



UNIVERSIDADE FEDERAL DO SUL E SUDESTE DO PARÁ
INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS E ENGENHARIAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

GILMAR ALVES BORGES

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO QUÍMICO NA FIBRA DE COCO PARA
UTILIZAÇÃO EM COMPÓSITO POLIMÉRICO**

MARABÁ
2015

GILMAR ALVES BORGES

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO QUÍMICO NA FIBRA DE COCO PARA
UTILIZAÇÃO EM COMPÓSITO POLIMÉRICO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará em cumprimento as exigências para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador:

Prof. MSc. Eng. Wenderson Gomes dos Santos.

MARABÁ
2015

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)
Biblioteca II da UNIFESSPA. CAMAR, Marabá, PA

Borges, Gilmar Alves

Influência do tratamento químico na fibra de coco para utilização em compósito polimérico / Gilmar Alves Borges ; orientador, Wenderson Gomes dos Santos. — 2015.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará, Campus Universitário de Marabá, Instituto de Geociências e Engenharias, Faculdade de Engenharia de Materiais, Curso de Engenharia de Materiais, Marabá, 2015.

1. Compostos poliméricos. 2. Fibras. 3. Coco. 4. Maceração. I. Santos, Wenderson Gomes dos, orient. II. Título.

CDD: 21. ed.: 620.192

GILMAR ALVES BORGES

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO QUÍMICO NA FIBRA DE COCO PARA
UTILIZAÇÃO EM COMPÓSITO POLIMÉRICO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará em cumprimento as exigências para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Materiais.

DATA DA AVALIAÇÃO: 03/12/2015

CONCEITO: _____.

BANCA EXAMINADORA

Prof. MSc. Eng. Wenderson Gomes dos Santos
(FEMAT – IGE – UNIFESSPA – Orientador)

Prof. Esp. Márcio Paulo de Araújo Mafra
(FEMAT – IGE – UNIFESSPA – Membro)

Prof. Dr. Eng. Silvio Alex Pereira da Mota
(FEMAT – IGE – UNIFESSPA – Membro)

Dedico este trabalho a meus pais Rafael e Generosa, que nunca mediram esforços para realização deste sonho e a minha esposa Elinalva pelo apoio nos momentos mais difíceis.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, pelo dom da vida e por guiar meus caminhos sempre me abençoando.

Aos meus pais, Rafael Ferreira Borges e Generosa Alves Borges (in memoriam), pela educação, dedicação e compreensão a mim ofertada, por lutarem junto comigo pela realização dos meus sonhos, por serem minha fortaleza e minha base a qual é o sustento para minha vida. E principalmente por me fazerem entender tão bem o significado da palavra amor.

A minha esposa Elinalva de Castro Melo Borges, que com o seu apoio incondicional me encorajou a seguir em frente e sempre me estimulou a nunca desistir, principalmente nos momentos mais difíceis.

A minha filha Yasmin Melo Borges, pelo belo sorriso que me proporcionava um ânimo para continuar nesta jornada.

A todos os meus familiares, que de certo modo me apoiaram neste difícil caminho.

Ao meu orientador, o professor Wenderson Gomes dos Santos, que não mediu esforços para me auxiliar da melhor maneira possível. O meu sincero agradecimento pela dedicação, orientação, paciência e conhecimentos compartilhados comigo.

Ao professor Márcio Paulo de Araújo Mafra pela disponibilidade e apoio nos ensaios mecânicos.

A todos os meus colegas das turmas FEMAT, pela parceria e convívio durante os anos de curso, anos esses, que vão deixar saudades.

A todos os professores da Faculdade de Engenharia de Materiais que contribuíram para minha formação profissional.

A todos meus amigos que de certa forma contribuíram para a realização desse objetivo, em especial a Geógrafa Flaviana Borges

*Fazer ou não fazer algo, somente depende de
nossa vontade e perseverança.*

Albert Einstein

RESUMO

Os compósitos reforçados com fibras vegetais com matrizes poliméricas tem sido uma área atraente para pesquisadores e indústrias, onde atualmente se torna uma necessidade à agregação de valores aos resíduos gerados pela população, criando materiais alternativos eficientes e de baixo custo, aproveitando os próprios recursos naturais, e preservando o meio ambiente. No presente trabalho, materiais compósitos de matriz poliéster insaturados reforçados por fibras de coco, dispostas aleatoriamente, foram produzidos utilizando-se o menor nível possível de processamento tecnológico nas etapas produtivas, com objetivo de otimizar o processo de mercerização nos compósitos com fibra de coco. A matriz de poliéster utilizada foi a ortoftálica pré-acelerada e curada com peróxido de metil-etil-cetona (MEK-P) na proporção em relação à resina de 1% em volume. As fibras de coco foram extraídas de vegetação de nossa região e divididas em 2 porções. Uma deixada no seu estado in natura e a outra foi dividida e submetidas a tratamento químico com NaOH nas proporções de 0,5%, 1%, 5% e 10%. Logo após, as fibras foram cortadas manualmente nos comprimentos de 15 mm e utilizadas em condições ambientais. Os compósitos foram fabricados por moldagem manual, sem pressão e à temperatura ambiente, posteriormente curada em estufa a 80°C por 48 horas. As fibras de coco foram submetidas à análise termogravimétrica e avaliação microestrutural, por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os compósitos foram avaliados em ensaio de tração e avaliação da superfície fraturada. Para os compósitos, as maiores resistências a tração foram obtidas para fibras tratadas a 0,5% de NaOH e 1% de NaOH. Os mecanismos de falhas presentes na superfície de fratura do compósito polimérico com fibra de coco tratada com 1% de NaOH foram o pull out (arrancamento de fibras) e o rompimento das fibras. Sendo predominante o rompimento das fibras, evidenciando que com o tratamento ocorreu a maior adesão da fibra a matriz polimérica.

Palavras-chave: Materiais Compósitos. Fibras de Coco. Mercerização

ABSTRACT

Composites reinforced with natural fibers with polymer matrices has been an attractive area for researchers and industry, which currently becomes a necessity to add value to the waste generated by the population, creating efficient alternative materials and cost, taking advantage of its own natural resources, and preserving the environment. In this study, composite materials of polyester unsaturated matrix reinforced with coconut fibers, randomly arranged, were produced using the lowest possible level of technological processes in the production stages, in order to optimize the process of mercerization in composites with coconut fiber. The polyester matrix used was pre-accelerated orthophthalic and cured with methyl ethyl ketone peroxide (MEK-P) ratio to the resin 1% by volume. The coconut fibers have been extracted from vegetation of our region and divided into 2 portions. A left in the nature state fresh and the other was divided and subjected to chemical treatment with NaOH in proportions of 0.5%, 1%, 5% and 10%. After the fibers have been manually cut in 15 mm lengths and used in environmental conditions. The composites were made by hand casting without pressure and at ambient temperature, then cured in an oven at 80 ° C for 48 hours. The coconut fibers were subjected to thermal analysis and microstructural evaluation by scanning electron microscopy (SEM). The composites were evaluated in tensile test and evaluation of the fractured surface. For composites, the larger the tensile strength were obtained for fibers treated with 0.5% NaOH and 1% NaOH. The failure mechanisms present in the polymeric composite fracture surface with coconut fiber treated with 1% NaOH were pull out (fiber pullout) and the breaking of the fibers. It is predominant disruption of the fibers, indicating that the treatment took place with the largest membership of fiber polymer matrix.

Keywords: Composite Materials. Coco fibers. Mercerization

LISTAS DE FIGURAS

Figura 1 – Imagem da palmeira de coco.	17
Figura 2 – Imagem do coco in natura.	18
Figura 3 – Camadas constituintes do coco.	18
Figura 4 – Constituição de uma fibra vegetal elementar.....	19
Figura 5 – Estrutura do mero da celulose.....	20
Figura 6 – Fibra de coco após ser retirada do fruto.	22
Figura 7 – Diagrama ilustrativo dos conceitos de interface e interfase de materiais compósitos	23
Figura 8 – Interface entre a fibra e a matriz. a) Interface ideal. b) Interface real.....	24
Figura 9 – Classificação dos tipos de compósitos	26
Figura 10 – Representação esquemática de compósitos reforçados com fibras.....	27
Figura 11 – Estruturas moleculares do catalisador de metil-etil-cetona.	31
Figura 12 – Fluxograma da metodologia empregada para obtenção do compósito	35
Figura 13 – Desfibramento manual das fibras longas de coco.....	36
Figura 14 – Fibras longas e fibras cortadas.....	37
Figura 15 – Pesagem das fibras cortadas	38
Figura 16 – Molde de silicone.	38
Figura 17 – Molde preenchido com resina e fibra de coco.	39
Figura 18 - Corpos de prova com suas composições: (a) apenas com resina pura, (b) com fibra in natura, (c) com fibra tratada em NaOH a 0,5 %, (d) com fibra tratada a 1,0 %, (e) com fibra tratada a 5 %, (f) com fibra tratada a 10 %.....	39
Figura 19 – Ensaio de tração nos corpos de prova.	41
Figura 20 – Microscopia eletrônica de varredura.	41
Figura 21 – Equipamento de análise térmica.	42
Figura 22 – Análise térmica das fibras de coco mercerizadas e in natura.	44
Figura 23 – Morfologia da fibra de coco, (a) in natura (b) 0,5% de NaOH (c) 1% de NaOH(d) 5% de NaOH (e) 10% de NaOH.....	46
Figura 24 – Gráfico força deformação dos corpo de prova analisados.....	48
Figura 25 – Superfície de fratura do compósito com fibras tratadas a 1% de NaOH.....	49

LISTAS DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química de algumas fibras naturais.	21
Tabela 2 – Tipos de resina poliéster insaturado.	30
Tabela 3 – Resultados do total de corpos de prova preparados.....	40

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

°C	Grau Celsius
g	Grama
min	Minuto
DRX	Difração de raios X
TG	Termogravimetria
DTA	Análise termo-diferencial
pH	Potencial hidrogeniônico
cm	Centímetro
g	Grama
mm	Milímetro
h	Hora
mg	Miligrama
%	Porcentagem
MPa	Mega pascal
GPa	Giga pascal
MEV	Microscópico eletrônico de varredura

Sumário

1	INTRODUÇÃO	14
2	OBJETIVOS	16
2.1	OBJETIVO GERAL.....	16
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	16
3	REVISÕES BIBLIOGRÁFICAS	17
3.1	COCO (Cocos Nucifera)	17
3.2	FIBRAS VEGETAIS	19
3.3	FIBRAS DE COCO.....	21
3.4	PROCESSO DE EXTRAÇÃO DAS FIBRAS DE COCO.....	22
3.5	INTERFACE MATRIZ FIBRA.....	23
3.6	MERCERIZAÇÃO	24
3.7	COMPÓSITOS	25
3.7.1	Características gerais	25
3.7.2	Classificação dos compósitos	26
3.8	MATRIZES POLIMÉRICAS.....	27
3.8.1	Resina poliéster insaturada	29
3.8.2	Agente de cura	30
3.9	PESQUISAS REFERENCIAIS SOBRE COMPÓSITOS	32
4	MATERIAIS E MÉTODOS	35
4.1	METODOLOGIA	35
4.2	MATRIZ POLIMÉRICA	36
4.3	FIBRAS DE COCO	36
4.4	MERCERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE COCO	36
4.5	PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS	37
4.6	ENSAIO MECÂNICO DE TRAÇÃO	40
4.7	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	41
4.8	ANÁLISE TÉRMICA DAS FIBRAS DE COCO	42
5	RESULTADOS E DISCURSÕES	43
5.1	CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE COCO (COCO NUCIFERA)	43
5.1.1	Análise térmica gravimétrica	43
5.1.2	Microscopia eletrônica de varredura	44
5.2	RESISTÊNCIAS A TRAÇÃO DOS COMPÓSITOS	47

5.3	ANÁLISE DE FALHAS DO COMPÓSITO	48
6	CONCLUSÃO	50
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	51
	REFERÊNCIAS.....	52

1 INTRODUÇÃO

Na procura de uma nova perspectiva, visando materiais que ofereçam vantagens significativas ao meio ambiente, é crescente o número de pesquisas na utilização de fibras naturais como reforço de polímeros, devido basicamente a sua alta rigidez e baixa densidade. Além dessas características, as fibras naturais possuem outras vantagens, tais como: baixo custo de obtenção, baixa abrasividade, fácil beneficiamento, fácil reciclagem, são biodegradáveis, entre outras. E por elas serem provenientes de recursos renováveis, está disponível em grandes quantidades, contribuindo ainda mais para o interesse no estudo desses materiais. No entanto, existem algumas desvantagens que são encontradas na utilização de fibras naturais em compósitos, tais como elevada absorção de umidade, baixa temperatura de decomposição e uma fraca adesão entre a fibra e a matriz polimérica. Ainda que tenham essas desvantagens, as mesmas vêm sendo largamente utilizadas, principalmente devido à possibilidade de se contornar esses problemas.

