de placas com boa qualidade.

#### 8.7. Fabricação dos compósitos

Serão apresentados a seguir os resultados obtidos a partir da fabricação das placas de compósitos com as fibras de juta e sisal para os diferentes tratamentos. Os principais pontos a serem discutidos são: distribuição de fibras, fração de fibras e controle dimensional.

### 8.7.1. Distribuição das fibras

A distribuição das fibras foi uma etapa do processamento que demandou muitos cuidados. Inicialmente, observou-se que existe uma tendência das fibras se emaranharem. Outro ponto importante a ressaltar foi a diferença entre a juta, cardada, e o sisal, sem nenhum pré-processamento.

A juta cardada tem as fibras já distribuídas com razoável uniformidade, facilitando o processo de impregnação e posicionamento das fibras. No entanto, após a impregnação, a distribuição das fibras não é perfeitamente uniforme. Outro problema relacionado a juta é que a manta tem aproximadamente 30cm de largura, o que cria uma emenda cada vez que uma tira é posicionada ao lado da outra.

O sisal tem suas fibras sem nenhum pré-processamento. No entanto, elas não são muito flexíveis e se encontram aglomeradas em mechas de aproximadamente 1cm de diâmetro. A separação destas mechas é feita para a impregnação da resina, porém, não é possível espalhar as fibras de maneira totalmente uniforme.

As primeiras placas produzidas foram utilizadas nos ensaios de tração. Durante os ensaios, foi observado que as fraturas ocorreram preferencialmente em regiões com pouca fibra. Estas regiões podem ser identificadas facilmente, pois, pela ausência de fibras, elas eram translúcidas, como pode ser visto na Figura 8.20. Quando uma placa produzida com má distribuição de fibras é observada contra a luz, pode ser distinguido com clareza o contorno de uma moeda fixada na face oposta, além de regiões com maior brilho, onde há menos fibras.



Figura 8.20: Placa de juta com regiões mais ricas em resina.

Por este motivo, após os ensaios de tração, foi adotada a estratégia de fabricar placas com maior massa de fibras por área, obrigando a colocação de mais camadas de fibra. Desta maneira, apesar de cada camada continuar não apresentando uma distribuição uniforme, elas se compensaram, resultando em um conjunto de camadas uniforme. Durante a fabricação, estas camadas são compactadas e se misturam, eliminando a probabilidade de vazios de fibras.

A partir deste momento, foi possível determinar a massa mínima de fibras por área para a fabricação de um compósito homogêneo com fibras de juta e de sisal. Determinou-se que a densidade mínima de fibras para a juta seria de 1,75kg/m<sup>2</sup> e de 1,25kg/m<sup>2</sup>, para o sisal. Isto limita a espessura mínima das placas que podem ser produzidas, pois há um limite para a compactação das fibras durante o processamento. Portanto, a espessura mínima é de aproximadamente 4mm e 3mm para a juta e o sisal, respectivamente.

Estas foram as densidades de fibras utilizadas na fabricação dos compósitos para os ensaios de flexão. Foram então obtidas placas com boa distribuição das fibras, como pode ser visto na Figura 8.21. Isto pode ser confirmado, pois a placa é totalmente opaca, sem regiões ricas em resina e translúcidas. Nesta placa observada contra a luz, também há uma moeda fixada no lado oposto, porém não é possível notá-la.



Figura 8.21: Placa de juta com distribuição de fibras uniforme.

# 8.7.2. Fração de fibras nos compósitos

Nas Tabelas 8.6 e 8.7, podem ser vistas as densidades e as frações de fibras médias das placas produzidas com as fibras submetidas aos diferentes tratamentos.

|            | ρ (g/cm³) |         | % Fibr | a m/m |
|------------|-----------|---------|--------|-------|
| Tratamento | Média     | Média s |        | S     |
| 0,0%       | 1,17      | 0,02    | 29,6   | 2,2   |
| 0,4%       | 1,20      | 0,01    | 28,4   | 0,7   |
| 1,0%       | 1,22      | 0,01    | 29,5   | 0,5   |
| 2,0%       | 1,22      | 0,02    | 28,1   | 0,3   |
| 4,0%       | 1,22      | 0,02    | 31,1   | 1,0   |

Tabela 8.6: Densidades médias e frações de fibras médias dos compósitos de juta para os diferentes tratamentos.

 Tabela 8.7: Densidades médias e frações de fibras médias dos compósitos de sisal para os diferentes tratamentos.

|            | ρ (g/cm³) |      | % Fibra m/m |     |
|------------|-----------|------|-------------|-----|
| Tratamento | Média     | S    | Média       | S   |
| 0,0%       | 1,13      | 0,02 | 32,1        | 1,7 |
| 0,5%       | 1,15      | 0,01 | 27,8        | 0,5 |
| 1,0%       | 1,19      | 0,00 | 29,3        | 0,4 |
| 1,0% ST    | 1,18      | 0,02 | 33,7        | 0,6 |
| 2,0%       | 1,21      | 0,01 | 28,9        | 0,6 |
| 4,0%       | 1,23      | 0,02 | 31,5        | 1,2 |

As densidades apresentam pequena variação, em torno de 0,025g/cm<sup>3</sup> no caso das placas produzidas com juta e 0,05g/cm<sup>3</sup> nas placas produzidas com sisal.

As frações de fibra também apresentam pequena variação, aproximadamente 5% para ambos os casos. A fração de fibras constante é importante tanto para a pesquisa, permitindo a comparação mais precisa dos diferentes compósitos, quanto para a produção de placas, uma vez que o processo deve apresentar reprodutibilidade.

