

EDUARDO NASCIMENTO PIRES

**EFEITO DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE EM FIBRAS DE JUTA NO  
COMPORTAMENTO MECÂNICO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ EPÓXI**

FLORIANÓPOLIS - SC

2009

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

**EFEITO DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE EM FIBRAS DE JUTA NO  
COMPORTAMENTO MECÂNICO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ EPÓXI**

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA

PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE

MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

EDUARDO NASCIMENTO PIRES

FLORIANÓPOLIS, MARÇO DE 2009

**EFEITO DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE EM FIBRAS DE JUTA NO  
COMPORTAMENTO MECÂNICO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ EPÓXI**

EDUARDO NASCIMENTO PIRES

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO  
DE MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

ESPECIALIDADE CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS E APROVADA EM SUA  
FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS

---

Prof. Guilherme M. O. Barra, Dr. Eng.

Orientador

---

Prof. Hazim Ali Al-Qureshi, PhD.

Co-Orientador

---

Prof. Carlos Augusto Silva de Oliveira, Dr. Sc.

Coordenador PGMAT

BANCA EXAMINADORA

---

Prof. Márcio Celso Fredel, Dr. Ing.

Presidente

---

Prof. Pedro Henrique Hermes. Araújo, Dr. Eng.

---

Prof. Fernando Humel Lafratta, Dr. Eng.

Aos meus pais, Roberval e Zulmira,  
À minha esposa, Flávia  
Ao meu irmão e amigos.

## AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, que sempre estiveram presentes e contribuíram de forma importante durante toda a minha formação pessoal e profissional.

Ao meu orientador, Prof. Guilherme Mariz de Oliveira Barra, pelos ensinamentos, apoio, amizade, incentivo e constante dedicação.

Ao meu co-orientador, professor Hazim Ali Al-Qureshi, por todas as discussões acerca do trabalho envolvido.

Aos amigos do Laboratório de Polímeros, André, Benjamin, Bruna, Daliana, Gabriel, Karine, Luiz e Michele, pelas idéias, discussões acerca do trabalho, e por manter sempre um ótimo ambiente dentro do laboratório.

Em especial à minha esposa, Flávia Correia de Mello Pires, por toda paciência, carinho, companheirismo, dedicação, apoio e amor durante todo o decorrer desta importante etapa de formação de minha vida.

A todos aqueles que de forma direta ou não contribuíram de alguma maneira para a realização desta obra.

Meus agradecimentos

*"O sucesso nasce do querer, da determinação e persistência em se chegar a um objetivo. Mesmo não atingindo o alvo, quem busca e vence obstáculos, no mínimo fará coisas admiráveis."*

José de Alencar

## RESUMO

A preocupação mundial da sociedade moderna em diminuir o impacto ambiental e encontrar soluções para o esgotamento de recursos naturais não renováveis vem incentivando a pesquisa e desenvolvimento de materiais sustentáveis. As fibras naturais inserem-se nesse contexto como uma alternativa para a fabricação de materiais compósitos. Este trabalho tem como objetivo avaliar a eficiência das diferentes formas de tratamento de superfície em fibras de juta no desempenho mecânico de materiais compósitos com matriz de resina epóxi. As fibras foram modificadas superficialmente a partir de solução de hidróxido de sódio e hidróxido de sódio seguido por agente silano, e caracterizadas por microscopia eletrônica e ótica, espectrometria no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), resistência à tração e densidade. A partir dos espectros de FTIR das fibras tratadas e não tratadas, foi possível observar modificações em sua estrutura química. Os resultados de resistência à tração e microscopia eletrônica mostraram manutenção da propriedade mecânica e aumento da rugosidade das fibras tratadas, respectivamente. As amostras dos compósitos foram confeccionadas a partir da moldagem por laminação e seccionadas conforme normas para ensaios de resistência à tração, flexão e termodinâmico-mecânico. Observou-se que o tratamento de superfície de alcalinização das fibras exerceu uma influência positiva na resistência à tração e no módulo elástico. Para as propriedades de flexão, houve conservação dos valores de tensão de ruptura e alto ganho no módulo elástico. O tratamento alcalino realizado nas fibras também indicou, nas análises termodinâmico-mecânicas, maior interação fibra/matriz, onde os compósitos mostraram acréscimo do módulo de armazenamento e decréscimo do amortecimento, em relação à resina epóxi. Também foi constatado decréscimo nos valores da  $T_g$  para compósitos em relação à resina pura. Por fim, a análise fractográfica de corpos-de-prova advindos do ensaio de tração indicou uma melhor adesão interfacial e menor quantidade de *pull-out* nos compósitos com fibras tratadas via NaOH e com agente silano, indicando a eficácia do tratamento de superfície.

## ABSTRACT

The worldwide concern of modern society to decrease the environmental impact and find solutions to the depletion of non renewable natural resources is encouraging research and development of sustainable materials. Natural fibers fall within this context as an alternative for the production of composite materials. This study aimed at evaluate the efficiency of different forms of surface treatment on the mechanical performance of composite materials with jute fibers and epoxy matrix resin. The fibers were modified by sodium hydroxide and silane agent, and characterized by SEM, optic microscopy, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), tensile strength and density. From the FTIR spectra of the treated and untreated fibers, it was possible to observe changes in their chemical structure. The tensile test and SEM results showed maintenance of the mechanical properties and increasing of the roughness of the treated fibers, respectively. Composites samples were prepared from hand lay-up technique and cut as standards for tensile, bending and thermodynamic-mechanical tests. It was observed that the alkaline treatment had a positive influence on the tensile strength and elastic modulus. For the properties of bending, there was preservation of the values of voltage collapse and high gain in the elastic modulus. The alkaline treatment conducted in fibers also indicated in thermodynamic-mechanical analysis, more interaction fiber / matrix, where the composites have increased the storage modulus and decrease in damping in relation to the epoxy resin. It was also noticed decrease in the values of Tg for composites in relation to the pure resin. Finally, the SEM study of treated and untreated jute fibers composites indicated a better interfacial adhesion and less pull-out in composites with NaOH and silane agent treated fibers, indicating the effectiveness of surface treatment.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Classificação dos materiais compósitos <sup>[6]</sup> .....	4
Figura 2 - Classificação das fibras e alguns exemplos <sup>[14]</sup> .....	7
Figura 3 - Representação esquemática de uma microfibrila <sup>[9]</sup> .....	8
Figura 4 - Unidade básica da celulose.....	9
Figura 5 - Estrutura da celulose. (a) Fibras de celulose de uma planta; (b) Monofilamentos compõe cada fibra; (c) Cada monofilamento é composto por feixes de microfibrilas; (d) Microfibrilas, por sua vez, são compostas por feixes de cadeia de celulose.....	10
Figura 6 - Ciclo de produção da juta: 1 - Colheita; 2 – Secagem; 3 – Processamento; 4 – Produto final.– Fonte: Estado de São Paulo 06/07/2008.....	12
Figura 7 - Fotografia característica da planta juta cultivada na Amazônia.....	13
Figura 8 - Grupo epóxi.....	14
Figura 9 - Resina Epóxi à base de bisfenol A.....	15
Figura 10 - Resina Epóxi à base de bisfenol F.....	15
Figura 11 - Resina Epóxi à base de tetrabromobisfenol.....	16
Figura 12 - Resina Epóxi flexível.....	16
Figura 13 - Mecanismos de falha em compósitos <sup>[10]</sup> .....	19
Figura 14 - Tecido de juta E9, utilizado neste trabalho.....	22
Figura 15 - Preparação dos filamentos para ensaio de tração.....	24
Figura 16 - Fotomicrografia de monofilamentos sendo avaliados quanto ao diâmetro médio (aumento de 100×).....	25
Figura 17 - Ensaio de tração de um monofilamento: (a) pré-tensão e corte da máscara, (b) carregamento e (c) ruptura.....	26
Figura 18 - Preparação da resina epóxi. aquecimento e vácuo para eliminação de bolhas.....	26
Figura 19 - Preparação da resina epóxi: o resfriamento foi efetuado antes da adição do agente de cura para prevenir processo de cura acentuada na mistura.....	27
Figura 20 - Moldes de silicone para a preparação dos corpos-de-prova de (a) tração e (b) DMTA.....	27
Figura 21 - Processo de obtenção de compósito por laminação. Após a laminação em camadas, o material é curado sob pressão por 24h (a). Após, é feita a pós-cura e acabamento final (b).....	28

Figura 22 - Corte e acabamento dos corpos-de-prova de tração (a) e flexão (b).....	29
Figura 23 - Execução de ensaio de tração em compósitos.....	30
Figura 24 - Execução do ensaio de flexão a três pontos nos compósitos.....	31
Figura 25 - Espectro de infravermelho da resina epóxi (sem agente de cura).....	33
Figura 26 - Espectro de infravermelho do agente de cura da resina epóxi.....	34
Figura 27 - Espectros de infravermelho das fibras sem tratamento, com tratamento alcalino e com tratamento alcalino e agente silano.....	36
Figura 28 - Espectros de infravermelho do agente silano, da fibra de juta e da fibra submetida apenas ao tratamento de silanização.....	36
Figura 29 - Micrografias eletrônicas de varredura de: (a) um fio de juta, (b) um monofilamento.....	37
Figura 30 - Micrografia óptica da seção transversal de uma monofilamento, evidenciando (1) lúmen e (2) parede da célula.....	37
Figura 31 - Micrografias superficiais dos monofilamentos (a) sem tratamento, (b) com tratamento alcalino e (c) com tratamento alcalino e agente silano.....	38
Figura 32 - Diâmetro médio de monofilamentos de fibra de juta.....	39
Figura 33 - Curvas representativas de resistência à tração dos monofilamentos.....	40
Figura 34 - Curvas da tensão em função da deformação obtidas nos ensaio de tração para resina epóxi e compósitos com fibra de juta sem tratamento (ST), tratadas com hidróxido de sódio(N) e tratadas com NaOH e agente silano (NS).....	41
Figura 35 - Gráficos de (a) tensão máxima e (b) módulo elástico obtidos do ensaio de flexão para resina epóxi e compósitos com fibra de juta sem tratamento (ST), tratadas com hidróxido de sódio (N) e tratadas com NaOH e agente silano (NS).....	43
Figura 36 - (a) Módulo de armazenamento, (b) Módulo de perda e (c) $\tan\delta$ , em função da temperatura, para a resina epóxi e compósitos com fibra de juta. Os compósitos são identificados pela condição da fibra não tratada (ST), tratada via NaOH (N) ou tratada com NaOH e agente silano (NS).....	45
Figura 37 - Micrografia de um corpo-de-prova de resina epóxi fraturado em ensaio de tração.....	47
Figura 38 - Micrografia da superfície de fratura para (a) compósito ST e (b) compósito N....	48
Figura 39 - MEV dos compósitos juta/epóxi do ensaio de tração – análise de <i>pull-out</i> . Compósito com fibras sem tratamento (a) e (b), com fibras tratadas com hidróxido de sódio (c) e com fibras tratadas via NaOH e agente silano (d).....	48

Figura 40 - MEV dos compósitos juta/epóxi do ensaio de tração – análise da interface fibra/matriz. Compósito com fibras sem tratamento (a) e (b), com fibras tratadas com hidróxido de sódio (c) e (d) e com fibras tratadas via NaOH e agente silano (d) e (f).....49

Figura 41 - MEV dos compósitos juta/epóxi do ensaio de flexão – análise da interface fibra/matriz. Compósito com fibras sem tratamento (a) e (b), com fibras tratadas com hidróxido de sódio (c) e (d) e com fibras tratadas via NaOH e agente silano (d) e (f).....50

**LISTA DE TABELAS**

Tabela I -	Composição química de algumas fibras naturais (% mássica) <sup>[3,9,18,19]</sup> .....	9
Tabela II -	Propriedades mecânicas de algumas fibras sintéticas e naturais utilizadas em compósitos <sup>[3]</sup> .....	11
Tabela III -	Os dez maiores produtores mundiais de juta.....	13
Tabela IV -	Diâmetro médio dos monofilamentos de fibra de juta ( $\mu\text{m}$ ).....	39
Tabela V -	Resultados de resistência à tração dos monofilamentos.....	40
Tabela VI -	Resultados do ensaio de tração da resina epóxi e compósitos com fibras tratadas e não tratadas.....	42
Tabela VII -	Resultados do ensaio de flexão a três pontos da resina epóxi e compósitos com fibras tratadas e não tratadas.....	43
Tabela VIII -	Valores da temperatura de transição vítrea, intensidade de $\tan\delta$ e módulo de armazenamento para a resina epóxi e cada um dos compósitos com fibra de juta.....	46

## SIMBOLOGIA

$\rho$  - massa específica [ $\text{g/cm}^3$ ]

$v$  - Fração volumétrica do componente que forma o compósito [%]

$\sigma$  - Limite de resistência à tração [MPa]

$F_{max}$  - Força máxima obtida do ensaio de flexão a três pontos [N]

$L$  - Distância entre pontos no ensaio de flexão a três pontos [mm]

$b$  - Largura do corpo-de-prova para ensaio de flexão a três pontos [mm]

$h$  - Altura do corpo-de-prova para ensaio de flexão a três pontos [mm]

$E$  - Módulo de elasticidade em tração monotônica [GPa]

$E'$  - Módulo de armazenamento [GPa]

$E''$  - Módulo de perda [GPa]

$E_f$  - Módulo elástico em flexão [GPa]

$T_g$  - Temperatura de transição vítrea [°C]

$\tan \delta$  - Fator de dissipação de energia ou tangente de perda [GPa/ GPa]

FTIR - Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier

MEV - Microscopia eletrônica de varredura

# SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
1.1	PROBLEMA E CONTEXTUALIZAÇÃO.....	1
1.2	OBJETIVOS.....	3
1.2.1	<i>Objetivo Geral.....</i>	3
1.2.2	<i>Objetivos Específicos.....</i>	3
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>4</b>
2.1	MATERIAIS COMPÓSITOS.....	4
2.1.1	<i>Compósitos Poliméricos Reforçados por Fibras.....</i>	5
2.2	FIBRAS NATURAIS.....	6
2.2.1	<i>Fibra de Juta.....</i>	11
2.3	MATRIZES POLIMÉRICAS.....	14
2.3.1	<i>Resinas Epóxi.....</i>	14
2.3.1.1	<i>Obtenção do Monômero.....</i>	17
2.4	INTERFACE FIBRA/MATRIZ.....	17
2.5	MECANISMOS DE FALHA.....	18
2.6	MÉTODOS DE MODIFICAÇÃO DE SUPERFÍCIE EM FIBRAS VEGETAIS.....	19
2.6.1	<i>Tratamento Alcalino em Fibras Vegetais.....</i>	20
2.6.2	<i>Incorporação de Agente Silano em Fibras Vegetais.....</i>	21
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>22</b>
3.1	MATERIAIS.....	22
3.1.1	<i>Resina Epóxi.....</i>	22
3.1.2	<i>Tecido de Fibra de Juta.....</i>	22
3.1.3	<i>Reagentes.....</i>	22
3.2	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	23
3.2.1	<i>Tratamento Alcalino das Fibras de Juta.....</i>	23
3.2.2	<i>Tratamento via Agente Silano das Fibras de Juta.....</i>	23
3.2.3	<i>Espectroscopia na Região do Infravermelho.....</i>	23
3.2.4	<i>Preparação de Monofilamentos para Ensaio de Tração.....</i>	24
3.2.4.1	<i>Determinação da Área da Seção Transversal Média.....</i>	25
3.2.5	<i>Preparação dos Corpos-de-prova de Resina Epóxi.....</i>	26
3.2.6	<i>Produção dos Compósitos.....</i>	28
3.2.7	<i>Determinação das Frações Volumétricas.....</i>	29
3.2.8	<i>Ensaio Mecânicos.....</i>	30
3.2.8.1	<i>Ensaio de Tração.....</i>	30
3.2.8.2	<i>Ensaio de Flexão.....</i>	30

3.2.9	<i>Microscopia</i> .....	31
3.2.9.1	Microscopia Óptica .....	31
3.2.9.2	Microscopia Eletrônica de Varredura .....	31
3.2.10	<i>Ensaio Termodinâmico-Mecânico</i> .....	32
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	<b>33</b>
4.1	CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS .....	33
4.1.1	<i>Resina Epóxi</i> .....	33
4.1.2	<i>Fibras de Juta</i> .....	35
4.1.2.1	Tratamento Alcalino .....	35
4.1.3	<i>Resistência Mecânica dos Monofilamentos</i> .....	39
4.1.3.1	Determinação da Área da Seção Transversal dos Monofilamentos por MO .....	39
4.2	CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS .....	41
4.2.1	<i>Resistência à Tração</i> .....	41
4.2.2	<i>Resistência à Flexão</i> .....	42
4.2.3	<i>Análise Termodinâmico-Mecânica</i> .....	44
4.2.4	<i>Análise Fractográfica</i> .....	47
4.2.4.1	Fractografia das Amostras de Tração .....	47
4.2.4.2	Fractografia das Amostras de Flexão .....	50
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	<b>52</b>
<b>6</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	<b>54</b>
<b>7</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>55</b>

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 PROBLEMA E CONTEXTUALIZAÇÃO

A investigação de materiais naturais para aplicações em produtos vêm se intensificando nos últimos anos. A conscientização dos consumidores da preservação ambiental e constantes mobilizações de órgãos que atuam em defesa do meio ambiente vêm despertando a atenção de autoridades, que começam a legislar em prol do desenvolvimento sustentável. Somado a este fato, o alto grau de competitividade hoje existente em um mercado globalizado gera uma necessidade cada vez maior nas indústrias para o desenvolvimento de produtos de baixo custo e mais leves.

Neste contexto, existe hoje um interesse crescente na utilização de materiais lignocelulósicos (fibras de sisal, coco, banana, curauá e juta), como reforço em compósitos de matrizes termofixas ou termoplásticas. O interesse de utilização das fibras vegetais como agente de reforço está relacionado ao seu baixo custo, densidade menor do que as fibras de vidro, além de serem fontes renováveis, não abrasivas, biodegradáveis e amplamente disponíveis em território nacional.

Os compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais são aplicados na construção civil, em embalagens e principalmente na indústria automobilística. Nesta última são usadas fibras de linho, sisal e cânhamo no revestimento interno de portas e porta-malas, e fibras de coco e borracha nos bancos. Como exemplo, para cada Mercedes Classe A fabricado há 27 peças produzidas com fibras naturais, totalizando uma massa de 11,9 quilos <sup>[1]</sup>. Para as montadoras de automóveis, o uso de fibras naturais significa custos menores na transformação dos materiais e carros menos pesados, que aumentam a economia de combustível, contribuindo também para menor impacto ambiental.

A manufatura, uso e descarte de compósitos tradicionais, usualmente constituídos por fibras de vidro, aramida ou carbono, tem sido considerada crítica devido aos problemas gerados ao meio ambiente <sup>[2]</sup>. Atualmente, compósitos biodegradáveis estão sendo pesquisados, mas ainda apresentam propriedades mecânicas abaixo dos materiais sintéticos ou inviabilidade de produção em larga escala. Assim, materiais compósitos utilizando fibras naturais em uma matriz sintética constituem-se uma alternativa para alcançar um maior grau de sustentabilidade.

As resinas epóxi representam uma das classes mais versáteis dos polímeros termorrígidos. A maior parte dos sistemas epóxi curados produzem termofixos amorfos com excelente resistência à tração e tenacidade, notável resistência química, à umidade e à corrosão, boas propriedades térmicas, adesivas e elétricas e nenhuma emissão de volátil e baixa variação dimensional na etapa de cura. Isto representa uma combinação singular de propriedades, geralmente não encontrada em outros materiais poliméricos. Sua aplicação em compósitos se torna atrativa quando se deseja produzir materiais de engenharia.