A mudança para produções mais sustentáveis na indústria automotiva e na construção civil é uma iniciativa em prol de uma maior preservação ambiental. Compósitos feitos de materiais renováveis têm sido utilizados em interiores e exteriores de veículos. Componentes similares são usados como peças de acabamento, painéis de portas, prateleiras, assentos, encostos e revestimentos da cabine.

Devido a grande contribuição que as fibras naturais proporcionam às pesquisas 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 tratamento químico, além de apresentar baixo custo, facilidade de operação e eficácia, leva à remoção de resíduos, óleos, extrativos ou outros elementos presentes nas fibras, como a hemicelulose e a lignina. Com isso 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 à propriedade mecânica do compósito, pois se houver adesão inadequada o desempenho do compósito será comprometido pelo surgimento de falhas.

A eficiência das modificações químicas será avaliada por microscopia eletrônica de varredura e análise térmicas. Além disso, os compósitos reforçados com as fibras serão avaliados por ensaio mecânico de tração.

Neste contexto, o compósito reforçado com fibra de coco foi escolhido para ser estudado por ser extremamente versátil e por possuir diversas aplicações.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Este trabalho tem como objetivo otimizar o processo de Mercerização nos compósitos poliméricos com fibra de coco.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Modificar superficialmente as fibras de coco através do tratamento químico a base de hidróxido de sódio e analisar a influência do mesmo no final do processo;
- Produzir compósitos de resina poliéster reforçados com fibras de coco não tratadas e tratadas quimicamente por Mercerização;
- Avaliar a propriedade mecânica (ensaio de tração) nos compósitos poliméricos com fibra de coco tratada e não tratada com NaOH ;
- Analisar o comportamento térmico das fibras tratadas quimicamente com NaOH;
- Observar as alterações na morfologia da superfície das fibras antes e após tratamento químico através da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);

3 REVISÕES BIBLIOGRÁFICAS

Esta seção consta da etapa da pesquisa bibliográfica a qual se refere ao tema em destaque nesse trabalho de investigação que é o uso de fibras naturais como reforço nos materiais compósitos poliméricos

3.1 COCO (Cocos Nucifera)

O coqueiro (*Cocos nucifera*) é uma planta comum da região litorânea do Nordeste, entretanto, pode ser cultivado em outras regiões de clima tropical caracterizado por uma temperatura acima de 22° C, com elevada umidade e chuvas sazonais. Para que haja um bom desenvolvimento da planta, além do clima, o solo deve ser leve, profundo, permeável e arejado.

O coqueiro, Figura 1, é uma grande palmeira, pertencente à família das Palmáceas, de estipe solitário, que chega a atingir 30 metros de altura. Suas folhas são grandes e pinadas, com até 6 metros de comprimento. Delas se extraem fibras rústicas e fortes, utilizadas em diversos produtos artesanais e industriais, como escovas e capachos. Possuem belos cachos pendentes, de cerca de 1 metro, carregadas de numerosas e pequenas flores brancas ou amareladas. As flores masculinas abrem-se em momentos diferentes das femininas, na mesma palmeira, possibilitando a polinização cruzada.

Figura 1 – imagem da palmeira de coco.



Fonte: Autor, (2015).

O fruto do coqueiro é simplesmente classificado como drupa. A figura 2 ilustra o fruto do coqueiro como é encontrado in natura.

Figura 2 - Imagem do coco in natura.



Fonte: Autor, (2015).

O fruto do coqueiro é composto por camadas denominadas pericarpo, epicarpo, mesocarpo, endocarpo, tegumentos e albúmen (SILVEIRA, 2008). Estas camadas são representadas na Figura 3.

Figura 3 - Camadas constituintes do coco.



Fonte: Autor, (2015).

As partes descritas na Figura 3, constituintes do fruto do coco, são:

a) Epicarpo (epiderme lisa): parte mais externa do fruto; casca verde;

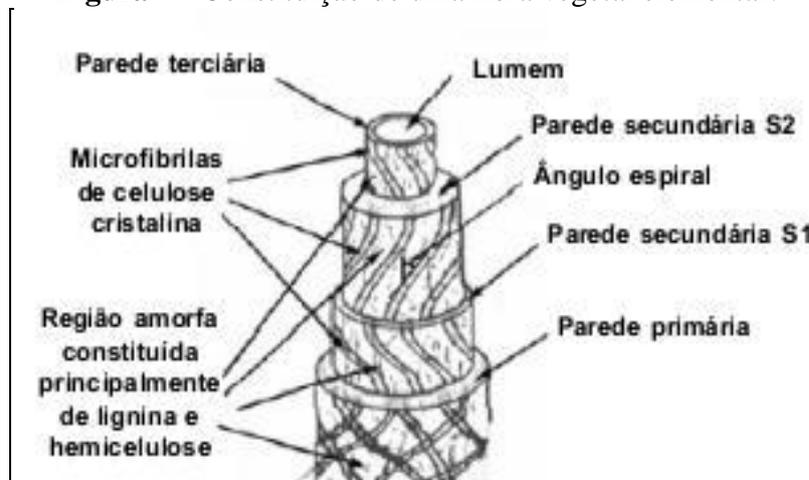
- b) Mesocarpo: é a camada localizada entre o epicarpo e o endocarpo;
- c) Pericarpo: é a parte do fruto que envolve a semente;
- d) Tegumentos: é a parte que reveste e protege o vegetal. É a camada fina do coco de cor marrom;
- e) Endocarpo: é a parte comestível, a camada mais interna do pericarpo;
- f) Albúmen (endosperma): é um tecido formado por elementos nutritivos da semente (SILVEIRA, 2008).

3.2 FIBRAS VEGETAIS

As fibras vegetais são classificadas de acordo com a sua origem e geralmente são reunidas em fibras: de semente (algodão), de caule (bananeira, linho, malva), de folhas (sisal, piaçava, curauá, abacá), de fruto (coco) e de raiz (zacatão) (PASSOS, 2005).

A composição química e a estrutura celular das fibras vegetais são bastante complexas. A fibra é constituída de várias fibras elementares ligadas fortemente entre si por um material de cementação constituído principalmente por lignina. Uma fibra natural elementar é essencialmente um compósito natural no qual microfibrilas rígidas de celulose são envolvidas em uma matriz de lignina e hemicelulose. A lignina atua como matriz, unindo as microfibrilas, enquanto a hemicelulose age como interface entre a lignina e as microfibrilas de celulose. A figura 4 mostra a constituição estrutural de uma fibra elementar, com um lúmen no centro com uma parede externa espessa formada por vários espirais de microfibrilas ao longo do eixo da fibra (RODRIGUES, 2013).

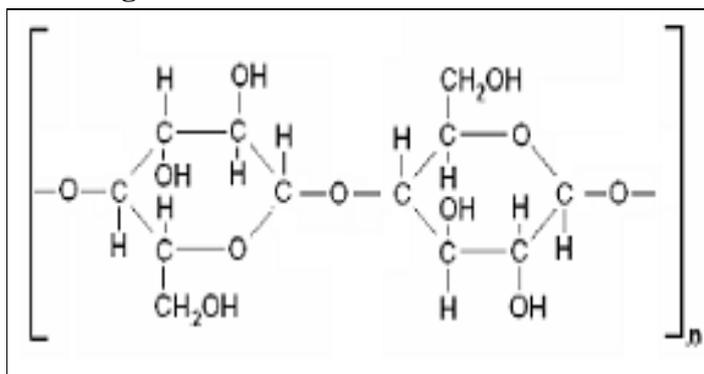
Figura 4 - Constituição de uma fibra vegetal elementar.



Fonte: Rodrigues, (2013).

A celulose componente das fibras vegetais é o principal constituinte estruturante, sendo um polissacarídeo linear de alto peso molecular formado principalmente de glicose, responsável pela estabilidade e resistência das fibras. A estrutura da glicose-D é mostrada na figura 5 sendo que cada unidade contém três grupos hidroxila (-OH). As ligações de hidrogênio intermoleculares são as principais responsáveis pela cristalinidade da celulose (RODRIGUES, 2013).

Figura 5 - Estrutura do mero da celulose.



Fonte: Rodrigues, (2013).

A hemicelulose é um polissacarídeo formado por diferentes unidades de açúcares incluindo glicose, xilose, galactose, arabinose e manose. O seu grau de polimerização é de 10 a 100 vezes menor que o da celulose e as cadeias possuem um considerável grau de ramificação em relação à celulose. Normalmente, a hemicelulose atua como um elemento de ligação entre a celulose e a lignina, não estando diretamente correlacionada à resistência e rigidez das fibras. Fibras contendo grande concentração de hemicelulose se tornam interessantes para a produção de açúcares e combustíveis, tal como o etanol, pelo fato da hemicelulose ser hidrolisada mais facilmente que a celulose (PASSOS, 2005).

A lignina é um polímero complexo que tem a função de unir as fibras celulósicas, responsável pela formação da parede celular. Sua concentração nas fibras influencia na estrutura, na morfologia, na flexibilidade e taxa de hidrólise. Fornece resistência à compressão ao tecido celular e às Fibras, enrijecendo a parede celular e protegendo os carboidratos contra danos físicos e químicos. Fibras com alto teor de lignina são de excelente qualidade e alta flexibilidade (PASSOS, 2005).

A pectina, um polissacarídeo com função aglutinante, é um dos constituintes da parede

celular. Já os componentes minerais são os responsáveis pela formação das cinzas após a incineração das fibras (PASSOS, 2005). A Tabela 1 apresenta a composição química de algumas fibras naturais.

Tabela 1 - Composição química de algumas fibras naturais

	Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Lignina (%)	Extrativos (%)
Linho	71	18,6-20,6	2,2	1,5
Cânhamo	68	15	10	0,8
Juta	61-71	14-20	12-13	0,5
Rami	68.6-76.2	13-16	0,6-0,7	0,3
Sisal	65	12	9,9	2
Coco	32-43	0,15-0,25	40-45	-

Fonte: Passos (2005)

De forma sucinta, podem-se enumerar as principais vantagens das fibras vegetais, que são as seguintes: baixa massa específica; maciez e abrasividade reduzida; recicláveis, não tóxicas e biodegradáveis; baixo custo; estimulam zona rural e baixo consumo de energia na produção. Já entre as desvantagens e limitações pode-se citar: acentuada variabilidade nas propriedades mecânicas e baixa estabilidade dimensional; alta sensibilidade a efeitos ambientais, tais como variações de temperatura e umidade (LEVY, NETO, PARDINI, 2006).