#### 8.7.3. Controle dimensional

As espessuras médias das placas de juta podem ser vistas na Tabela 8.8 com os respectivos desvios padrão. A espessura média de todas as placas produzidas foi de 4,87mm, ou seja, 22% a mais do que a distância entre os calços utilizada. Esta diferença pode ser justificada devido à compressão que é feita nas fibras durante a fabricação que causa a deformação das barras roscadas, aumentando a espessura final das placas. Isto é comprovado durante a fabricação das placas pois, quando as fibras entram no molde as duas placas de granito se afastam e os calços ficam soltos. Para as fibras de sisal a espessura das placas foi 19% maior do que a dimensão dos calços, como pode ser visto na Tabela 8.9.

| Fratamento | Média<br>(mm)   | s<br>(mm)  | Máx<br>(mm)  | Mín<br>(mm)  | Δ<br>(mm)   |  |  |  |
|------------|---|--|--|--|---|--|--|--|
| 0,0%       | 4,77  | 0,17   | 4,95   | 4,40   | 0,55  |  |  |  |
| 0,4%       | 5,12  | 0,14   | 5,30   | 4,78   | 0,52  |  |  |  |
| 1,0%       | 4,83  | 0,12   | 4,96   | 4,52   | 0,44  |  |  |  |
| 2,0%       | 5,06  | 0,09   | 5,16   | 4,86   | 0,30  |  |  |  |
| 4,0%       | 4,58  | 0,12   | 4,75   | 4,35   | 0,40  |  |  |  |
| Média      | 4,87  | 0,13   | 5,02   | 4,58   | 0,44  |  |  |  |
|            | Tratamento         0,0%         0,4%         1,0%         2,0%         4,0%         Média | Média<br>(mm)           0,0%         4,77           0,4%         5,12           1,0%         4,83           2,0%         5,06           4,0%         4,58           Média         4,87 | Média<br>(mm)         s<br>(mm)           0,0%         4,77         0,17           0,4%         5,12         0,14           1,0%         4,83         0,12           2,0%         5,06         0,09           4,0%         4,87         0,13 | Média<br>(mm)s<br>(mm)Máx<br>(mm)0,0%4,770,174,950,4%5,120,145,301,0%4,830,124,962,0%5,060,095,164,0%4,580,124,75Média4,870,135,02 | Média<br>(mm)s<br>(mm)Máx<br>(mm)Mín<br>(mm)0,0%4,770,174,954,400,4%5,120,145,304,781,0%4,830,124,964,522,0%5,060,095,164,864,0%4,580,124,754,35Média4,870,135,024,58 |  |  |  |

Tabela 8.8: Espessuras médias das placas de juta e seus respectivos desvios padrão.

A variação média das espessuras em cada placa foi de 0,44mm para o compósito de juta e 0,37mm para o compósito de sisal. Este resultado mostra que apesar de as espessuras serem maiores do que o valor previsto, este acréscimo é aproximadamente o mesmo em todas as placas produzidas.

| Tratamento | Média<br>(mm) | s<br>(mm) | Máx<br>(mm) | Mín<br>(mm) | Δ<br>(mm) |  |  |
|------------|---------------|-----------|-------------|-------------|-----------|--|--|
| 0,0%       | 3,56          | 0,12      | 3,71        | 3,27        | 0,44      |  |  |
| 0,5%       | 4,01          | 0,13      | 4,22        | 3,73        | 0,49      |  |  |
| 1,0%       | 3,69          | 0,06      | 3,80        | 3,58        | 0,22      |  |  |
| 1,0% ST    | 3,23          | 0,07      | 3,40        | 3,05        | 0,35      |  |  |
| 2,0%       | 3,68          | 0,09      | 3,80        | 3,52        | 0,28      |  |  |
| 4,0%       | 3,33          | 0,13      | 3,50        | 3,06        | 0,44      |  |  |
| Média      | 3,58          | 0,10      | 3,74        | 3,37        | 0,37      |  |  |

Tabela 8.9: Espessuras médias das placas de sisal e seus respectivos desvios padrão.

As placas produzidas têm, portanto, uma espessura maior do que a projetada, porém, com uma diferença conhecida e que pode ser corrigida no momento de dimensionar os calços. Este problema pode ser minimizado se as barras roscadas, que limitam o espaçamento entre as placas, forem substituídas por outras de maior diâmetro, aumentando a rigidez do molde. Outro ponto importante é que uma determinada placa apresenta uma variação de espessura pequena em toda a sua superfície.

### 8.7.4. Processo de laminação

Durante o projeto do equipamento de laminação, foi idealizado um processo contínuo de fabricação de compósitos. Devido as irregularidades das fibras naturais, elas ocupam um volume muito grande antes de serem comprimidas e tendem a retornar a posição inicial se retirada a compressão. Dessa forma, surgiu à necessidade de manter a compressão das fibras após a passagem pelos cilindros, tornando-se indispensável a utilização dos moldes de granito. Esta modificação fez com que o processo em escala laboratorial deixasse de ser contínuo.

Para a aplicação em escala industrial, existem, possivelmente, diversas soluções para contornar este problema. Entre elas, pode-se citar a utilização de resinas de cura a quente e cilindros aquecidos. Esta resina iniciaria o processo de cura assim que entrasse em contato com os cilindros. Os ajustes de velocidade dos cilindros, cinética de cura da resina e temperatura dos cilindros poderiam eliminar a necessidade de manter o compósito em um molde após a passagem pelos cilindros.