As propriedades dos compósitos com fibras vegetais são funções das propriedades das fases constituintes, das suas quantidades relativas e da geometria da fase dispersa. Desta forma, a natureza das fibras, sua distribuição, comprimento, orientação, forma e interação com a matriz influenciam as propriedades finais do novo material produzido <sup>[3]</sup>.

Além desses fatores, a interface fibra-matriz também desempenha um papel importante nas propriedades mecânicas e físicas dos materiais compósitos. Uma vez que a transferência de tensão da matriz para a fibra ocorre através desta interface, a adesão da fibra na matriz polimérica influencia significativamente o comportamento micromecânico da interface. Portanto, se as interações entre as fases forem fracas, dificilmente será obtido um aumento da resistência do polímero a ser modificado, atuando as fibras com um caráter maior de defeitos do que de reforço. Uma maneira de contornar este problema é utilizar agentes que modificam as características superficiais da fibra para promover maior interação com a matriz polimérica. Estas modificações podem ser de natureza química (através de ataque ou reação) ou física (incorporando algum agente ou via tratamentos térmicos).

Quanto à reatividade química, as fibras vegetais apresentam grupos hidroxilas acessíveis, podendo interagir com outros grupos funcionais reativos, como por exemplo, os presentes na resina epóxi, facilitando assim a adesão interfacial entre matriz/fibra <sup>[3]</sup>. Além disso, as fibras vegetais podem ser modificadas com alquilsilanos, que são agentes de acoplamentos os quais apresentam a fórmula geral  $YRSi(OR)_3$ . O grupo OR, reage com o substrato orgânico, enquanto o grupo Y reage (ou forma ligações secundárias) com o polímero, melhorando com isto, a adesão na interface.

Visando o aproveitamento de recursos naturais disponíveis em território nacional e buscando-se alternativas que sejam economicamente viáveis para o reforço de matrizes poliméricas, utilizaram-se fibras de juta para a produção de compósitos laminados com resina epóxi. Estas fibras foram escolhidas por apresentarem elevadas propriedades específicas (devido aos altos percentuais de celulose em sua estrutura) associada ao seu baixo custo e possuir uma cadeia produtiva bem estabelecida no Brasil.

## **1.2 OBJETIVOS**

### **1.2.1 Objetivo Geral**

O presente trabalho tem o objetivo de avaliar a influência do tratamento alcalino e alcalino com silanização em fibras de juta nas propriedades mecânicas de materiais compósitos com matriz epóxi.

### **1.2.2 Objetivos Específicos**

- Modificar a estrutura de superfície da fibra vegetal a partir de tratamento alcalino via hidróxido de sódio e NaOH com agente silano;
- Caracterizar as fibras modificadas quimicamente utilizando as técnicas: i) massa específica; ii) espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR); iii) microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) e ensaio de tração uniaxial de monofilamentos;
- Preparar compósitos com tecido de juta via processo de laminação manual e caracterizar suas propriedades mecânicas, dinâmico-mecânicas e; realizar análise fractográfica dos compósitos.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 MATERIAIS COMPÓSITOS

Compósitos são materiais obtidos a partir de uma mistura macroscópica de dois ou mais constituintes, insolúveis entre si, para formar um material de engenharia útil. São constituídos de uma matriz contínua, que envolve as fibras e/ou partículas que formam a mistura. Geralmente a fase dispersa, que pode ser denominada de fase de reforço ou de enchimento, é mais resistente que a fase contínua.

Além de possuir diversas aplicações por suas propriedades estruturais, compósitos são projetados também para atender aplicações que necessitem de um conjunto de propriedades específicas, sejam elas térmicas, elétricas, tribológicas, ópticas e/ou outras [4,5]. A classificação mais comum dos compósitos divide-os em fibrosos, particulados e laminados, conforme ilustrado na figura 1 [6].



Figura 1 – Classificação dos materiais compósitos [6].

As propriedades dos compósitos são controladas principalmente pelas propriedades de seus constituintes, sua distribuição, dispersão, interação destas com a matriz bem como sua forma e tamanho [6]. Quando se conhece as propriedades individuais e a maneira como os componentes interagem entre si, o projetista pode produzir um material sob medida para uma dada aplicação. Ainda, é desejável que o projeto estrutural promova uma sinergia para as características almejadas, ou seja, a ocorrência de um somatório de esforços em prol de um mesmo fim entre os componentes, tornando as propriedades finais do compósito superiores aos dos constituintes separados.

### 2.1.1 Compósitos Poliméricos Reforçados por Fibras

Os compósitos poliméricos reforçados por fibras contínuas constituem a configuração que gera os melhores resultados com relação às propriedades mecânicas específicas, isto é, a razão entre uma característica mecânica do material sobre sua gravidade específica <sup>[7]</sup>. As fibras contínuas podem ser unidirecionais, alinhadas em direções específicas, ou na forma de mantas ou tecidos.

Para carregamentos biaxiais, geralmente são utilizados compósitos laminados, formados pela união de várias lâminas com diferentes orientações preferenciais. O desempenho destes materiais depende do tipo de fibra e matriz, fração volumétrica dos componentes e seqüência de empilhamento das lâminas. Os fundamentos da teoria de laminados já estão bem compreendidos e estabelecidos <sup>[5,8]</sup>.

Diferente dos compósitos reforçados por partículas ou fibras descontínuas, que apresentam um comportamento isotrópico em uma escala macroscópica, compósitos reforçados com fibras contínuas apresentam propriedades ortotrópicas, ou seja, diferentes comportamentos nas direções ortogonais, que conduzem a mecanismos de falha específicos. Apresentam alta resistência e rigidez na direção das fibras, porém, um baixo desempenho na direção transversal às mesmas. Neste último caso a resistência e a rigidez são ditadas predominantemente pelas propriedades da matriz <sup>[5,6,9]</sup>.

A interface fibra/matriz é a principal responsável pela transferência da solicitação mecânica da matriz para o reforço e suas propriedades são específicas para cada sistema <sup>[4]</sup>. Apesar de não haver normatização, existem métodos experimentais para se determinar a resistência interfacial <sup>[10-12]</sup>.

Sabe-se que a tenacidade de compósitos reforçados por fibras depende primordialmente do comportamento tensão-deformação da fibra. Fibras resistentes com alta deformação de ruptura elevam o trabalho de fratura dos compósitos. Neste sentido, compósitos reforçados com fibras vegetais se tornam alternativas econômicas e ecológicas para uso como materiais de engenharia <sup>[13]</sup>. Porém, a performance de materiais compósitos ambientalmente amigáveis também depende em grande parte de um desenvolvimento adequado da união interfacial entre as fibras e a matriz <sup>[12]</sup>.

## 2.2 FIBRAS NATURAIS

Existem algumas formas distintas de se classificar as fibras. A figura 2 representa uma das mais comumente utilizadas. A primeira distinção que se faz é entre fibras sintéticas e naturais. Em seguida, as fibras naturais são divididas em vegetais, animais e minerais. Por último, as fibras vegetais são separadas de acordo com a sua origem na planta: fibras de semente, de fruto, de caule, de folha, de talo e de cana <sup>[9,14]</sup>. Exemplos de cada tipo de fibra também estão demonstrados na figura 2.

As principais vantagens das fibras vegetais em relação às fibras sintéticas tradicionais são: abundância, baixo custo, baixa densidade, boas propriedades específicas, facilidade de obtenção e manuseio, não-tóxicas, baixa abrasão de equipamentos e moldes, absorção de dióxido de carbono do meio-ambiente, biodegradabilidade, e o aspecto ecológico e renovável. Por outro lado, também possuem desvantagens que prejudicam a sua aplicação em muitas situações e ambientes, como por exemplo: alta absorção de umidade, alta variação de propriedades, baixa resistência a microorganismos e baixa estabilidade térmica <sup>[9,15]</sup>.

Apesar das propriedades mecânicas das fibras vegetais serem muito inferiores às de fibras sintéticas, sua densidade ( $\sim 1,4 \text{ g/cm}^3$ ) é aproximadamente metade da fibra de vidro, por exemplo. Isto faz com que as propriedades específicas das fibras vegetais sejam comparáveis às da referida fibra <sup>[14-16]</sup>.

Fibras de plantas, também chamadas de fibras técnicas, possuem comprimento longo, de até um metro, e diâmetro aproximado de 50-100  $\mu\text{m}$ . Estas fibras são formadas por feixes de células mortas de planta, também conhecidas por fibras individuais, que possuem formato tubular, parede espessa e no centro uma cavidade, chamada de lúmen. Essas células, ou fibras individuais, têm comprimento aproximado de 1-50 mm e diâmetro aproximado de 10-50  $\mu\text{m}$  <sup>[14,17]</sup>.

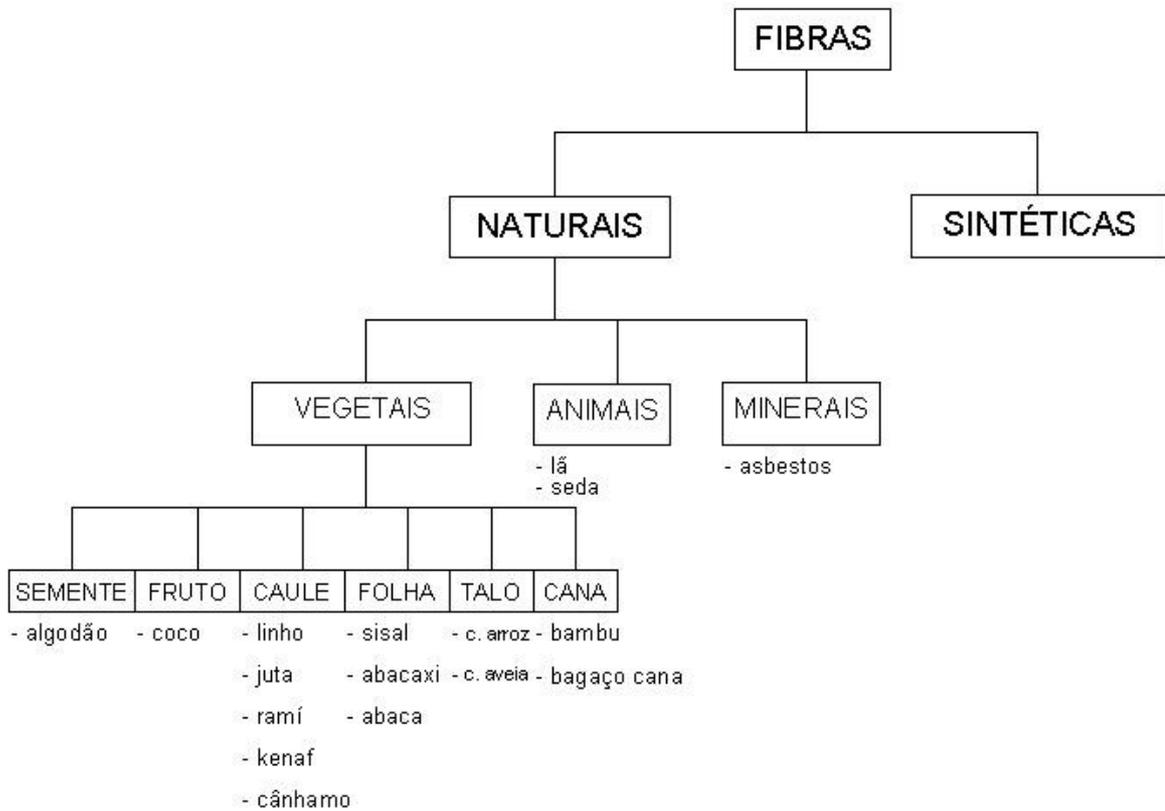


Figura 2 - Classificação das fibras e alguns exemplos <sup>[14]</sup>.

Cada camada das células ou fibras individuais é formada basicamente por microfibrilas de celulose semicristalina, circundadas por uma matriz de hemicelulose e lignina. As microfibrilas têm diâmetro de cerca de 10-30 nm e são responsáveis por dar a resistência mecânica às fibras. A matriz de hemicelulose é ligada por pontes de hidrogênio com as microfibrilas de celulose formando uma rede tridimensional. Já a lignina, forma outra rede que se intercala tridimensionalmente com a rede de hemicelulose e microfibrilas, e ajuda na rigidez da parede da célula <sup>[9,14,17]</sup>. A figura 3 ilustra o que foi discutido.

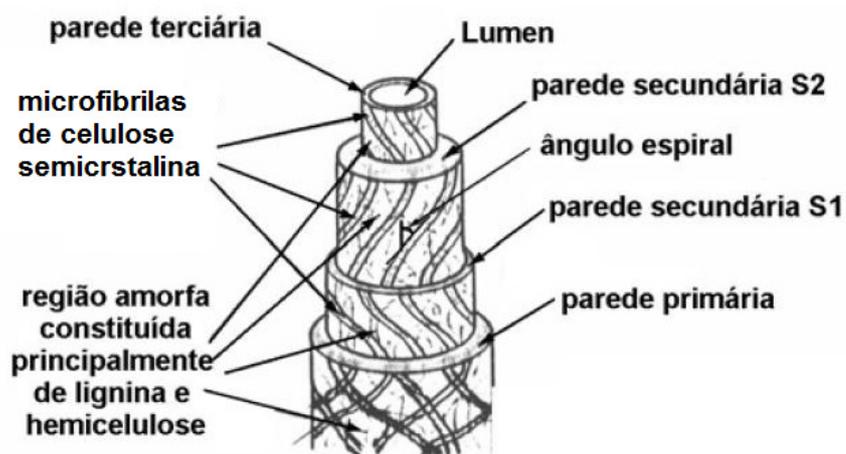


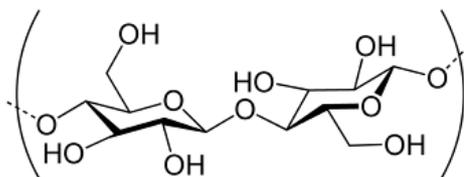
Figura 3 - Representação esquemática de uma microfibrila<sup>[9]</sup>.

As fibras vegetais, com exceção do algodão, são constituídas por celulose, hemicelulose, lignina, e outros compostos orgânicos. Elas possuem fórmula e estrutura química complexas e, no caso da lignina, não totalmente decifradas. A Tabela I apresenta a composição de algumas fibras.

Tabela I - Composição química de algumas fibras naturais (% mássica)<sup>[3,9,18,19]</sup>.

	Sisal	Coco	Algodão	Juta	Linho	Rami	Kenaf
<b>Celulose</b>	51 - 78	36 - 53	79 - 87	61 - 73	64 - 75	65 - 86	31 - 39
<b>Hemicelulose</b>	---	0,15 - 0,25	3 - 10	13 - 20	9 - 17	13,1	21,5
<b>Lignina e Pectina</b>	7 - 14	39 - 49	4 - 6	12 - 13	10,0	1 - 2	15 - 19
<b>Solúveis em água</b>	16,2		1,0	1,1	3,9	5,5	---
<b>Ceras</b>	2,0		0,6	0,5	0,5	0,3	---
<b>Ângulo espiral</b>	20,0	41 - 45		8,0	10,0	7,5	
<b>Teor de umidade</b>	11,0		10,0	12,6	10,0	8,0	---

A celulose é um polímero hidrofílico que contém seis grupos hidroxila em sua estrutura básica (figura 4).



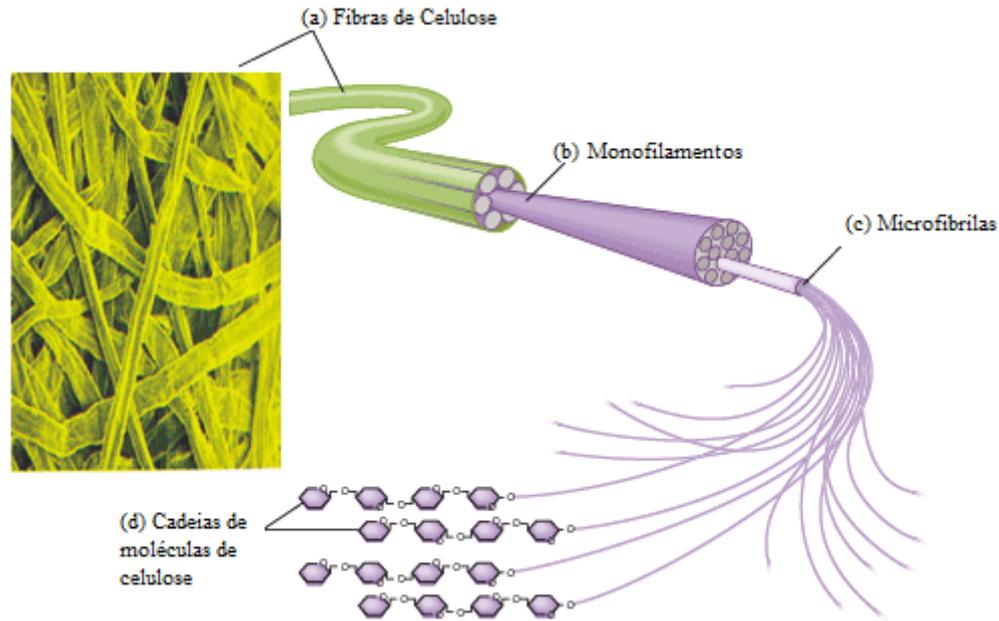
*Figura 4 – Unidade básica da celulose.*

Estes grupos hidroxila fazem ligações do tipo ponte de hidrogênio intra e intermoleculares. Nas ligações intramoleculares, as hidroxilas da própria molécula ligam-se entre si, e nas intermoleculares ligam-se com outras moléculas de celulose ou moléculas polares presentes no ambiente. Por este motivo, as fibras vegetais não modificadas apresentam grande afinidade com a umidade ambiente (hidrofilia) e pouca afinidade com matrizes poliméricas hidrofóbicas, que é o caso da maioria das resinas empregadas em compósitos. A exposição excessiva dos compósitos à umidade pode provocar inchamento, perda de propriedades mecânicas, e falta de estabilidade dimensional.

A celulose sólida é semicristalina, ou seja, contém na sua maior parte regiões cristalinas intercaladas por regiões amorfas. As microfibrilas das fibras vegetais são formadas por esta celulose, e têm a forma de finos tubos sólidos e cristalinos. Elas são resistentes a soluções alcalinas de até 17,5% peso, mas são facilmente hidrolisadas por ácidos <sup>[3,9,14]</sup>. Um esquema da estrutura das fibras vegetais está representada na figura 5.

A lignina também é um polímero natural, de alto grau de polimerização, composto por constituintes aromáticos e alifáticos, e responsável por dar rigidez às plantas. É um composto ainda não totalmente conhecido quimicamente, amorfo, e hidrofóbico por natureza. Sua temperatura de transição vítrea é em torno de 90°C, temperatura de fusão aproximada de 170°C, não hidrolisável em ácidos, porém solúvel em soluções alcalinas <sup>[3,9,14]</sup>.

A hemicelulose é um polissacarídeo com grau de polimerização de cerca de 50-300, não cristalino, e que forma a matriz que engloba as microfibrilas de celulose. É hidrofílica, facilmente hidrolisada em ácidos e, assim como a lignina, é solúvel em soluções alcalinas <sup>[3,9,14]</sup>.