3.3 FIBRAS DE COCO

A fibra de coco, objeto deste estudo, é uma massa castanho-avermelhada extraída do mesocarpo, parte espessa fibrosa do fruto apresenta uma elasticidade superior a outras fibras vegetais, além de uma elevada capacidade de resistir à umidade e a altas variações nas condições climáticas. É constituída de materiais lignocelulósicos, sendo suas principais características a baixa densidade, a boa flexibilidade no processamento e a facilidade de modificação perante agentes químicos, além de fonte de recursos renováveis, biodegradáveis e não abrasivos (SENHORAS, 2003).

Esta fibra, figura 6, tem sido muito estudada para a utilização na composição de novos materiais com polímeros tais como polietileno, poliéster, polipropileno. Neste caso, a utilização da fibra de coco para a obtenção de compósitos é importante por serem materiais baratos, naturais e renováveis. A maioria destes compósitos apresenta um aumento de

biodegradação em relação à matriz. Além disso, a fibra de coco age como um componente reforçador da matriz dos polímeros. Assim, altera as propriedades mecânicas destes compostos tais como resistência em relação à tensão, tração e alongação na ruptura (SENHORAS, 2003).

Figura 6 - Fibra de coco após ser retirada do fruto.



Fonte: Autor, (2015).

3.4 PROCESSO DE EXTRAÇÃO DAS FIBRAS DE COCO

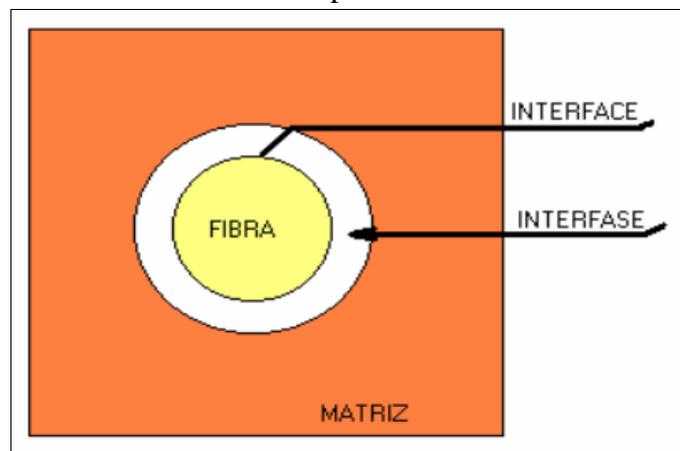
O processo convencional de extração das fibras ocorre de duas formas: por maceração ou desfibramento mecânico. A maceração é realizada nas fibras de coco verde, enquanto o desfibramento mecânico ocorre nas fibras de coco seco. A maceração é um processo de origem biológica, no qual as cascas de coco são imersas em água por um período de 4 a 12 semanas para que ocorra uma fermentação anaeróbia espontânea da matéria vegetal, auxiliando a liberação dos feixes fibrosos. Esta variação de tempo depende de fatores químicos e físicos como pH e temperatura da água. Enquanto no desfibramento mecânico, as fibras devem ser lavadas em água corrente para a remoção parcial da lignina. Então, seguem para a secagem que pode ser feita ao sol ou em estufas, depois são separadas através de peneiramento das fibras longas ou curtas (DUARTE; IMAI; NII, 2009).

3.5 INTERFACE MATRIZ-FIBRA

Um dos parâmetros mais importante em materiais compósitos, com uma ou mais fases contínuas é a interface entre o reforço e a matriz, sendo um dos principais desafios na tecnologia de processamento desses materiais (RAZERA, 2006).

A interface é a região onde ocorre o contato entre os componentes do compósito, sendo a transferência dos esforços aplicados à matriz, através desta região. Possíveis acúmulos de tensões, dificuldade de adesão e umidade excessiva também podem influenciar as propriedades mecânicas. A qualidade da interface pode ser determinada por fatores químicos e físicos que, por sua vez, estão relacionados com a área da superfície, pureza do reforço, molhabilidade da matriz e diferenças nas propriedades térmicas e mecânicas dos materiais constituintes. A interação entre fibra e matriz resulta numa região com morfologias e composições químicas significativamente distintas (figura 7), quando comparadas aos cernes da fibra e da matriz (RAZERA, 2006).

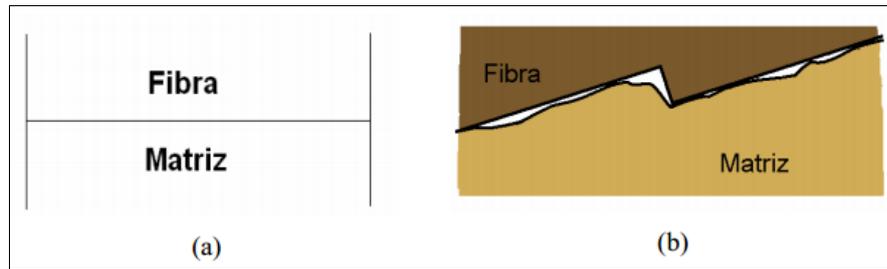
Figura 7 – Diagrama ilustrativo dos conceitos de interface e interfase de materiais compósitos.



Fonte: Razera, (2006).

A figura 8 mostra a interface ideal e a que normalmente é obtida em compósitos reforçados com fibras, tanto naturais como sintéticos (RAZERA, 2006).

Figura 08 - Interface entre a fibra e a matriz. a) Interface ideal. b) Interface real



Fonte: Razera, (2006).

Apesar dos conhecimentos a respeito da região de interface não serem completos, muitos estudos apontam a aplicação de tratamentos superficiais para modificação química e estrutural das superfícies, buscando melhorar o molhamento e a proteção do reforço, para então proporcionar um melhor desempenho nas propriedades do composto (DAMIANI, 2013).

No entanto, os estudos apontam três possibilidades ou modos de falha para esta situação: falha adesiva entre as matérias-primas constituintes, provocando a fratura na região da interface, falha coesiva resultando na fratura da resina junto à interface e falha coesiva resultando na fratura da fibra junto à interface (RAZERA, 2006).

3.6 MERCERIZAÇÃO

Mercerização é denominada como sendo um tratamento químico a base de Hidróxido de Sódio (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 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).

3.7 COMPÓSITOS

3.7.1 Características Gerais

Podemos definir material compósito como sendo uma combinação macroscópica de dois ou mais materiais de fases distintas, e que apresentam interface entre eles. Para este trabalho, numa definição mais focada, pode-se dizer que compósitos são materiais que contém fase contínua, chamada matriz e que é representada pelo polímero, e a fase dispersa, representada pela fibra de coco. Normalmente a fase dispersa é mais dura e mais resistente que a matriz, e isso alteram as propriedades do polímero (RABELLO, 2000).

As propriedades dos compósitos são controladas, principalmente, pelas propriedades de seus materiais constituintes, teor de reforço, grau de dispersão, geometria do reforço, razão de aspecto (relação comprimento/diâmetro) e orientação das fibras. Estas propriedades controlam a homogeneidade do produto. As características de anisotropia de um compósito são influenciadas enormemente pela orientação do reforço. Compósitos longitudinalmente orientados são anisotrópicos por natureza e o máximo na resistência é obtido quando o material é testado na direção do alinhamento das fibras. Na direção transversal ao alinhamento das fibras, o reforço é virtualmente inexistente e, portanto, o material já falha em tensões muito baixas.

Segundo Rabelo (2000), o componente estrutural utilizado em compósitos pode ser um material orgânico ou inorgânico, de forma irregular ou regular, fibroso, com fragmentos muito achatados (como flocos) ou como fibras muito curtas. Tais componentes devem ter resistência, rigidez e maleabilidade que geralmente se encontram nas fibras. O seu papel é suportar cargas máximas e impedir que as deformações ultrapassem seus limites aceitáveis.

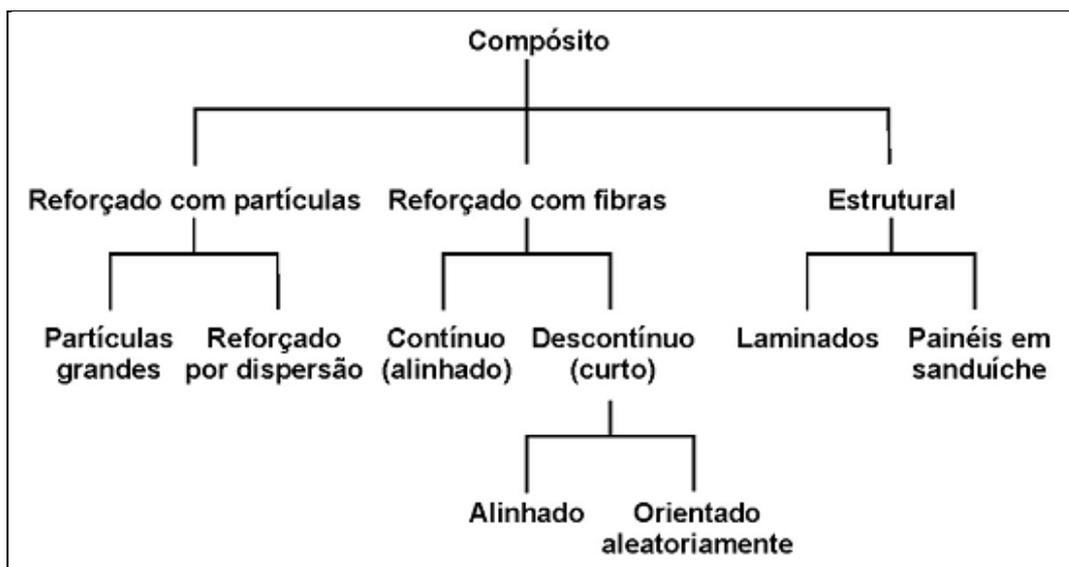
O aumento do teor do reforço é um fator que pode promover um aumento nas propriedades mecânicas, embora um alto carregamento de reforço possa favorecer a aglomeração de fibras e a baixa dispersão destas na matriz. A fração volume máxima é de aproximadamente 80% além disso, as fibras não podem mais ser completamente envoltas pela matriz (NETO, 2010).

Quando associados a matrizes resinosas, apresentam resistência mecânica satisfatória. O componente matricial, geralmente é um polímero termoplástico ou termorrígido (termofixo). A matriz tem a função de manter a orientação das fibras e seu espaçamento, transmitindo as forças de cisalhamento entre as fibras e proteger as mesmas de danos superficiais (MANO, 1991).

3.7.2 Classificação dos compósitos

Os compósitos podem ser organizados em três divisões principais: os compósitos reforçados com partículas, os reforçados com fibras e os estruturais, como se observa na Figura 09.

Figura 9 – Classificação dos tipos de compósitos.