Uma outra alternativa seria a utilização de esteiras, que comprimiriam a mistura de resina e fibra gradativamente após a passagem pelos cilindros. Estas esteiras

poderiam permanecer em contato com o compósito, percorrendo a linha de produção e mantendo a compressão, até a cura da resina.

### 8.8. Absorção de água nos compósitos

O procedimento do ensaio de absorção de água nos compósitos foi modificado durante a impermeabilização das bordas dos corpos de prova. Após a aplicação da resina, os corpos de prova foram apoiados sobre uma superfície plana. Ao serem apoiados, a resina escorreu e impermeabilizou parcialmente a face apoiada. Esta face foi então, impermeabilizada em todos os corpos de prova para garantir que não houvesse diferença entre eles.

A Figura 8.22 apresenta o gráfico da umidade absorvida por tempo em dias para os compósitos de juta. A partir dos resultados, é possível observar que a absorção de água diminuiu no corpo de prova com fibra de juta tratada em solução de 1,0% de NaOH em relação ao compósito com fibra sem tratamento. Para os demais tratamentos, a variação da umidade absorvida não pôde ser afirmada devido ao erro experimental. Até o período de 7 dias, ainda não houve equilíbrio na água absorvida pelo compósito. Destaca-se que, para a determinação do equilíbrio, seria necessário que o ensaio prosseguisse por mais dias.



Figura 8.22: Absorção de água nos compósitos de fibra de juta.

A absorção de água nos compósitos de sisal foi maior do que nos compósitos de juta, como pode ser visto na Figura 8.23. No caso dos compósitos de sisal, aqueles com fibras tratadas em soluções com concentrações de 0,5%, 2,0% e 4,0% de NaOH absorveram menos umidade em relação ao compósito com fibras sem tratamento. Assim como nos compósitos de juta, a absorção de água não atingiu o equilíbrio no período de 7 dias.



Figura 8.23: Absorção de água nos compósitos de fibra de sisal.

A partir dos resultados obtidos, foi observada uma tendência na diminuição da absorção de água com o tratamento alcalino das fibras.

## 8.9. Microscopia ótica

## 8.9.1. Juta

As imagens de microscopia ótica de um corte transversal do compósito de juta 0,0% podem ser vistas na Figura 8.24. Observa-se que, em algumas regiões, há aglomerados de fibra. No entanto, estes aglomerados são limitados a pequenas dimensões e, de uma perspectiva mais global, a distribuição pode ser considerada com boa uniformidade. Na Figura 8.24 b), há uma fibra paralela ao plano. Isto pode ser observado em outras regiões, porém sempre em quantidades relativamente pequenas. Isto comprova o alinhamento preferencial das fibras cardadas.



Figura 8.24: Compósito de juta 0,0% NaOH, corte transversal.

A Figura 8.25 apresenta as micrografias do corte do compósito de 4,0% no sentido das fibras. Uma grande quantidade de fibras paralelas ao plano pode ser observada. Apesar de estarem em menor quantidade, se comparado ao observado na

Figura 8.24, há também fibras reforçando o compósito no sentido transversal. Espera-se, portanto, que o compósito com fibra de juta apresente maior resistência à flexão e módulo de elasticidade no sentido das fibras. No entanto, nos outros sentidos, estas propriedades não devem ser tão inferiores quanto em um laminado unidirecional.

Os compósitos de juta fabricados apresentaram quantidade muito pequena de porosidades, resultado do processo de fabricação utilizado.



Figura 8.25: Compósito de juta 4,0% NaOH, corte longitudinal.

### 8.9.2. Sisal

A Figura 8.26 apresenta micrografias do corte transversal de um compósito de sisal 0,0%. Podem ser observadas fibras aglomeradas e uma região sem nenhuma fibra. Apesar de aparentar uma má distribuição de fibras, estes aglomerados de estão limitados a pequenas dimensões. Portanto, pode ser afirmado que o compósito apresenta uma boa distribuição das fibras globalmente.



Figura 8.26: Compósito de sisal 0,0% NaOH, corte transversal.

O compósito é constituído em sua maioria por fibras do tipo fita e do xilema (MARTINS *et al.*, 2011). As fibras mecânicas, de maior resistência, foram observadas em poucas ocasiões.

O compósito de sisal apresenta praticamente todas as fibras alinhadas em um único sentido. Na Figura 8.27, pode ser observado o corte longitudinal do compósito com apenas algumas fibras perpendiculares ao plano. Diferentemente do compósito de juta, no compósito de sisal, é esperado que as propriedades mecânicas sejam muito diferentes de acordo com a orientação.



Figura 8.27: Compósito de sisal 0,0% NaOH, corte transversal.

Assim como no compósito de juta, não há presença de muitas porosidades no compósito de sisal, indicando que o processo utilizado também é adequado para trabalhar com esta fibra. Na Figura 8.27 b), pode ser vista uma grande porosidade de aproximadamente 80µm, porém não foi frequente a observação de porosidades desta dimensão.

# 8.10. Ensaio de flexão em três pontos

# 8.10.1. Matriz de poliéster

A resistência a flexão média da matriz de poliéster foi de 78 MPa com desvio padrão de 5,96 MPa. O módulo de elasticidade foi de 3 GPa com desvio padrão de 0,21 MPa. Por fim, a deformação na ruptura foi de 3% com desvio padrão de 0,21%. As curvas obtidas para os seis corpos de prova podem ser vistas na Figura 8.28.



Figura 8.28: Tensão de ruptura dos corpos de prova da matriz de poliéster.