*Figura 5 – Estrutura da celulose. (a) Fibras de celulose de uma planta; (b) Monofilamentos compõe cada fibra; (c) Cada monofilamento é composto por feixes de microfibrilas; (d) Microfibrilas, por sua vez, são compostas por feixes de cadeia de celulose.*

Os últimos anos foram marcados pelo rápido desenvolvimento na área de compósitos reforçados por fibras naturais. Este desenvolvimento tem ocorrido porque os reforços vegetais oferecem várias vantagens em relação às fibras sintéticas: baixa densidade, alta deformabilidade, baixa abrasividade aos moldes e aos equipamentos de mistura, podem ser facilmente modificadas por agentes químicos, são biodegradáveis e apresentam baixo custo [13,20]. Ademais, é sempre relevante ressaltar que estes materiais são provenientes de fontes renováveis.

As fibras naturais, quando incorporadas aos polímeros, podem ser processadas por praticamente todos os métodos convencionais, tais como: extrusão, injeção, pultrusão, calandragem, laminação, *vacuum bagging*, prensagem, entre outros [3].

Em aplicações onde custo for o fator preponderante em detrimento de propriedades mecânicas, as fibras vegetais constituem boa opção de matéria-prima frente às concorrentes sintéticas, especialmente por possuírem boas propriedades específicas. Desta maneira, existem boas perspectivas de mercado, especialmente para países com potencial agrícola [13,21]. A Tabela II apresenta as propriedades típicas de diferentes tipos de fibras sintéticas e naturais.

TABELA II - Propriedades mecânicas de algumas fibras sintéticas e naturais utilizadas em compósitos<sup>131</sup>.

Fibra	Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	Tensão de ruptura (MPa)	Módulo e (GPa)	Deformação máxima (%)	Celulose/lignina (%)	Custo (R\$/kg)
Carbono	1,80	3800	225	1,6	-	50,00
Vidro E	2,55	2500	75	4,8	-	3,50
Asbesto	2,6-3,4	3000	190	2,5	-	1,20
Sisal	1,45	300-800	16,2-31,3	2,9	67/12	0,36
Coco	1,15-1,45	130-170	4-13	15-40	45/40	1,00
Banana	0,41	85-150	3,2-4,8	2,1	65/15	1,00
Juta	1,3	95-119	3,5-17,4	1,5-1,8	63/16	1,00
Bambu	1,1	70-575	4,6-28,8	3,2	-	1,00

As fibras vegetais são materiais utilizados como reforço não somente na construção civil de baixo custo, mas que também ganham destaque na indústria automobilística em componentes não estruturais, como painéis, portas e divisórias.

### 2.2.1 Fibra de Juta

Originária da Índia, a “*Corchorus Capsularis*” ou juta é uma fibra vegetal resistente parecida com o barbante, totalmente ecológica. Proveniente da família das tiliáceas, sua planta, uma erva lenhosa, pode alcançar altura de 3 a 4 metros e o seu talo a espessura de aproximadamente 20 mm, crescendo em climas úmidos e tropicais.

É uma das mais baratas fibras naturais e, em quantidade produzida e número de aplicações, em escala mundial, é superada somente pelo algodão. O ciclo do plantio leva seis meses e coincide com os períodos de cheia e vazante dos rios. Por ser plantada nas calhas dos rios, não provoca desmatamento. A época do plantio varia segundo a natureza e o clima, geralmente se dá entre agosto e janeiro.

O processo de produção tem duração aproximada de cinco dias e não utiliza nenhum produto químico. Após o corte dos talos, procede-se a limpeza das hastes, que são reunidas

em feixes e colocadas em água corrente ou parada, numa etapa chamada de afogamento ou maceração. Em seguida, as fibras são facilmente desprendidas da casca e lavadas. As fibras são então golpeadas na água e submetidas a uma segunda lavagem, para posteriormente serem estendidas em varais ou estendais de secagem. Finalmente, as fibras são encaminhadas para processamento, onde são produzidas bobinas ou tecidos. Algumas das etapas deste processo estão ilustradas na figura 6.



*Figura 6 – Ciclo de produção da juta: 1 - Colheita; 2 – Secagem; 3 – Processamento; 4 – Produto final.– Fonte: Estado de São Paulo 06/07/2008.*

No Brasil, a introdução da juta, mostrada na figura 7, se deu na década de 30 por Ryota Oyama, que conseguiu produzir uma variedade de juta adaptada às condições da região amazônica. Sua cultura tornou-se uma das principais atividades econômicas das populações ribeirinhas da região amazônica, sendo um fator fundamental da fixação de mais de 50 mil famílias ao campo.



*Figura 7 - Fotografia característica da planta juta cultivada na Amazônia.*

Atualmente, a produção mundial anual de juta supera os três milhões de toneladas, liderados pela Índia. Apesar de figurar em posição modesta nos últimos anos, conforme ilustrado na Tabela III, a produção brasileira já superou as cem mil toneladas anuais no início da década de 80 e hoje prevê crescimento de 15-20%/ano devido ao crescente consumo por parte de produtos com apelo ecológico.

*Tabela III - Os dez maiores produtores mundiais de juta.*

<b>País</b>	<b>Produção – ton/ano (jun 2008)</b>
 Índia	2.140.000
 Bangladesh	800.000
 China	99.000
 Costa do Marfim	40.000
 Tailândia	31.000
 Mianmar	30.000
 Brasil	26.711
 Uzbequistão	20.000
 Nepal	16.775
 Vietnam	11.000
<b>Total</b>	<b>3.225.551</b>

Fonte: [Food And Agricultural Organization of United Nations: Economic And Social Department: The Statistical Division](http://www.fao.org)

A utilização da juta em materiais compósitos, como a produção de revestimentos e forrações laterais de automóveis, vem ganhando cada vez mais espaço na indústria automobilística nos últimos anos. Os produtos compostos são feitos das fibras recicladas

provenientes das sacarias de aniagem utilizados no transporte de café, amendoim, castanhas e batata. Estas sacarias são desfiadas e misturadas com polipropileno e em seguida transformadas em mantas pelo processo de agulhagem. As mantas são aquecidas, ocasionando a fusão do polipropileno, para depois serem prensadas a frio, dando a forma da peça final <sup>[14]</sup>.

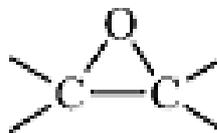
### 2.3 MATRIZES POLIMÉRICAS

Conforme discutido, as matrizes têm como principal propósito transferir as tensões impostas ao material compósito para as fibras, além de servir como suporte e proteção das mesmas. Geralmente, em compósitos são utilizadas matrizes de resinas termofixas, pois possuem boas propriedades mecânicas e estabilidade dimensional, além de serem facilmente processáveis. Elas são ainda resistentes a ataques químicos e possuem elevada resistência térmica.

Quando forças ou cargas de impacto são aplicadas em resinas poliméricas, as relaxações da estrutura molecular não acompanham o processo, resultando em fratura, ocasionada pela quebra da cadeia e/ou separação das interfaces. Isto acontece especialmente em resinas termofixas, devido à baixa resistência ao impacto promovida pela rede de ligações cruzadas, formadas sob a influência do calor ou de agentes de cura. Sendo assim, há necessidade de se empregar reforços nestas matrizes poliméricas. Dentre as resinas termofixas mais utilizadas em compósitos, se destaca a resina epóxi <sup>[22]</sup>.

#### 2.3.1 Resinas Epóxi

Resinas epóxi representam uma importante classe dentre os materiais poliméricos. São caracterizadas pela presença de mais de um anel de três membros, conhecido como epóxi (figura 8).



*Figura 8 – Grupo epóxi.*

A palavra epóxi é derivada do prefixo grego “ep”, que significa entre e “óxi”, a forma combinada de oxigênio. Por definição estrita, o termo resina epóxi se refere somente a monômeros ou oligômeros sem ligação cruzada que contém grupos epóxi. Entretanto, na prática o termo é largamente utilizado para designar sistemas epóxi curados. Deve-se atentar para o fato que em resinas epóxi de alta massa molecular e sistemas de resina epóxi curados possuem uma quantidade ínfima de grupos epóxi <sup>[23]</sup>.

Epóxis representam uma das classes mais versáteis dos polímeros termorígidos e possuem aplicações como revestimento de latas, placas de circuito impresso, encapsulantes de semicondutores, adesivos e compósitos diversos.

Atualmente existem quatro tipos principais de resinas epóxi comercializadas, são elas:

- Resinas epóxi à base de Bisfenol A: são as mais utilizadas, pois são versáteis e de menor custo, proveniente da reação da epícloridrina com bisfenol A (figura 9). Podem ser líquidas, semi-sólidas ou sólidas, dependendo de seu peso molecular.

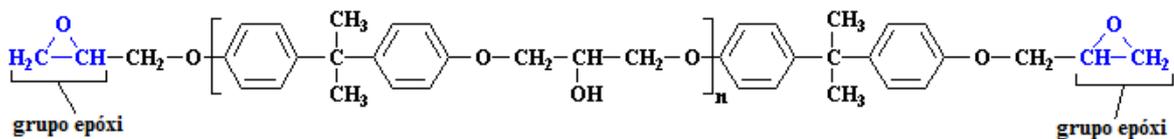


Figura 9 – Resina Epóxi à base de bisfenol A.

- Resinas epóxi à base de Bisfenol F e/ou Novolaca: a troca do bisfenol A pelo bisfenol F propicia à resina maior quantidade de ligações cruzadas durante a reação de cura. Isto porque possui maior quantidade de grupos epóxi para reação (figura 10). Geralmente possuem melhor desempenho mecânico, químico e térmico, principalmente quando curadas com aminas aromáticas ou anidridos;

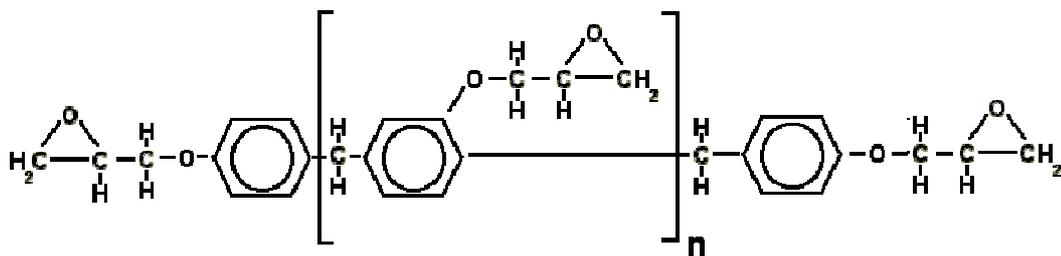


Figura 10 – Resina Epóxi à base de bisfenol F.

- Resinas epóxi Bromadas: são resinas à base de epícloridrina, bisfenol A e tetrabromobisfenol A. As quatro moléculas adicionais de bromo conferem às resinas a característica de auto-extinguível (figura 11);

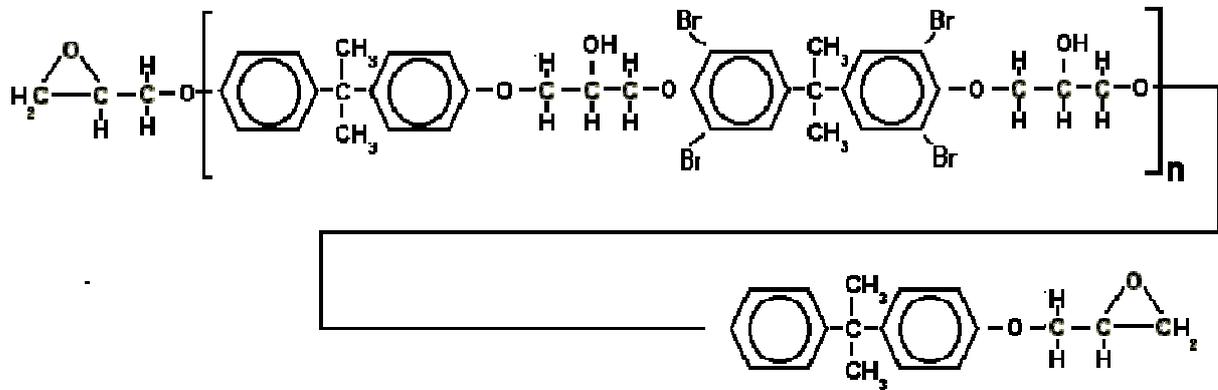


Figura 11 – Resina Epóxi à base de tetrabromobisfenol.

- Resinas epóxi flexíveis: são resinas que possuem longas cadeias lineares, substituindo os bisfenóis por poliglicóis pouco ramificados (figura 12). São resinas de baixa reatividade, que normalmente são utilizadas como flexibilizantes reativos em outras resinas, melhorando a resistência ao impacto;

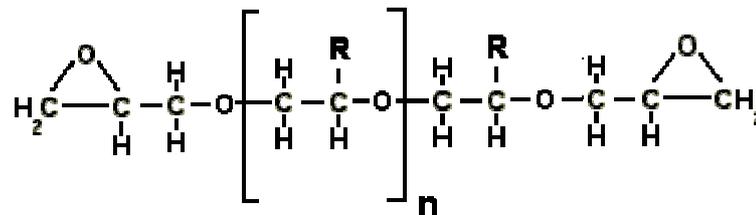


Figura 12 – Resina Epóxi flexível.

A maior parte dos sistemas epóxi curados produzem termofixos amorfos com excelente resistência à tração (em torno de 65 MPa) e tenacidade; notável resistência química, à umidade e à corrosão; boas propriedades térmicas, adesivas e elétricas; nenhuma emissão de voláteis e baixa variação dimensional quando da etapa de cura; e estabilidade dimensional – uma combinação singular de propriedades geralmente não encontrada em outros materiais poliméricos [4,23,24].

### 2.3.1.1 Obtenção do Monômero

O Diglicidil Éter do Bisfenol-A e a Novalaca (Glicidil Éter de Novolaca) são as resinas epóxi mais utilizadas em materiais compósitos. Essas resinas são curadas através de reações entre aminas orgânicas ou compostos ácidos, tornando-se um sistema rígido e infusível <sup>[23,24]</sup>. A obtenção do monômero se dá através da reação do bisfenol A com epicloridrina, em meio alcalino.

Vale salientar que compósitos produzidos a partir de resinas epóxi são, em termos, livres de vazios. Isto ocorre porque durante a polimerização da epóxi, não acontece condensação de umidade. A grande desvantagem das resinas epóxi quando comparadas às outras resinas utilizadas como materiais de engenharia é seu alto custo, que varia de U\$20 a U\$50/kg.

## 2.4 INTERFACE FIBRA/MATRIZ

A estrutura e as propriedades da interface matriz/fibra influenciam significativamente nas propriedades finais do material compósito. A boa adesão interfacial aumenta a transmissão de tensão da matriz para a fibra, aumentando o desempenho mecânico do compósito <sup>[4,5]</sup>. Caso não haja esta interação, o material estará sujeito a falhas catastróficas, como por exemplo, propagação de trincas em maiores escalas. Este fato influencia diretamente na escolha dos materiais a serem empregados na composição do compósito, porque a combinação de quaisquer fases nem sempre resultará na boa interação da matriz/fibra. Os mecanismos de adesão entre os constituintes de um compósito são basicamente os seguintes <sup>[8]</sup>:

- a) **Interdifusão** - para que haja adesão, segundo esta teoria, os parâmetros de solubilidade dos dois componentes devem ser próximos. Isto ocorre porque se formam entrelaçamentos e ligações secundárias entre as moléculas interfaciais das duas superfícies adjacentes em completa molhabilidade, resultado da difusão de segmentos de cadeia ou cadeias terminais presentes nas duas superfícies. Portanto, a adesão em sistemas poliméricos vai depender da semelhança de polaridade, peso molecular, ramificações e temperatura.
- b) **Atração eletrostática** - teoria aplicável a sistemas com componentes polares. O mecanismo de adesão na interface se dá inicialmente por forças de atração eletrostática. A difusão entre as fases ocorre com o tempo sob ação da temperatura.
- c) **Ligação química** - é a forma mais eficiente de adesão em compósitos. Ocorre geralmente com a aplicação de agentes de acoplamento na superfície da carga, que

serve como ponte entre o polímero e a fibra. Estes materiais devem conter uma parte de sua estrutura que interage com a superfície da fibra e outra deve conter grupos orgânicos semelhantes às cadeias da matriz polimérica. A resistência mecânica da interface depende do número e tipo de ligações químicas presentes.

- d) **Adesão mecânica** - é o mecanismo de adesão mais comum. Não há ligações químicas entre o substrato e aderente. A junção ocorre através da penetração do adesivo em forma líquida nos poros, rugosidades e fissuras do substrato. Após a evaporação do solvente ou reação química, a resina solidifica, promovendo maior adesão naqueles pontos onde a ancoragem foi mais acentuada.
- e) **Adsorção e molhamento** - o molhamento eficiente da fibra pela matriz remove o ar e recobre toda a superfície da fibra com material polimérico. Este mecanismo dependerá das tensões superficiais dos componentes. Quando uma gota de um líquido é colocada sobre uma superfície sólida, dois fenômenos são observados: ou o líquido espalha-se inteiramente sobre a superfície, ou permanece na forma de gota possuindo um ângulo de contato definido entre a fase líquida e a fase sólida.

## 2.5 MECANISMOS DE FALHA

Um dos métodos de se caracterizar as propriedades mecânicas dos materiais compósitos é a análise dos mecanismos de falha. Usualmente, a fratura não ocorre de forma catastrófica, tendendo a ser progressiva, com falhas subcríticas dispersas ao longo do material, constituindo-se assim numa vantagem. A caracterização das propriedades mecânicas de materiais compósitos não é uma tarefa simples. Os mecanismos de falha local que podem ocorrer durante a fratura de um compósito com fibras são: (1) arrancamento das fibras (ou *pull-out*); (2) efeito denominado como ponte de fibras (*fiber bridging*), em que as superfícies de uma trinca são interligadas por fibras; (3) deslocamento interfacial matriz/fibras, seguido da ruptura das fibras; (4) ruptura das fibras e; (5) trincamento da matriz. Na figura 13 são demonstrados os vários mecanismos de falha que podem ocorrer de modo catastrófico em compósitos reforçados com fibras contínuas e orientadas.

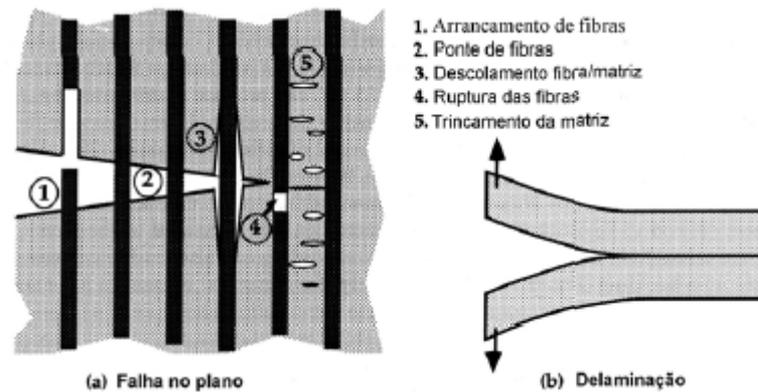


Figura 13 - Mecanismos de falha em compósitos <sup>[10]</sup>.

Estes mecanismos podem atuar simultaneamente durante o processo de fratura do compósito. A importância de cada mecanismo no processo de fratura dependerá do tipo de compósito em estudo, do tipo de carregamento aplicado e orientação das fibras.