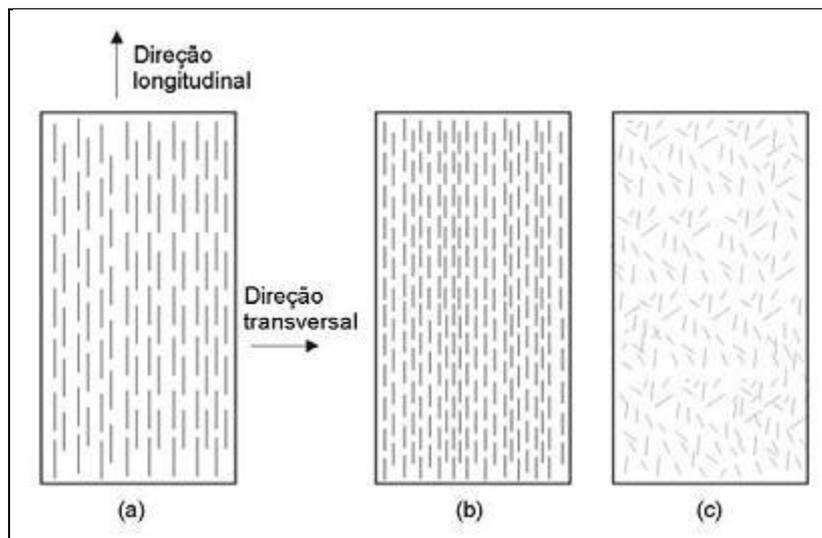
Fonte: Callister, (2003)

Nos compósitos reforçados com partículas, a fase dispersa tem eixos iguais, sendo as dimensões das partículas aproximadamente as mesmas em todas as direções. Para os compósitos reforçados com fibras, a fase dispersa tem a geometria de uma fibra, com uma grande razão entre o comprimento e o diâmetro; já os compósitos estruturais são combinações de compósitos e materiais homogêneos (Callister, 2003).

A direção, concentração e distribuição das fibras também exercem grande influência na resistência e em outras propriedades dos compósitos reforçados com fibras. Existem duas possibilidades de orientação: alinhamento paralelo ao eixo longitudinal das fibras e

alinhamento totalmente aleatório. Normalmente, as fibras contínuas (longas) estão alinhadas e as fibras descontínuas (curtas) podem estar alinhadas ou orientadas aleatoriamente (Figura 10). A melhor combinação das propriedades dos compósitos se dá quando a distribuição das fibras é uniforme (Callister, 2003).

Figura 10 – Representação esquemática de compósitos reforçados com fibras: (a) contínuas e alinhadas; (b) descontínuas e alinhadas; (c) descontínuas aleatórias.



Fonte: Callister, (2003).

Os materiais compósitos também são classificados de acordo com a sua natureza química e física da sua matriz em: cerâmicos, metálicos e poliméricos. Os materiais cerâmicos são inorgânicos e têm, como características principais, elevada resistência ao calor e sua extrema fragilidade; os materiais metálicos apresentam, como características gerais, ductilidade e excelentes condutividades térmica e elétrica. A grande limitação do uso de metais em compósitos é a sua elevada densidade e custo do processo de fabricação. Os materiais poliméricos, por sua vez destacam-se pela sua baixa densidade, fácil conformação e elevada resistividade elétrica (NOBREGA, 2007).

3.8 MATRIZES POLIMÉRICAS

As matrizes usadas nos compósitos são baseadas em resinas ou adesivos poliméricos, os quais são usados para impregnar os reforços, enquanto estiverem em uma fase líquida. Este processo geralmente é feito num molde do produto a ser construído.

A matriz de um material compósito exerce total influência em suas propriedades, pois determina a resistência do compósito à maioria dos processos degradativos que causam, eventualmente, a falha da estrutura, incluindo os danos de impacto, a de laminação, a absorção de água, ataque químico, resistência à corrosão e resistência à oxidação. Além de exercer influência nas propriedades do compósito, a matriz contribui para uma maior ou menor facilidade de conformação na fabricação do material compósito e influencia no custo final do produto.

Segundo Ferrante (2002), a matriz deve se comportar como adesivo, protetor das fibras e agentes de transferência de carga para estas. Podem ser classificadas como:

Termoplásticas: amolecem na presença de calor e enrijecem quando frios, permitindo serem usadas mais de uma vez, o que facilita processos de recuperação e reciclagem, apesar de alguns tipos sofrerem degradação a cada ciclo de amolecimento. São moldadas por equipamentos pesados e em moldes metálicos complexos e caros. Apesar de serem baseadas tradicionalmente no petróleo, algumas resinas termoplásticas têm como base matérias primas vegetais biodegradáveis.

Exemplos: Poliestireno, Polipropileno, PET, PVC, Policarbonato, ABS, nylon.

Termofixas ou Termorrígidas: são encontradas como resinas líquidas e que solidificam pelo calor ou pela ação de um agente catalisador. Uma vez solidificadas não mais voltam ao estado líquido inicial, portanto só pode ser usada uma única vez. Tradicionalmente as resinas termofixas são originárias do petróleo, sendo que algumas são baseadas em óleos vegetais de recursos renováveis. As resinas termofixas podem ser moldadas por processos de fabricação bastante diferentes quanto à complexidade e custos, desde processos manuais e artesanais com o uso de moldes simples e baratos, passando por processos mistos de média complexidade entre manual e mecanizado até os processos caros e complexos como os usados nos termoplásticos.

Exemplos: Poliéster insaturado, poliuretanos, resinas epóxi, resinas fenólicas, CNSL.

Elastômeros ou Borrachas: Classificam-se entre os termoplásticos e os termofixos. Uma vez curados não se fundem na forma líquida inicial, mas apresentam características elásticas. O processo de reciclagem é mais difícil que a dos termoplásticos, sendo similar a dos termofixos. Podem ter origem vegetal ou sintética.

Exemplos: Origem natural: látex - Origem sintética: silicone.

3.8.1 Resina poliéster insaturado

Apresenta-se como um líquido viscoso, formados pela reação de um diálcool (glicol) e um anidrido ou ácido dibásico (diácido) com liberação de uma molécula de água. Em virtude dá reação ocorrer nas duas extremidades da cadeia, é possível ter moléculas muito compridas e obter-se uma multiplicidade de grupos éster.

Os poliésteres saturados são obtidos pela reação entre um diol e um diácido saturado, resultando num produto termoplástico, cuja cadeia molecular é composta apenas por ligações simples entre átomos de carbono. Possuem moléculas longas e lineares, e não são sujeitos a reações de reticulação, podendo ser encontrados em forma de fibras ou filmes (NOBREGA, 2007).

Os poliésteres insaturados são processados a partir de diácidos insaturados, um diácido saturado e um diol, resultando num pré-polímero, cuja cadeia molecular é composta por ligações simples e duplas entre os átomos de carbono. O pré-polímero é diluído num monômero vinílico inibido para facilitar sua estocagem e posterior utilização. Inicialmente o sistema encontra-se no estado líquido e após a adição de um agente de cura, as ligações duplas no pré-polímero são ativadas e o monômero vinílico polimeriza formando “pontes” entre as cadeias do pré-polímero que se solidificam formando uma estrutura termofixa irreversível, reticulada e infusível (NOBREGA, 2007).

Um poliéster insaturado apresenta uma estrutura composta geralmente de três componentes básicos: ácidos saturados, ácidos insaturados e glicóis. No caso de um poliéster de uso geral, estes componentes consistem de ácido ou anidrido ftálico, ácido fumárico ou anidrido maléico, propileno glicol e um monômero vinílico, comumente o estireno (NOBREGA, 2007).

Na tabela 2 mostramos as variedades de resinas poliéster insaturada e suas propriedades.

A Resina da variação ortoftálica é mais rígida depois de curada, mas é também fisicamente e quimicamente mais frágil. Sua cura pode acontecer com o uso de calor ou na presença de catalisadores (cura a frio). Suas características químicas podem ser modificadas com a adição de aditivos, como os protetores contra raios ultravioletas, como os retardantes de chama ou como os corantes. As propriedades físicas podem ser alteradas pela adição de cargas e reforços fibrosos, caracterizando, portanto um compósito.

As aplicações das resinas de poliéster ortoftálicos são para o uso geral, na grande maioria, como o compósito conhecido com PRFV – plástico reforçado com fibras de vidro ou

simplesmente fiberglass. São utilizadas nas indústrias náutica, automotivas e de transportes em geral, moveleira, piscinas, utensílios, indústria esportiva e outras. Sua resistência física e química a impede de ser usada em condições mais severas, enquanto que outros tipos de resinas têm melhor desempenho.

Tabela 2– Tipos de resina poliéster insaturado.

RESINA	CARACTERÍSTICAS
Ortoftálica	Resinas de baixo custo e de uso geral. Suas propriedades físicas e mecânicas são inferiores que as demais resinas poliéster. É usada na confecção de barcos, carrocerias, calhas, tanques e revestimentos na construção civil, equipamentos esportivos, e esculturas artísticas.
Tereftálica	Tem grande resistência mecânica, elétrica e térmica, a maior entre as resinas poliéster. Resistência química um pouco maior que as Isoftálicas.
Isoftálica	Tem maior estabilidade das propriedades físicas e mecânicas que as ortoftálicas. Utilizadas para tubos, tanques e recipientes com especial resistência a agentes químicos.
Bisfenólica	Alta resistência química e a hidrolise. Aprovada pelo Instituto Adolfo Lutz para produtos que entram em contatos com alimentos. Usada para fins industriais.
Éster Vinilica	Elevada resistência química, a maior entre as resinas poliéster e elevada resistência mecânica. Grande longevidade, rivalizando como aço inoxidável. Usada em equipamentos industriais em ambientes corrosivos, de alta temperatura tais como indústrias químicas, petroquímicas, papel e celulose, cloro-soda e outras.

Fonte: Nóbrega (2007).

3.8.2 Agente de Cura

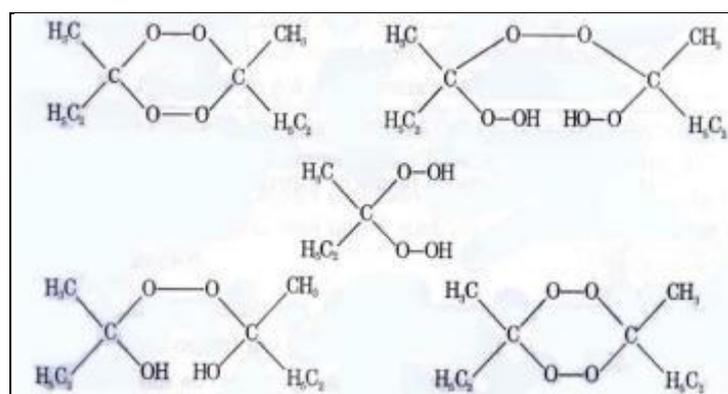
A seleção do agente de cura certo é tão importante quanto à escolha da resina base. O agente de cura determina o tipo de estrutura polimérica a ser formado, o grau de ligações cruzadas e a resistência química e mecânica do filme. Em muitos casos, o brilho, a fluidez, a resistência ao amarelamento e a estabilidade do produto armazenado são fortemente influenciadas pelo agente de cura (SOBRINHO, 2005).

Para que ocorra a cura de resinas vinil éster, os iniciadores utilizados geralmente são peróxidos orgânicos e hidroperóxidos, incluindo peróxido de metil etil cetona e peróxido de dibenzoila. Porém, a cura de uma resina poliéster insaturada, como são classificadas as resinas vinil éster, em temperatura ambiente pode não ser realizada por um peróxido orgânico

sozinho, a rápida decomposição dos iniciadores pode ocorrer por aquecimento ou pelo uso de promotores, tais como aminas terciárias e sais de metais como octoato ou naftanato de cobalto, ou seja, para que o peróxido desempenhe suas funções, é necessário um promotor de cura ou acelerador que promova a sua decomposição. O peróxido e metil-etil-cetona decompõe-se na presença de octoato de cobalto ou naftanato de cobalto. Essa combinação do peróxido com seu respectivo acelerador são chamados de sistema de polimerização (NETO, 2010).