#### 8.10.2. Juta

Os resultados dos ensaios de flexão em três pontos dos corpos de prova de juta podem ser vistos na Tabela 8.10. Pode ser observado uma tendência de variação do módulo de elasticidade juntamente com a resistência à tração.

|      | para os diferentes tratamentos das fibras. |                           |         |                           |       |                           |  |  |
|------|--|---------------------------|---------|---------------------------|-------|---------------------------|--|--|
| NaOH | σ (MPa)                                    | z(α/2)*s/n <sup>0,5</sup> | E (GPa) | z(α/2)*s/n <sup>0,5</sup> | ε (%) | z(α/2)*s/n <sup>0,5</sup> |  |  |
| 0,0% | 87,27                                      | 5,17                      | 6,48    | 0,58                      | 1,89  | 0,08                      |  |  |
| 0,4% | 88,76                                      | 5,13                      | 6,48    | 0,50                      | 2,00  | 0,12                      |  |  |
| 1,0% | 94,45                                      | 8,42                      | 7,77    | 0,55                      | 1,67  | 0,14                      |  |  |
| 2,0% | 102,22                                     | 5,46                      | 8,09    | 0,28                      | 1,98  | 0,10                      |  |  |
| 4,0% | 91,60                                      | 8,92                      | 6,87    | 0,86                      | 2,01  | 0,09                      |  |  |

 Tabela 8.10: Resultados dos ensaios de flexão em três pontos dos compósitos de juta

 para os diferentes tratamentos das fibras.

A partir da observação da Tabela 8.10, nota-se que a resistência à flexão do compósito aumenta a partir da concentração de 1,0% de NaOH da solução de tratamento das fibras até 2,0% NaOH. Para o compósito com fibras tratadas em solução com concentração de 4,0% de NaOH, a resistência à flexão diminui.

Os compósitos de 0,4% NaOH não apresentaram nenhum diferença em relação ao compósito com fibras sem tratamento. Este resultado é esperado, pois, para esta concentração de tratamento não houve remoção da lignina e hemicelulose, como foi observado pelas análises de ATR-FTIR. Outro ponto importante observado pelas imagens de MEV é que, apesar das fibras apresentarem a superfície mais limpa do que a da fibra sem tratamento, ainda há impurezas. O módulo de elasticidade também não apresentou nenhuma mudança, permanecendo em 6,48GPa.

O compósito de 1,00% NaOH apresentou resistência à flexão aproximadamente 8% mais alta do que o compósito de 0,0% NaOH. Porém, esta diferença compreende as margens de erro dos resultados, não havendo, portanto, diferença entre eles. O ensaio de ATR-FTIR indicou a remoção da hemicelulose na fibra de juta e as imagens de MEV mostraram a superfície da fibra com poucas impurezas. No entanto, estas modificações não foram suficientes para melhorar o comportamento mecânico do compósito.

O compósito de 2,0% NaOH apresentou um aumento de 17% no valor de resistência à flexão e de 25% no módulo de elasticidade. As curvas dos ensaios de tração do compósito de 2,0% NaOH podem ser vistas na Figura 8.29.



Figura 8.29: Curvas tensão x deformação do ensaio de flexão dos corpos de prova de juta 2,0% NaOH.

O aumento da resistência à flexão e do módulo de elasticidade podem ser explicados parcialmente pela eliminação da hemicelulose, como indicado pela análise de ATR-FTIR, pois, a hemicelulose tem menor resistência mecânica e módulo de elasticidade do que a celulose. Porém, os principais responsáveis por este aumento devem ter sido o aumento na quantidade de irregularidades na superfície da fibra e a remoção da camada superficial de lignina, resultando em aumento na adesão entre a fibra e a matriz.

Os compósitos de 4,0% NaOH apresentam as mesmas modificações que levaram ao aumento da resistência mecânica e módulo de elasticidade dos compósitos de 2,0%. No entanto, devido à concentração mais alta da solução, pode

ter ocorrido degradação da fibra durante o tratamento alcalino, explicando a piora nas propriedades mecânicas.

As deformações em ruptura não apresentaram nenhuma modificação significativa, nem apresentaram tendências de aumento ou diminuição com o tratamento das fibras.

O tratamento em solução de 2,0% de NaOH foi, portanto, o que resultou maior resistência à flexão e módulo de elasticidade dos compósitos.

### a. Fratura

A partir de inspeção visual e imagens feitas em microscópio estereoscópico, foi observado que ocorreu fratura das fibras na superfície submetida à tração, como pode ser visto na Figura 8.30 a) e b).





Os corpos de prova apresentaram delaminação em 53% dos casos. Na Figura 8.31, pode ser observada a trinca que se iniciou na superfície submetida à tração em direção a superfície em compressão. A aproximadamente metade do percurso, pode ser observado o início da delaminação. A partir deste momento, a trinca se propagou, formando um ângulo de aproximadamente 70° com a sua trajetória inicial. Quando um laminado é formado por um tecido, de fibra de vidro, por exemplo, a delaminação ocorre perpendicular à trajetória inicial. No entanto, as camadas de juta cardada apresentam diferenças de espessura após o processamento, devido à sua movimentação durante a impregnação com resina. Esta delaminação deve ter ocorrido, portanto, paralela à lâmina, que, por sua vez, não estava perfeitamente paralela à face do laminado.



Figura 8.31: Compósito com fibra de juta 2,0%: a) delaminação e b) detalhe.