A falha quando ocorre na interface fibra/matriz é chamada de falha adesiva, e quando ela ocorre na fibra ou na matriz é chamada de falha coesiva. Essas duas falhas podem ocorrer simultaneamente ou isoladamente, promovendo falhas por descolamento, extração de fibras, delaminação, além do efeito ponte de fibras <sup>[25]</sup>.

## 2.6 MÉTODOS DE MODIFICAÇÃO DE SUPERFÍCIE EM FIBRAS VEGETAIS

A região interfacial é de fundamental importância na determinação das propriedades dos compósitos, pois é através da interface que os esforços atuantes na matriz são transmitidos ao reforço. Métodos químicos e físicos podem ser usados para modificar fibras de reforço, e assim otimizar a interface.

Como visto anteriormente, as fibras vegetais são constituídas basicamente de celulose e de uma quantidade relativamente alta de lignina e hemicelulose, que influi diretamente em suas propriedades adesivas. Nos compósitos, a celulose é responsável pela ligação das fibras ao polímero, enquanto a lignina atua impedindo a difusão da matriz na celulose, dificultando a aderência da fibra <sup>[3,26]</sup>.

Diversos estudos sobre compósitos reforçados com fibras vegetais evidenciam a importância da interação fibra/matriz e relatam vários tratamentos realizados nas fibras para torná-las mais compatíveis com as matrizes poliméricas, no sentido de melhorar as propriedades de adesão.

Um dos mais usados métodos de modificação das fibras vegetais é o tratamento alcalino, que visa limpar a superfície da fibra de ceras e graxas, provenientes do manuseio e manufatura das fibras, além de remover parcialmente a hemicelulose e a lignina <sup>[27]</sup>.

Como fibras lignocelulósicas são altamente polares, possuem inerente incompatibilidade com polímeros hidrofóbicos. A utilização de agentes de acoplamento é um método de modificação química bastante utilizado quando dois materiais são incompatíveis. Dentre os mecanismos de interfaceamento, pode-se citar: eliminação de WBL (*Weak boundary layer*), formação de camadas tenazes, formação de camadas restritas, melhoria da molhabilidade, formação de ligação química covalente com os constituintes e efeito ácido-base <sup>[3]</sup>.

Tratamentos de superfície com ionização de gases são também utilizados para mudança das propriedades estruturais e superficiais das fibras. Descargas elétricas por corona e plasma a frio são formas de tratamento físico que induzem uma variedade de modificações superficiais. O tratamento por corona ativa a oxidação superficial das fibras celulósicas, mudando sua energia superficial. O mesmo efeito é alcançado pelo tratamento de plasma a frio <sup>[28]</sup>.

### **2.6.1 Tratamento Alcalino em Fibras Vegetais**

Devido à alta solubilidade da hemicelulose mesmo em baixas concentrações de álcali, o tratamento via hidróxido de sódio promove uma maior rugosidade da superfície da fibra, melhorando a aderência mecânica entre fibra e matriz. A efetividade do tratamento depende das condições (concentração, tempo e temperatura) e do sistema fibra/matriz. Condições otimizadas de tratamento asseguram melhores propriedades mecânicas dos compósitos <sup>[3]</sup>.

De um modo geral, o tratamento alcalino causa o inchaço das fibras e remoção parcial da hemicelulose e da lignina, o que promove um melhor empacotamento das cadeias de celulose, que são responsáveis pela cristalinidade da fibra. Desta forma, o tratamento causa aumento da cristalinidade e redução do diâmetro e da densidade das fibras <sup>[3]</sup>.

Com relação às propriedades mecânicas, verifica-se aumento da resistência à tração e do módulo de elasticidade, estando este comportamento geralmente associado ao aumento da cristalinidade. Tratamentos mais severos podem propiciar uma maior desfibrilação, comprometendo a eficiência das fibras no reforço dos compósitos, como verificado por Ray et al. <sup>[29]</sup>.

No trabalho de Ray et al. <sup>[29]</sup>, fibras de juta foram tratadas com NaOH 5% (30 °C por 4 e 8h). Após o tratamento ocorreu desfibrilação e redução da densidade das fibras. A

crystalinidade aumentou apenas após 8h de tratamento, resultando em aumento na resistência à tração e módulo de elasticidade, e diminuição do alongamento. Embora as fibras tratadas por 8h tenham mostrado propriedades mecânicas superiores, sua maior desfibrilação tornaram-na de menor eficiência no aumento das propriedades mecânicas do compósito.

Esmeraldo <sup>[30]</sup> tratou fibras de juta e coco com soluções de 5% e 10% de NaOH (60°C por 6h) e verificou aumento da resistência à tração em torno de 25% para os compósitos com 20% em massa de fibras, tratados em solução de 5% de NaOH e melhoria na adesão interfacial (visualizado por MEV).

### **2.6.2 Incorporação de Agente Silano em Fibras Vegetais**

A modificação química da superfície das fibras tem sido um método bem sucedido de unir quimicamente a matriz ao agente de reforço. Esta modificação é realizada com os agentes de acoplamento, que promovem a união química entre as fases ou altera a energia superficial da fibra, permitindo um molhamento eficiente <sup>[31]</sup>.

A escolha dos agentes de acoplamento dependerá da estrutura química e composição da fibra a ser modificada e da matriz do compósito. Para fibras vegetais, por apresentarem natureza altamente hidrofílica, contém alto teor de grupos hidroxila em sua superfície. Para reduzir este caráter hidrofílico e promover melhorias na adesão interfacial com relação à matrizes hidrofóbicas, o uso de silanos foi reportado em alguns trabalhos <sup>[31-33]</sup>.

Os agentes silanos apresentam uma fórmula geral  $Y(CH_2)_n Si(OR)_3$ . O grupo sílico-funcional (OR) reage com as hidroxilas na superfície da fibra enquanto que o grupo organo-funcional (Y) interage (ou forma ligações secundárias fortes) com o polímero, melhorando a adesão na interface. É essencial, portanto, que as fibras possuam grupos hidroxilas na sua superfície, o que não é um problema no caso das fibras vegetais. Desta forma, a efetividade dos agentes de ligação depende da natureza e do tratamento prévio do substrato, do tipo de silano utilizado, da espessura da camada de silano formada e do processo pelo qual estes agentes são aplicados <sup>[34]</sup>.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAIS

##### 3.1.1 Resina Epóxi

A resina epóxi e o agente de cura utilizados foram fornecidos pela Central do Fiberglass e são identificados da seguinte forma:

- Resina Epóxi TCR 550
- Agente de cura para resina XR-435.

O processo indicado para a polimerização é a mistura manual de duas partes de resina para uma de agente de cura, por um tempo aproximado de cinco minutos.

##### 3.1.2 Tecido de Fibra de Juta

O tecido de fibra de juta foi adquirido junto à Companhia Têxtil de Castanhal. As especificações do fornecedor são: trama E9 (conforme figura 14) e; massa por unidade de área: cerca de 280 g/m<sup>2</sup>.



*Figura 14 – Tecido de juta E9, utilizado neste trabalho.*

##### 3.1.3 Reagentes

Para a realização dos tratamentos de superfície, foram utilizadas duas soluções, uma para o tratamento alcalino das fibras e outra para a incorporação de um agente silano.

O tratamento alcalino foi realizado através de uma solução aquosa de NaOH (5% em massa), preparada com hidróxido de sódio granulado, da fabricante Casa da Química Ltda.

A incorporação via silano foi realizada em solução aquosa de 1% do material Dynasytan SIVO 110, da Evonik/Degussa; este material é constituído de silanos organofuncionais e nano partículas de SiO<sub>2</sub>. Possui massa específica de 1,14 g/cm<sup>3</sup>, viscosidade de 7 MPa.s, pH de 4,3 e ponto de ebulição de 93°C.

## 3.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

### 3.2.1 Tratamento Alcalino das Fibras de Juta

Com o objetivo de remoção de impurezas provenientes da fabricação e manuseio do material e, principalmente, de remover parcialmente a lignina e a hemicelulose, as fibras foram submetidas ao tratamento de alcalinização.

Inicialmente, os tecidos foram lavados por uma hora em solução de água e detergente (2%), a aproximadamente 60°C, e posteriormente enxaguados com água destilada. Após, as fibras foram imersas em solução de hidróxido de sódio (5% em massa) à temperatura ambiente, por 6h. Em seguida, o material foi enxaguado em água corrente e posteriormente em água destilada, até que se obtivesse pH neutro. Foi adotada a proporção de 1 L de água destilada para cada 15g de tecido, conforme referência bibliográfica <sup>[9]</sup>. As fibras então foram secas em estufa a 60°C até obtenção de massa constante, e acondicionadas em dessecador a vácuo até o momento da confecção dos compósitos.

### 3.2.2 Tratamento via Agente Silano das Fibras de Juta

Após o processo de lavagem descrito anteriormente, as fibras foram submersas em solução aquosa com o agente silano, na concentração de 1% em volume, por uma hora. Em seguida, as fibras foram submetidas à secagem em estufa a 60°C até que se obtivesse massa constante, e acondicionadas em dessecador sob vácuo. Este procedimento também foi repetido nas fibras que haviam sido submetidas ao tratamento alcalino. Os compósitos confeccionados com as fibras sem tratamento foram designados por **ST** (sem tratamento), aqueles que utilizaram fibras com tratamento via NaOH por **N** e com tratamento alcalino seguido pela silanização por **NS**.

### 3.2.3 Espectroscopia na Região do Infravermelho

A técnica de espectroscopia na região do infravermelho permite avaliar vibrações entre átomos, caracterizando os grupos funcionais das unidades monoméricas. A técnica se baseia no fato de as ligações químicas das substâncias possuírem frequências de vibração específicas, as quais correspondem a níveis de energia da molécula (chamados nesse caso de níveis vibracionais). Caso uma determinada molécula receba radiação eletromagnética com a mesma energia de um de seus modos vibracionais, então a luz será absorvida. Torna-se assim

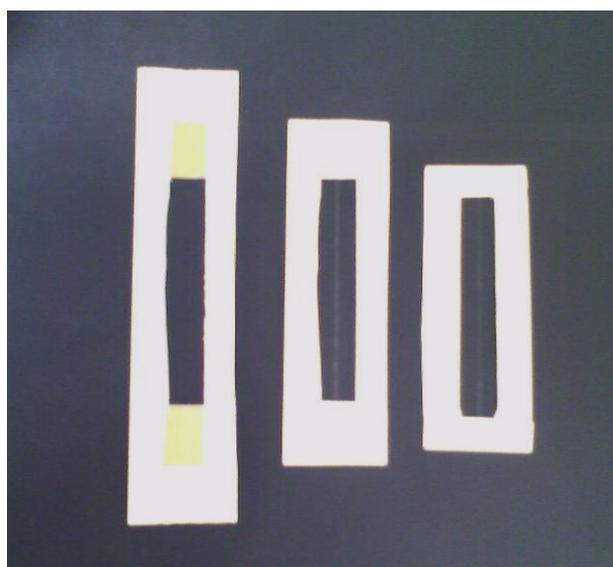
possível observar a ocorrência de reações de degradação, formação de ligações cruzadas, variações na cristalinidade, bem como indicar a miscibilidade de misturas de polímeros [35].

As análises foram realizadas na Central de Análises Químicas do Departamento de Química, da Universidade Federal de Santa Catarina, em um espectrômetro Perkin-Elmer, na faixa de  $4000\text{ cm}^{-1}$  a  $500\text{ cm}^{-1}$ , à temperatura ambiente, usando célula de KBr. Como este método exige tamanho de partícula pequeno para que haja uma distribuição uniforme na pastilha de KBr, as fibras foram submetidas à moagem criogênica. Inicialmente as fibras foram picadas com tesoura e, utilizando-se de suporte e pistilo cerâmicos, foram moídas em nitrogênio líquido.

### 3.2.4 Preparação de Monofilamentos para Ensaio de Tração

Para verificar a resistência mecânica das fibras, foram ensaiados corpos-de-prova com monofilamentos de juta. Isto porque os valores de resistência à tração para os fios ou tecidos de juta apresentaram grande variação devido ao desprendimento e/ou deslizamento dos vários monofilamentos que constituem uma fibra individual à medida que estes são submetidos às tensões de tração.

Cerca de dez amostras foram separadas manualmente de cada um dos tecidos (tratados e não tratados). Para facilitar a identificação e manuseio, os filamentos foram colados individualmente em máscaras de papel, com auxílio de fita dupla face, conforme indicado na figura 15.



*Figura 15 – Preparação dos filamentos para ensaio de tração.*

### 3.2.4.1 Determinação da Área da Seção Transversal Média

Em um ensaio de tração as tensões máxima e de ruptura são dadas pela razão entre a força (no ponto em questão) e a área da seção transversal inicial. Por se tratar de materiais produzidos pela natureza, vários fatores contribuem para uma grande dispersão nos valores de área entre diferentes fibras e até mesmo dentro de um monofilamento. As condições climáticas durante o cultivo (umidade, pluviometria, irradiação solar, composição do solo, entre outras), o método de cultivo e o processamento das fibras são alguns deles. Assim, a determinação da área transversal média das fibras vegetais é um grande desafio encontrado por pesquisadores que atuam na área de compósitos reforçados com fibras vegetais <sup>[36]</sup>.

Os monofilamentos foram analisados via microscopia óptica para uma determinação da área da seção transversal média. Os monofilamentos que foram fixados nas máscaras de papel foram individualmente observados ao microscópio óptico (figura 16) antes do ensaio de tração e, com a utilização do software Adobe Photoshop CS3 v10.0, seus diâmetros médios foram determinados. Apesar do fato de se tratar de fibras vegetais, naturalmente irregulares e com variação em suas dimensões, para fins de cálculo sua seção transversal foi considerada circular.

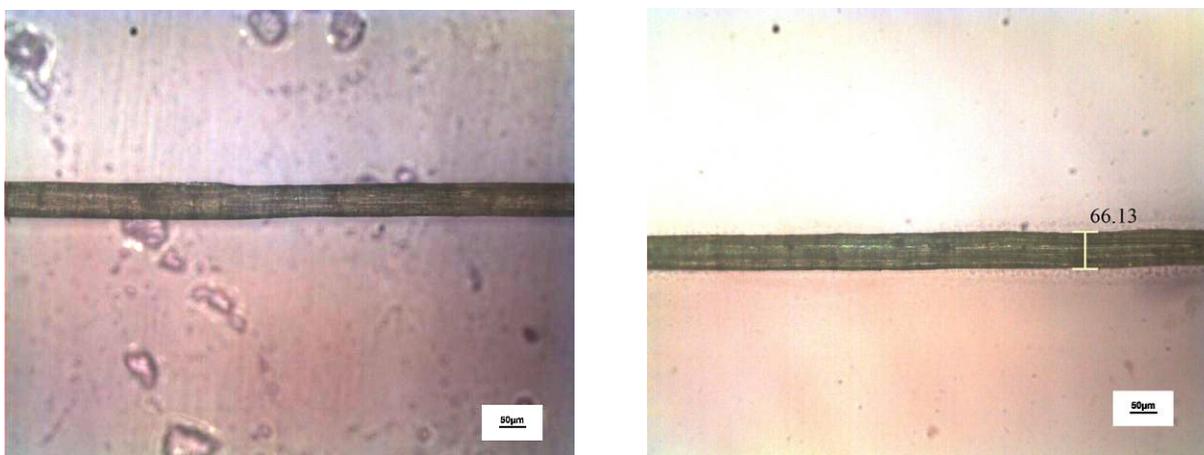
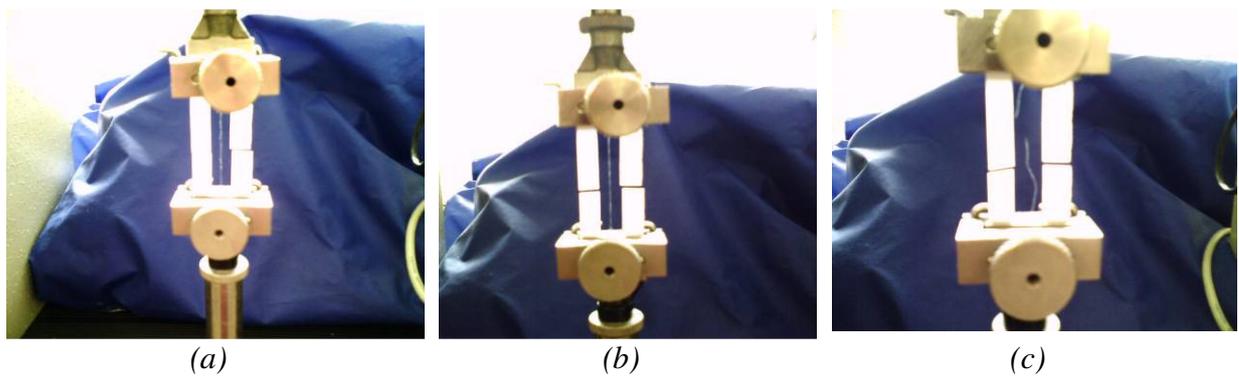


Figura 16 – Fotomicrografias de monofilamentos sendo avaliados quanto ao diâmetro médio (aumento de 100×).

O ensaio de tração foi realizado seguindo os procedimentos recomendados pela norma ASTM D3822 <sup>[37]</sup>, em uma Máquina Universal de Ensaio (MUE) da marca Emic, modelo DL2000 e célula de carga de 50 kgf. A velocidade de ensaio foi de 3 mm/min. Após a fixação das máscaras nas garras especiais, as amostras foram submetidas a uma pequena pré-tensão e

as laterais da máscara foram cortadas antes do início do ensaio, conforme ilustrado na figura 17.



*Figura 17 – Ensaio de tração de um monofilamento: (a) pré-tensão e corte da máscara, (b) carregamento e (c) ruptura.*

### 3.2.5 Preparação dos Corpos-de-prova de Resina Epóxi

A resina foi preparada com a mistura da resina com o agente de cura na proporção 2:1 em massa (indicada pelo fornecedor do material). Inicialmente, a resina foi colocada em um balão volumétrico, sob vácuo, com agitação constante de 30 rpm e aquecida a 50°C com auxílio de manta térmica (figura 18). Este procedimento foi adotado para eliminação do excesso de vazios presentes.



*Figura 18 – Preparação da resina epóxi: aquecimento e vácuo para eliminação de bolhas.*

Posteriormente, a resina foi resfriada para que o agente de cura pudesse ser adicionado e homogeneizado por cinco minutos, sem que houvesse um processo de cura acentuado durante a agitação (figura 19).



*Figura 19 – Preparação da resina epóxi: o resfriamento foi efetuado antes da adição do agente de cura para prevenir processo de cura acentuada na mistura.*

A resina então foi vazada em moldes com o formato final dos corpos-de-prova para os ensaios de tração, flexão e DMTA (figura 20).



(a)



(b)

*Figura 20 – Moldes de silicone para a preparação dos corpos-de-prova de (a) tração e (b) DMTA.*

Após 24h, os corpos-de-prova foram desmoldados e colocados em estufa a 100°C durante 90min. Finalmente, os corpos-de-prova foram acabados usando-se lixas com granulações de 120 a 600 mesh.

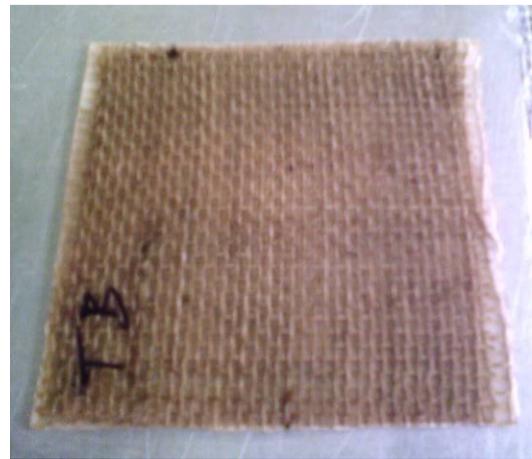
A elaboração da resina para produção dos compósitos seguiu a mesma metodologia.

