



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
CAMPUS DE MARABÁ
FACULDADE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

MÁRIO EDUARDO SANTIAGO ARAÚJO

**AVALIAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ
POLIÉSTER REFORÇADAS COM FIBRAS DE SISAL (*Agave
Sisalana*)**

MARABÁ
2013

MÁRIO EDUARDO SANTIAGO ARAÚJO

**AVALIAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ
POLIÉSTER REFORÇADAS COM FIBRAS DE SISAL (*Agave
Sisalana*)**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado para obtenção do grau
de Bacharel em Engenharia de
Materiais, Campus de Marabá,
Universidade Federal do Pará.
Orientadora: Prof. Esp. Márcio Paulo
de Araújo Mafra.

MARABÁ
2013

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)
(Biblioteca Josineide Tavares, Marabá-PA)

Araújo, Mário Eduardo Santiago.

Avaliação e caracterização de compósitos de matriz poliéster reforçadas com fibras de sisal (Agave Sisalana). / Orientador, Márcio Paulo de Araújo Mafra. – 2013.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) Universidade Federal do Pará, Faculdade de Engenharia de Materiais, 2013.

1. Engenharia de Materiais. 2. Materiais compostos – Propriedades mecânicas. 3. Fibras – Propriedades mecânicas. 4. Sisal – Indústria. I. Título.

CDD - 22 ed.: 620.11

MÁRIO EDUARDO SANTIAGO ARAÚJO

**AVALIAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ
POLIÉSTER REFORÇADAS COM FIBRAS DE SISAL (*Agave
Sisalana*)**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado para obtenção do grau
de Bacharel em Engenharia de
Materiais, Campus de Marabá,
Universidade Federal do Pará.
Orientadora: Prof. Esp. Márcio Paulo
de Araújo Mafra.

Data de aprovação: ____ de _____ de ____.

Conceito: _____

Banca examinadora:

_____ - Orientador
Prof. Esp. Márcio Paulo de Araújo Mafra – UFPA

_____ - Membro interno
Prof. Dr. Edemarino Araújo Hildebrando – UFPA

_____ - Membro interno
Prof. Dr. Denilson da Silva Costa – UFPA

Dedico acima de tudo **Deus**, a minha mãe **Lêda Araújo**, ao meu pai **Eduardo Araújo**, as minhas irmãs **Larissa e Taynara Araújo**, a minha avó **Jovelina Braz**, as minhas tias **Benedete Santiago, Alzanir Araújo**, pela força, confiança, apoio e amor que contribuiu bastante nessa caminhada. Por fim, a todas as pessoas que contribuíram direta e indiretamente nesses cinco anos de graduação.

AGRADECIMENTOS

À Deus por ter me dado muita saúde e muita força; meu guia; minha luz;

À minha família, em especial, minha mãe e meu pai, pelo incentivo, confiança e apoio ao longo da minha graduação;

As minhas irmãs Larissa e Taynara, pela amizade e pelo companheirismo;

Ao meu grande amigo Milton Adalberto, o meu agradecimento especial, pela contribuição direta e indireta na minha formação como engenheiro;

A Juliana Rodrigues, Camila Konno e Rafaela Oliveira por terem me ajudado no laboratório com fibras, serei eternamente grato;

Aos meus amigos de Faculdade, Luã Fernandes, Lívia Araújo, Marcela Dias, Mayara Rodrigues, Patrícia Lopes, Rodrigo Sampaio, Rogerio Galvão, Tatiane Guimarães, Túlio Alves, Vinicius Paes, pelos tantos encontros, desencontros e reencontros que tivemos e ainda teremos;

A Elisama Cordeiro, pelas valiosas contribuições e companheirismo;

A FEMAT 2008, pelas brincadeiras, confraternizações e viagens inesquecíveis;

Ao meu orientador, o professor Márcio Mafra, pela grandiosa contribuição e orientação;

Aos técnicos Gilson, Artur e Tatiany por contribuírem no desenvolvimento da parte experimental deste trabalho;

A todos os docentes da FEMAT, pelo aprendizado adquirido ao longo do curso;

A todos que de certa forma contribuíram para minha formação profissional.

RESUMO

Neste trabalho são apresentados resultados da caracterização mecânica, da avaliação química das fibras de sisal em diferentes tempos de tratamento, para a utilização como reforço de compósitos de matriz poliéster. O sisal foi modificado superficialmente através de um tratamento alcalino nas fibras conhecido como mercerização. Foram confeccionadas placas dos compósitos, estas dispostas na matriz polimérica unidirecional. As concentrações de NaOH nas fibras foram mantidas em 3% e o tempo de tratamento variou em: uma hora, duas horas e três horas. Tanto as fibras não tratadas e as fibras que sofreram tratamento, foram distribuídas na matriz polimérica na longitudinal. Todos os compósitos foram preparados no mesmo peso em massa de fibra (30 gramas cada) previamente seca. Foi aplicada moldagem à compressão em todas as placas não tratadas e tratadas com NaOH, sendo essas placas submetidas a pós-cura por 48 horas a 80° C. Os corpos-de-prova foram serrados manualmente para a realização dos ensaios de flexão e impacto de acordo com as normas ASTM D 790-03 e ASTM D 256-04 respectivamente. As alterações na morfologia de superfície das fibras foram avaliadas através da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os compósitos sem tratamento mostraram melhores resultados na resistência à flexão em relação aos que foram submetidos a tratamento. Entretanto, os compósitos tratados tiveram melhores resultados na resistência ao impacto. Portanto, os ensaios demonstraram que as fibras de sisal têm grande potencial como reforço na resina poliéster, apresentando resultados satisfatórios em suas propriedades mecânicas para fibras sem tratamento e após mercerização.

PALAVRAS-CHAVES: Fibras de Sisal, Mercerização, Tempo, Propriedades Mecânicas.

ABSTRACT

This work presents results of mechanical characterization, the chemical evaluation sisal fibers at different treatment times, for use as reinforcement of polyester matrix composites. Sisal was slightly modified by an alkaline treatment of fibers known as mercerization. Plates were made of composites, these arranged in unidirectional polymer matrix. The concentration of NaOH in the fibers were kept at 3% and the treatment time varied: one hour, two hours and three hours. Both the fibers and untreated fibers which have undergone treatment were distributed in the polymeric matrix in longitudinal direction. All composites were prepared in the same weight of fiber mass (30 grams each) previously dried. Compression molding was used in all treated and untreated plates with NaOH, and the plates subjected to post-curing for 48 hours at 80 ° C. The bodies of the specimens were sawn by hand to achieve the flexural and impact tests in accordance with ASTM D 790-03 and ASTM D 256-04 respectively. Changes in surface morphology of the fibers were evaluated by Scanning Electron Microscopy (SEM). The composites without treatment showed better results in flexural strength than those who were treated. However, the composites were treated best results in impact resistance. Therefore, tests have shown that sisal fibers have great potential as reinforcement in polyester resin with satisfactory results in mechanical properties to fibers without treatment and after mercerization.

KEYWORDS: Sisal fibers, Mercerization, Times, Mechanical Properties.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 3.1 – Obtenção das fibras de sisal.....	16
Figura 3.1.1 – Secção transversal de um feixe de fibra xilema (cutícula, parede celular, feixe vascular, fibra xilema)	17
Figura 3.2 – Formação de compostos de adição	20
Figura 3.3 – Corte transversal de um compósito reforçado por fibra	22
Figura 3.3.1 – Placas com reforço tipo: (a) Unidirecional; (b) Bidirecional; (c) fibras picadas; (d) Longas aleatórias	23
Figura 3.3.2 – Mudanças das pontes de hidrogênio	25
Figura 3.5 – Fórmula estrutural da resina poliéster ortoftálica	28
Figura 4.1 – Fibras de sisal.....	29
Figura 4.2 – Fluxograma da metodologia aplicada para modificação e caracterização do compósito estudado	30
Figura 4.2.1 – Fibras mantidas sob fervura em Banho Maria	31
Figura 4.2.1.1 – Fibras com NaOH 3%	31
Figura 4.2.1.2 – Indicador de pH	32
Figura 4.2.2 – Molde matálico.....	33
Figura 4.2.2.1 – Placas sendo confeccionadas em uma prensa hidráulica sob pressão de seis toneladas por oito horas.....	34
Figura 4.2.2.2–Placas dos compósitos estudados, orientadas unidirecionalmente	35
Figura 4.2.2.3 – Corpo de prova confeccionado para estudo.....	35
Figura 4.3.1 – Dimensão do corpo de prova para ensaio de flexão	36
Figura 4.3.1.1 – Máquina de ensaio universal EMIC DL1000, utilizada para ensaio de flexão.....	37
Figura 4.3.2 – Dimensões do corpo de prova para ensaio de impacto.....	38
Figura 4.3.2.1 - Representação do ensaio de impacto Charpy.....	38
Figura 5.2 – Módulo de elasticidade dos compósitos em função da mercerização	40
Figura 5.2.1 – Força de ruptura dos compósitos em função do tempo de mercerização.....	40

Figura 5.2.2 – Resistência dos compósitos em função do tempo de mercerização.....	41
Figura 5.3 – Resistência ao impacto dos compósitos em função do tempo de mercerização.....	42
Figura 5.3.1 – Gráfico do módulo de elasticidade x resistência ao impacto.....	43
Figura 5.4 – Micrografia obtida por MEV da superfície de fibras de sisal sem tratamento. Aumento de 250x.....	44
Figura 5.4.1 – Micrografia obtida por MEV da superfície de fibras de sisal mercerizadas em concentração 3% NaOH por 1 horas. Aumento de 250x.....	45
Figura 5.4.2 – Micrografia obtida por MEV da superfície de fibras de sisal mercerizadas em concentração 3% NaOH por 2 horas. Aumento de 250x.....	45
Figura 5.4.3 – Micrografia obtida por MEV da superfície de fibras de sisal mercerizadas em concentração 3% NaOH por 3 horas. Aumento de 250x.....	46

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Análise química de fibras.....	17
Tabela 5.2 – Resistência à flexão e força de ruptura dos compósitos obtidos no ensaio de flexão.....	39
Tabela 5.3 – Resultados do ensaio de impacto Izod dos compósitos com e sem tratamento alcalino.....	42

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
2	OBJETIVOS	14
2.1	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	14
3	REVISÃO BIBLIOGRAFICA	15
3.1	SISAL (<i>Agave Sisalana</i>).....	15
3.2	MODIFICAÇÕES DAS FIBRAS NATURAIS.....	18
3.2.1	Mercerização	20
3.3	COMPÓSITOS.....	21
3.4	MODO DE FALHAS COMUMENTE ENCONTRADOS EM COMPÓSITOS.....	27
3.5	RESINA POLIÉSTER UTILIZADA NA COFECÇÕES DE COMPÓSITOS.....	27
4	MATERIAIS E METODOLOGIA	29
4.1	MATERIAIS E EQUIPAMENTOS.....	29
4.1.1	Matriz polimérica	29
4.2	METODOLOGIA.....	30
4.2.1	Tratamento químico das fibras	30
4.2.2	Fabricação dos compósitos	32
4.3	ANÁLISE MECÂNICA DOS COMPÓSITOS.....	36
4.3.1	Ensaio de Flexão	36
4.3.2	Ensaio de Impacto	37
4.4	CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DA SUPREFÍCIE DAS FIBRAS TRATADAS E NÃO TRATADAS.....	38
5	RESULTADOS E DISCURSSÕES	39
5.1	ENSAIOS MECÂNICOS.....	39
5.2	ENSAIO DE FLEXÃO.....	39
5.3	ENSAIO DE IMPACTO.....	41
5.4	MOFOLOGIA DA FIBRA DE SISAL.....	43
6	CONCLUSÕES	47
7	SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	48
	REFERÊNCIAS	49

1 INTRODUÇÃO

Desde o início da civilização, as fibras naturais desempenham um papel de extrema importância para a sociedade. Na atualidade, essas fibras naturais de sisal, de coco, de curauá, de bambu, entre outras, se tornaram fonte de renda e emprego para milhares de pessoas no Brasil e mundo a fora, pois apresentam inúmeras utilidades tanto no campo como na cidade, como por exemplo, na fabricação de cordas, tapetes, artesanatos, mantas, barbantes, confecção de tecidos e, mais recentemente, em setores industriais de alta tecnologia.

Com isso as fibras vegetais foram ganhando novos parâmetros de estudos, possibilitando o seu incremento a compósitos poliméricos reforçados com os mais diferentes tipos de fibras, devido à combinação do bom desempenho e versatilidade com a vantagem de processamento simples e de baixo custo (MOCHNACZ, 2002).

O uso de fibras vegetais como reforço em compósitos poliméricos, com o objetivo de substituir total ou parcialmente as fibras sintéticas, tem recebido muita atenção dos pesquisadores. Isto porque as fibras vegetais apresentam importantes vantagens como: baixo custo, baixa densidade, resistência, baixa abrasividade aos equipamentos de processo, são biodegradáveis, não são tóxicas ou poluentes diminuindo assim problemas ambientais, além de serem originárias de fontes renováveis e serem disponíveis em todo o mundo (NÓBREGA, 2007).