Como é uma reação de adição em cadeia, não há formação de produtos adicionais. Para cura à temperatura ambiente, o catalisador mais utilizado é o peróxido de metil-etil-cetona (MEK-P), utilizado juntamente com os aceleradores naftenato de cobalto (CoNap), ou Dimetilanilina (DMA), na proporção de 0 a 0,3 % em massa. O peróxido de MEK-P é, na realidade, uma mistura de peróxidos, conforme mostra a Figura 11, que possibilita variar a reatividade do produto modificando as proporções de cada componente. As resinas de poliéster insaturado são comercializadas com acelerador de tal forma que o sistema reativo seja obtido pela mistura pré-acelerada com o catalisador. A quantidade de acelerador, e catalisador controla a velocidade de reação e, portanto, o tempo de gel e a temperatura máxima atingida durante a reação. Na prática, sistemas de cura à temperatura ambiente não atingem cura total, sendo necessário efetuar uma pós-cura, a uma determinada temperatura e um determinado tempo para completar a reação (NETO, 2010).

Figura 11 - Estruturas moleculares do catalisador de metil-etil-cetona.



Fonte: Neto, (2006).

3.9 PESQUISAS REFERENCIAIS SOBRE COMPÓSITOS

ARAÚJO (2013) apresentou 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. .

TOMCZAK (2010) pesquisou as fibras de curauá e coco do Brasil em termos das propriedades físicas, mecânicas e comportamento térmico. Os valores de tensão na ruptura e módulo elástico apresentam redução com o aumento do diâmetro, em ambas as fibras. Nas duas fibras em estudo, o aumento da distância entre garras levou a redução da tensão e deformação na ruptura, enquanto aumento do módulo elástico para ambas as fibras. Por outro lado, através do aumento da velocidade de ensaio, ambas as fibras apresentaram um aumento da tensão de ruptura. O módulo elástico e deformação na ruptura não sofreram variação com o aumento da velocidade em nenhuma das fibras. As fibras de curauá apresentaram maior resistência mecânica, representada pela maior tensão de ruptura (500 – 3000MPa) contra o coco (100 a 250MPa) e pelo maior módulo elástico 50GPa contra 3GPa. As fibras de coco apresentam maior deformação na ruptura 30% quando comparado ao curauá (4%). A análise térmica das fibras mostrou os processos de degradação dos constituintes das fibras (celulose,

hemicelulose e lignina), enquanto que a análise dinâmico-mecânica mostrou que a rigidez das fibras é bastante influenciada pela presença de água.

Da Costa (2012) pesquisou materiais compósitos de matriz poliéster reforçados por fibras curtas de bambu, sisal, vidro e por sistema híbrido bambu / sisal, bambu / vidro e sisal / vidro, dispostas aleatoriamente. A matriz de poliéster utilizada foi a tereftálica pré-acelerada com naftenato de cobalto e curada a temperatura ambiente com peróxido de metil-etil-cetona (MEK) na proporção em relação à resina de 0,33% em volume. As fibras possuíam comprimentos de 5, 10 e 15 mm, e utilizadas sem tratamento superficial e em condições ambientais. Os compósitos foram fabricados por moldagem manual, sem pressão e a temperatura ambiente; variando-se o comprimento das fibras e diferentes proporções entre os constituintes. As fibras foram submetidas a ensaio de tração, determinação da massa específica e avaliação microestrutural, por microscopia eletrônica de varredura (MEV), da superfície de fratura. Os compósitos foram avaliados em ensaio de tração e avaliação da superfície fraturada. As fibras de vidro apresentaram maior resistência mecânica (1685,76 MPa) seguido das fibras de bambu (501,04 MPa) e sisal (453,62 MPa). Para os compósitos puros, as maiores resistências a tração foram obtidas para fibras de 15 mm de comprimento, tanto para reforço com fibras de bambu, sisal e vidro. Para os compósitos híbridos bambu / sisal a razão (50/50) apresentaram maiores resistências mecânicas para os comprimentos de 5 mm e 10 mm e a razão (25/75) para o comprimento de 15 mm. Para o híbrido bambu / vidro a razão (25/75) foi unânime para maiores resistências mecânicas para todos os comprimentos de fibras (5, 10 e 15 mm). Para o híbrido sisal / vidro também foi mostrado na razão (25/75) como maior resistência mecânica para todos os comprimentos de fibras. As superfícies de fratura apresentaram os mecanismos de falhas predominantes para cada série de compósitos fabricados. Para os compósitos puros e híbridos de maiores resistências mecânicas os mecanismos de falhas dominantes foi o rompimento das fibras; para os compósitos puros e híbridos de menores resistências mecânicas os mecanismos de falhas predominantes foram o pull out (arrancamento de fibras) e o descolamento da fibra da matriz. Os compósitos puros com vidro, a maior resistência a tração (44,21 MPa), seguido dos compósitos puros de sisal (27,05 MPa) e bambu (24,05 MPa). Para os compósitos híbridos, o melhor resultado de resistência mecânica (35,17 MPa) foi obtido na relação sisal / vidro na razão (25/75).

No trabalho de Monteiro *et al* (2008), Realizou-se um estudo da variação com a temperatura dos parâmetros dinâmico-mecânicos de compósitos com matriz poliéster incorporada com fibras de coco. Diferentes percentagens em peso de fibras de coco, até 40%, foram misturadas com resina poliéster ortoftálica e, após prensagem, curada por 24 horas à

temperatura ambiente. Ensaio dinâmico-mecânico (DMA) de flexão foram realizados para se obter os módulos de armazenamento e perda, bem como a tangente delta para cada tipo de compósito com diferentes quantidades de fibra de coco. Os resultados desses parâmetros revelam que a incorporação de fibra de coco diminui a rigidez viscoelástica do compósito com matriz poliéster. Esta redução na rigidez está associada à baixa tensão interfacial, o que dificulta a transferência de esforços mecânicos da matriz para a fibra. Ocorrem também modificações na temperatura de transição vítrea e no pico α de relaxação com a incorporação de fibras de coco. Em particular, o amortecimento do compósito que está relacionado ao valor da tangente delta, diminui a quantidade de fibra incorporada pelo fato de somente parte da tensão aplicada deformar a interface fibra/matriz.

MORAES (2010) Propôs o estudo das propriedades mecânicas monotônicas (tração) e cíclica (fadiga) do compósito de polipropileno e fibras de coco. Para o estudo variou-se as concentrações de fibra de coco (20% e 40%) e de agente compatibilizante – polipropileno graftizado com anidrido maleico - (0%, 1% e 4%).

Após o estudo verificou-se que é necessário a utilização do agente compatibilizante para melhorar a adesão entre fibra e polipropileno e conseqüentemente melhorar as propriedades mecânicas, porém 1% é suficiente. Ao aumentar a porcentagem de fibra de coco de 20% para 40% o compósito apresentou maior resistência à tração, menor deformação na ruptura e maior módulo elástico.

Para a solicitação cíclica, verificou-se que tanto para as composições de 1% como 4% de agente compatibilizante, ao se aumentar a porcentagem de fibra de coco de 20% para 40% obteve-se um aumento da vida em fadiga do compósito para um mesmo nível de tensão, significando que para uma mesma vida o compósito resiste a uma maior tensão.

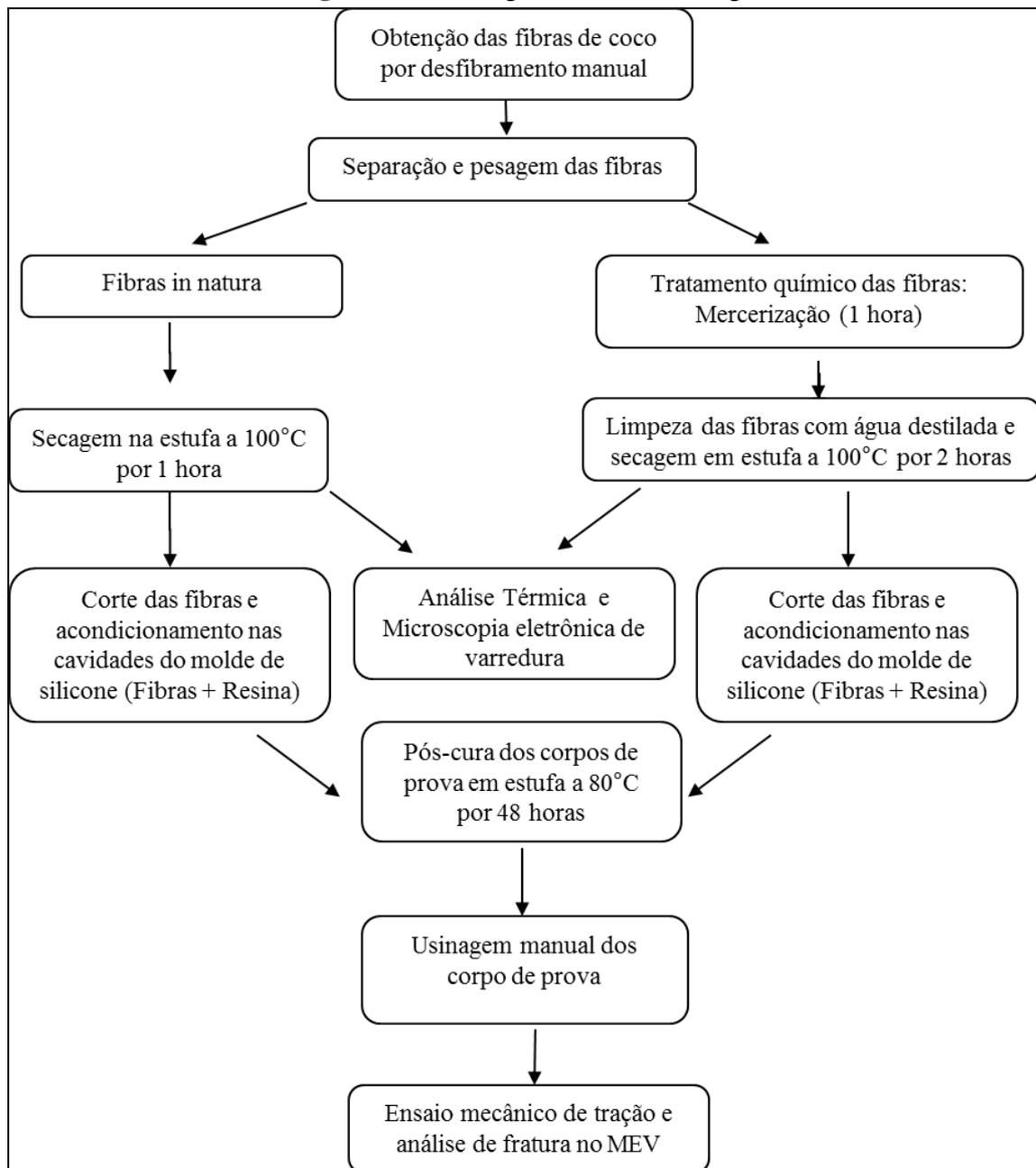
Já ao se fixar a porcentagem de fibra de coco e só aumentar a porcentagem de agente compatibilizante de 1% para 4%, não resultou em uma mudança significativa na curva S-N, assim não alterando a vida do compósito, tanto para as composições de 20% de fibra de coco, como para as composições de 40% de fibra de coco. Assim o estudo pode confirmar que para carregamentos cíclicos também não é necessário 4% de agente compatibilizante.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 METODOLOGIA

A figura 12 descreve de forma sucinta um Fluxograma, no qual é possível observar a metodologia aplicada para modificação e caracterização do compósito estudado.

Figura 12 - Fluxograma da metodologia adotada.



Fonte: Autor, (2015).

4.2 MATRIZ POLIMÉRICA

Para a confecção do compósito, foi utilizada como matriz polimérica uma resina poliéster insaturada GAMA 313, fabricada pela Embrapol, do tipo ortoftálica pré-acelerada, adquirida no comércio local. Utilizou-se como catalisador o Peróxido de Metil-Etil-Cetona (MEK-P) em concentração de 1% em peso.