### 3.2.6 Produção dos Compósitos

Após a preparação da resina, iniciou-se o processo de laminação manual. Primeiramente aplicou-se óleo de silicone sobre chapas de aço galvanizado (para facilitar a extração do compósito após a cura) e posteriormente foi aplicada uma fina camada de resina. Em seguida, adicionou-se a primeira camada do tecido de juta, impregnando-a posteriormente com resina, com auxílio de pincel e rolo de laminação para evitar bolhas. O processo foi repetido para a segunda camada de tecido. O material foi então coberto com uma segunda placa de aço e colocado sob pressão inicial de  $2 \text{ N/mm}^2$  em prensa hidráulica, por 24h. Após a etapa de cura, os compósitos foram submetidos ao tratamento de pós-cura em estufa, a  $100^\circ\text{C}$  por 90min (figura 21).



(a)



(b)

*Figura 21 – Processo de obtenção de compósito por laminação. Após a laminação em camadas, o material é curado sob pressão por 24h (a). Após, é feita a pós-cura e acabamento final (b).*

As amostras foram extraídas das placas de compósito com auxílio de equipamento de corte Isomet 1000. Para o acabamento, utilizou-se uma lixadeira Aratec, com lixas 120 e 600 mesh (figura 22).

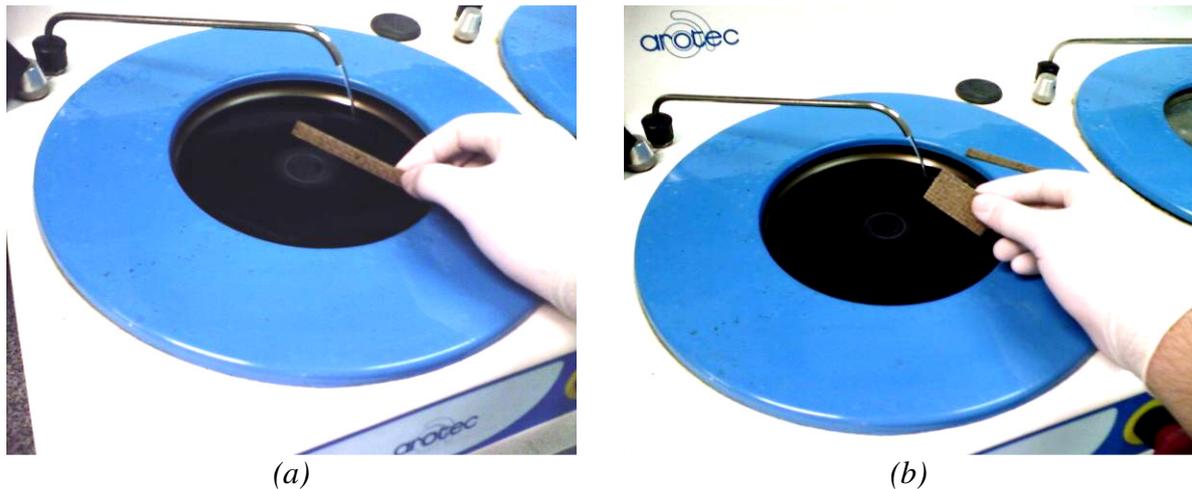


Figura 22 – Corte e acabamento dos corpos-de-prova de tração (a) e flexão (b).

### 3.2.7 Determinação das Frações Volumétricas

De acordo com a lei das misturas, a densidade de um compósito é dada pelo somatório do produto das densidades pelas frações volumétricas de cada constituinte, conforme demonstrado pela equação a seguir:

$$\rho_c = \rho_f v_f + \rho_m v_m \quad (1)$$

Onde  $\rho_c$  representa a densidade do compósito, e  $\rho_m$  e  $\rho_f$  representam as densidades da matriz e fibra, respectivamente. Da mesma forma,  $v_m$  e  $v_f$  representam as frações volumétricas das fases matriz e fibra.

Uma vez que a densidade é dada pela razão entre a massa e o volume do material, para a determinação das frações volumétricas de fibra e matriz no compósito foi necessário determinar suas respectivas massas e densidades.

A massa específica dos constituintes do compósito foi medida usando-se um balão volumétrico de 1000 ml (1000 cm<sup>3</sup>) e uma balança centesimal da marca Metler Toledo, modelo PG5002-S. Primeiramente, calculou-se a densidade da água destilada para verificar a precisão do método, e o valor obtido foi de 0,99 g/cm<sup>3</sup>. Em seguida, uma pequena quantidade de tecido de juta de massa conhecida foi adicionada no balão seco, o qual foi preenchido com água até a marca dos 1000 ml. Mediu-se a massa da água adicionada e, usando a densidade calculada anteriormente, foi obtido o seu volume. Como o volume ocupado pela água e pelas fibras era conhecido (1000 cm<sup>3</sup>), então, descontando-se o volume da água, se obteve o volume das fibras. Como já se conhecia a massa da fibra, a sua densidade foi calculada dividindo-se a massa pelo volume. Esse procedimento foi feito três vezes para cada tipo de fibra, para se obter a densidade média.

### 3.2.8 Ensaios Mecânicos

#### 3.2.8.1 Ensaio de Tração

Os ensaios de tração para os corpos-de-prova de resina pura e dos compósitos foram feitos de acordo com as normas ASTM D638 <sup>[38]</sup> e ASTM D3039M <sup>[39]</sup>, respectivamente. Para os compósitos, foram produzidos corpos-de-prova retangulares com dimensões de 110×10×1,3 mm. Foi utilizada uma Máquina Universal de Ensaio (MUE) da marca Emic, modelo DL2000 e célula de carga de 2t. A velocidade de ensaio foi de 3 mm/min para todos os ensaios, e utilizou-se um extensômetro eletrônico diferencial da marca Emic, modelo EE04, para possibilitar a medição da deformação específica ( $\epsilon$ ) e do módulo elástico (E). A figura 23 ilustra a execução de um ensaio em corpo-de-prova de um compósito.



Figura 23 – Execução de ensaio de tração em compósitos.

#### 3.2.8.2 Ensaio de Flexão

Para avaliar a resistência à flexão dos materiais, procedeu-se o ensaio de flexão a três pontos nos compósitos e na resina, de acordo com a norma ASTM 790 <sup>[40]</sup>. Foram produzidos corpos-de-prova retangulares com dimensões de 50×25×1,3 mm e foi utilizada uma distância entre pontos de 30mm e uma velocidade de ensaio de 5 mm/min (figura 24).

A resistência à flexão e o módulo elástico flexural foram calculados a partir das equações a seguir.

$$\sigma_{\max} = \frac{3F_{\max}L}{bh^3} \quad (2)$$

$$E_f = \frac{mL^3}{4bh^3} \quad (3)$$

Onde  $F_{\max}$  representa a força máxima na ruptura,  $L$  a distância entre os apoios,  $b$  a largura do corpo-de-prova,  $h$  a espessura e  $m$  a inclinação da reta na porção elástica da curva carregamento-deflexão.



Figura 24 – Execução do ensaio de flexão a três pontos nos compósitos.

### 3.2.9 Microscopia

#### 3.2.9.1 Microscopia Óptica

A técnica de microscopia óptica de luz transmitida foi empregada para possibilitar a determinação do diâmetro médio dos monofilamentos submetidos ao ensaio de tração. Foi utilizado um microscópio Leica DMLM, localizado no Laboratório de Projeto e Fabricação de Componentes de Plástico Injetados (CIMJECT), Departamento de Engenharia Mecânica da UFSC.

#### 3.2.9.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

A técnica de microscopia eletrônica de varredura é extremamente versátil e permite efetuar uma análise superficial bastante pormenorizada. Um feixe de elétrons é direcionado sobre a amostra, e a imagem é formada coletando-se sinais em função da posição do feixe sobre a amostra. Estes sinais são resultados, principalmente, da emissão de elétrons secundários, elétrons retro espalhados e raios-X<sup>[41]</sup>.

Neste trabalho utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca Jeol, modelo JSM-6390LV, com fonte de elétrons de tungstênio e detector de elétrons secundários, localizado no Laboratório Central de Microscopia Eletrônica da UFSC.

Para tornar as amostras eletronicamente condutoras, efetuou-se recobrimento com uma fina camada de ouro, num metalizador modelo D2 *Diod Sputtering System*, fabricado pela ISI (International Scientific Instruments), localizado no Laboratório de Materiais, do Departamento de Engenharia Mecânica da UFSC.

Inicialmente o MEV foi utilizado para avaliar aspectos topográficos das fibras tratadas quimicamente. Após a validação do tratamento de superfície (contígua a ensaios complementares), efetuou-se uma análise fractográfica dos compósitos fraturados, a fim de verificar interação fibra/matriz e mecanismos de fratura.

### **3.2.10 Ensaio Termodinâmico-Mecânico**

A técnica de análise termodinâmico-mecânica DMTA (*dynamic mechanical thermal analysis*) é utilizada para verificar respostas viscoelásticas de materiais quando submetidos a esforços ou deformações cíclicas constantes, em uma faixa específica de temperatura (ou isotermas). É possível verificar o módulo de perda ( $E''$ ), que corresponde à energia dissipada como calor em cada ciclo, o módulo de armazenamento ( $E'$ ), que é a energia armazenada em cada ciclo e a razão entre estas propriedades, chamada de  $\tan\delta$ . O valor de  $\tan\delta$  indica o quão distante um material está do comportamento elástico ideal. Quanto maior o valor de  $\tan\delta$ , mais energia o material dissipa em forma de calor, enquanto que zero seria o valor para um material elástico ideal. Esta técnica é muito sensível às transformações que ocorrem em nível molecular, sendo capaz de detectar movimentos significativos, como a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ), assim como movimentos mais discretos como relaxações secundárias [42].

Para os ensaios de DMTA foram confeccionados corpos-de-prova retangulares nas dimensões: 35,0×5,0×1,4 mm. O equipamento utilizado para a análise foi um TA DMA800, localizado no Laboratório de Projeto e Fabricação de Componentes de Plástico Injetados (CIMJECT), Departamento de Engenharia Mecânica da UFSC. O ensaio foi conduzido no modo multi frequência-deformação, a uma frequência de 1Hz e com deformação relativa à área útil igual à 0,6%. O procedimento adotado foi de aquecer e manter por 3min a temperatura de 30°C e subsequente rampa de aquecimento até 250°C, a uma taxa de 3° C/min.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

#### 4.1.1 Resina Epóxi

Observando-se o espectro de infravermelho da resina epóxi, sem agente de cura, figura 25, nota-se a presença de uma banda em  $3520\text{ cm}^{-1}$ , que pode ser atribuída à absorção da vibração da hidroxila (-O-H). A banda  $3054\text{ cm}^{-1}$  é característica do estiramento da ligação C-H de anel aromático e bandas de absorção da vibração de deformação de C-H alifático podem ser observadas em  $2968$ ,  $2929$  e  $2874\text{ cm}^{-1}$ .

As bandas em  $1607$  e  $1509\text{ cm}^{-1}$  são referentes ao estiramento da ligação C-C de anel aromático e, em  $1386\text{ cm}^{-1}$ , à absorção que pode ser atribuída ao grupo metila (-CH<sub>3</sub>). Também é possível observar a presença da banda em  $1245\text{ cm}^{-1}$ , que pode ser atribuída ao grupo éter (-C-O-C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>-). Em  $833\text{ cm}^{-1}$ , há presença da banda de absorção referente à deformação angular fora do plano das ligações C-H, que pode ser atribuída ao anel p-dissubstituído.

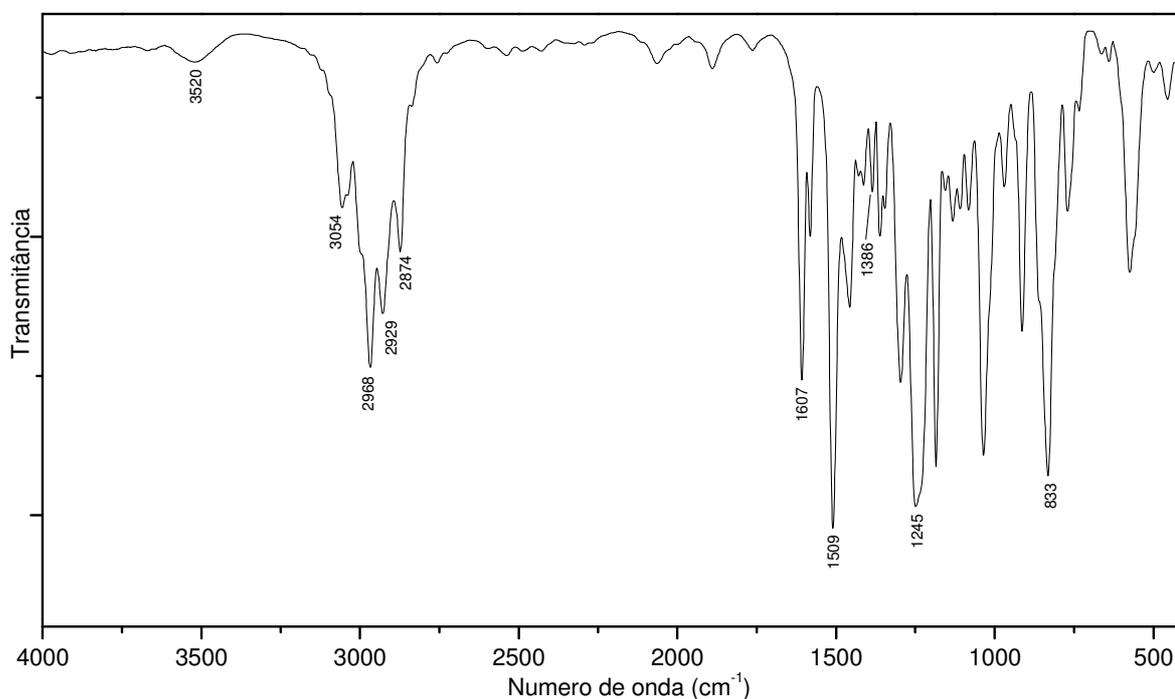
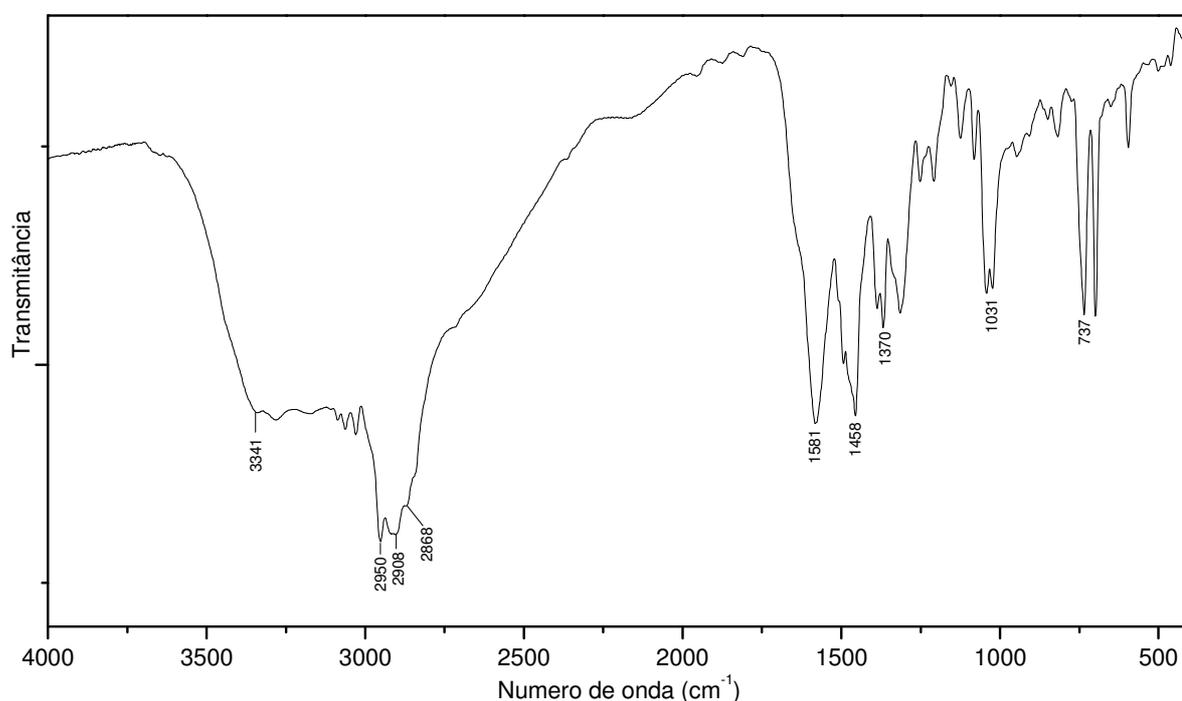


Figura 25 – Espectro de infravermelho da resina epóxi (sem agente de cura).

A figura 26 apresenta o espectro de infravermelho do agente de cura utilizado neste trabalho. As bandas em 3341, 1581 e 1031  $\text{cm}^{-1}$  podem ser atribuídas à vibração de deformação axial da amina secundária, deformação angular do grupo N-H e estiramento C-N de amina alifática, respectivamente [43].

Nota-se ainda bandas em 2950, 2908 e 2868  $\text{cm}^{-1}$ , referentes à deformação axial de C-H alifático, e em 1458 e 1370  $\text{cm}^{-1}$  atribuídas à deformação angular assimétrica e simétrica do grupo  $-\text{CH}_3$ , respectivamente. A banda proveniente da deformação angular assimétrica no plano do grupo metileno ( $\text{CH}_2$ ) é evidenciada em 737  $\text{cm}^{-1}$ .



*Figura 26 – Espectro de infravermelho do agente de cura da resina epóxi.*

Os espectros apresentados pela resina epóxi utilizada neste trabalho e pelo agente de cura sugerem que a estrutura deriva de compostos aromáticos (como bisfenol A) e de compostos a base de amina, respectivamente, resultado este que corrobora com trabalho anterior, que utilizou o mesmo material [43].

## 4.1.2 Fibras de Juta

### 4.1.2.1 Tratamento Alcalino

O tratamento em solução de NaOH promove a retirada parcial da hemicelulose e lignina, como também resíduos remanescentes do processo de fabricação e manuseio, além de gerar uma superfície de maior rugosidade nas fibras, auxiliando o mecanismo de adesão mecânica com a resina. Já o tratamento de silanização visa uma modificação química da superfície da fibra, gerando grupos organo-funcionais, os quais devem interagir com a resina durante o processo de cura.

A figura 27 apresenta os espectros de infravermelho das fibras sem tratamento de superfície (a), com tratamentos alcalino (b) e alcalino/silano (c). As bandas de absorção em torno de 3418, 2921 e 2847  $\text{cm}^{-1}$  podem ser relacionadas ao estiramento de grupos OH e C-H alifático dos grupos metila e metileno, respectivamente. Estão relacionadas à lignina as bandas em 1639. Em 1504  $\text{cm}^{-1}$  as bandas referentes ao estiramento da ligação C-C no anel aromático e 1458  $\text{cm}^{-1}$  à deformação assimétrica do grupo metila. Em 1158  $\text{cm}^{-1}$  observam-se bandas do grupo C-O-C, da celulose.