### 8.10.3. Sisal

Os resultados dos ensaios de flexão em três pontos dos compósitos de sisal podem ser vistos na Tabela 8.11. Pode ser observado que a resistência à flexão e o módulo de elasticidade aumentam com o aumento da concentração de NaOH, até 1,0% NaOH e, a partir desta concentração, os valores permanecem constantes.

| NaOH    | σ (MPa) | $z(\alpha/2)^*s/n^{0.5}$ | E (GPa) | $z(\alpha/2)^*s/n^{0.5}$ | ε (%) | $z(\alpha/2)^*s/n^{0.5}$ |  |
|---------|---------|--------------------------|---------|--------------------------|-------|--------------------------|--|
| 0,0%    | 106,38  | 10,53                    | 6,87    | 0,77                     | 3,19  | 0,35                     |  |
| 0,5%    | 117,92  | 20,30                    | 8,01    | 1,35                     | 2,86  | 0,11                     |  |
| 1,0%    | 150,67  | 8,23                     | 10,42   | 0,74                     | 3,20  | 0,37                     |  |
| 1,0% ST | 125,11  | 8,45                     | 9,75    | 1,57                     | 2,65  | 0,31                     |  |
| 2,0%    | 151,67  | 13,40                    | 9,70    | 0,79                     | 3,05  | 0,19                     |  |
| 4,0%    | 146,82  | 8,24                     | 9,93    | 0,46                     | 2,82  | 0,35                     |  |

Tabela 8.11: Resultados dos ensaios de flexão em três pontos dos compósitos de sisal para os diferentes tratamentos das fibras.

O compósito de 0,5% NaOH apresenta um ligeiro aumento na média da resistência à flexão e do módulo de elasticidade. No entanto, esta diferença não é significativa uma vez que os erros sobrepõem este compósito ao de 0,0% NaOH.

Para o compósito de 1,0% NaOH, o aumento da resistência à flexão e do módulo foram de aproximadamente 42% e 52%, respectivamente. As curvas tensão x deformação dos corpos de prova de 1,0% NaOH podem ser vistas na Figura 8.32. Este aumento pode ser explicado por diversos fatores. Inicialmente, pela remoção parcial da hemicelulose e lignina, como foi observado nas análises de ATR-FTIR e TGA. O fator seguinte é a modificação na superfície das fibras. As fibras tratadas em solução de 1,0% NaOH apresentam a superfície isenta de resíduos, como pôde ser

visto nas imagens de MEV. Estas duas modificações na superfície das fibras tendem a aumentar a adesão na interface fibra/matriz, aumentando a transferência de carga da matriz para as fibras e, consequentemente, aumentando a resistência à flexão e o módulo de elasticidade. O último fator é o índice de cristalinidade da celulose que aumentou com o tratamento alcalino, como foi observado pelos resultados de DRX. O aumento da cristalinidade resulta em aumento da resistência mecânica e módulo de elasticidade e, consequentemente, da fibra. Ao usar fibras com melhores propriedades mecânicas, a resistência à flexão e módulo de elasticidade do compósito também aumentam. Portanto, o tratamento atuou na melhora da adesão entre a fibra e a matriz e das propriedades mecânicas das fibras.



Figura 8.32: Curvas tensão x deformação do ensaio de flexão dos corpos de prova de sisal 1,0% NaOH.

O compósito 1,0% NaOH ST apresentou melhora de aproximadamente 18% e na resistência à flexão e 42% no módulo de elasticidade. Estes aumentos podem ser explicados pelas mesmas modificações do compósito de 1,0%, com exceção do aumento da cristalinidade. Este resultado comprova que as modificações superficiais nas fibras resultam em melhores propriedades mecânicas dos compósitos. Se comparados os compósitos com fibras tratadas com e sem tracionamento, pode-se comprovar que o aumento da resistência mecânica das fibras, pelo aumento da cristalinidade da celulose, melhora as propriedades mecânicas dos compósitos.

Os compósitos de 2,0% e 4,0% não apresentaram nenhuma diferença em relação ao compósito de 1,0%. Isto pode ser explicado porque, para estas soluções, não houve modificações na quantidade de hemicelulose e lignina da fibra, em comparação com as fibras tratada em solução de 1,0% de NaOH. Além disso, as fibras

tratadas em solução de 1,0% de NaOH já não apresentavam impurezas, assim como as de 2,0% NaOH e 4,0% de NaOH e a cristalinidade da celulose também não aumentou.

### a. Fratura

As fraturas dos corpos de prova de sisal apresentaram variação, dependendo do tratamento das fibras. Para os compósitos de 0,0% NaOH e 0,5% NaOH, foi observada fratura apenas na matriz, na face submetida à tração, em 50% e 29% dos corpos de prova, respectivamente. Nos compósitos tratados em soluções de NaOH com concentração a partir de 1,0%, ocorreu fratura das fibras em todos os corpos de prova.

Os corpos de prova fraturados apenas na matriz podem ser facilmente identificados por inspeção visual. No entanto, para a observação detalhada das trincas, foi realizado o procedimento de inspeção com líquidos penetrantes descritos anteriormente. Um corpo de prova com a superfície que apresenta fraturas na matriz, já recoberto com tinta e após a limpeza com álcool pode ser visto na Figura 8.33 a) e b).





A superfície fraturada pode ser vista na Figura 8.34 a) e b). As trincas podem ser observadas no sentido perpendicular às tensões trativas. Este tipo de fratura é indicativo de que houve decoesão na interface fibra/ matriz. Após a decoesão, a fibra deixa de reforçar a matriz que fratura em seguida. Este processo ocorre em várias regiões, dando origem às diversas trincas.