Visto a grande contribuição que as fibras naturais proporcionam as linhas de pesquisa sobre compósitos, diversos tipos de tratamento superficial distintos com sofisticação, custo, tecnologia e eficácia, foram propostos para melhorar a adesão fibra/matriz em compósitos poliméricos lignocelulósicos. Dentre estes, um dos métodos mais populares é a modificação superficial das fibras por tratamento alcalino, realizado com hidróxido de sódio. Este, além de apresentar baixo custo, facilidade de operação e eficácia, leva à remoção de hemicelulose, lignina, e contaminantes como ceras e sais minerais, levando ao aumento da cristalinidade, redução do diâmetro e da densidade das fibras, separando as microfibrilas de celulose e expondo as fibras a um contato mais íntimo com o polímero, atuando na interface fibra/matriz. E é nessa região em que ocorre o contato entre os componentes do compósito e a qual está intimamente ligada á propriedade mecânica do compósito, pois se houver adesão inadequada o desempenho do

compósito será comprometido pelo surgimento de falhas (FERNANDES, 2009; (MOCHNACZ, 2002).

No campo de materiais, a utilização de fibras vegetais como reforço de matrizes poliméricas volta a merecer atenção para elaboração de elementos construtivos alternativos, principalmente elementos não estruturais de cobertura e de vedação lateral, para a substituição de materiais caros como placas corrugadas de aço galvanizadas (MOCHNACZ, 2002)..

Uma das áreas de aplicação dos compósitos poliméricos que tem crescido significativamente é a indústria automotiva, com a incorporação de fibras de sisal, fibras de coco, etc., devido a fatores relacionados à: redução de peso, flexibilidade na forma (desenho), tenacidade, alta resistência específica e resistência à corrosão entre outros.

As fibras naturais são classificadas quanto a sua origem em: vegetal, mineral e animal. As fibras utilizadas neste trabalho são de origem vegetal. Todavia, as fibras vegetais de sisal são retiradas das folhas, passando por um processo de desfibramento, e em seguida, são submetidas a um processo de lavagem e, posteriormente secagem, para chegar ao batimento das fibras.

Os subprodutos do sisal, que hoje praticamente não são aproveitados, podem ter inúmeras utilizações. Cite-se a possibilidade de utilização da mucilagem como complemento alimentar para rebanhos bovinos e caprinos; a bucha, como adubo orgânico e o suco, que é rico em ecogenina, fármaco que serve como medicamento e pode ser utilizado como bioinseticida, no controle de lagartas (quando no primeiro instar), de nematóides e carrapatos, como sabonete e pasta cicatrizante. O substrato resultante do processamento do sisal também pode ser aproveitado para o cultivo de cogumelos comestíveis (SILVA, 2004; FAPESB, 2002).

O Brasil é o maior produtor e exportador de fibras e manufaturados de sisal do mundo, tendo capacidade para produzir muitos mais, pois apresenta uma enorme região semi-árida em seu território. Os estados da Bahia, Paraíba e Rio Grande do Norte são responsáveis por toda a produção do sisal atualmente, sendo o estado da Bahia responsável por 90% da produção nacional.

2 OBJETIVOS

Este trabalho tem como objetivo, preparar e caracterizar compósitos poliméricos à base de resina poliéster, reforçados por fibras longas de sisal (*Agave sisalana*) sem tratamento químico e tratadas quimicamente a base de hidróxido de sódio variando o tempo.

2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ✓ Modificar superficialmente as fibras de sisal através da Mercerização, tratamento químico a base de hidróxido de sódio;
- ✓ Produzir compósitos de resina poliéster reforçados com fibras de sisal não tratadas e tratadas quimicamente por Mercerização;
- ✓ Analisar a influência que o tempo promove na superfície da fibra de sisal, através do tratamento químico com NaOH;
- ✓ Avaliar as propriedades mecânicas dos compósitos poliméricos a partir dos ensaios de flexão e impacto;
- ✓ Observar as alterações na morfologia da superfície das fibras antes e após tratamento químico através da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 SISAL (*Agave sisalana*)

O sisal foi cultivado primeiramente no Brasil em 1903, no estado da Bahia, e posteriormente levado a outros estados nordestinos. O Brasil é um dos maiores produtores mundiais de fibras de sisal, sendo a Bahia e a Paraíba os principais estados produtores, onde aproximadamente um milhão de pessoas dependem desta cultura para a sobrevivência (OKSMAN, 2002).

Sendo assim, a planta de sisal pode ser cultivada em climas extremamente secas onde outras plantas não conseguem sobreviver. A Figura 3.1 mostra desde a plantação de sisal até a obtenção das fibras de sisal, que logo após a sua extração são lavadas e secas. A fibra de sisal industrializada é convertida em barbante, corda, tapetes, sacos, bolsas, chapéus, vassouras, bem como utilizada em artesanato. É utilizada também na fabricação de pasta celulósica, que dará origem ao papel KRAFT, de alta resistência, e a outros tipos de papel fino, tais como para cigarro, filtro, papel dielétrico, absorvente higiênico, fralda etc. Uma aplicação mais recente é a utilização da fibra de sisal como reforço em materiais compósitos (OKSMAN, 2002).

A fibra de sisal é uma das fibras naturais mais utilizadas. É uma fibra dura extraída da folha da planta de sisal (*Agave Sisalana*). Uma planta de sisal produz aproximadamente 200-250 folhas e cada folha é composta de 4% fibra, 0,75% cutícula, 8% de matéria seca e 87,25% de água e contém 1000-1200 fibras. O sisal é uma fibra lignocelulósica leve e atóxica, que apresenta alto módulo e resistência específica, custa aproximadamente dez vezes menos que a fibra de vidro e, ao contrário desta fibra inorgânica causa menos danos por abrasão aos equipamentos e moldes (LI, et al., 2000).

As principais desvantagens do uso do sisal como de outras fibras vegetais em compósitos poliméricos estão relacionados à natureza polar e hidrofílica bem como a propensão destas fibras a ataques de fungos e bactérias, temperatura de degradação baixa e elevada higroscopicidade (LI, et al., 2000).

Figura 3.1 – Obtenção das Fibras de Sisal.



Fonte: (a) pt.wikipedia.org; (b) caldeiraoaraci.blogspot.com, 2012; (c) photos.wildmadagascar.org, 2004; (d) pt.mongabay.com; (e), (f) Autor, 2013.

As fibras vegetais também contêm materiais que incluem compostos orgânicos de diversas funções químicas e compostos inorgânicos, em menor quantidade. Estes, solúveis em solventes orgânicos, em água, ou ainda em ambos, são normalmente denominados extrativos (BLEDZKI e GASSAN, 1999).

Estudos mostram a composição química das fibras de sisa, onde é possível observar o teor relativamente elevado de celulose das fibras de sisal quando comparado com outras fibras vegetais (Tabela 3.1).

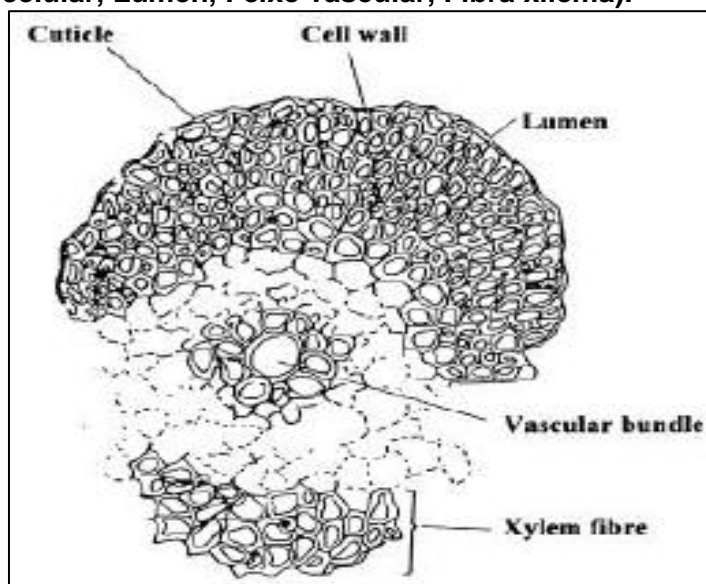
Tabela.3.1- Análise química de fibras vegetais.

Fibras	Celulose	Hemi-celulose	Lignina
Sisal	65,8	12,0	9,9
Juta	64,4	12,0	11,8
Algodão	82,7	5,7	-
Caroá	35,5	17,9	30,1

Fonte: Adaptado de Passos, 2005

A folha de sisal contém três tipos de fibras: mecânica, fita ou xilema. As mecânicas são extraídas da periferia da folha, as de fitas são extraídas do meio e a xilema tem uma forma irregular e encontram-se do lado oposto da fita, através da conexão de feixes vasculares como mostrado na Figura 3.1.1 (LI, et al., 2000).

Figura 3.1.1: Secção transversal de um feixe de fibra xilema (Cutícula, Parede celular, Lúmen, Feixe vascular, Fibra xilema).



Fonte: Li, et al., 2000.

A composição química das fibras de sisal tem sido reportada por diversos grupos de pesquisadores, existem grandes variações nessas composições que são resultados das diferentes entre origem, idade, métodos de medidas, entre outros. O comprimento de uma fibra de sisal esta entre 1,0 e 1,5 m e o diâmetro é de aproximadamente 100-300 μm (LI, et al.,2000). As fibras extraídas do sisal se inserem no grupo de fibras denominadas estruturais cuja função é dar sustentação e rigidez às folhas. As fibras de sisal, assim como as demais fibras lignocelulósicas, são constituídas de celulose, lignina, hemicelulose, e algumas substâncias solúveis em água (JOSEPH, 2002).

As fibras foliares são obtidas de folhas de plantas monocotiledôneas. As fibras aparecem em forma de agulhas ligadas umas as outras por lignina, sendo sua função conferir à resistência a folha e dar suporte aos vasos de condução de água do vegetal. Trata-se de fibras mais rijas e grosseiras que as fibras do talo ou do lenho, que são próprias para fins têxteis (HOLMER, 1986).

Além disso, o teor de lignina e de celulose varia com a idade da planta, lotes distintos de fibras podem apresentar diferentes propriedades dentro de um mesmo lote. Dependendo do tipo de extração (mecânica ou química) o sisal pode apresentar diferentes características e é susceptível ao ataque microbiológico se não for protegido por ativos (JOSEPH,2002).

A utilização de fibras foliares para reforço demonstra ser bastante viável, merecendo, no entanto, atenção o aspecto de durabilidade da fibra em meio alcalino ou quando submetida a ciclos contínuos de umedecimento e secagem (HOLMER, 1986).

3.2 MODIFICAÇÕES DAS FIBRAS NATURAIS

Ao mesmo tempo em que o tratamento das fibras pode causar o desenvolvimento da interação fibra/matriz em uma determinada matriz polimérica, também pode afetar a força de tensão na fibra. Diversos tratamentos têm sido testados para melhorar a adesão na interface fibra/matriz (GONZALES, et al., 1999).

Dois principais categorias dizem respeito aos agentes promotores de hidrólise e os oxidantes. Entre os principais hidrolíticos destacam – se o hidróxido de sódio (NaOH) e a amônia (NH₃). A ação principal do NaOH é a solubilização parcial da hemicelulose, com reflexos sobre a lignina, sílica, ácidos urônicos e grupamento

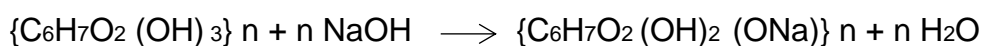
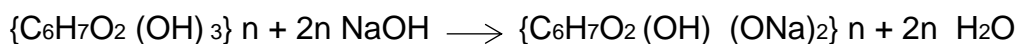
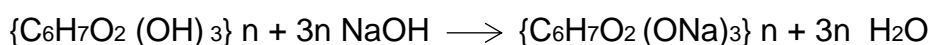
O-acetil (BERGER, et al., 1994; CHESSON e GORDON, 1983; CIOCCA, 1992). A escolha do tratamento de superfície depende particularmente de uma resina adequada. A mercerização (NaOH) é um dos tratamentos mais eficientes para a utilização em matrizes de poliéster.

Tratamentos alcalinos resultam na mudança das dimensões da fibra na remoção natural e artificial de impurezas, podendo causar danos às fibras removendo porções de lignina e hemiceluloses (JOSEPH, 2002).

A mercerização melhora as características superficiais de adesão do sisal através da remoção de impurezas naturais e artificiais com consequente aumento da área superficial (CHAND e ROTHAGI, 1998). Tratamento com álcali melhora a molhabilidade e modifica a superfície quimicamente de forma a melhorar as interações físico-químicas na interface fibra/matriz (GONZALES, et al., 1999).