4.3 FIBRAS DE COCO

As fibras longas foram retiradas de cocos da região, por meio de desfibramento manual (Figura 13) e colocadas em estufa a 100°C por 1 h, para retirada de umidade.

Figura 13 – Desfibramento manual das fibras longas de coco.



Fonte: Autor, (2015).

4.4 MERCERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE COCO

As fibras foram pesadas e separadas em quatro béqueres, juntamente com a solução de hidróxido de sódio (NaOH), nas concentrações de 0,5%, 1%, 5% e 10%. Logo em seguida foram postas em agitação com o auxílio de um agitador eletromecânico por 1 hora.

Terminado o tratamento alcalino, as fibras foram lavadas em água destilada até ser alcançado um pH próximo do neutro e logo após, postas em estufa a uma temperatura constante de 100°C por duas horas, a fim de remover a umidade. O procedimento utilizado para tratamento das fibras de coco em todas as concentrações foi o mesmo.

Logo após a secagem, as fibras longas de coco foram cortadas no comprimento de 15 mm, conforme mostra a figura 14.

Figura 14 – Fibras longas e fibras cortadas.



Fonte: Autor, (2015).

4.5 PREPARAÇÕES DOS COMPÓSITOS

Os corpos de prova foram fabricados por moldagem manual utilizando-se moldes de silicone, sem desmoldante e sem pressão.

A fração mássica do reforço utilizado na fabricação dos corpos de prova deste trabalho foi definida pela capacidade volumétrica do molde em acomodar o reforço sem pressão ou compactação. Os moldes de tração foram preenchidos com o reforço até o limite de sua capacidade volumétrica, sem pressão ou vibração mecânica. Em seguida, o reforço foi devidamente pesado e o valor da massa obtida, convertida em fração mássica, foi estabelecido como sendo a referência de incorporação e trabalhabilidade para a fabricação de compósitos sem pressão, conforme COSTA (2012). O valor de referência para o comprimento de 15 mm da fibra de coco foi 3,90%.

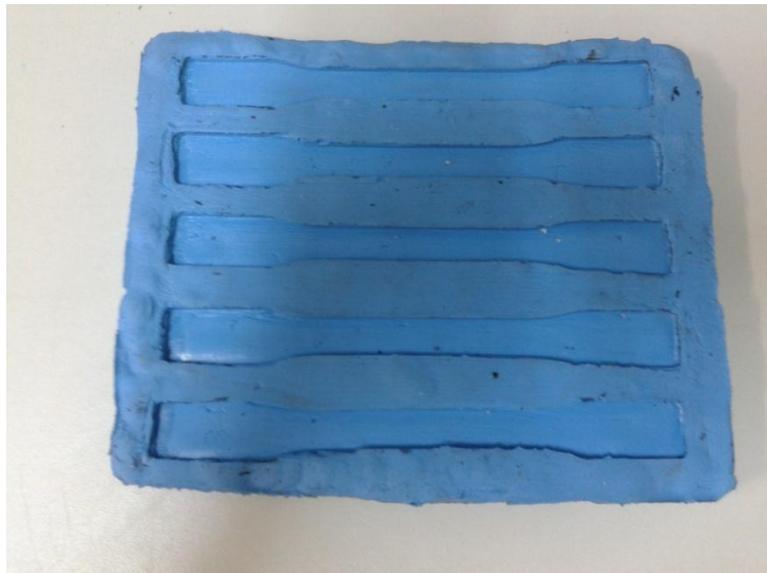
Foram medidas as quantidades em massa, das fibras in natura e tratadas quimicamente, em uma balança analítica (figura 15), para em seguida serem distribuídas aleatoriamente no molde de silicone para moldagem dos corpos de prova de tração (figura 16).

Figura 15 – Pesagem das fibras cortadas.



Fonte: Autor, (2015).

Figura 16 – Molde de silicone para moldagem de corpos de prova de tração.



Fonte: Autor, (2015).

Logo após, foram preparadas a resina poliéster com a adição de catalisador, até alcançar o ponto de gelificação, sendo distribuída cuidadosamente no preenchimento das cavidades do molde até seu completo preenchimento (figura 17). O tempo de endurecimento foi de uma hora, para logo em seguida ser realizado o desmoldamento.

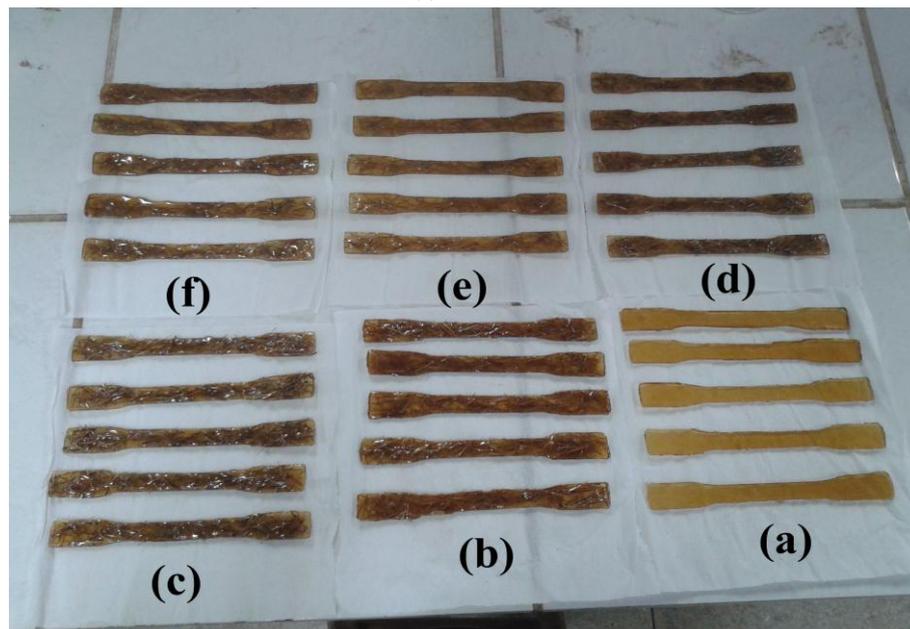
Figura 17 – Molde preenchido com resina e fibras de coco



Fonte: Autor, (2015).

Após o desmolde dos corpos de prova, os mesmos foram submetidos ao processo de pós-cura, sendo colocados em uma estufa por um período de 48 horas à temperatura de 80°C. Depois de completado o tempo de pós-cura os corpos de prova (figura 18) foram usinados manualmente para alcançar a forma que determina a norma ASTM D-3039 e depois submetidos a Ensaio mecânico de tração.

Figura 18 – Corpos de prova com suas composições: (a) apenas com resina pura, (b) com fibra in natura, (c) com fibra tratada em NaOH a 0,5 %, (d) com fibra tratada a 1,0 %, (e) com fibra tratada a 5 %, (f) com fibra tratada a 10 %.



Fonte: Autor, (2015).

Foram fabricados cinco corpos de prova para cada experimento conforme tabela 3, para o ensaio de tração com as proporções de agente de cura/resina de 1% (v/v). Resultando no total de trinta amostras preparadas.

Tabela 3 - Resultados do total de corpos de prova preparados.

Compósitos	Quantidade de amostras
Resina Pura	5
Resina + fibra de coco sem tratamento	5
Resina + fibra de coco tratamento (0,5%)	5
Resina + fibra de coco tratamento (1,0%)	5
Resina + fibra de coco tratamento (5,0%)	5
Resina + fibra de coco tratamento (10,0%)	5
	Total = 30

Fonte: Autor, (2015).

4.6 ENSAIO MECÂNICO DE TRAÇÃO

Os compósitos foram analisados em uma máquina universal EMIC DL10000 com carga de 20KN (figura19), equipado com garras pneumáticas, sob velocidade de 1 mm/min. Foram analisados para cada compósito o mínimo de 5 corpos de prova, com dimensões de acordo com a norma ASTM D-3039, com 12,7 mm de largura, 110 mm de comprimento e 2,7 mm de espessura. Conforme ensaio, foi determinada a resistência à tração, alongamento e módulo de elasticidade.

Figura 19 – Ensaio de tração nos corpos de prova.



Fonte: Autor, (2015).

4.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As fibras de coco foram caracterizadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Modelo HITACHI TM 3000 acoplado a um EDX (Energy Dispersive X - ray) Modelo Swift ED3000 (figura 20). 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. Além das fibras, foi analisada uma superfície de fratura no compósito, com o intuito de visualização do tipo de falha que possivelmente tenha ocorrido.

Figura 20 – Microscopia eletrônica de varredura.



Fonte: Autor, (2015).

4.8 ANÁLISES TÉRMICAS DAS FIBRAS DE COCO

Na análise termogravimétrica verificaram-se as perdas de massa sofridas pelas amostras em função da temperatura.

Os ensaios foram realizados em atmosfera de nitrogênio com taxa de aquecimento de 10°C/min até a temperatura de 600°C, em um equipamento Shimadzu, modelo DTG – 60H acoplado a uma termobalança (figura 21), localizado no Laboratório de Análise Térmica da Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará.

A análise térmica foi realizada nas amostras de fibras de coco com tratamento químico e in natura.

Figura 21 – Equipamento de análise térmica.



Fonte: Cristo, (2014).

5 RESULTADOS E DISCURSÕES

Os resultados obtidos foram analisados e discutidos posteriormente.

5.1 CARACTERIZAÇÕES DAS FIBRAS DE COCO (COCOS NUCIFERA)

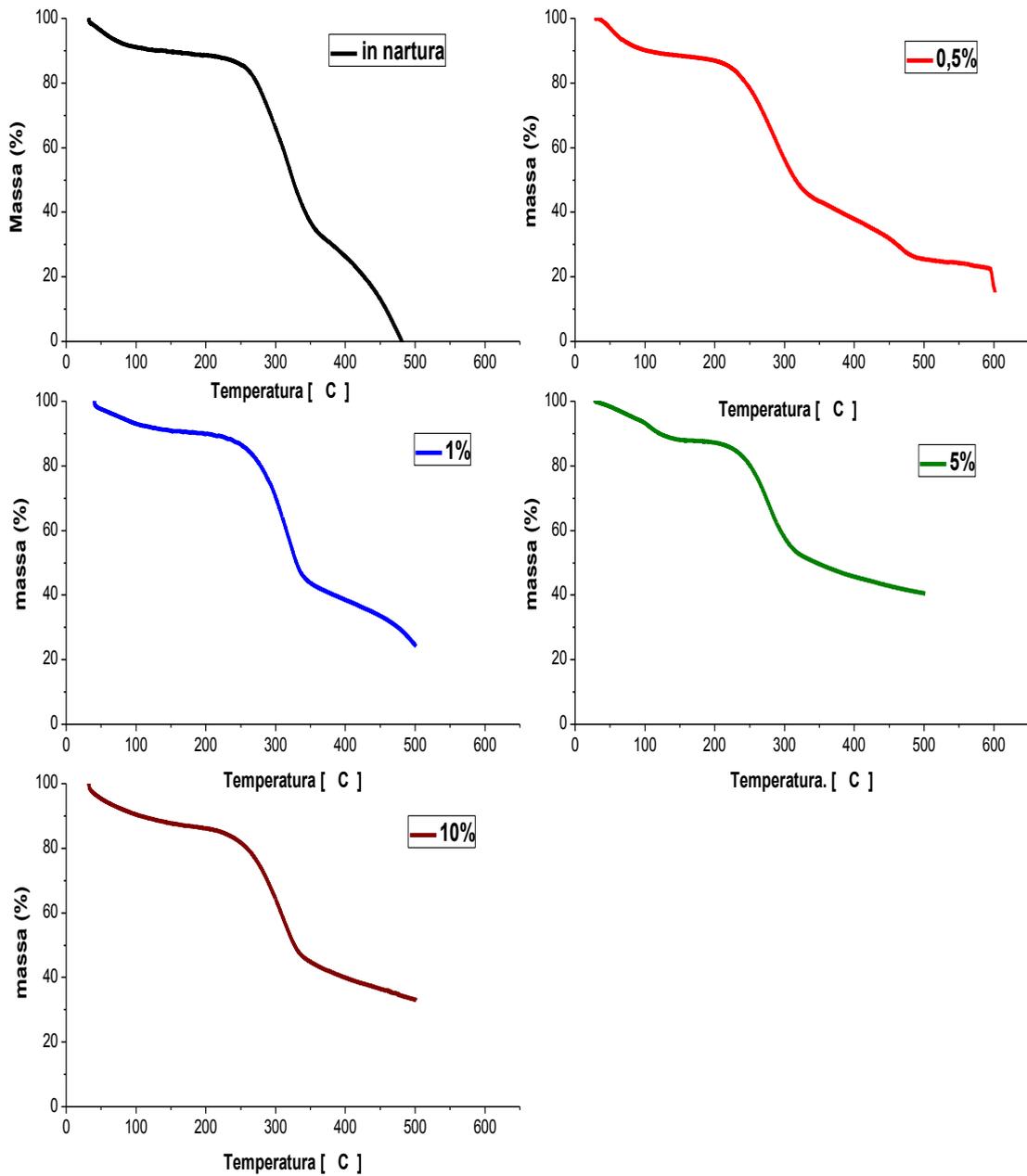
As fibras de coco foram caracterizadas por análise térmica gravimétrica e microscopia eletrônica de varredura.