Estas bandas citadas anteriormente são observadas em todos os espectros das fibras. Entretanto, pode-se notar que as fibras tratadas superficialmente com hidróxido de sódio não apresentam a banda em 1738  $\text{cm}^{-1}$ , que é atribuída ao estiramento do C=O da hemicelulose. Este fato era esperado, uma vez que a hemicelulose é solúvel mesmo a baixas concentrações de álcalis, fazendo com que a mesma seja parcialmente removida da fibra.

Por outro lado, nos espectros de infravermelho das amostras tratadas com agente silano não foi possível identificar a presença de bandas características referentes aos grupos silanóis. Este fato ocorre uma vez que as bandas de agentes silanos, como por exemplo SiO, grupos epóxi, CH<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>, etc., estão sobrepostas às bandas da fibra de juta.

A figura 28 apresenta os espectros de infravermelho do agente silano, da fibra tratada somente com este agente e da fibra sem tratamento. As bandas de absorção em torno de 3371, 2934 e 2875  $\text{cm}^{-1}$  podem ser relacionadas ao estiramento de grupos OH e C-H alifático dos grupos metila e metileno, respectivamente. Estão relacionadas à carbonila do grupo éster as bandas em 1727  $\text{cm}^{-1}$ . Em 1110  $\text{cm}^{-1}$  observam-se bandas referentes aos grupos Si-O-Si. Em 918  $\text{cm}^{-1}$  observam-se bandas de grupos epóxi e as bandas em 789  $\text{cm}^{-1}$  e 694  $\text{cm}^{-1}$  são atribuídas à presença de ligações Si-C.

É importante ressaltar que a concentração deste agente na solução aplicada para o tratamento foi muito baixa, dificultando a identificação de suas bandas características.

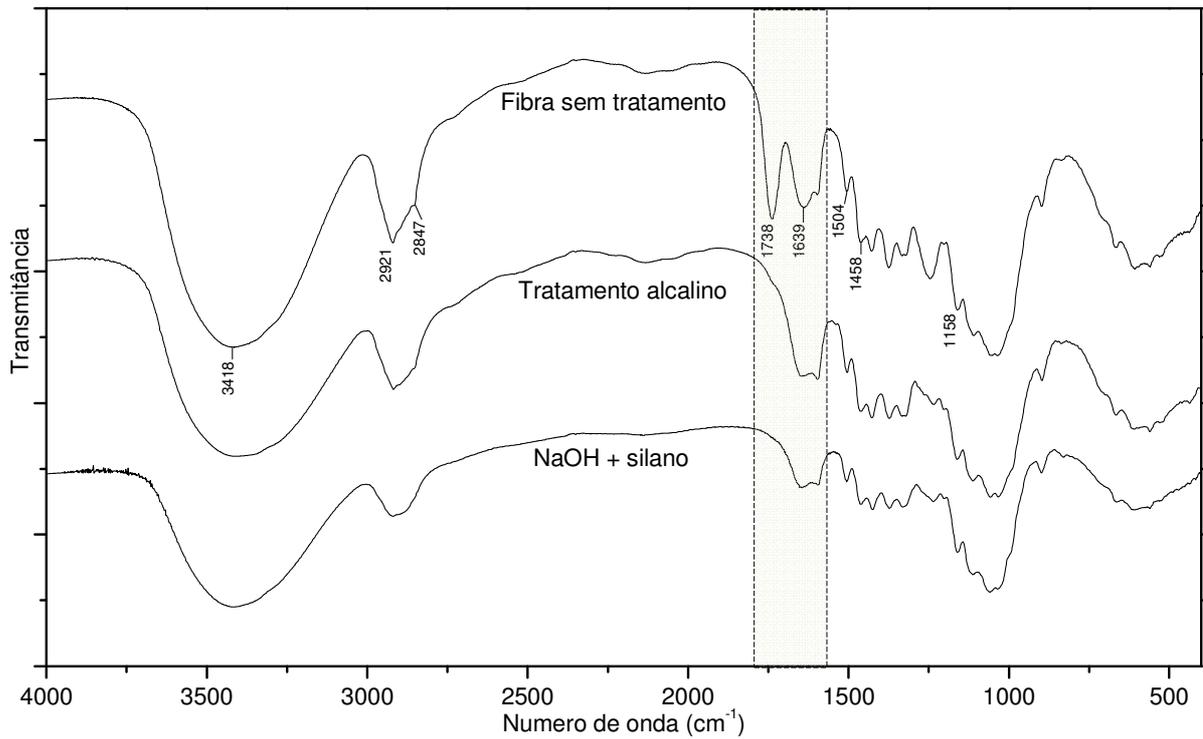


Figura 27 – Espectros de infravermelho das fibras sem tratamento, com tratamento alcalino e com tratamento alcalino e agente silano.

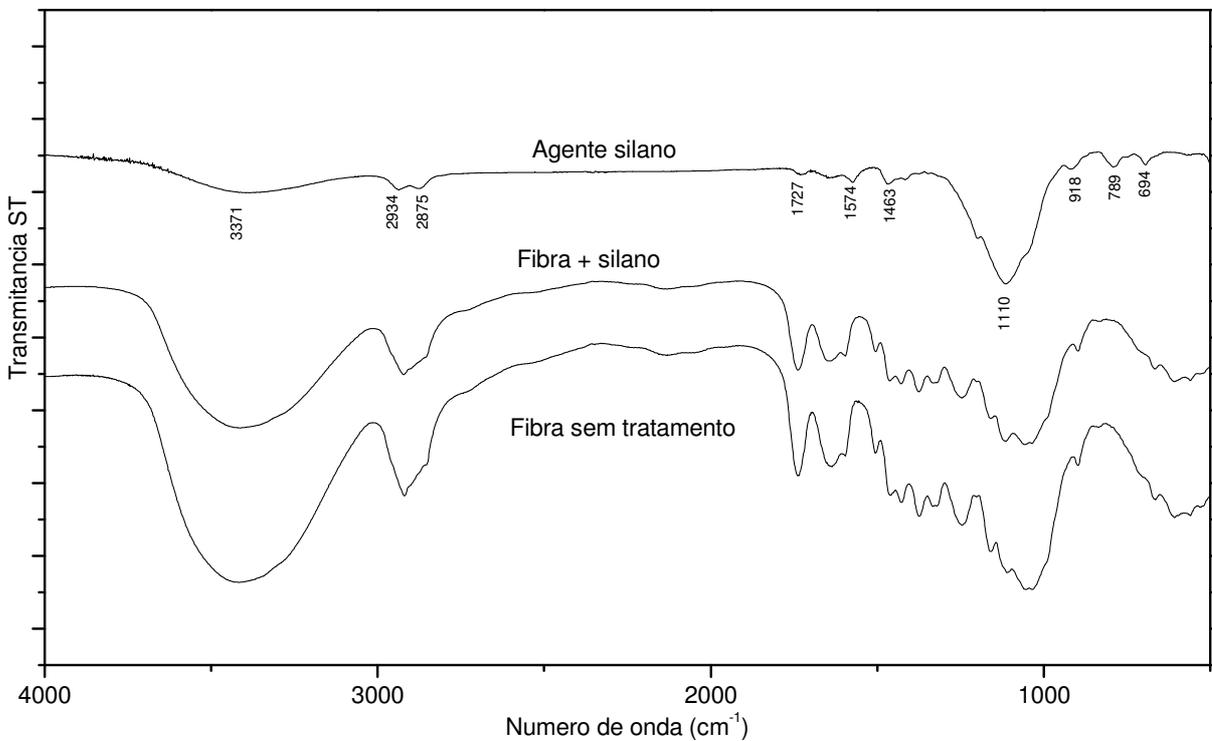
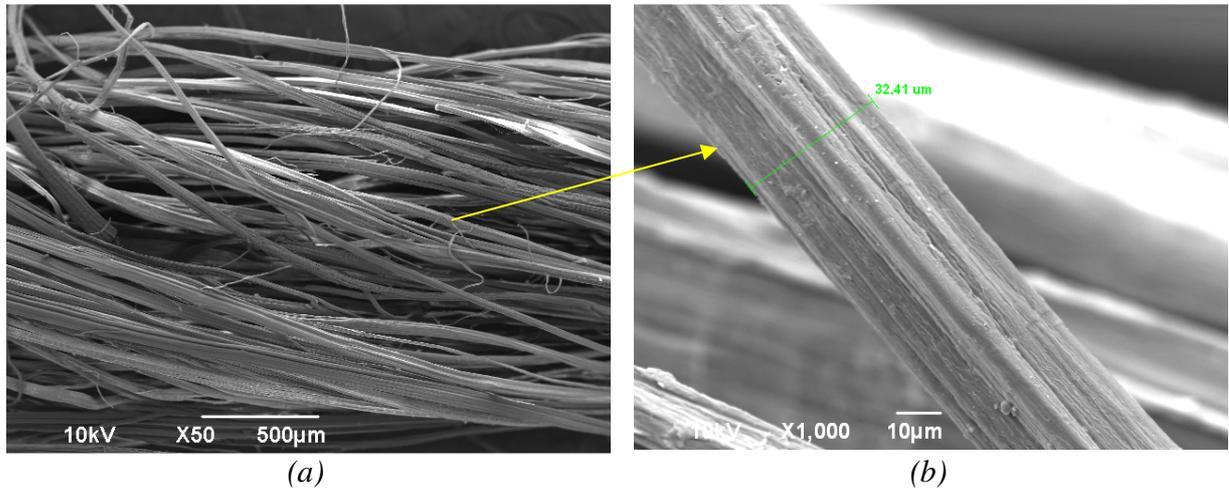


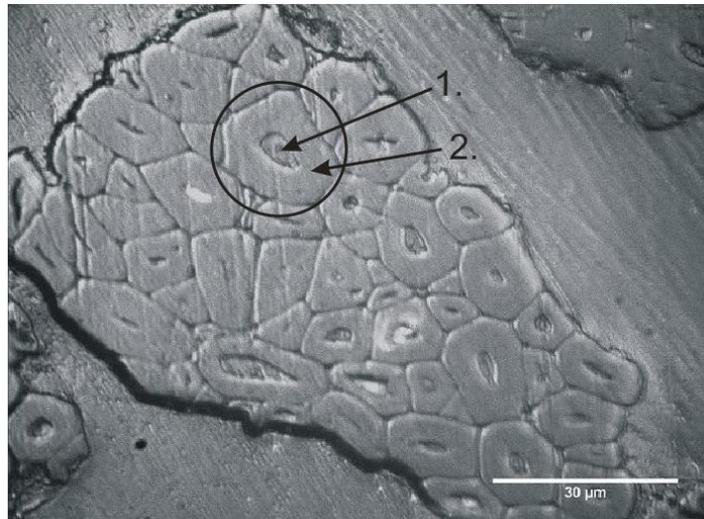
Figura 28 – Espectros de infravermelho do agente silano, da fibra de juta e da fibra submetida apenas ao tratamento de silanização.

A figura 29 ilustra um fio de juta sem tratamento de superfície. Conforme discutido na revisão bibliográfica, podemos notar que cada fio (figura 29a) é constituído de monofilamentos (figura 29b).



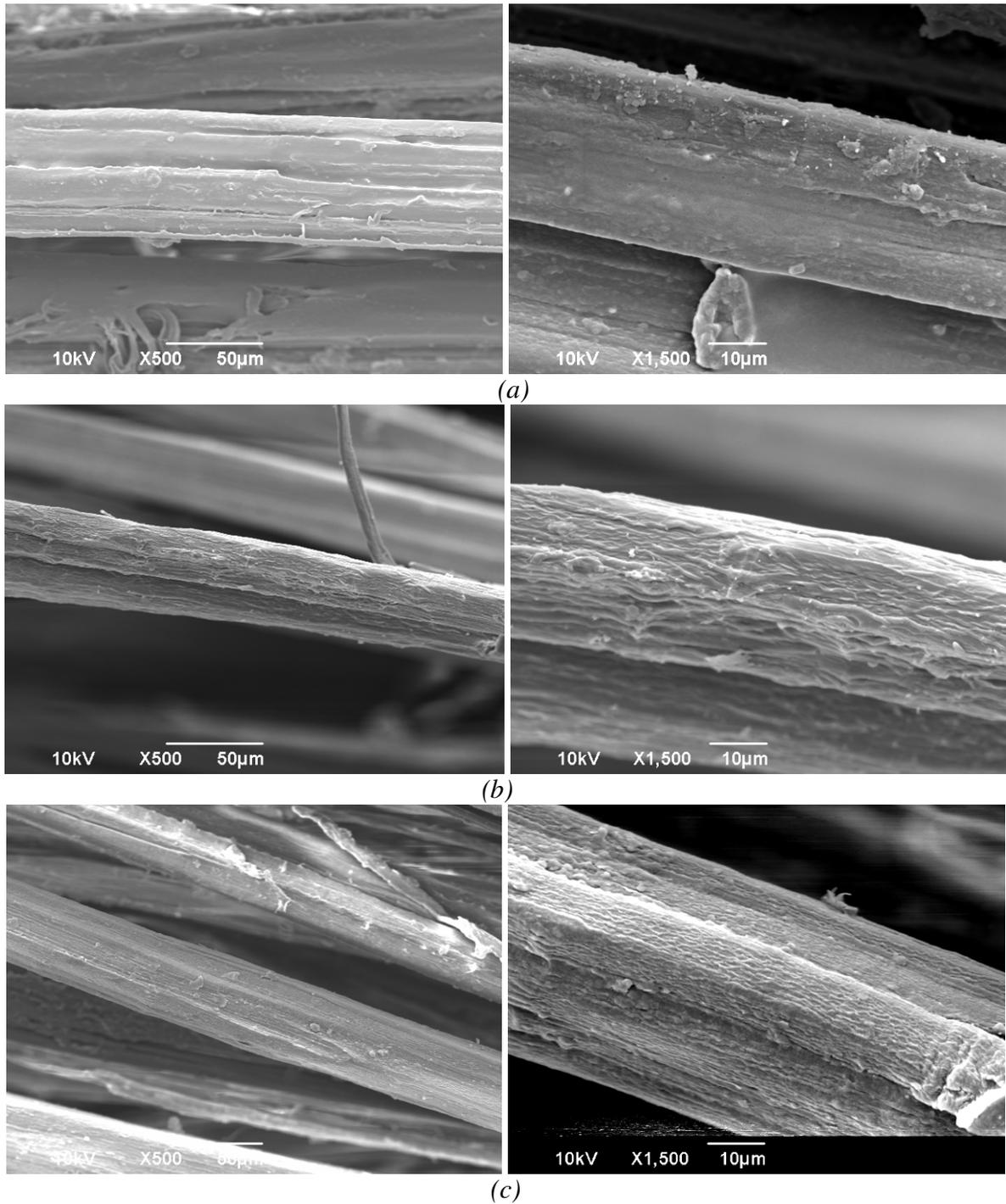
*Figura 29 – Micrografias eletrônicas de varredura de: (a) um fio de juta, (b) um monofilamento.*

Observa-se, a partir da figura 30, que um monofilamento é formado por várias microfibrilas, e cada uma possui lúmen e parede celular.



*Figura 30 - Micrografia óptica da seção transversal de uma monofilamento, evidenciando (1) lúmen e (2) parede da célula. (Micrografia da fibra utilizada neste trabalho, cedida gentilmente por Gabriel Norcia e Targa).*

A figura 31 ilustra aspectos topográficos dos monofilamentos sem tratamento de superfície (a), com tratamentos alcalino (b) e alcalino/silano (c). Nota-se que o tratamento alcalino aumentou a rugosidade dos monofilamentos quando comparados às fibras não tratadas, devido à remoção parcial da hemicelulose e lignina, como comentado anteriormente.



*Figura 31 – Micrografias superficiais dos monofilamentos (a) sem tratamento, (b) com tratamento alcalino e (c) com tratamento alcalino e agente silano.*

### 4.1.3 Resistência Mecânica dos Monofilamentos

#### 4.1.3.1 Determinação da Área da Seção Transversal dos Monofilamentos por MO

A figura 32 e a tabela IV apresentam os diâmetros médios dos monofilamentos para as fibras não tratadas e tratadas superficialmente. O tratamento estatístico de análise de variância (ANOVA) de fator único foi realizado para testar a hipótese de igualdade ou não entre os diâmetros das fibras não tratadas (ST) e tratadas com NaOH (N). O nível de significância utilizado foi de 5%, indicando que são considerados diferentes os grupos cuja significância seja inferior a este valor.

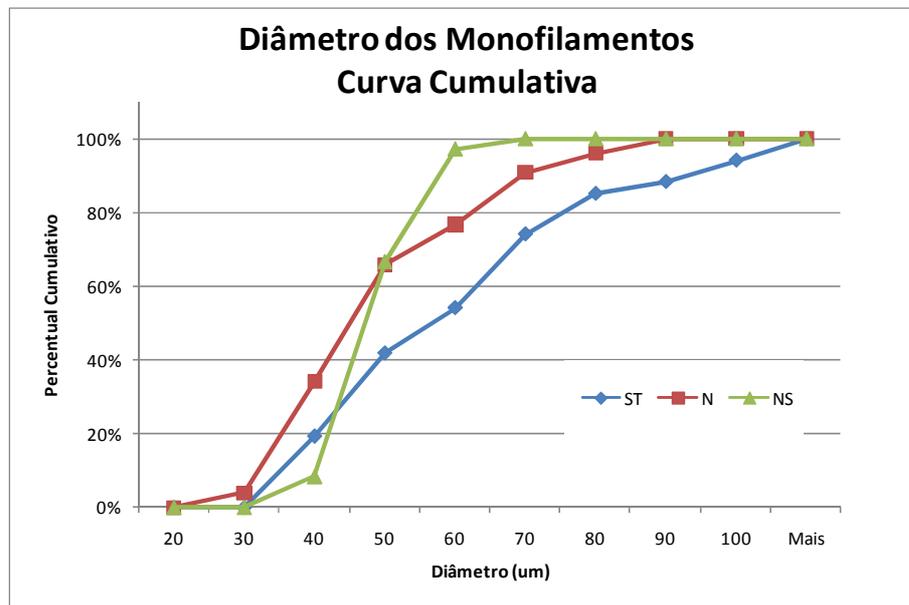


Figura 32 - Diâmetro médio de monofilamentos de fibra de juta.

Os resultados apontam que, com 95% de confiança, pode-se afirmar que as médias de ST e N não se equivalem. Observa-se uma redução do diâmetro médio de até 19% quando as fibras são submetidas ao tratamento alcalino, fato este que corrobora com as análises de infravermelho e MEV, os quais evidenciam uma modificação da superfície das fibras.

Tabela IV – Diâmetro médio dos monofilamentos de fibra de juta ( $\mu\text{m}$ ).

Diâmetro de Monofilamentos ( $\mu\text{m}$ )			
	ST	N	NS
<b>MÉDIA</b>	<b>59.39</b>	<b>48.17</b>	<b>46.76</b>
<b>DESVPAD</b>	<b>20.78</b>	<b>14.10</b>	<b>6.06</b>
<b>Variância</b>	<b>432</b>	<b>199</b>	<b>37</b>
<b>MÁXIMO</b>	115.14	89.04	62.33
<b>MÍNIMO</b>	30.44	25.81	32.74
<b>MEDIÇÕES</b>	155	155	36

As curvas de tensão em função da deformação dos monofilamentos estão apresentadas na figura 33. Estas curvas são representativas do comportamento das amostras ensaiadas. Pode-se observar que o tratamento de superfície não alterou significativamente o comportamento mecânico, apesar da remoção parcial da estrutura dos monofilamentos.