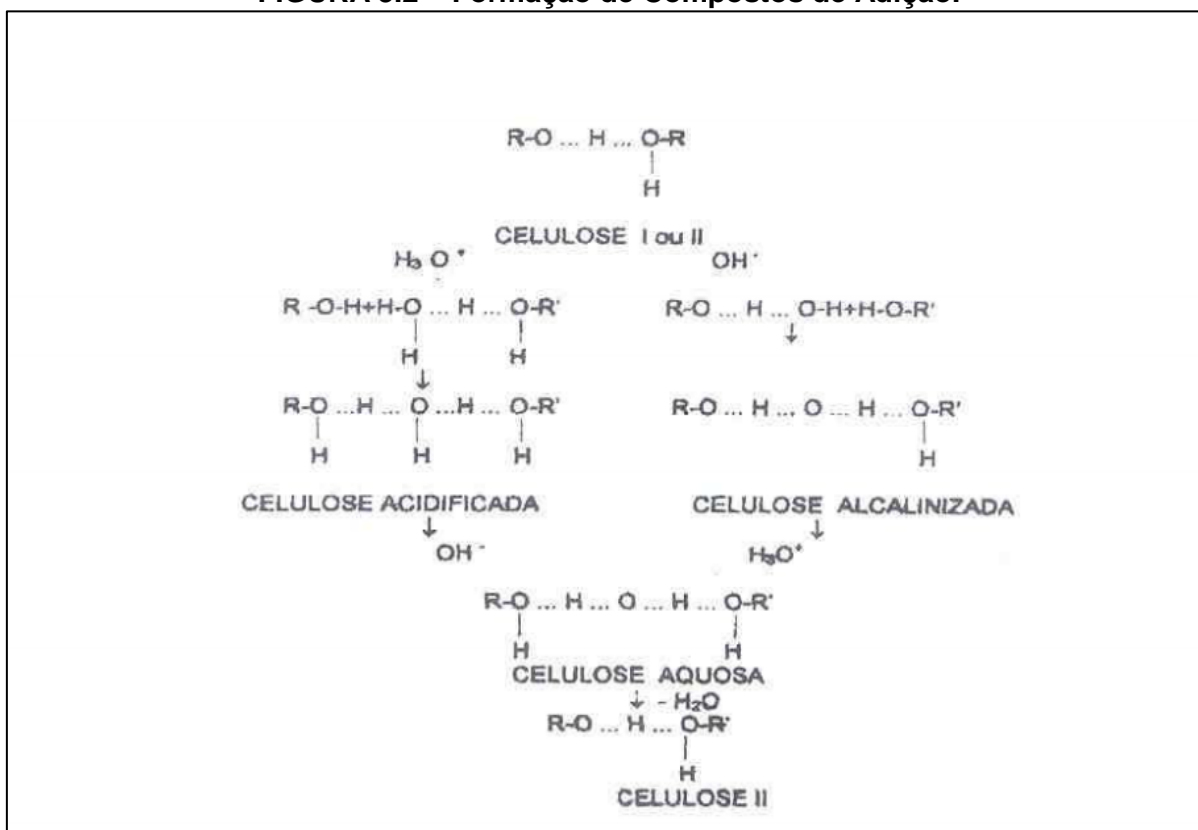
Outros agentes de acoplamento como silanos podem ser utilizados para melhorar a adesão e a molhabilidade das fibras. Os tratamentos com NaOH são eficientes para a redução da umidade das fibras (GONZALES, et al., 1999).

Algumas reações de adição entre a celulose e NaOH:



A Figura 3.2 mostra o mecanismo que ocorre quando a celulose é tratada com ácidos e bases: os íons de hidroxônio (H_3O^+), do ácido, são doadores de prótons e os íons de hidroxila (OH^-) da base, receptores de prótons, ambos são capazes de destruir as pontes de hidrogênio existentes entre os grupos hidroxila da celulose, pela formação das suas próprias pontes de hidrogênio com esses grupos (FENGEL, 1993).

FIGURA 3.2 – Formação de Compostos de Adição.



Fonte: Fengel, 1993.

3.2.1 Mercerização

Mercerização é denominada como sendo um tratamento químico a base de NaOH para tratar fibras celulósicas, melhorando as características adesivas das superfícies das fibras devido a remoção de impurezas naturais e artificiais das superfícies. Portanto, a tensão superficial e conseqüentemente a molhabilidade (“wettability”) das fibras mercerizadas se torna mais alta, melhorando também a ligação através de uma forma mecânica de entrelaçamento entre a matriz e a superfície rugosa das fibras (PAIVA, 1999).

O efeito do tratamento químico na superfície da fibra reduz a absorção de umidade, pois aumenta a hidrofobicidade da superfície devido a ligações de longas cadeias de hidrocarbonetos. A adição desses agentes que penetram na parede celular através dos poros superficiais, depositando-se na região interfibrilar restringindo a entrada de água (FAGURY, 2005).

A mercerização também proporciona o desfibrilamento das fibras, ou seja, a desagregação das fibras em microfibras, aumentando assim a área superficial efetiva disponível para o contato com a matriz líquida. Dados da literatura descrevem que muitos compósitos nos quais foram utilizadas fibras mercerizadas, as propriedades mecânicas foram superiores àqueles nos quais foram utilizadas fibras não tratadas (MARINELLI, 2008).

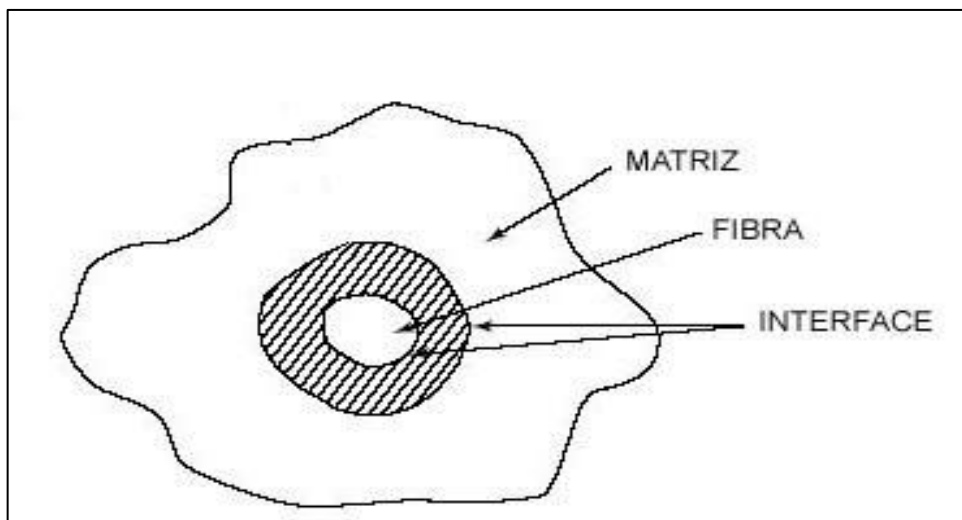
3.3 COMPÓSITOS

O emprego de biomassa vegetal (fibras vegetais, resíduos agrícolas e agroindustriais, etc.) como reforço ou carga em matrizes poliméricas vem crescendo, em resposta ao apelo pela conservação ambiental, mais frequente na indústria de polímeros, para a confecção de compósitos.

A principal característica dos compósitos (também chamados de materiais compostos ou materiais conjugados) é a combinação das propriedades de dois ou mais materiais, da mesma classe ou não. Por exemplo: podemos combinar a facilidade de conformação de um termoplástico com a natureza e resistência do vidro na forma de fibras, obtendo um material mais resistente do que o plástico, menos frágil do que o vidro e com aplicações onde nenhum dos dois seria adequado (LI, et al., 2000).

Um dos fatores mais importantes em materiais compósitos, com uma ou mais fases contínuas, é a interface entre o reforço e a matriz (Figura 3.3). A interface é a região onde ocorre o contato entre os componentes do compósito. As propriedades finais dos compósitos dependem fundamentalmente da forma como os componentes individuais interagem entre si, ou seja, dependem da interface entre as fases descontínua e contínua. Esta região é a principal responsável pela transferência da solicitação mecânica da matriz para o reforço. A adesão inadequada entre as fases envolvidas na interface poderá provocar o início de falhas, comprometendo o desempenho do compósito. Portanto, além das propriedades individuais de cada componente do compósito, a interface deve ser a mais adequada possível para otimizar a combinação das propriedades envolvidas (CAVALCANTI, 2006; CALLISTER, 2007; NÓBREGA, 2007; MITCHELL, 2004).

Figura 3.3 - Corte transversal de um compósito reforçado por fibra.



Fonte: Mitchell, 2004.

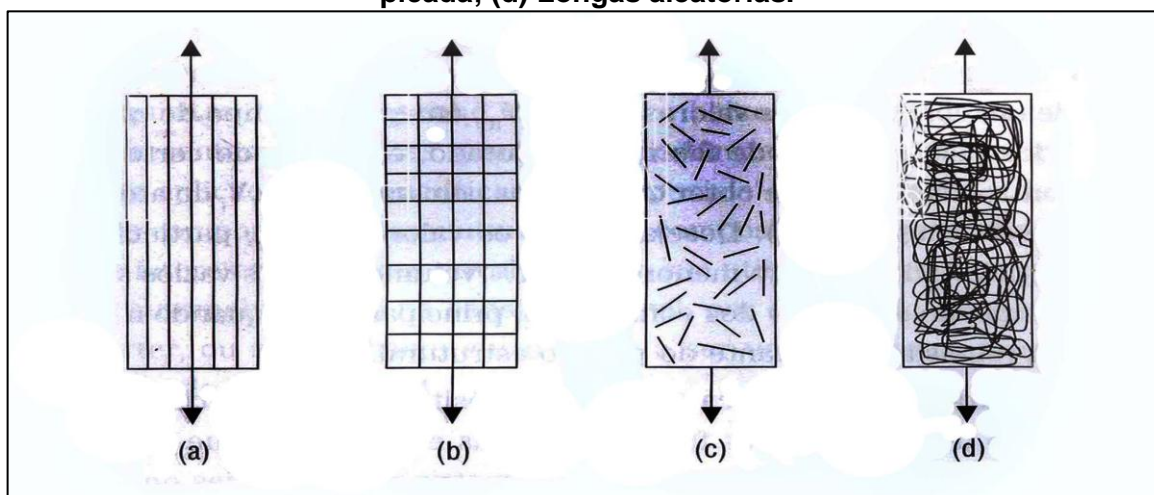
Embora possuam propriedades mecânicas inferiores quando comparado aos compósitos com fibras contínuas, os compósitos com fibras descontínuas oferecem maior facilidade de processamento a um menor custo. Nos compósitos com fibras descontínuas, as propriedades do compósito dependem da quantidade e comprimento das fibras. Os extremos das fibras são geralmente pontos concentradores de tensões, que induzem tensões cisalhantes na interface. Assim como o comprimento das fibras, a sua orientação é de igual importância e depende essencialmente do processo de fabricação. As propriedades mecânicas variam consideravelmente de acordo com a mudança na distribuição de orientação das fibras (PAIVA, 1999; SILVA, 2003).

As propriedades físico-químicas e mecânicas dos componentes de um compósito são combinadas para proporcionar as características desejadas ao produto final; esta mudança deve ser realizada conhecendo as propriedades individuais de cada componente. Uma propriedade física dos materiais que afeta diretamente a estrutura dos compósitos é o coeficiente de expansão térmica. Uma discrepância muito acentuada nesta propriedade entre os componentes do compósito dificulta a adesão entre os componentes, pois a dilatação ou a contração diferencial favorece a separação das fases na região interfacial. Quanto maior o coeficiente de expansão térmica mais fraca será a interação atômica ou molecular

na estrutura do material (SHACKELFORD, 2008). Este efeito será mais acentuado quando o material for submetido a elevados gradientes de temperatura.

Os compósitos podem ser classificados de acordo com o tipo de matriz, tipo do reforço utilizado e com a geometria ou a forma dos reforços presentes. Materiais com características orgânicas podem ser conjugados com aqueles de natureza inorgânica. Componentes na forma de fibras (longas ou curtas), partículas globulares, plaquetárias ou escamas (Figura 3.3.1), podem ser incorporadas a matrizes dúcteis ou frágeis de maneira aleatória ou em laminados orientados, gerando compósitos com diferentes estruturas e propriedades (CAVALCANTI, 2006; CALLISTER, 2007).

Figura 3.3.1 - Placas com reforço tipo: (a) unidirecional; (b) bidirecional; (c) fibras picada; (d) Longas aleatórias.



Fonte: Callister, 2007.

Conceitos relacionados a esta classe de materiais incluem o de matriz e o de carga. A carga é adicionada à matriz para mudar suas características: aumento da resistência mecânica, diminuição da fragilidade, proteção contra degradação, aumento da condutividade térmica e diminuição de custos (economia de matriz).

Tanto a matriz como a carga podem ser metálicas, cerâmicas e poliméricas e a carga pode ainda possuir diversas formas: partículas, fibras, lâminas, etc., dispostas de maneira ordenada ou aleatória (MATTEWS e RAWLINGS, 1996).

Exemplos são encontrados na natureza (a madeira é composta de matriz e carga poliméricas), mas a imensa maioria foi criada pelo homem: concreto, compostos de fibra de vidro, compostos de fibras naturais, compostos de nano partículas, e muitos outros. O reforço contribuiu para a resistência mecânica do

material, enquanto que a matriz une as fibras, conservando a sua disposição geométrica, bem como protegendo – as do ambiente exterior (ALLEN e THOMAS, 1999).

As propriedades mecânicas teóricas de um compósito dependem dos seguintes fatores: propriedades dos materiais constituintes (fibras e matriz); concentração das fibras e orientação das fibras (MOCHNACZ, 2002). Nos últimos anos, o processo de fabricação de materiais compósitos tem sofrido uma substancial evolução. Novas tecnologias foram desenvolvidas no que diz respeito à pultrusão, moldagem de compósitos por transferência de resina, moldagem de compósitos a baixa pressão, entre outros processos.

O desenvolvimento de compósitos envolvendo fibras naturais como reforço em matrizes poliméricas cresceu muito na última década devido a tais materiais serem provenientes de fontes renováveis (GONZALES, et al., 1999). Esses materiais possuem um bom desempenho e representam uma oportunidade de novas aplicações na indústria automobilística, na construção civil e na indústria de móveis etc. Prever as propriedades mecânicas de compósitos de fibras longas é difícil, especialmente se a carga não é aplicada ao longo do eixo das fibras.

Prever as propriedades mecânicas de compósitos de fibras curtas é ainda mais difícil, já que as fibras não podem ser consideradas infinitamente longas, consideração matemática conveniente (BLEDZDKI e GASSAN, 1999).

As propriedades dos compósitos dependem não somente das propriedades dos constituintes, mas também da geometria (forma e tamanho), orientação e distribuição das fases de fração volumétrica (razão entre o volume ocupado por uma fase e o volume total do compósito), (SHACKELFORD, 2008).