Figura 8.34: Trincas na matriz em compósito de sisal 0,0% CP - 7.

A fratura das fibras no compósito de 4,0% pode ser vista na Figura 8.35 a) e b). Pode ser observado que as fibras fraturaram, assim como a matriz. Esta fratura tem a aparência mais profunda, em comparação aos outros corpos de prova onde só ocorreu fratura na matriz.

Pode ser observado que quando ocorre fratura das fibras e da matriz, a trinca é mais profunda. Isto indica que ocorreu transferência de carga da matriz para a fibra, mostrando que a adesão na interface fibra/matriz foi boa.



Figura 8.35: Trincas na fibra em compósito de sisal 4,0%.

A Figura 8.36 apresenta curva tensão x deformação de um corpo de prova do compósito de 0,0% NaOH, que apresentou trincas na matriz apenas. No início do ensaio, a tensão aumenta com a deformação, próximo a uma relação linear. O aumento da tensão começa a ser cada vez mais lento até que se estabiliza. Neste momento, começam a surgir as fraturas na matriz. Durante o ensaio, foi possível ouvir pequenos estalos da matriz fraturando. A partir de um determinado momento, a tensão começou a diminuir lentamente. O ensaio foi então finalizado, pois o corpo de prova

estava muito fletido e próximo ao apoio inferior da máquina. Após o ensaio, foi possível verificar que não ocorreu fratura nas fibras, como descrito anteriormente.

Ainda na Figura 8.36, pode ser vista a curva de um corpo de prova do compósito de 1,0% NaOH que apresentou fratura das fibras. O início da curva é semelhante ao do corpo de prova descrito anteriormente, com a diferença da tensão ser maior. A tensão atingiu um valor máximo, onde ocorreu a fratura das fibras na região submetida à tração. Em seguida, a tensão caiu rapidamente, pois o corpo de prova já estava fraturado.



Figura 8.36: Curvas tensão x deformação do ensaio de flexão dos corpos de prova de sisal 1,0% NaOH.

Estes resultados indicam que o tratamento alcalino foi eficiente na melhora da adesão na interface fibra/matriz para concentrações de NaOH a partir de 1,0%, inclusive no compósito de 1,0% NaOH ST. Comprova-se, mais uma vez, que a diferença entre compósito com fibras tratadas sem tracionamento e os demais foi a menor resistência mecânica de suas fibras.

# 8.10.4. Comparação entre os compósitos

A Figura 8.37 apresenta os valores de resistência e módulo de elasticidade em flexão de diversos materiais, inclusive dos compósitos de juta 2,0% NaOH e sisal 1,0% NaOH obtidos neste trabalho.



Figura 8.37: Resistência e módulo de elasticidade em flexão de diversos materiais. (MASISA-MDF, 2012)(MASISA-OSB,2012)(ABIMCI, 2002)

Inicialmente, pode ser observado que o compósito de sisal apresenta maior resistência e módulo de elasticidade em flexão do que o compósito de juta. No entanto, é importante ressaltar que o compósito de sisal tem as fibras orientadas, logo, na outra direção, são esperadas propriedades mecânicas muito inferiores. O compósito de juta, por sua vez, tem uma orientação preferencial, porém, por também apresentar fibras em outras direções, é esperado que ele seja mais isotrópico.

Os compósitos desenvolvidos têm resistência a flexão consideravelmente maior do que de outros materiais tradicionais. O módulo de elasticidade é maior, com exceção do compensado, que é mais rígido que o compósito de juta. A partir destas comparações, é possível afirmar que os materiais desenvolvidos têm possibilidade de aplicações em substituição de diversos materiais tradicionais, até mesmo em aplicações estruturais.

## 9. CONCLUSÕES

As análises de ATR-FTIR indicaram a remoção parcial da hemicelulose e da lignina na juta e no sisal. As análises de TGA chegaram a resultados semelhantes.

A análise de DRX permitiu verificar que não ocorreu transformação de fase da celulose. Este resultado é bom, pois a celulose II tem menor resistência à tração e módulo de elasticidade do que a celulose I. Nas fibras de sisal, ficou comprovado o aumento do índice de cristalinidade da celulose devido ao tracionamento das fibras durante o tratamento. A tensão aplicada foi aproximadamente um quarto do que a da literatura.

A observação das fibras em MEV permitiu constatar que tanto para a juta como para o sisal o tratamento alcalino foi eficiente na limpeza das fibras através da remoção de resíduos vegetais como as células parenquimais. No caso da juta, pôde ser observada a remoção da camada superficial de lignina, expondo as fibrilas e aumentando as irregularidades nas fibras. Nas fibras de sisal, pôde ser observado que o tratamento resultou na limpeza das fibras com a exposição das paredes das células vegetais. Não houve diferenças entre as fibras tratadas em soluções de 1,0% 2,0% e 4,0% de NaOH.

Os ensaios de tração foram úteis para melhorar o processo de fabricação, pois permitiu detectar que diversos corpos de prova apresentavam, inicialmente, má distribuição das fibras. Isto foi importante para que este problema fosse contornado ao longo deste trabalho.

O equipamento de laminação dos compósitos projetado e construído durante este trabalho se mostrou uma boa alternativa. Inicialmente pelas qualidades das placas produzidas como: acabamento superficial nas duas faces, boa distribuição de fibras, pouca porosidade, fração de fibras e espessuras controladas. Para a obtenção de placas com estas características foi, no entanto, determinada a massa mínima de fibras por área de 1,75kg/m<sup>2</sup> para a juta e 1,25kg/m<sup>2</sup> para o sisal. Além da qualidade das placas o processo é simples, não requer equipamentos complexos e por estes motivos é factível de ser adaptado para escala industrial.