5.1.1 Análise térmica gravimétrica

Nesta análise foram observados que a fibra tratada com 0,5% de NaOH perdeu 74,46% até 500°C e 84,69% á 600°C. A fibra tratada com 1% de NaOH perdeu 74,90% de massa após o tratamento. Esta perda de massa está associada com a maior concentração de NaOH possibilitar maior solubilização dos componentes menos estáveis da fibra de coco (ceras, lignina e hemicelulose). Entretanto, nas amostras tratadas com 5% e 10 % de hidróxido de sódio obtivemos perdas de massas menores (59,20% e 65,09%, respectivamente) do que as tratadas com 0,5 e 1,0% de NaOH. Provavelmente esta redução se deve a degradação pelo ataque químico sofrido pelas fibras de celulose.

A degradação da Fibra de coco ocorre em três estágios, sendo que o primeiro, entre 45 a 100 °C refere-se à evaporação da água e extrativos das fibras, o segundo estágio, observado, ocorre entre 170 a 250°C, que está relacionado à despolimerização da hemicelulose e quebra das ligações glicólicas da celulose (ZIMMERMANN *et al*, 2014). O terceiro estágio, entre 250 a 350 °C está relacionado à decomposição da celulose e dos subprodutos formados no segundo estágio. Após o tratamento químico, partes desses componentes são extraídas da fibra, promovendo uma maior estabilidade térmica, verificada pelo aumento da temperatura de início (To) e final (Te) de degradação do estágio III na decomposição da Fibra de coco, resultado atribuído a maior concentração de celulose remanescente nas Fibras de coco tratadas. Entretanto nas fibras tratadas a 5% e 10% observa-se que, a temperatura (To) e (Te) diminui. Isso provavelmente ocorreu devido degradação da celulose.

Figura 22 – Análise térmica das fibras de coco mercerizadas e in natura.



Fonte: Autor, (2015)

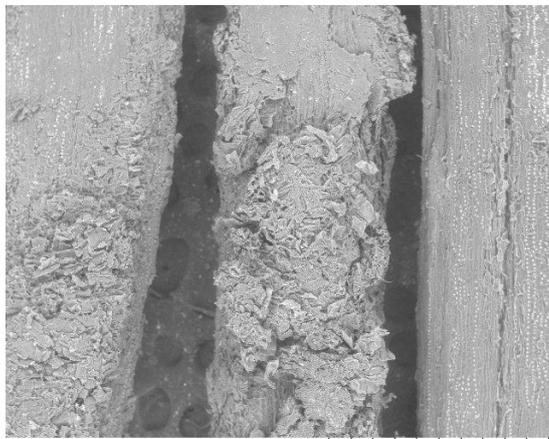
5.1.2 Microscopia eletrônica de varredura

A morfologia das fibras de coco antes e após o tratamento químico com solução de hidróxido de sódio é apresentada na figura 23.

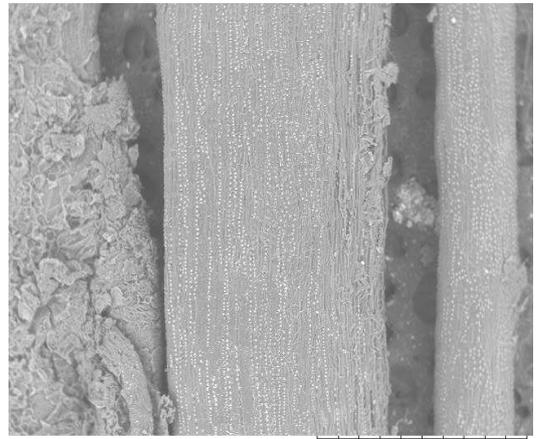
Nota-se na figura 23a, a presença de uma camada superficial envolvendo a fibra de coco não tratada, provavelmente composta por ceras de baixo peso molecular. Estas ceras são compostas por diversos tipos de alcoóis e forma uma camada de proteção nas fibras que

conferem um caráter oleofílico e hidrofóbico na superfície da fibra, o que dificulta a sua adesão ao polímero. Na figura 23b, observa-se que o tratamento com 0,5% de NaOH proporciona uma redução dessa camada superficial. Podemos verificar na figura 23c, que o tratamento químico das fibras de coco com 1% de NaOH apresentou uma melhor eficiência na retirada dessa camada superficial e também da lignina, sem degradar a celulose. Na figura 23d, podemos constatar que com o tratamento da fibra de coco de 5% de NaOH, ocorreu tanto a retirada da lignina como quanto a degradação da celulose. No tratamento com 10% de NaOH (figura 23e), ocorreu uma degradação acentuada das fibras de celulose.

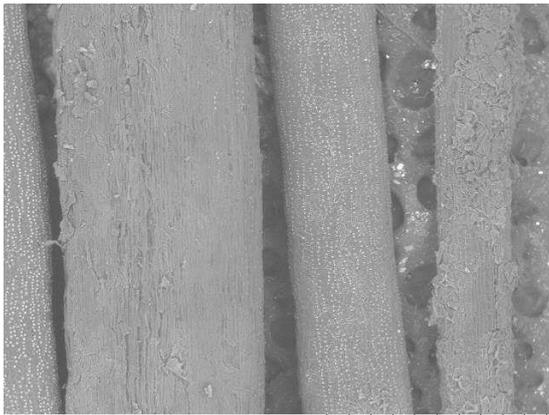
Figura 23 – Morfologia da fibra de coco, (a) in natura (b) 0,5% de NaOH (c) 1% de NaOH (d) 5% de NaOH (e) 10% de NaOH.



(a) HL D5.1 x60 1 mm
UNIFESSPA - IGE



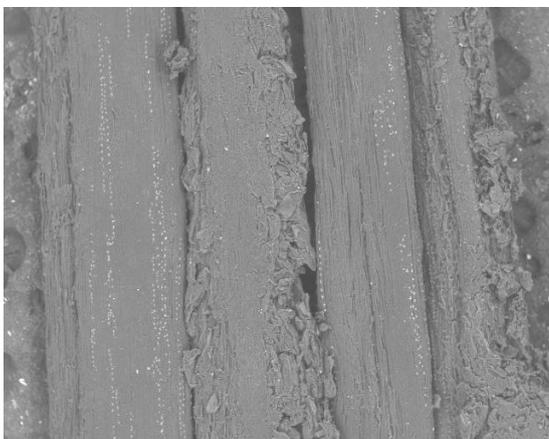
(b) HL D3.5 x60 1 mm
UNIFESSPA - IGE



(c) HL D5.3 x60 1 mm
UNIFESSPA - IGE



(d) HL D4.9 x60 1 mm
UNIFESSPA - IGE



(e) HL D5.3 x60 1 mm
UNIFESSPA - IGE

Fonte: Autor (2015)

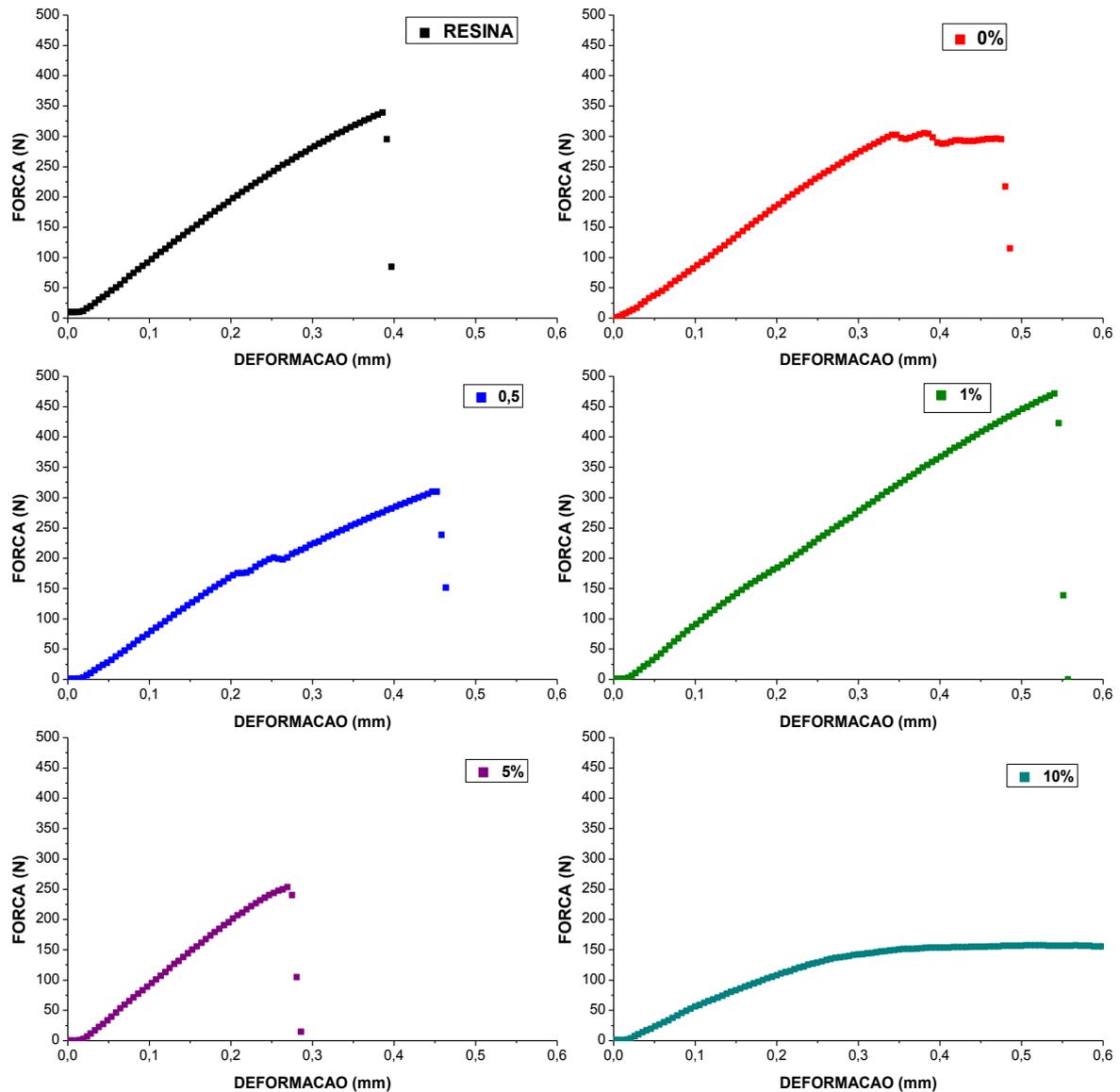
5.2 RESISTÊNCIAS A TRAÇÃO DOS COMPÓSITOS

Analisando a figura 24, observa-se que os compósitos constituídos com fibras de coco tratadas com 0,5% e 1% de NaOH, proporcionou um aumento na resistência a tração devido a retirada da lignina, hemicelulose das fibras e ceras, ocasionando uma melhor adesão entre fibra e matriz.