As características chaves para o largo sucesso do uso de compósitos referem – se à sua alta resistência à corrosão (particularmente com matrizes poliméricas), a grande flexibilidade na manufatura que permite estruturas grandes e complexas serem fabricadas em uma única peça, excelentes propriedades térmicas tais como baixo coeficiente de expansão térmica e resistência ao calor e bons resultados em termos de acabamento já que pigmentos podem ser facilmente incorporados a esses compósitos.

As fibras celulósicas devem ser secas e tratadas para que se tenha um grau de adesão aceitável entre a fibra e matriz, e assim alcançar o pleno potencial de reforço das fibras. A secagem das fibras é necessária para evitar a influência

negativa da presença de umidade na interface entre fibras e os diferentes constituintes (BLEDZDKI e GASSAN, 1999). Fibras vegetais como juta, sisal, coco e abacaxi têm sido utilizadas como reforço de matrizes polimérica (RAY, et al., 2001).

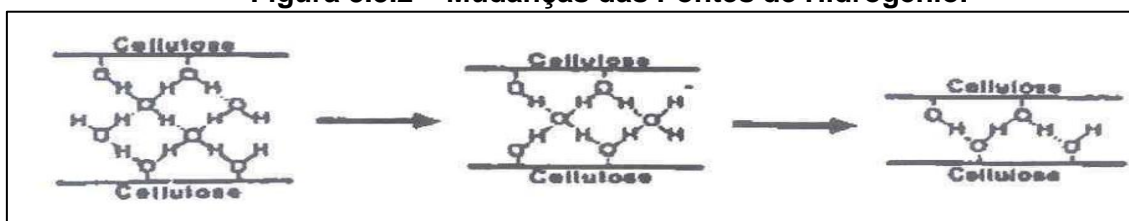
Dentre essas fibras, o uso do sisal é particularmente interessante já que seus compósitos possuem elevada resistência ao impacto além de moderada resistência à tração e em flexão quando comparadas a compósitos reforçados por outras fibras vegetais (PAVITHRAN, et al., 1987).

Entre outras vantagens do sisal podem-se apontar a facilidade de modificação superficial, características das fibras vegetais, sua abundância no Brasil, facilidade de cultivo, o fato de ser um material biodegradável que provém de fonte renovável e apresentar boas propriedades como isolante térmico e acústico (DANIEL, 1985; ARTHUR, 1985). A microestrutura helicoidal oca do sisal é responsável por um mecanismo de falha diferenciado de outras fibras vegetais sendo que os compósitos reforçados por sisal apresentam trabalho de fratura similar ao dos compósitos de polietileno de altíssimo peso molecular reforçado por fibras de vidro (KOZLOWZKI e MIELENIK, 2000).

A versatilidade das fibras de sisal que se adequam a diferentes processos de conformação de compósitos tais como enrolamento de filamentos, laminação, moldagem por transferência de resina (RTM), extrusão, injeção etc, torna esse material potencialmente importante do desenvolvimento de novos compósitos (MARCOVICH, REBOREDO e ARANGUREN, 2001).

A rápida absorção e desorção de água e a biodegradabilidade do sisal podem apresentar características desvantajosas na produção de compósitos poliméricos. Durante a desorção, muitas pontes de celulose-celulose, as quais somente podem ser desfeitas pela absorção de água à pressão de vapor elevada. A Figura 3.3.2 mostra mudanças das pontes de hidrogênio durante a remoção de água de duas superfícies adjacentes de moléculas de celulose (FENGEL, 1993; BISANDA E ANSELL, 1991).

Figura 3.3.2 – Mudanças das Pontes de Hidrogênio.



Fonte: Fengel, 1993.

As propriedades dos compósitos dependem de uma combinação da heterogeneidade do sistema, consequência das limitações do processamento, molhabilidade e compatibilidade química entre as fibras hidrofílicas e matriz mais hidrofóbica. Em ambientes úmidos a maioria dos compósitos falha devido ao inchamento das fibras e delaminação dos compósitos (FENGEL, 1993).

Segundo (LI, et al., 2000) a viabilidade do desenvolvimento de compósitos poliméricos de baixo custo reforçados por fibras de sisal, tem bastante fundamentos para futuras pesquisas, pois estas fibras se prestam a vários processos de conformação de compósitos como enrolamento ou laminação.

Para um bom desempenho do compósito vários fatores devem ser levados em consideração como, por exemplo, a adesão, a resistência ao impacto, teor de vazios etc. A adesão é um fenômeno complexo que não pode ser interpretado através de um único modelo (FOURCHE, 1995). A teoria da difusão explica a adesão entre polímeros iguais através da interdifusão de moléculas nas camadas superficiais que formam a interface. Essa interdifusão entre polímeros vizinhos resulta em entrelaçamentos.

A resistência do impacto representa a tenacidade ou a resistência de um material rígido à deformação a uma velocidade muito alta. Tanto as propriedades da matriz como das fibras são importantes para que melhores propriedades mecânicas sejam conseguidas no compósito. A resistência à tensão é mais sensível às propriedades da matriz enquanto o módulo é mais afetado pelas propriedades das fibras (DEREK, 1998).

No entanto, é necessário um balanço entre as propriedades das fibras e da matriz para o alcance de uma boa resistência de impacto. A resistência de impacto está associada à energia de propagação da fissura e à energia inicial para o aparecimento da fissura (FOURCHE, 1995; DEREK, 1998).

Contudo a tenacidade máxima em compósitos é obtida quando são usadas fibras de dimensões diferentes ao tamanho cítrico. A distribuição uniforme de fibras na matriz (que reduz a interação fibra-fibra) é fundamental para a obtenção de alta resistência ao impacto (CLEGG e COLLYER, 1998).

Outro fator relevante no desempenho do compósito é o teor de vazios que pode contribuir para a redução da performance dos compósitos, frente à resistência mecânica à absorção de água. O teor médio de vazios calculado para os compósitos com fibras curtas está na faixa de até 10% (BISANDA E ANSELL, 1991).

A resistência de compósitos reforçados com fibras depende do grau com que a carga é transmitida às fibras. A extensão da transmissão da carga é função do tamanho das fibras e da magnitude da adesão fibra/matriz.

3.4 MODOS DE FALHA COMUMENTE ENCONTRADOS EM COMPÓSITOS (FIBRAS LONGAS).

Uma multiplicidade de modos de falha pode existir em um compósito sob diferentes condições de carregamento (MATTEWS e RAWLINGS,1996; SANADI, et al., 1994; FELIX e GATENHOLM, 1993). O modo da falha que vai operar dependerá entre outros fatores, das condições de carregamento e do sistema específico do conjugado (compósito):

- a) As fibras quebram em um plano, e não sendo a matriz macia capaz de suportar a carga, a falha do compósito ocorrerá no plano da fratura das fibras. Este modo é mais comum em compósitos que contém frações volumétricas relativamente altas de fibra frágeis;
- b) As fibras são sacadas (“fiber pull out”), quando não há ligação suficiente entre a fibra e a matriz. Mais frequentemente, uma mistura desses dois modos é encontrada, isto é, ruptura das fibras (KIM, LU e MAI, 1994).

3.5 RESINA POLIÉSTER UTILIZADA NA CONFECÇÃO DE COMPÓSITOS

Para o desenvolvimento de compósitos poliméricos podem ser utilizadas resinas poliésteres insaturados, que são ésteres complexos formados pela reação de diálcool (glicol) e um anidrido ou ácido dibásico (diácido) com liberação de uma molécula de água. Em virtude de a reação ocorrer nas duas extremidades da cadeia, é possível ter moléculas muito compridas e obter – se uma multiplicidade de grupos éster (SANCHES, 1996).

A resina de poliéster consiste basicamente de um polímero alquídico, contendo insaturações vinílicas dissolvidas em um monômero reativo (estireno) resultando um produto termofixo, cuja cadeia molecular é composta simples e duplas ligações entre átomos de carbono (SANCHES, 1996).

O poliéster insaturado é produzido quando qualquer dos reagentes contém insaturações. A denominação insaturada é proveniente da presença de duplas ligações presentes na sua cadeia molecular. A instauração do poliéster é fornecida

geralmente, pelo ácido ou anidrido maleíco, assim como pelo seu isômero, ácido fumárico (GOODMAN, 1998).

Por exemplo, o poliéster insaturado na sua fase solúvel, pode ser adicionado o monômero de estireno, que também possui insaturações, e que forma sistemas de resinas líquidas catalisáveis a temperatura ambiente ou com pequena elevação para torna-los termoestáveis sem a necessidade de sistema complexos de catálises (CHEREMISINOFF, 1998; GOODMAN, 1998).

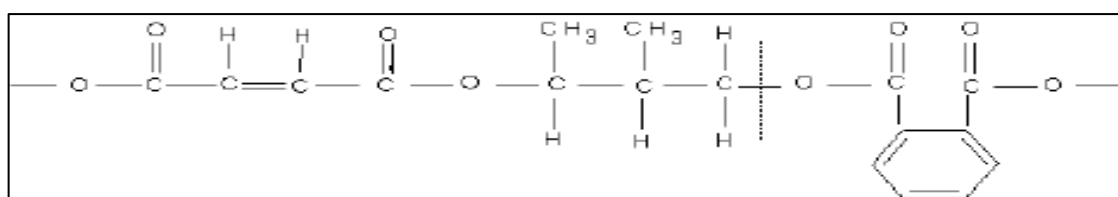
As duplas ligações são quebradas pela ação de um catalisador (peróxido orgânico, calor ou radiação), para reagirem novamente entre si, dando origem a um polímero tridimensional de características termoestáveis (GOODMAN, 1998).

A seleção da resina a ser utilizada para a confecção dos compósitos depende exclusivamente do fim específico a que se propõe a peça final. Algumas resinas de poliésteres são descritas abaixo juntamente com algumas aplicações:

1. Ortoftálica: Resina comum de menor custo para usos não nobres, são utilizadas em bijuterias, artesanato, laminação em reforço de fibra.
2. Tereftálica: Possui resistências físicas pouco superiores a ortoftálica, porém, baixa resistência a UV, usadas na laminação em reforço de fibra, embutimento eletrônico, artesanato;
3. Isoftálica; Melhores características mecânicas, químicas e térmicas que as anteriores, utilizadas em exteriores, e laminados exposto a intempéries;
4. Bisfenólica; Possui melhores características químicas e térmicas e são utilizadas em peças e laminados expostos ambientes agressivos e temperaturas elevadas.

Neste trabalho foi utilizado a resina de poliéster do tipo ortoftálica (Figura 3.5), que é industrialmente utilizada para a laminação em reforços de fibras, sendo de menor custo.

Figura 3.5 – Fórmula estrutural da resina poliéster ortoftálica.



Fonte: Fengel, 1993.

4 MATERIAIS E METODOLOGIA

4.1 MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

As fibras de sisal (Figura 4.1) foram cedidas pela indústria Embráfios Indústria Comercio e Exportação Ltda, Retirolândia – Bahia – Brasil, recebidas na forma de fios, com cerca de 90 cm de comprimento, já beneficiadas, prontas para serem comercializadas. Portanto, não foi preciso a lavagem com a água para retirada de impurezas.

Figura 4.1 – Fibras de Sisal.



Fonte: Autor, 2013.

Para a modificação e caracterização das fibras de sisal e dos compósitos, foram utilizados os seguintes equipamentos e materiais:

- ✓ Resina Poliéster;
- ✓ Tesoura;
- ✓ Cola de Silicone;
- ✓ Catalisador;
- ✓ Cera automotiva;
- ✓ Molde Metálico;
- ✓ Balança Analítica;
- ✓ Estopa;
- ✓ Vidrarias (Becker, Balão e Bastão);
- ✓ Prensa Hidráulica;
- ✓ Estufa;
- ✓ Indicador de pH;
- ✓ Equipamento CEAST, modelo Resil 25, para ensaio de impacto;
- ✓ Máquina Universal de ensaios de flexão Emic modelo DL 10000;
- ✓ Microscópio eletrônico de varredura modelo HITACHI TM 3000.

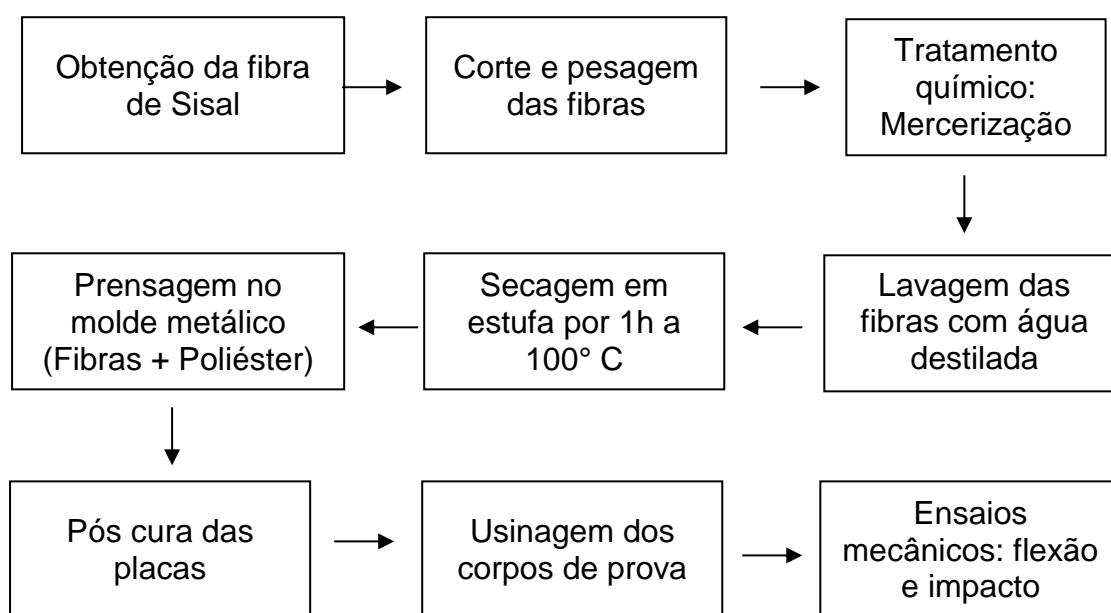
4.1.1. Matriz Polimérica

Para a confecção dos compósitos, foi usada como matriz polimérica uma resina poliéster insaturada GAMA 313, fabricada pela Embrapol, do tipo ortoftálica pré-acelerada, reticulada com estireno. Utilizou-se como iniciador o catalizador Peróxido de Metil-Etil-Cetona (MEK-P) em concentração de 1% em peso. Pois essa é a concentração necessária para acelerar a reação com a resina, dentro do tempo estimado.