A partir dos ensaios de flexão, concluiu-se que, para a fibra de juta, o compósito de 2,0% de NaOH apresentou as melhores propriedades mecânicas com aumento da resistência à flexão de 17% (102MPa) e de 25% (8,1GPa) do módulo de elasticidade, devido ao aumento da adesão na interface fibra matriz.

Para o sisal, o compósito de 1,0% de NaOH com tracionamento das fibras foi o que apresentou as melhores propriedades mecânicas com aumento de 42% (151MPa) na resistência à flexão e de 52% (10,4GPa) no módulo de elasticidade. Os compósitos com fibras tratadas em solução de 2,0% e 4,0% de NaOH apresentaram as mesmas propriedades mecânicas do compósito tratado em solução de 1,0%. O tratamento em solução de 1,0% de NaOH é, portanto, o mais adequado devido ao menor uso de NaOH e HCI para a neutralização, diminuindo os custos e o impacto ambiental do tratamento.

Os compósitos de sisal apresentaram maiores valores de resistência à flexão e módulo de elasticidade do que o de juta. Porém, é importante ressaltar que o compósito de sisal é unidirecional, enquanto que o de juta apresenta apenas uma orientação preferencial das fibras.

Diante do exposto, conclui-se que o tratamento alcalino proposto se mostrou eficiente na melhora das propriedades mecânicas dos compósitos. Além do baixo custo, este tratamento apresenta a vantagem de gerar um efluente neutro que pode ser descartado nos padrões estabelecidos pela legislação ambiental. Aliados a isso, o processo de fabricação desenvolvido foi considerado simples, de baixo custo e com viabilidade de aplicação industrial mediante adaptações.

Os compósitos desenvolvidos apresentam características físicas, mecânicas e de processamento que indicam a viabilidade de produção em escala industrial. As fibras de juta e sisal são uma matéria-prima de baixo custo, subutilizadas na produção cordas, sacos e outros produtos semelhantes. O uso destas fibras como fase de reforço em laminados de matriz polimérica permite sua aplicação em compósitos estruturais, aproveitando suas excelentes propriedades mecânicas. Entre os setores de possível aplicação, pode-se destacar a construção civil e a indústria de móveis, além da industria náutica que já faz uso intensivo de compósitos laminados.

Para trabalhos futuros, sugere-se:

- Novas análises de ATR-FTIR e TGA para melhor compreender o efeito do tratamento sobre a composição das fibras, permitindo quantificar a remoção de hemicelulose e lignina.
- Análise da superfície de fratura dos corpos de prova através de MEV como auxílio no diagnóstico de problemas de adesão entre a fibra e a matriz.

- Reavaliação do tratamento das fibras com novas cargas de tracionamento do sisal. Cargas menores podem levar ao mesmo resultado obtido neste trabalho ou cargas maiores podem aumentar ainda mais a cristalinidade da celulose.
- Avaliação das propriedades mecânicas dos compósitos em outras direções, complementando este trabalho. Assim como a produção de *cross-plys* e a verificação de seu comportamento segundo a macro-mecânica de compósitos.
- Utilização de uma matriz de biopoliéster em substituição do poliéster tradicional, resultando na criação de um material 100% de fontes renováveis.

## **BIBLIOGRAFIA**

ABREU, M. J., A cultura do cânhamo, Ministério da Agricultura, Mar, Ambiente e do Ordenamento do Território, Portugal, 2009.

AKIN, D. A., " Chemistry of Plant Fibres", In: Structure, Properties and Technical Applications, v. 1, *Industrial Applications of Natural Fibres*, Wiley, pp. 13-22, 2010.

ANANDJIWALA, R. D., JOHN, M., "Sisal - Cultivation, processing and products", In: Structures, properties and technical applications, v. 1, *Industrial application of natural fibres*, Wiley, pp. 181-195, 2010.

Associação Brasileira da Indústria de Madeira Processada Mecânicamente "*Compensado de pinus*", 2002.

ASTM D3039/D3039M "Standard Tensile Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composites", 2008.

ASTM D7264 "Standard Test Method for Flexural Properties of Polymer Matrix Composites", 2007.

BLEDZKI, A. K., SPERBER, V. E., FARUK, O., *Natural and Wood Fibre Reinforcement in Polymers*, 1<sup>a</sup> ed. Kassel, Rapra Technology, 2002.

BRASKEM, Disponível em: <a href="http://www.braskem.com.br/Portal/Principal/Arquivos/html/boletm\_tecnico/Resistencia">http://www.braskem.com.br/Portal/Principal/Arquivos/html/boletm\_tecnico/Resistencia</a> \_quimica%20\_PP.pdf>. Acesso em: 5 Mar. 2012, 10:20.

BREBU, M., VASILE, C., "Thermal degradation of lignin - A review", *Cellulose Chemistry and Technology*, v.44, pp.353-363,2010.

EDER, M., BURGERT, I., "Natural fibers - Function in nature", In: Structure, properties and technical applications, v. 1, *Industrial application of natural fibres*, Wiley, pp. 23-39, 2010.

FARUK, O., BLEDZKI, A. K., FINK, H. P., SAIN, M., "Biocomposites reinforced with natural fibers:2000-2010", *Progess in polymer science*, v.37, pp.1552-1596,2012.