Constatou-se ainda, que o compósito com fibra de coco tratada com 1% de hidróxido de sódio possui a maior resistência a tração entre os compósitos estudados, devido nesta composição ter retirado mais lignina, hemicelulose e ceras sem degradar a celulose.

Nos compósitos com fibra de coco tratadas a 5% e 10% de NaOH, observou-se que a resistência a tração diminui devido o tratamento ter retirado eficientemente a lignina e degradado a celulose. Infere-se que a inserção de fibra de coco na matriz polimérica de poliéster insaturado resulta em um aumento da resistência a tração, exceto nos casos com fibra de coco maceradas com 5% e 10% de NaOH.

Figura 24 – Gráficos força deformação dos corpos de prova analisados



Fonte: Autor, (2015).

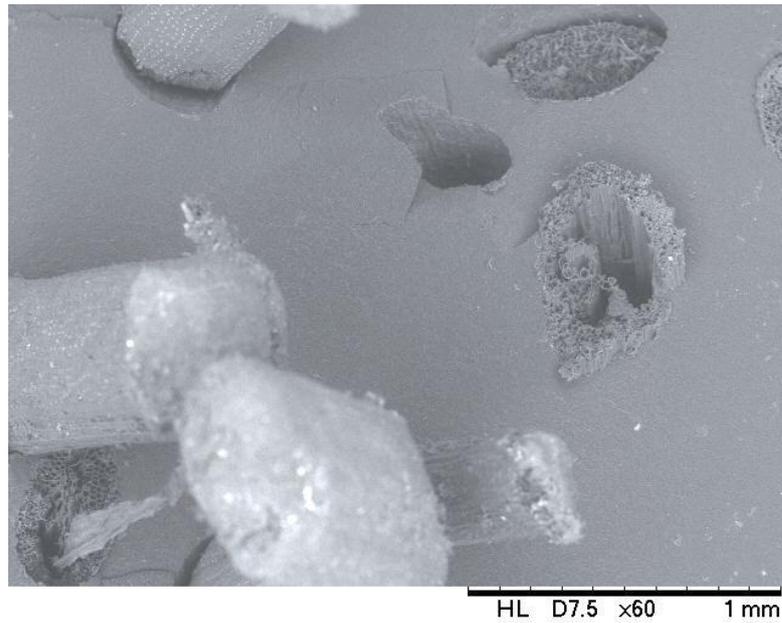
5.3 ANÁLISES DE FALHA DO COMPÓSITO

Na análise de falha escolheu-se o compósito reforçado com fibra tratada a 1% de hidróxido de sódio, pois este apresentou os melhores resultados de resistência à tração.

Conforme visualizado na figura 25, verificou-se que o mecanismo de falha presente é tanto pull out (arranchamento das fibras), quanto por presença de fibras rompidas.

O mecanismo de fratura predominante é de fibras rompidas, mostrando que este compósito possui boa interação fibra-matriz.

Figura 25 – Superfície de fratura do compósito com fibras tratadas a 1% de NaOH.



UNIFESSPA - IGE

Fonte: Autor, (2015).

6 CONCLUSÃO

As fibras de coco foram modificadas por tratamento químico com hidróxido de sódio nas concentrações de 0,5%, 1%, 5% e 10%. Neste tratamento, foram observadas que, conforme variavam as concentrações de NaOH foram retiradas a lignina, hemicelulose e ceras sem a degradação da celulose. Entretanto nas concentrações de 5% e 10% ocorreu a degradação da celulose.

Foram produzidos compósitos poliméricos com matriz de resina poliéster insaturados reforçado com fibra de coco in natura e tratadas quimicamente por mercerização sem pressão e sem agitação num molde de silicone.

Foi evidenciado através do ensaio de tração, que com a adição das fibras de coco na matriz polimérica, ocorreu a melhora na sua resistência, exceto nas fibras com tratamento a 5% e 10% de NaOH, que devido a degradação da celulose ocasionou a formação de falhas no compósito.

Na análise térmica pode ser observado que conforme aumentava a concentração de hidróxido de sódio no tratamento das fibras, as mesmas perdiam massa, devido à solubilização dos componentes menos estáveis da fibra de coco, como: ceras, lignina e hemicelulose. Contudo, nas fibras tratadas a 5% e 10% de NaOH as perdas de massa foram menores provavelmente ocasionada pela degradação das fibras de celulose.

Na microscopia eletrônica de varredura na superfície das fibras de coco in natura e tratadas quimicamente, ficou evidenciado que o ataque químico reduziu as ceras, lignina e hemicelulose das fibras em comparação com as fibras não tratadas quimicamente com hidróxido de sódio. Sendo que nas fibras tratadas a 1% de NaOH foi mais eficiente na retirada dos componentes mais voláteis sem degradar a celulose, fato este ocorrido nas fibras que foram submetidas ao tratamento com concentração de 5% e 10% de NaOH.

Na análise microscópica da superfície de fratura do compósito reforçado com fibras tratadas com hidróxido de sódio na concentração de 1%, foi evidenciado que o tratamento proporcionou uma maior adesão fibra-matriz principalmente pela predominância de rompimento de fibras sobre arrancamento da mesma.

Portanto, ficou evidenciado, que a adição de fibra de coco tratada quimicamente com hidróxido de sódio na concentração de 1% na matriz polimérica, melhora sua adesão fibra-matriz e conseqüentemente a resistência à tração.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para trabalhos futuros, sugere-se aplicar outras metodologias de fabricação dos compósitos e outras maneiras de utilização das fibras de reforço. Tais como:

Utilizar a fibra de coco tratada com hidróxido de sódio a 1% em outro tipo de matriz polimérica, realizando ensaio de tração, flexão e impacto. Analisando posteriormente a superfície de fratura com MEV e análise térmica.

Determinar a composição química das fibras vegetais definindo cada um de seus componentes e sua relação com as propriedades dessas fibras e consequentemente com as propriedades dos compósitos por elas reforçados.

Produzir compósitos reforçados com fibras longas de coco em matriz metálica sob pressão e analisar a melhora em suas propriedades com ensaios mecânicos e análise microscópica.

REFERÊNCIAS

- ARAÚJO, M. E. S. **Avaliação e caracterização de compósitos de matriz poliéster reforçadas com fibras de sisal (Agave Sisalana)**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) Universidade Federal do Pará, Faculdade de Engenharia de Materiais, 2013.
- CALLISTER, W. D. JR. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. Editora: LTC: São Paulo, SP. 2003.
- COSTA, D. S. **Caracterização de Materiais Compósitos de Matriz Poliéster e Fibras de Bambu, Sisal e Vidro e Híbridos Bambu/Sisal, Bambu/Vidro e Sisal/Vidro**. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica na Área de Materiais e Processos, Universidade Federal do Pará. PA, 2012.
- CRISTO, K. C. C. **Estudo do aumento da concentração de titânio oriundo do material residual lama vermelha**. Trabalho de conclusão de curso, Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará, 2014.
- DAMIANI, R. A. **Estudo do efeito de parâmetros de processamento por injeção nas propriedades mecânicas do nanocompósito de poliamida/fibra de vidro/motmorilonita**. Dissertação (Mestrado Ciência e Engenharia de Materiais). 2013. Criciúma/SC. 2013.
- DUARTE, D; IMAI, E. M; NII, PM. **Fibras naturais e sua aplicação na arquitetura**. São Paulo: USP, 2009.
- 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.
- FERRANTE, M. **Seleção de Materiais**, ed. 2, São Carlos, EdFSCar, 2002.
- LEVY NETO, F.; PARDINI, L. C. **Compósitos estruturais: ciência e tecnologia**. São Paulo: Edgar Blucher, 2006.
- 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.
- MONTEIRO, S. N; RODRIGUES, R. J. S; LOPES, F. P. D; SOARES, B. G. **Efeito da incorporação de fibras de coco no comportamento dinâmico mecânico de compósitos com matriz poliéster**. Tecnologia em Metalurgia e Materiais, São Paulo, v. 5, n. 2, p. 111-115, out-dez. 2008.
- MORAES, D. V. **Estudo da influência de variáveis de composição no comportamento em fadiga de compósitos de polipropileno e fibra de coco**. São Bernardo do Campo, SP, 2010.
- NETO, N. F. M. **Material compósito de matriz frágil reforçado com fibras naturais de sisal e malva: caracterização e correlações das propriedades e mecânicas**. 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia mecânica), Universidade Federal do Pará, Belém, 2010.

NÓBREGA, M. M. S. **Compósitos de Matriz Poliéster com Fibras de Caroá Neoglaziovia Variegata: Caracterização Mecânica e Sorção de Água.** Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) - Centro de Ciências e Tecnologia - Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, Campina Grande: PB, 2007.

PAIVA, J. M. F. **Compósitos de Matriz Termofixa Fenólica Reforçada com Fibras Vegetais.** *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, vol. 9, n° 4, p. 170-176, 1999.

PASSOS, P. R. A. **Destinação sustentável de cascas de coco (*Cocos nucifera*) verde: obtenção de telhas e chapas de partículas.** 2005. 166 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciências em Planejamento Energético, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005.

RABELLO, M. **Aditivação de Polímeros.** São Paulo : Artiliber Ed. 2000.

RAZERA, I, A, T. **Fibras lignocelulósicas como agente de reforço de compósitos de matriz fenólica e lignofenólica.** Tese (Doutorado em Ciências (físico-química)). Universidade Federal São Carlos, 2006.

RODRIGUES, J. S. **Pente De Macaco: uma alternativa para reforço em Compósitos Poliméricos antes e após mercerização.** Trabalho de Conclusão de Curso - Universidade Federal do Pará – Faculdade de Engenharia de Materiais. 2013.

SENHORAS, E. M. **Estratégias de uma Agenda para a Cadeia Agroindustrial do Coco: Transformando a ameaça dos resíduos em oportunidades eco-eficientes.** Campinas, 2003. 36 f. Monografia, Instituto de Economia, Universidade Estadual de Campinas.

SILVEIRA, M. S. **Aproveitamento das cascas de coco verde para produção de briquete em salvador.** Dissertação de M.Sc., Universidade Federal da Bahia, Salvador, BA, Brasil, 2008.

SOBRINHO, L. L. **Desenvolvimento de Matriz Polimérica para Material Compósito Visando o Reforço de Dutos de Aços.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais), Universidade Federal do Rio de Janeiro. (COPPE/UFRJ), 137f, 2005.

TOMCZAK, F. **Estudo sobre a estrutura e propriedades de fibras de coco e curauá do Brasil.** UFPR, Curitiba, 2010.

ZIMMERMANN, M. V. G. et al; **Influência do Tratamento Químico da Fibra de Bananeira em Compósitos de Poli(etileno-co-acetato de vinila) com e sem Agente de Expansão.** *Polímeros*. vol. 24, n. 1, p. 58-64, 2014.