4.2 METODOLOGIA

A metodologia seguida para a realização deste trabalho encontra-se resumidamente descrita através do fluxograma da Figura 4.2.

Figura 4.2: Fluxograma da metodologia aplicada para modificação e caracterização do compósito estudado.



Fonte: Autor, 2013.

4.2.1 Tratamento Químico das Fibras (Mercerização)

As fibras foram cortadas e colocadas em um becker, mantidas sob fervura em água destilada durante uma hora em Banho Maria (Figura 4.2.1), sem agitação, para ativação do sítio ativo da celulose.

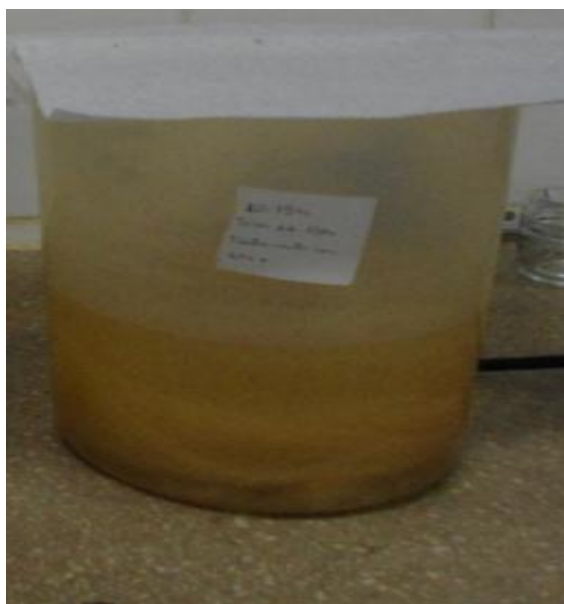
Figura 4.2.1- Fibras mantidas sob fervura em Banho Maria.



Fonte: Autor,2013.

Em seguida, as fibras foram imersas na solução alcalina de NaOH, a uma concentração de 3%, teor considerado ótimo pela literatura (MOCHNACZ, 2002), variando o tempo em uma, duas e três horas de tratamento (Figura 4.2.1.1). Depois de concluída a mercerização, as fibras foram lavadas com água destilada até pH neutro. A Figura 4.2.1.2 mostra o indicador de pH utilizado.

Figura 4.2.1.1- Fibras com NaOH 3%.



Fonte: Autor, 2013.

Figura 4.2.1.2- Indicador de pH.

Fonte: Autor, 2013.

4.2.2 Fabricação dos Compósitos

Primeiramente as fibras de sisal, após a mercerização, foram selecionadas e cortadas no comprimento de 17 cm, de acordo com a dimensão longitudinal do molde metálico. Logo após, essas fibras foram pesadas em uma balança analítica com peso de 30 gramas. Anteriormente, havia sido feito outras tentativas com diferentes volumes de fibras abaixo e acima de 30 gramas, mas os resultados não foram satisfatórios.

Com os volumes de fibras abaixo de 30 gramas, as placas (compósitos) não obtiveram uniformidade das fibras na matriz, já com volume de fibras acima, não houve acomodação adequada na matriz, ficando praticamente inviável a prensagem das mesmas. Com isso, o peso estipulado para o trabalho foi de 30 gramas de fibras de sisal. Em seguida, determinou-se o teor de fibras (em massa) utilizando a equação abaixo:

$$TP (\%) = \frac{TF}{PL} \times 100$$

Onde: TP é o teor de fibras, TF é o peso (g) das fibras e o PL é o peso (g) da placa.

O molde metálico mostrado na Figura 4.2.2 foi untado com cera automotiva para auxiliar a desmoldagem das placas dos compósitos. O catalisador MEK-P foi acrescentado à resina poliéster, e parte desta mistura vertida no molde. As fibras de sisal, previamente secas e pesadas, foram colocadas no molde e alinhadas no sentido longitudinal.

Figura 4.2.2- Molde Metálico



Fonte: Autor, 2013.

Por fim, acrescentou um excesso de resina, quando esta se aproximava do ponto de gelificação, o molde foi fechado e colocado em uma prensa hidráulica (Figura 4.2.2.1) com 6 toneladas de força de fechamento por 8 horas em temperatura ambiente.

Figura 4.2.2.1 - Placa sendo confeccionada em uma prensa hidráulica sob pressão de seis toneladas por oito horas.



Fonte: Autor, 2013.

Foram confeccionadas 12 placas (Figura 4.2.2.2), sendo três não tratadas e nove tratadas; tendo suas dimensões cerca de 140x170x3mm. As fibras de sisal tratadas foram submetidas a diferentes tempos de mercerização (uma, duas e três horas de tratamento com NaOH). Foi feita a verificação quanto a severidade do tratamento químico para uma análise mais criteriosa da morfologia das superfícies das fibras, e da sua resistência mecânica nos compósitos ensaiados; pois servirá de comparativo nos resultados finais do ensaios, entre as fibras com tratamento e sem tratamento.

Figura 4.2.2.2 – Placas dos compósitos estudados, orientadas unidirecionalmente.



Fonte: Autor, 2013.

Depois de confeccionadas, as placas foram submetidas a pós-cura por 48 horas a 80 °C , para posterior usinagem dos corpos de prova, totalizando 144 corpos de prova, sendo 36 não tratados e 108 tratados. Os corpos de prova mostrados na Figura 4.2.3.3 foram cortados manualmente a partir das placas.

Figura 4.2.2.3- Corpo de prova confeccionado para estudo.



Fontes: Autor, 2013.

4.3 ANÁLISE MECÂNICA DOS COMPÓSITOS

4.3.1 Ensaio de Flexão

Foram feitos ensaios de flexão nos compósitos reforçados com fibras de sisal tratadas e não tratadas, conforme a norma ASTM D 790-03, no laboratório de ensaios destrutivos (UFPA), a partir das dimensões dos corpos de prova estabelecidas, como mostrado na Figura 4.3.1.

O ensaio de flexão foi realizado em uma máquina universal EMIC DL 10000 (Figura 4.3.1.1), em temperatura ambiente com uma velocidade de 2 mm/min tendo como base a norma ASTM D 790-03.

Figura 4.3.1 – Dimensão do corpo de prova para ensaio de flexão.



Fonte: Norma ASTM D-790, 2003.

Figura 4.3.1.1 - Máquina de ensaio universal EMIC DL 10000, utilizada para o ensaio de flexão.



Fonte: Autor, 2013.

4.3.2 Ensaio de Impacto

A avaliação da resistência ao impacto de materiais compósitos é um fator decisivo na seleção de materiais para aplicações de engenharia.

Embora existam inúmeros testes de impacto padronizados, a maior dificuldade encontrada consiste em correlacionar os resultados dos testes com o desempenho do material em serviço. Desta forma, estes testes são, em sua maioria, muito utilizados para avaliar de forma comparativa a tenacidade de materiais diferentes sob mesmas condições de ensaio, e não necessariamente para prever o comportamento de impacto de produtos acabados (INSTRON, 1996).

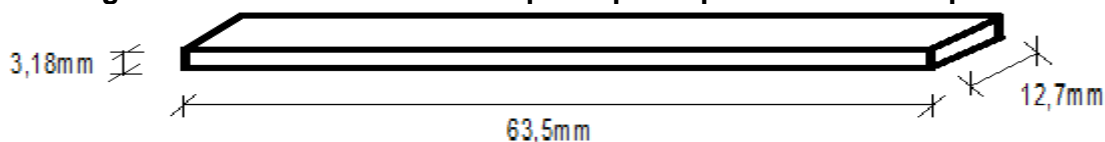
Os testes de impacto podem de uma forma geral, ser classificados em duas categorias, com base no método utilizado na obtenção da energia de impacto:

- ✓ Métodos nos quais a energia de impacto é ajustada até que uma determinada fração de um lote de corpos de prova ensaiados se quebrem. Ex.: Ensaio de impacto por queda de dardo (*Falling weight tests*);

- ✓ Métodos nos quais a energia cinética do martelo é relativamente maior do que a energia requerida para fraturar o corpo de prova. Ex.: Ensaio Charpy, Izod e tração-impacto.

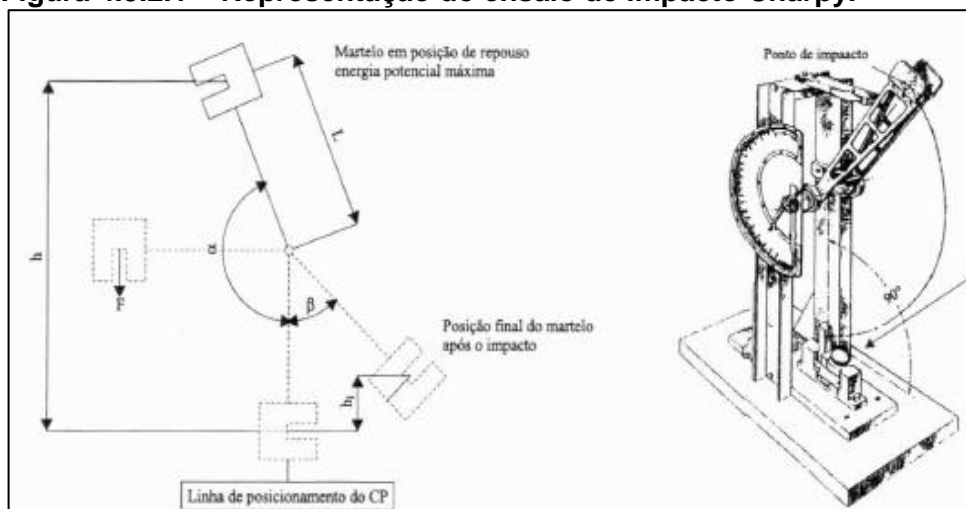
Os testes de impacto com pêndulo, utilizado no presente trabalho foram do tipo Charpy, que permite a comparação de vários níveis de tenacidade entre materiais compósitos através da quebra de corpos de prova sob condições inteiramente padronizada (Figura 4.3.2). O ensaio de impacto Charpy, sem entalhe, com pêndulo de 2 J foi realizado em equipamento da CEAST, modelo Resil 25, conforme a norma ASTM D 256-04 (Figura 4.3.2.1).

Figura 4.3.2 – Dimensões do corpo de prova para ensaio de impacto.



Fonte: Norma D 256, 2004.

Figura 4.3.2.1 – Representação do ensaio de impacto Charpy.



Fonte: Norma D 256, 2004.

4.4 CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DA SUPERFÍCIE DAS FIBRAS TRATADAS E NÃO TRATADAS

As fibras de sisal foram caracterizadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Modelo HITACHI TM 3000. Sendo analisadas as superfícies das fibras com tratamento e sem tratamento, com o intuito de avaliar as mudanças nas suas superfícies, ou seja, influência do tratamento químico.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 ENSAIOS MECÂNICOS

Os ensaios mecânicos permitem a determinação de propriedades referentes ao comportamento de um material sujeito à ação de forças e esforços, que são expressos como função de tensões e/ou deformações. As tensões representam a resposta interna aos esforços externos que atuam sobre uma determinada área em um corpo (CALLISTER, 2007).

5.2 ENSAIO DE FLEXÃO

Para uma avaliação das propriedades mecânicas dos compósitos (resina poliéster + fibras orientadas unidirecional de sisal), foi realizado o ensaio de flexão, o qual viabilizou quantificar: Resistência a Flexão (MPa), Módulo de Elasticidade (GPa) e Força de ruptura (N) todos os parâmetros foram obtidos por leitura da máquina a qual os corpos de prova foram ensaiados. Com isso, pode ser observado o quanto de tempo da mercerização das fibras, influenciou no resultado dos ensaios.

Os resultados obtidos nos ensaios de flexão para dezoito corpos de prova do compósito reforçado com fibras de sisal tratadas e não tratadas estão apresentados na Tabela 5.2.