FAVARO, S. L., GANZERLI, T. A., NETO, A. G. V. C., SILVA, O. R. R. F., RADOVANOVIC, E., "Chemical, morphological and mechanical analysis of sisal fiber-reinforced recycled high-density polyethylene composites", *eXPRESS Polymer Letters*, v.4, pp.465-473,2010.

KIM, J. T., NETRAVALI, A. N., "Mercerization of sisal fibers: effect of tension on mechanical properties of sisal fiber and fiber reinforced composites", *Composites: Part*
*A*, v.41, pp.1245-1252,2010.

KLEMM, D., PHILIPP, B., HEINZE, T., HEINZE, U., WAGENKNECHT, *Comprehensive Cellulose Chemistry*, 1<sup>a</sup> ed. Weinheim, Wiley-VCH, 1998.

LI, Y., MAI, Y., YE, L., "Sisal fibre and its composites: a review of recent developments", *Composites Science and Technology*, v.60, pp.2037-2055,2000.

MARINELLI, A. L., MONTEIRO, M. R., AMBRÓSIO, J. D., BRANCIFORTI, M. C., KOBAYASHI, M., NOBRE, A. D., "Desenvolvimento de compósitos poliméricos com fibras vegetais naturais da biodiversidade: Uma contribuição para a sustentabilidade amazônica", *Polímeros: Ciência e tecnologia*, v.2, pp.92-99,2008.

MARTIN, A. R., MARTINS, M. A., MATTOSO, L. H. C., SILVA, O. R. R. F., "Caracterização química e estrutural de fibra de sisal da variedade Agave Sisalana", *Polímeros*, v.19, pp.40-46,2008.

MARTINS, M. A., KIYOHARA, P. K., JOEKES, I., "Sacnning Electron Microscopy Study of Raw and Chemically Modified Sisal Fibers", *Journal of Applied Polymer Science*, v.94, pp.2333-2340,2004.

MASISA, Propriedades físico-mecâncias OSB. Disponível em: <http://www.redmasisa.com/bra/por/produto/recomendacoes-praticas-osb/masisa-osb--caracteristicas-e-usos/propriedades-fisico-mecanicas/1502/488/>. Acesso em: 10 out. 2012, 10:30.

MASISA, Características físico-mecânicas MDF cru. Disponível em: <a href="http://stage.masisa.com/bra/por/produto/paineis/mdf/caracteristicas-fisico-mecanicas/965/1279/">http://stage.masisa.com/bra/por/produto/paineis/mdf/caracteristicas-fisico-mecanicas/965/1279/</a>>. Acesso em: 10 out. 2012, 10:20.

MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE "Resolução CONAMA nº 430 - Dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes", 13 de Maio de 2011.

NETO, F. L., PARDINI, L. C., *Compósitos estruturais: Ciência e tecnologia*, 1<sup>a</sup> ed. São Paulo,, Edgard Blüncher, 2006.

OSSWALD, T. A., MENGES, G., *Materials science of polymers for engineers*, 2<sup>a</sup> ed. Munique, Hanser, 2003.

OUDIANI, A. E., CHAABOUNI, Y., MSAHLI, S., SAKLI, F., "Crystal transition from cellulose I to Cellulose II in NaOH treated Agave americana L. fibre", *Carbohydrate Polymers*, v.86, pp.1221-1229,2011.

RAHMAN, MD. S., "Jute - A Versatile Natural Fibre. Cultivation, Extraction and Processing", In: Structure, Properties and Technical Applications, v. 1, *Industrial* 

Applications of Natural Fibres, Wiley, pp. 135-161, 2010.

SAXENA, M., PAPPU, A., HAQUE, R., SHARMA, A., "Sisal Fiber Based Polymer Composites and Their Applications", In:KALIA, S., KAITH, B. S., KAUR, I., *Celulose Fibers: Bio- and Nano- Polymer Composites*, 1<sup>a</sup> ed., London, Springer, 2011.

SEGAL, L., CREELY, J.J., MARTIN JR, A.E., CONRAD, C.M., "An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer", *Textile Research Journal*, v.29, pp.786-794,1959.

SILVA, O. R. R. F., COUTINHO, R. D. T., Cultivo do sisal. Disponível em: <a href="http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Sisal/CultivodoSisal/index">http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Sisal/CultivodoSisal/index</a>.html>. Acesso em: 11 fev. 2012, 13:10.

SREEKUMAR, P. A., THOMAS, S. P., SAITER, J. M., KURUVILLA, J., UNNIKRISHNAN, G., THOMAS, S., "Effect of surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding", *Composites: Part A*, v.40, pp.1777-1784,2009.

THOMAS, S., PAUL, S. A., POTHAN, L. A., DEEPA, B., "Natural Fibers: Structure, Properties and Applications", In:KALIA, S., KAITH, B. S., KAUR, I., *Celulose Fibers: Bio- and Nano- Polymer Composites*, 1<sup>a</sup> ed., London, Springer, 2011.

TOLEDO, L. R., Gente de Fibra. Disponível em: <a href="http://revistagloborural.globo.com/Revista/Common/0,,EMI183007-18283,00-GENTE">http://revistagloborural.globo.com/Revista/Common/0,,EMI183007-18283,00-GENTE</a> +DE+FIBRA.html>. Acesso em: 10 set. 2012, 15:10.

WIKIPEDIA, Sisal. Disponível em: <a href="http://pt.wikipedia.org/wiki/Sisal">http://pt.wikipedia.org/wiki/Sisal</a>. Acesso em: 15 jan. 2012, 8:45.

