A tabela V mostra os valores de resistência à tração, módulo de elasticidade e deformação na ruptura dos monofilamentos. É importante destacar que o desvio padrão das propriedades, principalmente módulo de elasticidade, é grande. Este fato pode estar relacionado com: variação de propriedades intrínseca da fibra de juta, por ser um material de origem natural e a quantidade reduzida de amostras ensaiadas.

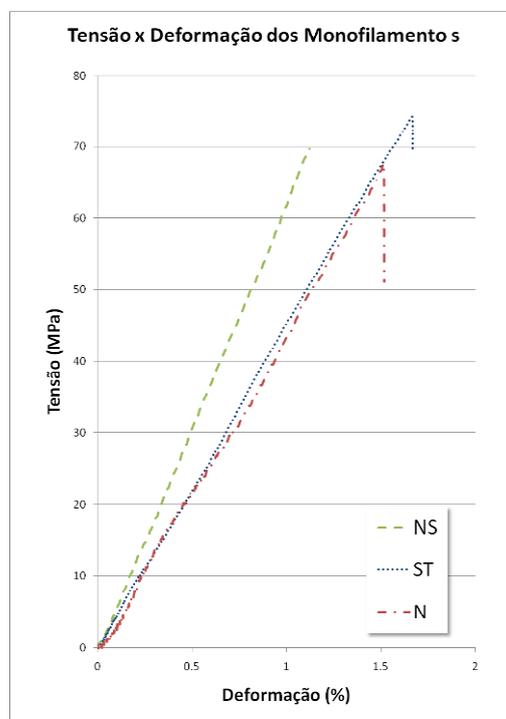


Figura 33 – Curvas representativas de resistência à tração dos monofilamentos.

Tabela V: Resultados de resistência à tração dos monofilamentos.

Tipo de fibra	Tensão de Ruptura (MPa)			Alongamento Ruptura (mm/mm)			Módulo Elástico (MPa)		
	Média	Desvio	Min-Máx	Média	Desvio	Min-Máx	Média	Desvio	Min-Máx
Fibra não tratada (ST)	<b>71.07</b>	16.27	54.93 - 92.39	<b>1.04</b>	0.39	0.38 - 1.62	<b>9362</b>	3352	5393 - 16109
Fibra tratada NaOH (N)	<b>70.17</b>	13.64	55.41 - 92.40	<b>1.24</b>	0.25	0.95 - 1.79	<b>9586</b>	3617	5274 - 12899
Fibra tratada NaOH + Silano (NS)	<b>69.16</b>	19.67	55.26 - 83.07	<b>0.79</b>	0.66	0.328 - 1.258	<b>10363</b>	3681	7395 - 15329

## 4.2 CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS

### 4.2.1 Resistência à Tração

Nas condições de fabricação dos compósitos em laboratório, a fração volumétrica máxima de fibra foi aproximadamente de 30%. Acima desta fração houve problemas durante o processamento em virtude da metodologia empregada na produção dos laminados, como por exemplo, dificuldade de impregnação da resina nas fibras, eliminação de vazios, acabamento superficial e, dependendo da força de compressão, maceração das fibras. Estes problemas devem-se ao tempo disponível para fabricação do compósito, que depende, principalmente, do ponto gel da resina. Contudo, segundo literatura, a fração volumétrica na qual são atingidas as melhores propriedades mecânicas de compósitos com fibra de juta é próxima a 30% [44-47].

As curvas tensão em função da deformação da resina epóxi e dos compósitos são apresentadas na figura 34. Estas curvas representam o comportamento característico das diversas amostras ensaiadas. As propriedades mecânicas de resistência à tração, módulo elástico e deformação longitudinal estão demonstradas na tabela VI.

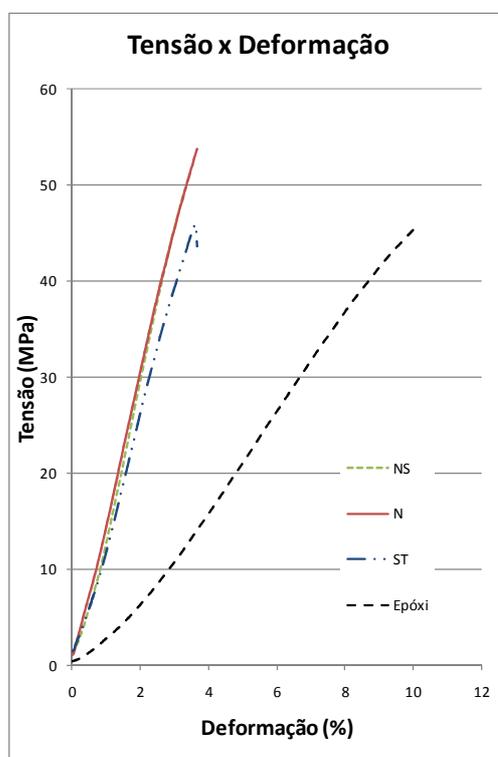


Figura 34 – Curvas da tensão em função da deformação obtidas nos ensaio de tração para resina epóxi e compósitos com fibra de juta sem tratamento (ST), tratadas com hidróxido de sódio(N) e tratadas com NaOH e agente silano (NS).

A resina epóxi apresentou um valor médio de resistência à tração de 43 MPa, similar aos valores reportados em literatura para resina de bisfenol A <sup>[48]</sup>. Entretanto, pode-se notar que os valores de módulo de elasticidade (0,5 GPa) e a deformação até a ruptura (12%) estão discrepantes aos reportados na literatura para este tipo de resina (tipicamente 2-3 GPa e 3-6%, respectivamente) <sup>[48]</sup>. Provavelmente isto pode ser atribuído à presença de umidade na resina (observada no espectro de infravermelho da figura 25), reduzindo a reatividade do grupo epóxi e o agente de cura pode ter reagido durante seu armazenamento.

Pode-se observar na tabela VI que a resistência à tração dos compósitos de fibra não tratada é semelhante à da resina pura enquanto que o módulo elástico é significativamente maior (178%).

Por outro lado, os laminados com tecido de juta tratados via NaOH apresentaram um aumento na resistência à tração e módulo elástico de até 16% e 196%, respectivamente, em relação à resina. Este fato comprova que com o tratamento alcalino há uma maior eficiência no mecanismo de transferência de tensão da matriz para as fibras. Pode-se inferir que o aumento da rugosidade superficial somado à maior concentração de grupos OH livres (provenientes da celulose) promovam, respectivamente, maior adesão mecânica e química. As propriedades mecânicas à tração para os compósitos com fibras tratadas com agente silano são superiores à resina pura e similares às aquelas tratadas por hidróxido de sódio.

*Tabela VI – Resultados do ensaio de tração da resina epóxi e compósitos com fibras tratadas e não tratadas.*

Material	Tensão de Ruptura (MPa)			Alongamento Ruptura (mm/mm)			Módulo Elástico (MPa)		
	Média	Desvio	Min-Máx	Média	Desvio	Min-Máx	Média	Desvio	Min-Máx
Epóxi	<b>43.50</b>	2.23	39.17 - 45.35	<b>13.66</b>	2.89	10.09 - 20.08	<b>555</b>	24	521 - 598
Compósito - fibra ST	<b>44.69</b>	2.38	40.73 - 47.35	<b>3.24</b>	0.29	2.86 - 3.62	<b>1587</b>	105	1357 - 1734
Compósito - fibra N	<b>51.35</b>	3.61	47.41 - 55.55	<b>3.42</b>	0.30	2.91 - 3.91	<b>1758</b>	38	1713 - 1797
Compósito - fibra NS	<b>49.82</b>	4.04	45.06 - 55.11	<b>3.19</b>	0.29	2.69 - 3.80	<b>1783</b>	152	1590 - 2021

#### 4.2.2 Resistência à Flexão

Os gráficos da tensão máxima e módulo elástico para o ensaio de flexão a três pontos são mostrados na figura 35. A resina epóxi apresentou valor médio de resistência à flexão de 165 MPa, condizente com valores reportados na literatura <sup>[48]</sup>. Entretanto, assim como

ocorrido no ensaio de tração, o módulo elástico apresentado pelo material está abaixo das referências bibliográficas.

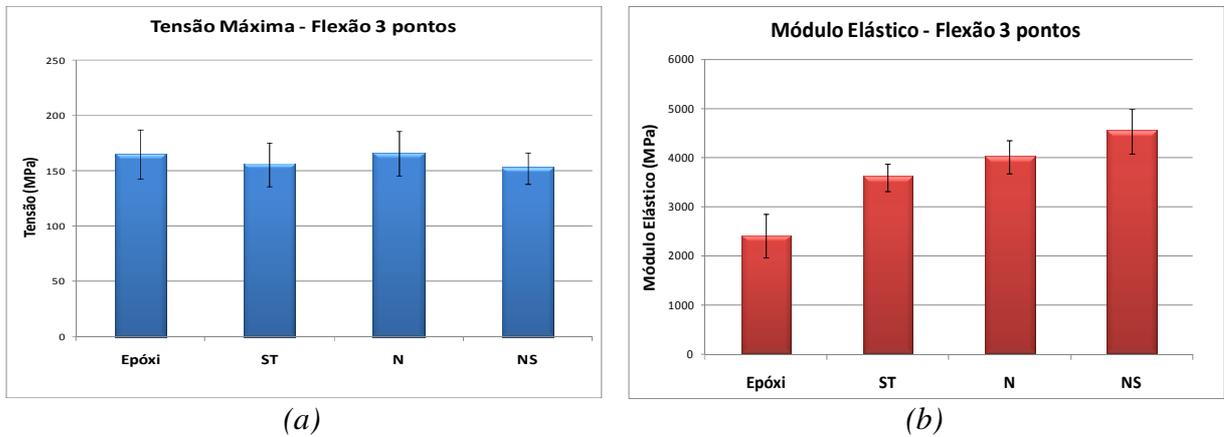


Figura 35 – Gráficos de (a) tensão máxima e (b) módulo elástico obtidos do ensaio de flexão para resina epóxi e compósitos com fibra de juta sem tratamento (ST), tratadas com hidróxido de sódio (N) e tratadas com NaOH e agente silano (NS).

Observa-se que os níveis de tensão máxima encontram-se no mesmo patamar para todas as amostras, enquanto que os módulos elásticos dos compósitos são substancialmente maiores do que o da resina pura. Ainda, nota-se um aumento no valor do módulo para os compósitos com fibras submetidas ao tratamento alcalino e agente silano. Este fato corrobora com os resultados encontrados para o ensaio de resistência à tração. A tabela VII apresenta resumidamente os resultados do ensaio de resistência à flexão.

Tabela VII - Resultados do ensaio de flexão a três pontos da resina epóxi e compósitos com fibras tratadas e não tratadas.

Material	Tensão Máxima (MPa)			Módulo Elástico (MPa)		
	Média	Desvio	Min-Máx	Média	Desvio	Min-Máx
Epóxi	<b>165.15</b>	22.27	143.18 - 191.67	<b>2404</b>	441	1851 - 2825
Compósito - fibra ST	<b>164.23</b>	13.21	148.29 - 183.38	<b>3681</b>	300	3123 - 4068
Compósito - fibra N	<b>173.66</b>	17.29	157.03 - 197.38	<b>4015</b>	334	3612 - 4445
Compósito - fibra NS	<b>156.13</b>	13.53	141.11 - 173.97	<b>4536</b>	455	4017 - 5287

### 4.2.3 Análise Termodinâmico-Mecânica

As curvas do módulo de armazenamento, módulo de perda e  $\tan\delta$  para a resina epóxi e os compósitos estão demonstradas na figura 36.

A resina epóxi mostrou uma diminuição do módulo de armazenamento com o aumento da temperatura, fato este esperado, uma vez que, em maiores temperaturas, ocorre perda de propriedades elásticas em relação às plásticas. Acima da temperatura de transição vítrea ( $T_g = 88\text{ }^\circ\text{C}$ ) tem-se uma matriz no estado borrachoso até a temperatura de  $173\text{ }^\circ\text{C}$ . Na faixa de temperatura de  $100$  a  $175\text{ }^\circ\text{C}$  é observado um incremento no módulo de armazenamento, que pode ser atribuído à pós-cura da resina. Este é um comportamento anômalo, pois a resina foi curada a temperatura ambiente por 24h e pós-curada a  $100\text{ }^\circ\text{C}$ , por 90min, conforme recomendado pelo fabricante.

Acima de  $175\text{ }^\circ\text{C}$ , ocorre a queda acentuada do módulo de armazenamento, onde se inicia, provavelmente, um fluxo viscoso, que pode ser atribuído à movimentação e/ou degradação das cadeias poliméricas. Estes resultados ratificam que a epóxi utilizada apresenta resultados atípicos, uma vez que, para resinas termofixas, acima da  $T_g$  não se espera uma queda acentuada no módulo, mas um patamar, similares aos apresentados pelos compósitos. Este fato justifica os baixos valores de módulos apresentados nos ensaio de tração e flexão, como também a alta deformação plástica da resina.

Os compósitos também apresentaram diminuição do módulo de armazenamento em função do aumento da temperatura. Porém, acima da temperatura de transição vítrea, tem-se uma matriz no estado borrachoso enquanto que as fibras restringem a movimentação molecular da resina, mantendo a rigidez do compósito. Desta forma, o efeito das fibras no módulo de armazenamento do compósito, na região borrachosa é superior do que para temperaturas abaixo a  $50\text{ }^\circ\text{C}$ .

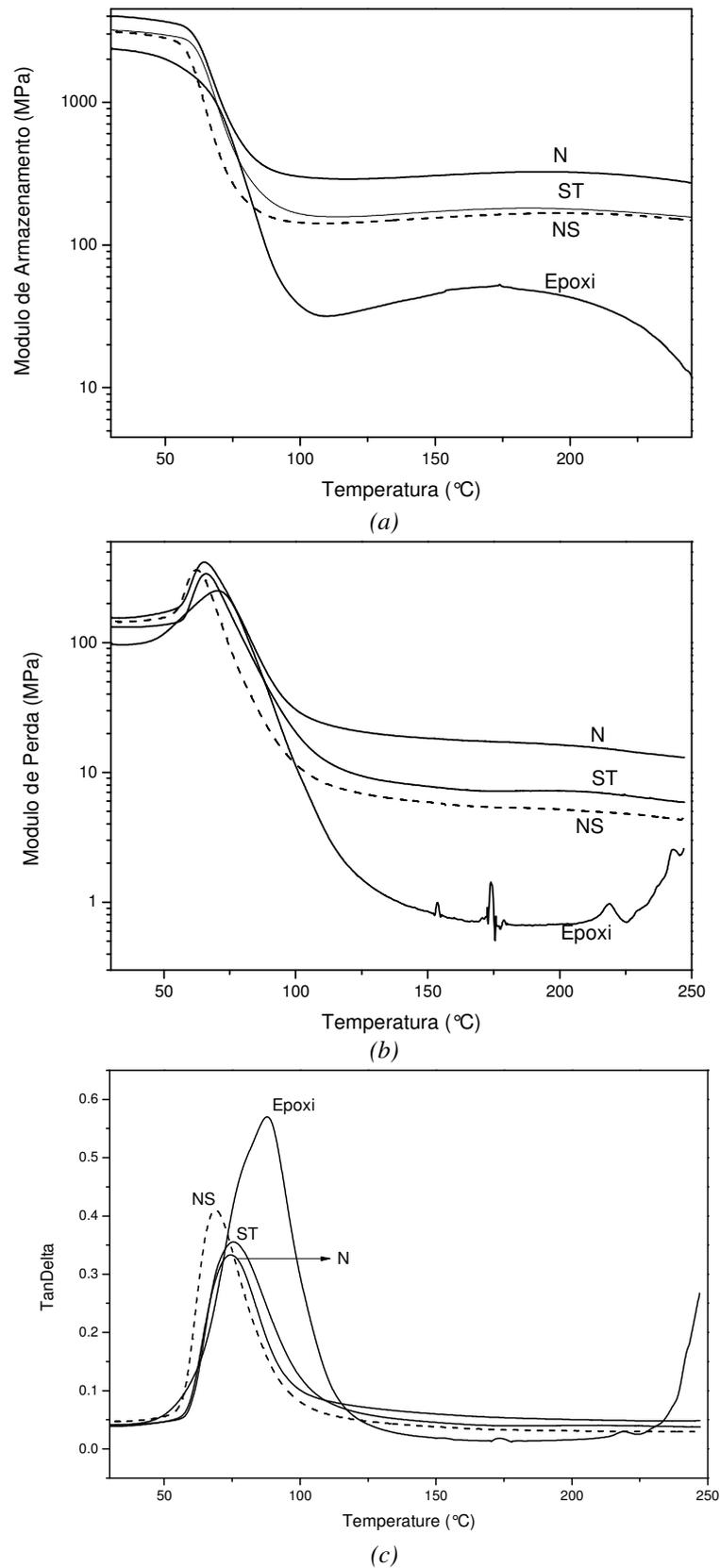


Figura 36 – (a) Módulo de armazenamento, (b) Módulo de perda e (c)  $\tan\delta$ , em função da temperatura, para a resina epóxi e compósitos com fibra de juta. Os compósitos são identificados pela condição da fibra não tratada (ST), tratada via NaOH (N) ou tratada com NaOH e agente silano (NS).

Nas figuras 36a e 36c observa-se um aumento do módulo de armazenamento, como também a redução do amortecimento (valor da tangente de perda) ( $E''/E'$ ) com a adição das fibras. Este fato era esperado, uma vez que a incorporação de fibras na matriz restringe a movimentação das cadeias moleculares localizadas na região interfacial, promovendo um material com maior rigidez. A diminuição da mobilidade das cadeias poliméricas da matriz pode também ocorrer devido à diferença entre os coeficientes de expansão térmica dos constituintes do compósito [49].

A análise comparativa das curvas de  $\tan\delta$  em função da temperatura para amostras dos compósitos com fibras tratadas via NaOH e sem tratamento evidencia menor nível de amortecimento. Este fato sugere que o tratamento alcalino incrementa as interações interfaciais entre fibra e matriz, reduzindo assim movimentação molecular localizadas nesta região. Entretanto, isto não é observado para os compósitos com as fibras submetidas ao tratamento de NaOH e silano.

Além disso, é possível observar a diminuição da temperatura de transição vítrea dos compósitos estudados quando comparados com a resina epóxi, conforme a tabela VIII. Esperava-se um aumento da  $T_g$  com a adição das fibras devido à restrição de movimentação molecular na interface fibra/matriz.

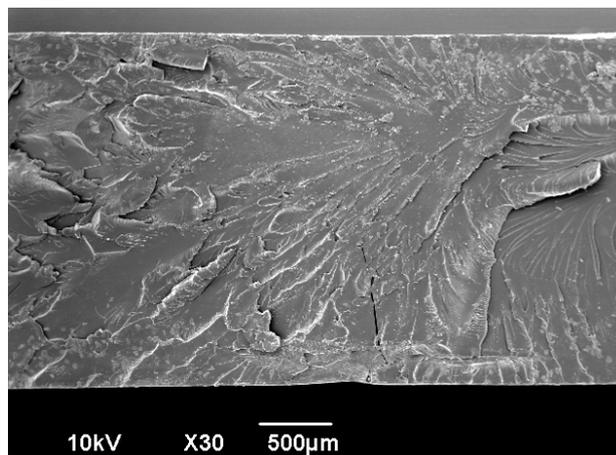
O decréscimo da  $T_g$  da matriz dos compósitos pode ser atribuída à umidade absorvida pelas fibras ou, no caso dos compósitos com fibras tratadas, devido ao resíduo de hidróxido de sódio do tratamento (grupos hidroxila), que atuam como agente plastificante [49,50]. Esta redução é mais acentuada para os compósitos com fibras tratadas com silano, devido provavelmente às espécies de baixa massa molar, tais como álcoois e água que também atuam como agente plastificante na região interfacial.