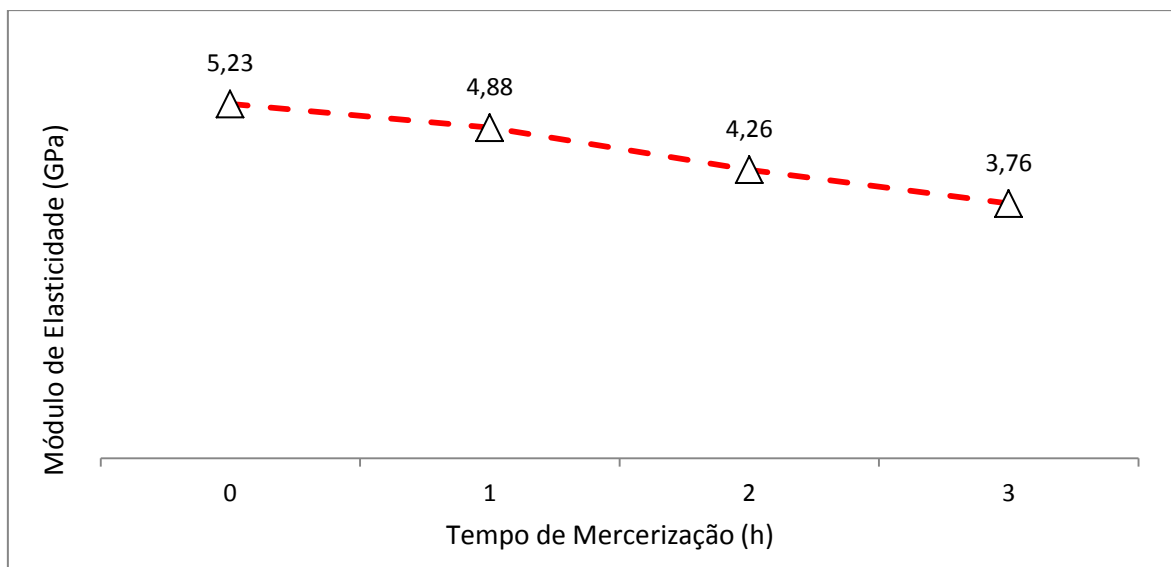
Tabela 5.2 - Resistência à flexão e força de ruptura dos compósitos obtidos por ensaios de flexão em 3 pontos em função do tempo de Mercerização.

Tempo de Mercerização (h)	Resistência à flexão (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Força de Ruptura (N)
0	12,05 ± 1,22	5,23 ± 0,32	172,24 ± 21,61
1	10,82 ± 0,87	4,88 ± 0,42	165,62 ± 31,77
2	9,72 ± 0,82	4,26 ± 0,28	160,38 ± 16,23
3	7,62 ± 0,91	3,76 ± 0,21	120,45 ± 15,21

Fonte: Autor, 2013.

Os resultados obtidos para o módulo de Young ou módulo de elasticidade, podem ser observados na Figura 5.2. À medida que o tempo de Mercerização aumenta verifica-se uma diminuição no módulo de elasticidade. Tal ocorrência é explicada pelo fato da variação de tempo agir de forma contrária ao esperado, fibras sofreram degradação para a concentração de 3% de NaOH.

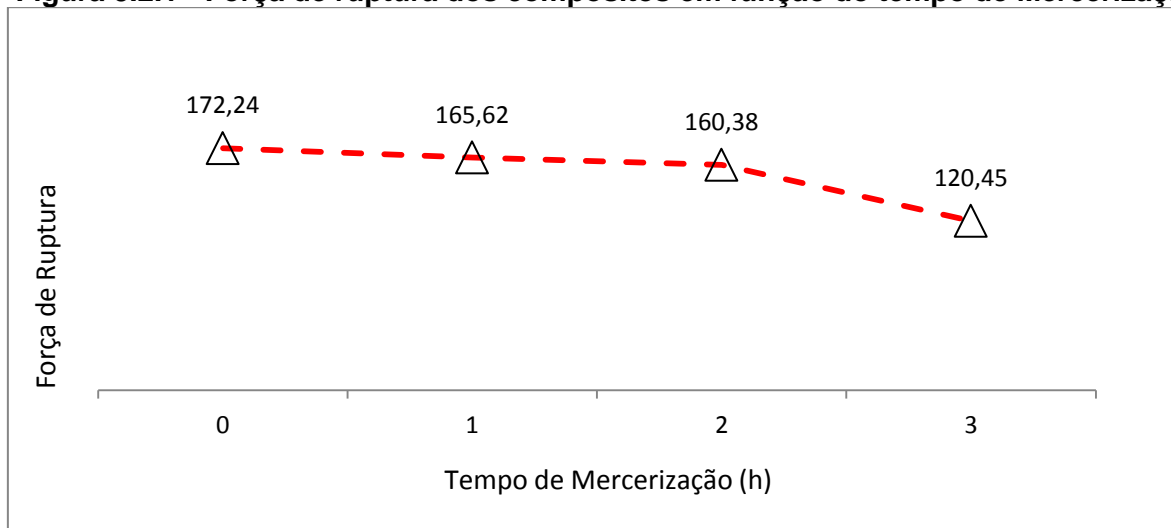
Figura 5.2 – Módulo de Elasticidade dos compósitos em função do tempo de Mercerização.



Fonte: Autor, 2013.

Na Figura 5.2.1, os compósitos reforçados com fibras apresentaram um desempenho satisfatório para forças de ruptura. As fibras não tratadas foram as que tiveram melhores resultados em relação às fibras tratadas. O mesmo aconteceu para os compósitos reforçados com fibras orientadas de babaçu estudadas por (FILHO, 2011). Isso porque, à medida que aumenta o tempo de mercerização observa-se perda da propriedade avaliada, apesar das fibras funcionarem como ponte de transferência de tensões quando submetidas ao carregamento. Sendo assim, os compósitos não sofrem ruptura brusca proporcionando ao compósito maior capacidade de deformação.

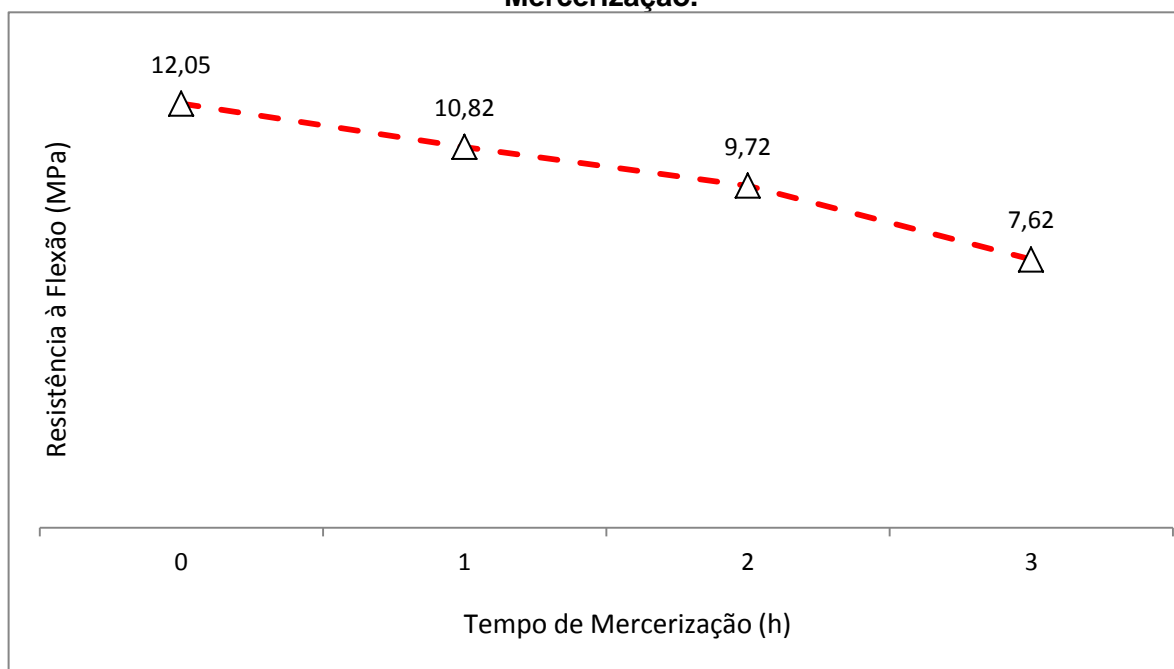
Figura 5.2.1 - Força de ruptura dos compósitos em função do tempo de Mercerização.



Fonte: Autor, 2013.

Na resistência a flexão a fibra mostrou atuar como um bom agente de reforço. Avaliando os valores de resistência a flexão nos corpos de prova (Figura 5.2.2), observou-se que houve uma diminuição dessa propriedade para os corpos de prova tratados com NaOH, em decorrência do aumento do tempo de mercerização. Já os corpos de prova sem tratamento foram os que obtiveram melhores resultados, com mostrado na Figura 5.2.2 abaixo. Esse mesmo comportamento de resistência à flexão foi observado para os compósitos reforçados com fibras orientadas de babaçu, estudadas por (FILHO, 2011).

Figura 5.2.2– Resistência à Flexão dos compósitos em função do tempo de Mercerização.



Fonte: Autor, 2013.

5.3 ENSAIO DE IMPACTO

Nos resultados dos ensaios de impacto tipo Charpy, a resistência ao impacto é quantificada em termos da energia de impacto absorvida por unidade de espessura do corpo de prova. Alternativamente, a resistência ao impacto Charpy pode ser expressa em termos da energia absorvida no impacto dividida pela área do corpo de prova.

A Tabela e Figura 5.3 apresentam os resultados da resistência ao impacto dos corpos de prova com e sem tratamento. Observa-se que, para as amostras com tratamento alcalino com NaOH, o aumento de tempo de mercerização, não foi fator decisivo na resistência ao impacto dos compósitos que sofreram mais severidade no

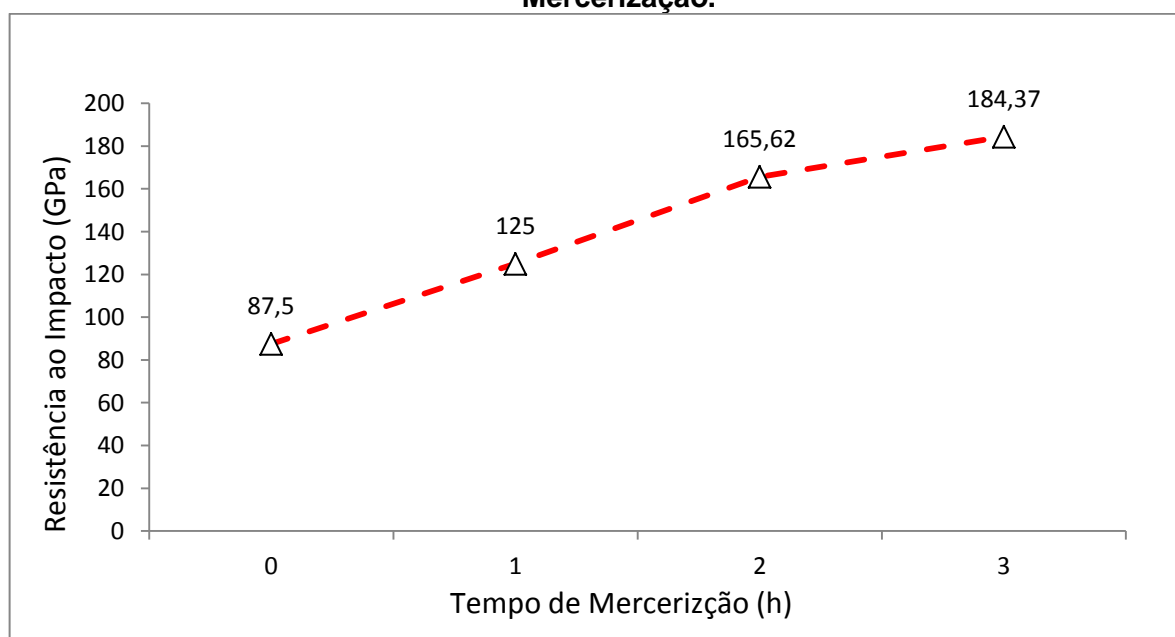
tratamento. De fato, embora o tratamento alcalino promova vários sítios apolares para a ancoragem da resina, ele, por sua vez, melhorou a interação da superfície da fibra com a matriz polimérica, facilitando a adesão na interface fibra-matriz. Tendo uma distribuição mais uniforme das fibras na matriz, conseqüentemente, favorecendo os resultados. Inclusive os compósitos reforçados com fibras de tratadas por três horas, apresentaram resultados superiores aos compósitos reforçados com fibras de pente de macaco, estudadas por (RODRIGUES, 2010).

Tabela 5.3: Resultados do Ensaio de Impacto Charpy dos compósitos com e sem tratamento alcalino de NaOH 3%.

Tempo de Mercerização (h)	Resistência ao impacto (J/m)
0	87,5 ± 12,40
1	125 ± 17,83
2	165,62 ± 19,73
3	184,37 ± 32,17

Fonte: Autor, 2013.

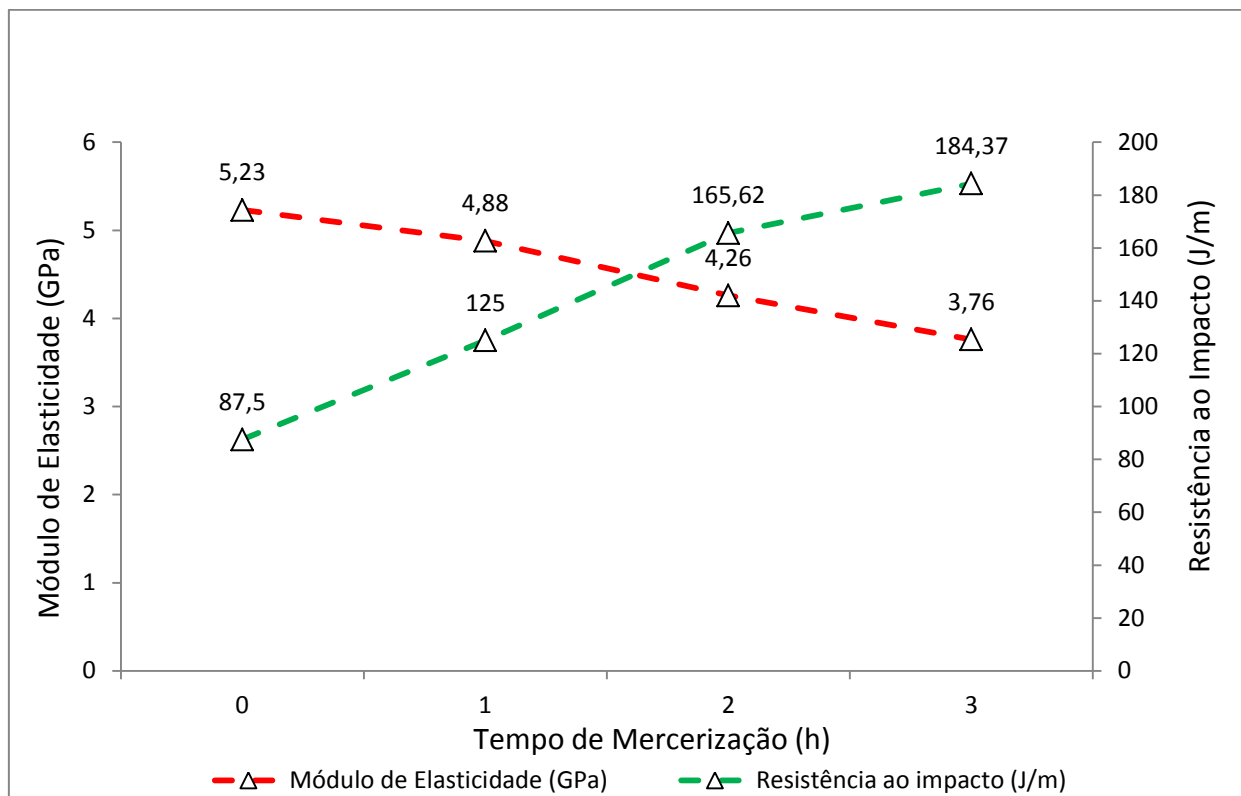
Figura 5.3 - Resistência ao impacto dos compósitos em função do tempo de Mercerização.



Fonte: Autor, 2013.

A Figura 5.3.1, mostra o gráfico comparativo de módulo elasticidade x resistência ao impacto, onde podemos perceber que são inversamente proporcionais, ou seja, quanto maior a resistência ao impacto, menor o módulo elasticidade. Portanto, observa-se que os compósitos tratados, tem maior rigidez, conseqüentemente, são menos susceptível a ruptura.

Figura 5.3.1- Gráfico de modulo de elasticidade x resistência ao impacto.



Fonte: Autor, 2013.

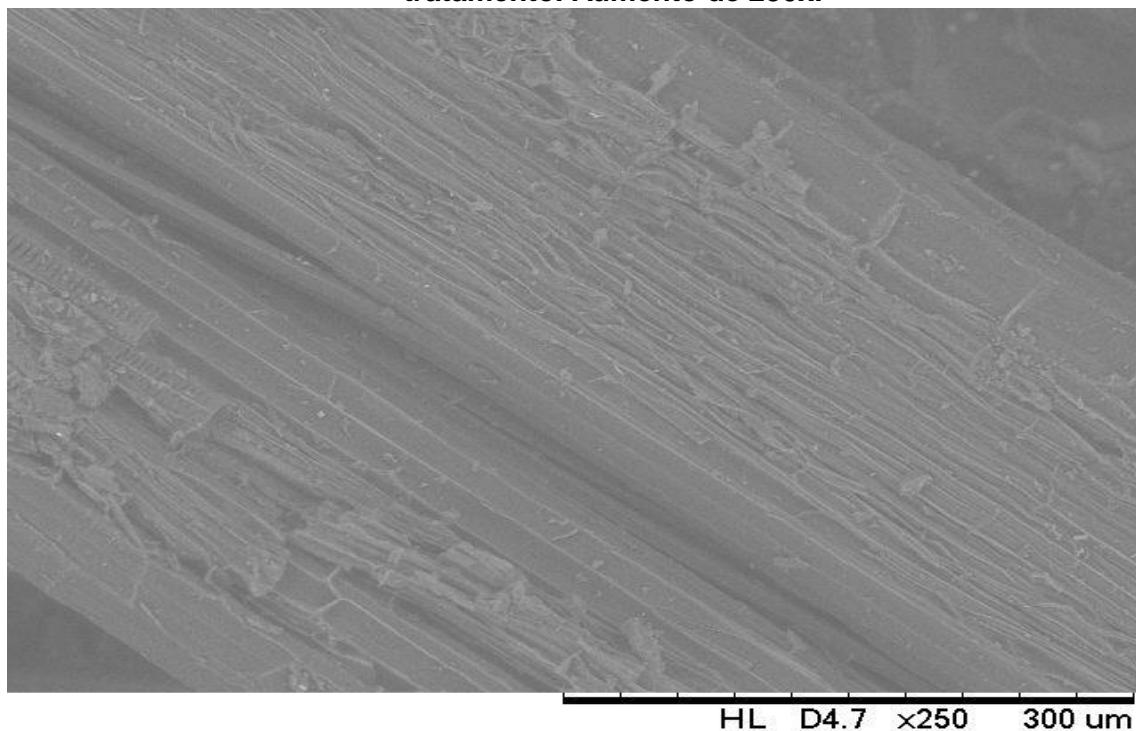
5.4 MORFOLOGIA DA FIBRA DE SISAL

O tratamento alcalino com NaOH visa a modificação da superfície das fibras, e como consequência um aumento nas propriedades mecânicas dos compósitos. Com o tratamento retira-se da superfície da fibra resíduos provenientes de sua produção, graxas e ceras inerentes às fibras, e parcialmente, hemicelulose e lignina, material de cementação das fibras (CHAND, 1989; GASSAN e BLEDZKI, 1999).

As figuras 5.4, 5.4.1, 5.4.2 e 5.4.3 apresentam as micrografias das superfícies das fibras de sisal não tratadas e tratadas com hidróxido de sódio. Na figura 5.4, que corresponde a fibra sem tratamento, nota-se que as fibrilas estão encobertas por

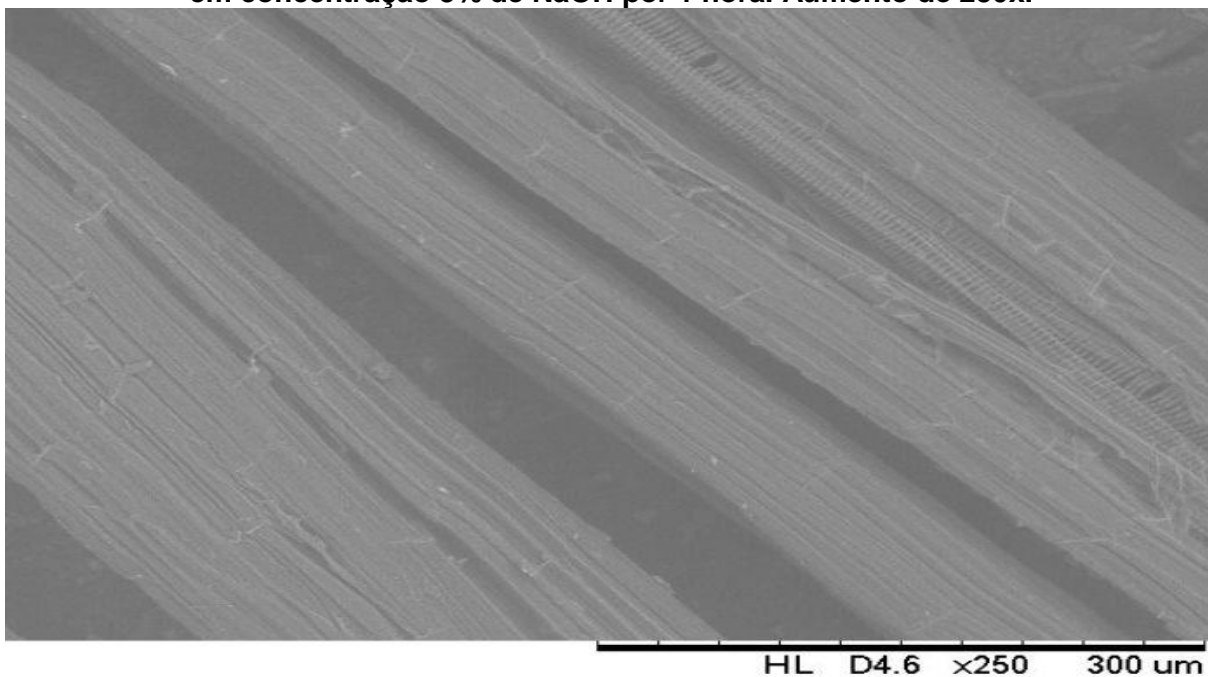
uma camada de material, a cutícula (cera) presente nas fibras vegetais. Analisando as Figuras 5.4.1, 5.4.2 e 5.4.3, observa-se que após o tratamento a superfície da fibra está mais limpa sendo possível visualizar as fibrilas que formam e, conseqüentemente, as alterações observadas nas fibras, evidenciam que elas ficaram mais ásperas, mais escuras, menos macias.

Figura 5.4 - Micrografia obtida por MEV da superfície de fibras de sisal sem tratamento. Aumento de 250x.



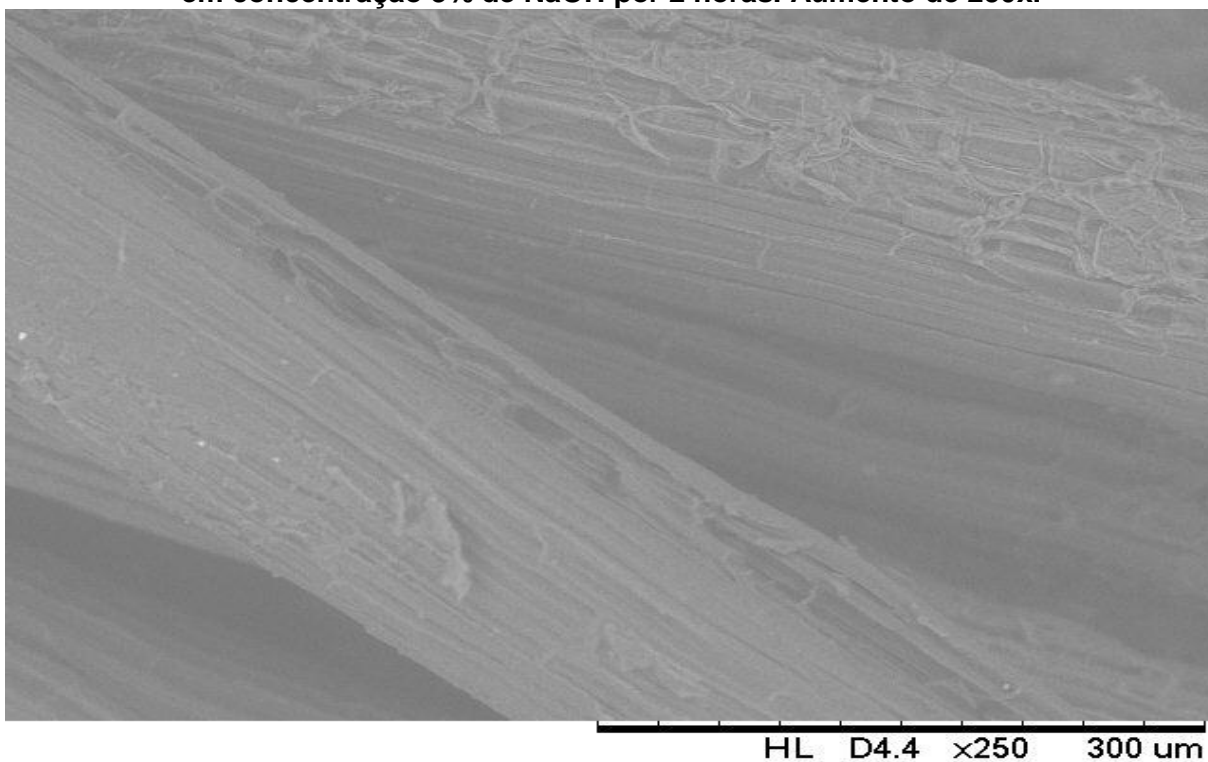
Fonte: UFPA- FEMAT, 2013.

Figura 5.4.1 - Micrografia obtida por MEV da superfície de fibras de sisal mercerizadas em concentração 3% de NaOH por 1 hora. Aumento de 250x.



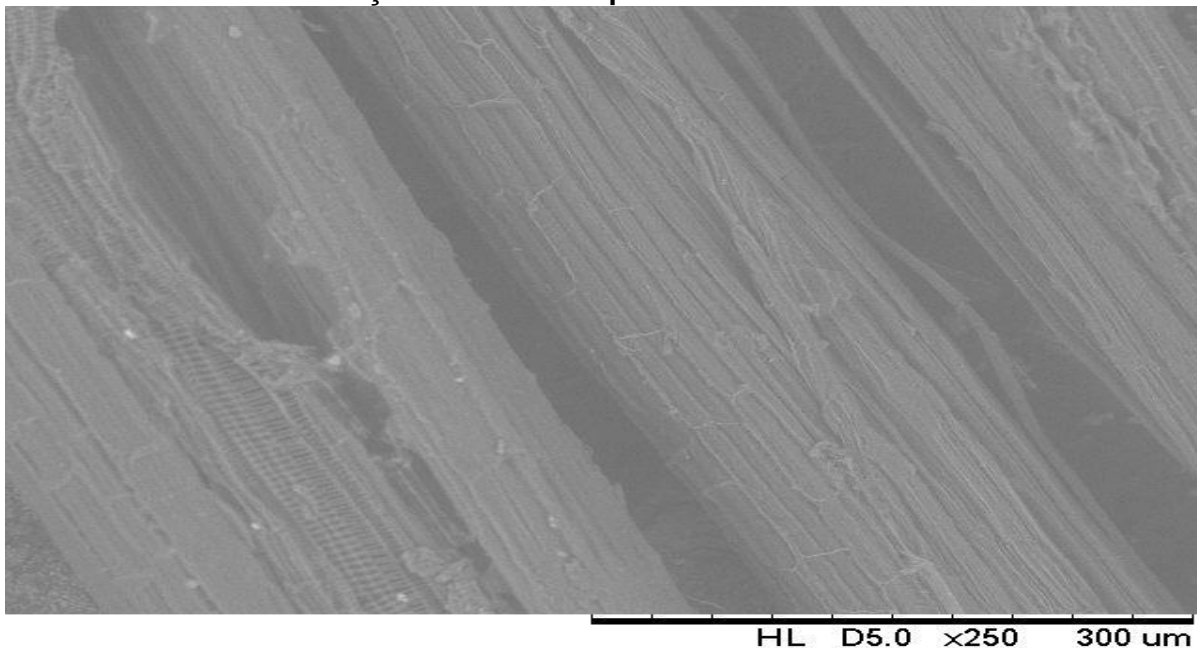
Fonte: UFPA- FEMAT, 2013.

Figura 5.4.2 - Micrografia obtida por MEV da superfície de fibras de sisal mercerizadas em concentração 3% de NaOH por 2 horas. Aumento de 250x.



Fonte: UFPA- FEMAT, 2013.

Figura 5.4.3 - Micrografia obtida por MEV da superfície de fibras de sisal mercerizadas em concentração 3% de NaOH por 3 horas. Aumento de 250x.



Fonte: UFPA- FEMAT, 2013.

Os estudos realizados nas morfologias dos compósitos nos mostram uma alteração na superfície das fibras, porém em comparação com outros trabalhos, as variantes adotadas alteram de maneira menos expressiva, um exemplo é a não aparição de protuberâncias botânicas, elementos localizados internamente nas fibras vegetais.

6 CONCLUSÃO

As fibras longas de sisal de comprimento 17 cm, apresentaram dificuldade de acomodação na matriz, principalmente, as fibras sem tratamento, por apresentarem um volume maior em relação às fibras com tratamento.

Fibras de sisal podem sofrer alterações morfológicas, de composição e resistência mecânica através de tratamentos químicos a temperatura ambiente com hidróxido de sódio.

Após a mercerização, as alterações observadas nas fibras, evidenciam que elas ficaram mais ásperas, mais escuras, menos macias. Viabilizando a sua distribuição no molde para confecções dos compósitos.

O tratamento químico conduzido em concentração de NaOH 3% é promissor no tratamento superficial de sisal, pois houve um aumento na resistência ao impacto, pelo fato da superfície da fibra ter tido uma melhor interação com a matriz, facilitando a adesão na interface fibra-matriz. Porém nem sempre uma melhoria na adesão fibra-matriz promove aumento na resistência ao impacto. O ideal seria uma combinação de propriedades para se obter compósitos mais resistentes e que apresentem reprodutibilidade de propriedades durante os testes ou ensaios mecânicos.

Por fim, diferentemente do ensaio de impacto, aonde os melhores resultados foram dos compósitos tratados. Nos ensaios de flexão os compósitos que apresentaram melhores resultados foram os sem tratamento. O que demonstra que concentração de NaOH 3% e o aumento do tempo no tratamento químico, precisam de melhores ajustes, para se obter propriedades mais favoráveis .

7 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

Os tratamentos químicos nas fibras utilizadas como reforço, poderão ser alvo de ajustes, para uma melhor otimização de processo.

Para os futuros trabalhos de confecção de compósitos poliméricos reforçados com fibras de sisal, ficam as seguintes sugestões:

- ✓ Avaliar o desempenho mecânico de compósitos tratados e não tratados bidirecional, variados as concentrações de NaOH;
- ✓ Desenvolver compósitos híbridos, isto é, compósitos reforçados simultaneamente com fibras de sisal e outra fibra vegetal ou ainda reforço cerâmico;
- ✓ Fazer uma análise química das fibras, com o intuito de conhecer sua composição;
- ✓ Estudar o efeito da sorção de água nas propriedades mecânicas dos compósitos reforçados com fibras tratadas e não tratadas;

REFERÊNCIAS

- ALLEN, S.M.; THOMAS, E.L. **The structure of materials**. John Wiley e Sons, 1999.
- ARTHUR, J.C., **Cellulose, graft copolymers**. In: KROWSCHWITZ (Ed.), *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, Wiley, New York, 1985.
- BERGER, L.L.; et al. Modifications of forages quality after harvest. In: FAHEY Jr., G.R. **Forage quality, evaluation, and utilization**. Madison, Wisconsin: ASA/CSSA/Cap.23, p.922-966, 1994.
- BISANDA, E.T.N e ANSELL, M.P. **Composites Science Technologies**. p.41, 165, 1991.
- BLEDZDKI, A.K. and GASSAN, J. **Composites reinforced with cellulose based fibers**. 1999, p.200-251.
- CALLISTER JR WILLIAM D. **Materials Science and Engineering an Introduction**. 6^a.ed. USA: John Wiley & Sons, Inc, 2007
- CAVALCANTI, W. S. **Compósitos Poliéster/tecidos tramados vegetal-vidro: caracterização mecânica e simulação da sorção de água**. 2006. 122f. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) – Universidade Federal de Campina Grande. Paraíba-PB
- CHAND, N., VERNA, S.; KHAZANCHI, A.C. SEM and Strength Characteristics Of Acetylates Sisal Fiber. **Journal Of Materials Science Letters**, Champman and Hall, v.8, p. 1307-1309, 1989.
- CHESSON, A.; A. J. GORDON. **Substituent groups linked by alkali-labile bonds to arabinose and xylose residues of legume, grass, and cereal straw cell walls and their fate during digestion by rumen microorganisms**. v 34, p. 1330-1340, 1983.
- CHEREMISINOFF, Nicholas P., **Advanced Polymer Processing Operations**. Noyes Publications. New Jersey. USA,1998.
- CIOCCA, M.L.S. **Valor nutritivo da palha de trigo tratada com hidróxido de sódio e suplementada com farelo de soja tostado e não tostado**. Curitiba: UFPR, 1992. 117 f. Tese de doutorado.

CLEGG, D.W. and COLLYER, A.A. **Mechanical properties of reinforced thermoplastics.** p. 1,29, 65, 83, 119 1998..

DANIEL, J.R. **Cellulose, structure and properties.** In: KROWSCHWITZ (Ed), Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Wiley, New York, 1985.

DEREK, H. **An introduction to composite materials. Cambridge solid state science series.** p. 2, 3, 10, 11, 1988.

FAGURY, R. V. G. **Avaliação de Fibras Naturais para a Fabricação de Compósitos: açaí, coco, ananás e juta.** Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica na Área de Materiais e Processos, Universidade Federal do Pará. PA, 2005.

FELIX, M. e GATENHOLM, P. Formation of entanglements at brushlike interfaces in cellulose- polymer composites. **J. Appl. Polym. Sci.**, v.50, p. 699, 1993.

FENGEL, D. Influence of water on the OH valency range in deconvoluted FTIR Spectra of cellulose. **Holzforschung**, v. 47, n.2, p.103-108, 1993.

FILHO, M. A. S. G.; **Avaliação Mecânica de Compósitos de Resina Poliéster Reforçada com Fibras longas de Babaçu Antes e após a Mercerização.** Trabalho de Conclusão de Curso - Universidade Federal do Pará – Faculdade de Engenharia de Materiais. 2011.

RODRIGUES, F.S.; **Desenvolvimento e Caracterização Mecânica de Compósitos Poliméricos Reforçados por Fibras Vegetais de Pente de Macaco (*Apeiba Tibourbou Aubl*).** Trabalho de Conclusão de Curso - Universidade Federal do Pará – Faculdade de Engenharia de Materiais. 2010.

FOURCHE, G. An overview of the basic aspects of polymer adhesion. Part1. Fundamentals polym. **Eng. And Sci.**, v.35, n.12, p.957, 1995.

FERNANDES, R. I. M. **Estudo da Modificação Química nas Fibras Provenientes da Coroa do Abacaxi.** 10º Congresso Brasileiro de Polímeros. Anais. Foz do Iguaçu, PR: CBPol, 2009. 1 CD.

FRANCO, P. J. H.; GONZÁLEZ, A. V. **Mechanical properties of continuous natural fiber-reinforced polymer composites.** Composites: v. 35, n. 4, p. 339-345. 2004.

GONZALES, A.V.; CERVANTES, J. M.; OLAYO, R. and FRANCO, P.J.H. Effect of fiber surface treatment on the fiber matrix bond strength of natural fiber reinforced composites. **Composites Part B**, 1999, 30, p. 309-320.

GOODMAN, S. H. **Handbook of Thermoset Plastics**. Noyes Publications. New Jersey. USA, 1998.

HOLMER Jr, S. **Fibras vegetais para construção civil, fibras de coco**. Escola Politécnica da universidade de São Paulo, 1986, p. 124.

Instron Wolpert - **Basic Principles of Measured Data Evaluation for Charpy Tests on Notched and Pre-cracked Specimens**, Instron Co. (1996).

JOSEPH, S.; SREEKALA, M. S.; OMMEN, Z.; KOSHY, P.; THOMAS, S. **A comparison of the mechanical properties of phenol formaldehyde composites reinforced with banana fibers and glass fibers**. Composites Science and Technology. V. 12, n. 8, p. 62-74. 2002.

KOZLOWSKI, R and MIELENIK. **New trends in the utilization of by products of fibre crops residue in pulp and paper industry, building engineering, automotive industry and interior furnishing**. Proceedings from the Third international Symposium on Natural Polymers and Composites. p. 504-510. São Paulo, 2000.

LI, Y.; WING, MAI Y. and YE, L. **Sisal fibre and its composites**. A review of recent developments. Composites Science and Technology, v. 60, p. 2037-2055, 2000.

MARINELLI, A. L. **Desenvolvimento de Compósitos Poliméricos com Fibras Vegetais Naturais da Biodiversidade: uma contribuição para sustentabilidade amazônica**, Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 18, nº 2, p. 92-99, 2008.

MARCOVICH N.E, REBOREDO M.M and ARANGUREN M.I Modified woodflour as thermoset fillers II. Thermal degradation of wood flours and composites. **Thermochimica Acta**,v.372, p. 45-47, 2001.

MATTEWS, F.L and RAWLINGS, R.D. **Composite materials**. Engineering and Science. London: Chapman e Hall, 1996.

MITCHELL, BRIAN S. **An Introduction to Materials Engineering and Science**. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey. USA, 2004.

MOCHNACZ, S.; SYDENSTRICKER, T. H. D. and AMICO, S. C. Caracterização e modificação superficial de fibras de sisal para a utilização em compósitos poliméricos. CONGRESSO EM CIÊNCIA DE MATERIAIS DO MERCOSUL, Anais... Sulmat, 2002, p. 182-190.

NÓBREGA, M. M. S. **Compósitos de Matriz Poliéster com Fibras de Caroá *Neoglaziovia variegata*: caracterização mecânica e sorção de água.** Tese de Doutorado em Engenharia de Processos, Universidade Federal de Campina Grande. Paraíba-PB, 2007.

OKSMAN, K.; WALLSTROM, L.; BERGLUND, L.A.; FILHO, R.D.T. **Morphology and mechanical properties of unidirectional sisal-epoxy composites.** Journal of Applied Polymer Science, v 84, p 2358-2365, 2002.

PAVITHRAN, C; MUKHERJEE, P.S; BRAMAKUMAR, M. and DAMODARAN, A. D. Impact properties of fiber composites. **Journal of Materials Science Letters**, 1987, 6, p. 882-884.

PAIVA, J. M. F.; SABARIZ; ANNUNCIADO. **Compósitos de Matriz Termofixa Fenólica Reforçada com Fibras Vegetais. Polímeros: Ciência e Tecnologia**, vol. 9, nº 4, p. 170-176, 1999.

RAY, D; SARKAR, B. K.; RANA, A.K. and BOSE, N. R. The mechanical properties of vinylester resin matrix composites reinforced with alkali treated jute fibres. **Composites Part A**, 2001, 32, p. 119-127.

SANADI, A.R.; et al. Recycled newspaper fibers as reinforcing fillers in thermoplastics: Part I. Analysis of tensile and impact properties in polypropylene: **J. Reinforced Plastics and Composites**, 13,54, 1994.

SANCHEZ, E.M.S. **Resinas poliéster insaturado: Relação, estrutura e propriedades.** Influência da adição do copolímero poli (estireno-b-isopreno-b-estireno). Campinas, 1996. Tese (Doutorado), Universidade Estadual de Campinas.

SHACKELFORD, J. F. **Ciência dos Materiais.** 4ª Edição. São Paulo-SP, 2008.

SILVA, A. C. **Estudo da Durabilidade de Compósitos Reforçados com Fibras de Celulose.** Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil na Área de Engenharia de Construção Civil, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo-SP, 2003.

SOBRINHO, L. L. **Desenvolvimento de Matriz Polimérica para Material Compósito Visando o Reforço de Dutos de Aços.** Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro. (COPPE/UFRJ), 2005.

TARGA, G.; MULLINARI; LEITÃO, E. S. **Produção e Caracterização Mecânica de um Compósito de Fibra de Juta e Resina de Poliéster Insaturado.** 10º Congresso Brasileiro de Polímeros. Anais... Foz do Iguaçu, PR: CBPol, 2009. 1 CD.