*Tabela VIII – Valores da temperatura de transição vítrea, intensidade de  $\tan\delta$  e módulo de armazenamento para a resina epóxi e cada um dos compósitos com fibra de juta.*

	$T_g$ (°C)	$\tan\delta$	$E'$ a 30°C (GPa)
<i>Epóxi</i>	88,0	0,57	2,3
<i>Compósito ST</i>	75,5	0,35	3,2
<i>Compósito N</i>	74,4	0,33	4,0
<i>Compósito NS</i>	68,7	0,41	3,1

#### 4.2.4 Análise Fractográfica

A figura 37 apresenta a micrografia da resina epóxi fraturada no ensaio de tração, onde se observa uma fratura aparentemente lisa em diferentes planos, indicando tratar-se de uma fratura frágil.



*Figura 37 – Micrografia de um corpo-de-prova de resina epóxi fraturado em ensaio de tração.*

As propriedades interfaciais dos compósitos baseados em fibras tratadas e não tratadas foram avaliadas qualitativamente a partir de amostras fraturadas no ensaio de tração e flexão. As micrografias de compósitos com fibras não tratadas foram utilizadas como padrão de comparação.

##### 4.2.4.1 Fractografia das Amostras de Tração

As figuras 38 a 40 mostram as superfícies de fratura dos compósitos com fibras não tratadas (ST), tratadas via hidróxido de sódio (N) e tratadas com NaOH e agente silano (NS), respectivamente, provenientes do ensaio de tração.

Observou-se que o compósito ST apresentou aglomeração de fibras em feixes, provocando má dispersão das fibras na matriz (figura 38a). Isto pode ser arrogado às ligações de hidrogênio formadas entre as fibras não tratadas e à grande diferença de caráter químico e físico entre estas fibras e a matriz <sup>[45,51]</sup>. Uma melhor dispersão foi observada para os compósitos N e NS, conforme ilustrado na figura 38b.

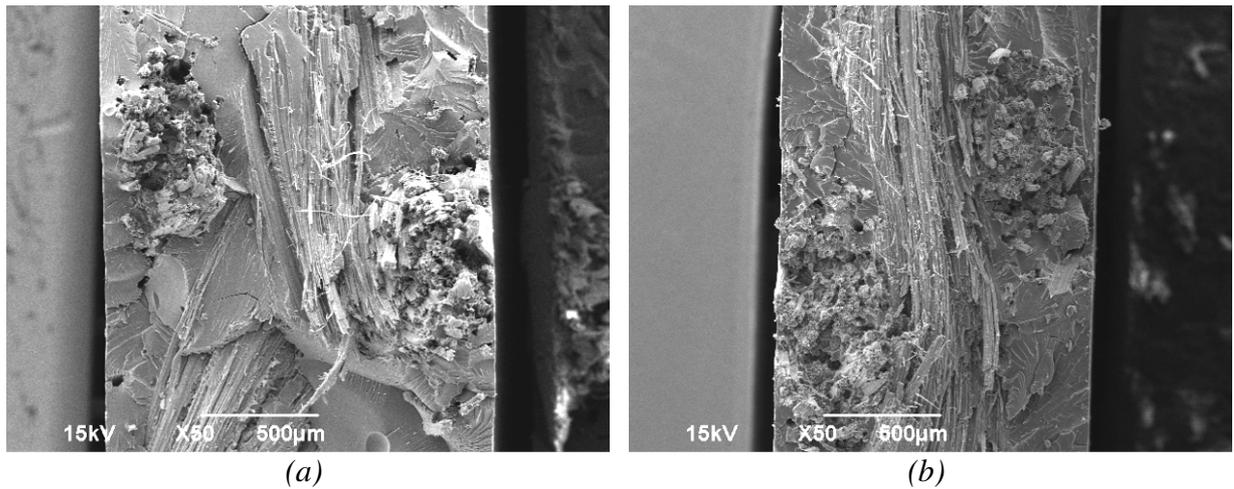


Figura 38 – Micrografia da superfície de fratura para (a) compósito ST e (b) compósito N.

Nota-se, a partir da figura 39, que houve uma maior quantidade de trabalho de *pull-out* nos compósitos ST, indicando uma adesão interfacial menor do que nos compósitos N e NS.

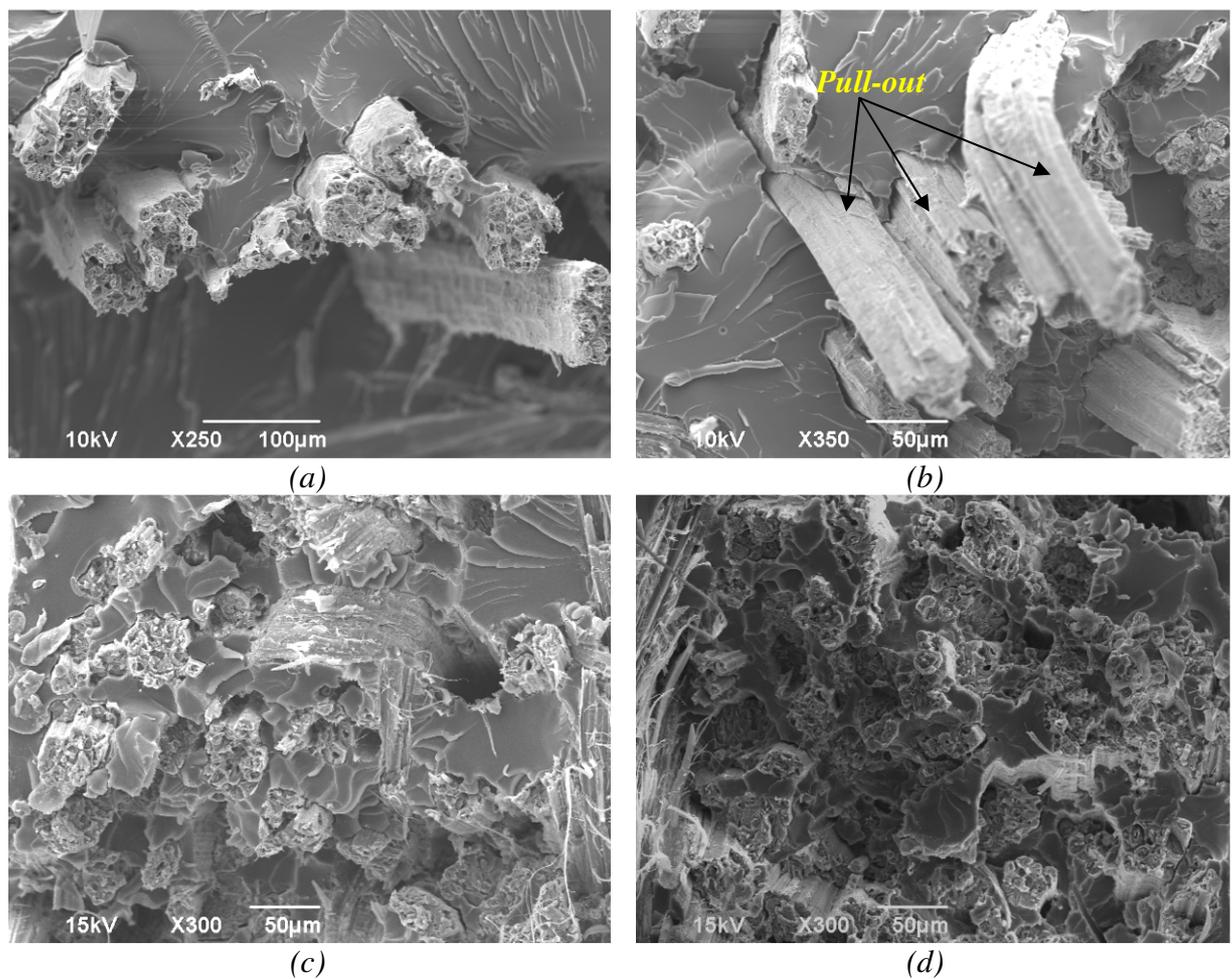
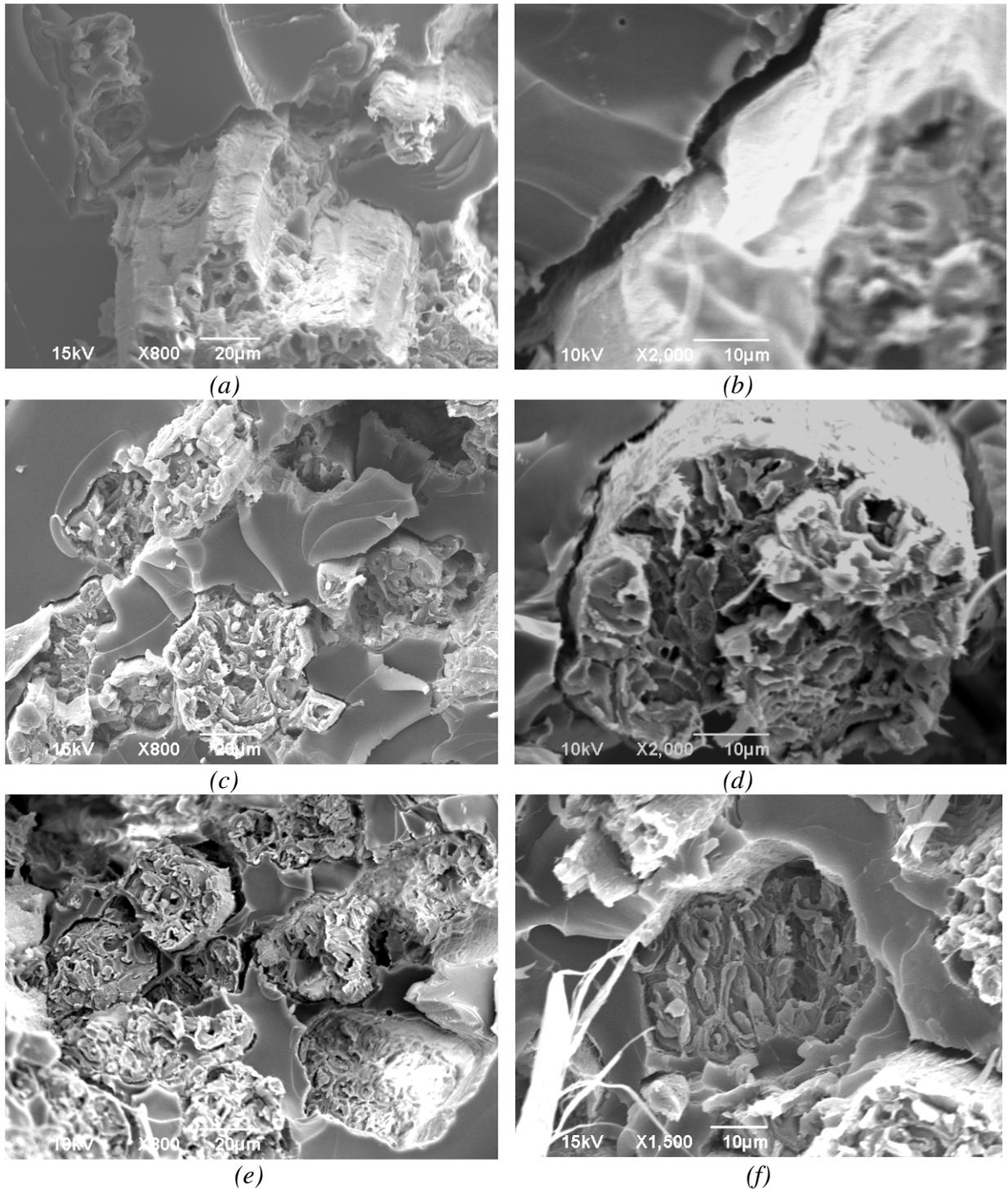


Figura 39 – MEV dos compósitos juta/epóxi do ensaio de tração – análise de *pull-out*. Compósito com fibras sem tratamento (a) e (b), com fibras tratadas com hidróxido de sódio (c) e com fibras tratadas via NaOH e agente silano (d).

Analisando a figura 40, observa-se uma interação interfacial entre as fibras e a matriz mais fraca para o compósito com fibra sem tratamento. Isto pode ser observado pela existência de vazios entre as fibras e a matriz, que aumenta a concentração de tensões locais, as quais contribuem para menor resistência mecânica, levando à falha prematura do compósito.

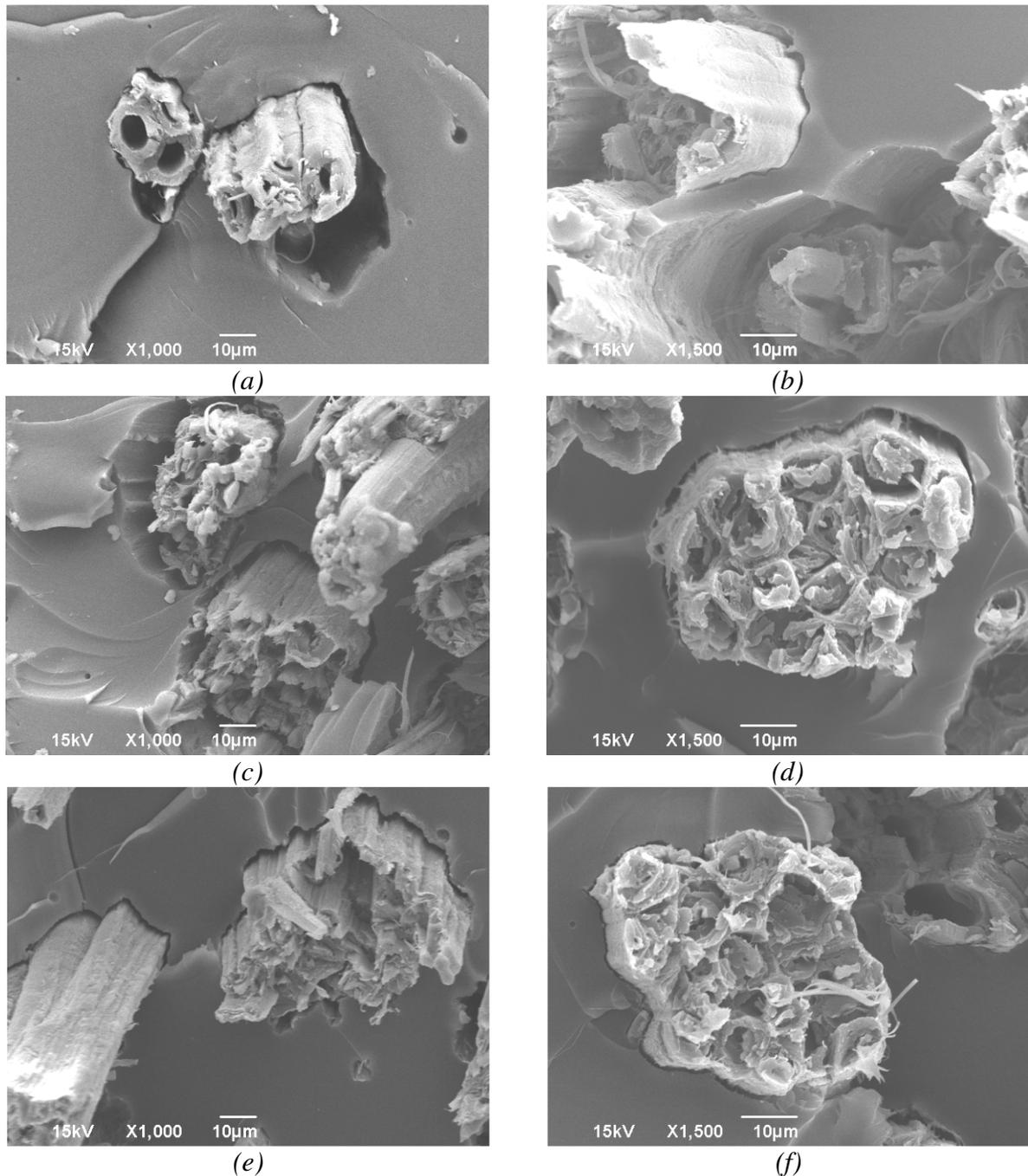


*Figura 40 – MEV dos compósitos juta/epóxi do ensaio de tração – análise da interface fibra/matriz. Compósito com fibras sem tratamento (a) e (b), com fibras tratadas com hidróxido de sódio (c) e (d) e com fibras tratadas via NaOH e agente silano (d) e (f).*

Nos compósitos com fibras tratadas há menos espaços vazios entre fibras e matriz, e a fratura ocorre, de maneira predominante, sem arrancamento de fibra, indicando maior adesão entre as fases presentes, que contribui para melhor transferência de tensão, resultando em melhores propriedades mecânicas em tração.

#### 4.2.4.2 *Fractografia das Amostras de Flexão*

A figura 41 ilustra as micrografias das amostras fraturadas no ensaio de flexão.



*Figura 41 – MEV dos compósitos juta/epóxi do ensaio de flexão – análise da interface fibra/matriz. Compósito com fibras sem tratamento (a) e (b), com fibras tratadas com hidróxido de sódio (c) e (d) e com fibras tratadas via NaOH e agente silano (d) e (f).*

Pode-se notar que, assim como as amostras provenientes do ensaio de tração, a adesão entre fibra/matriz nos compósitos com fibras tratadas é maior. Este fato justifica maior módulo de flexão apresentado para as amostras com fibras tratadas, embora a resistência flexural seja estatisticamente igual ao compósito com fibras não tratadas. Pode-se notar que os vazios presentes na região interfacial das micrografias ilustradas são mais evidentes do que as do ensaio de tração. Este fato é justificado, pois no ensaio de flexão atuam simultaneamente esforços de tração e compressão, e a tensão cisalhante neste caso é muito mais pronunciada do que no ensaio de tração.

## 5 CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos neste trabalho conclui-se que:

- A modificação química das fibras de juta com tratamento alcalino foi evidenciada pela técnica de infravermelho, na qual foi possível detectar o desaparecimento da banda de absorção do grupo carbonila, devido à remoção da hemicelulose. A partir da técnica de infravermelho não foi possível verificar a presença de grupos do agente silano nas fibras silanizadas. A análise feita através da técnica de microscopia óptica de luz transmitida, indicou uma redução do diâmetro médio dos monofilamentos tratados com NaOH.
- Os ensaios mecânicos realizados nos monofilamentos indicaram que o tratamento de superfície não influenciou de forma significativa nas propriedades de tração, ainda que parte de sua estrutura foi removida.
- Compósitos com fibras sem tratamento apresentaram propriedades mecânicas similares às da resina epóxi pura, não atuando como agente de reforço. Sendo assim, para aplicações não estruturais, estas fibras passam a ser uma boa alternativa de matéria-prima para atuar como carga de enchimento, uma vez que seu custo é em torno de 20x menor que a resina epóxi.
- A modificação das fibras com hidróxido de sódio induz maior transferência de tensão da matriz para as fibras, resultando em propriedades mecânicas superiores do que os compósitos com fibras sem tratamento e os com agente silano. Pode-se concluir que o tratamento com agente silano não propiciou ganho de propriedade mecânicas frente aos compósitos com fibras tratadas com hidróxido de sódio.
- Nos ensaios de DMTA os compósitos mostraram, aumento do módulo de armazenamento e decréscimo do amortecimento. A diminuição da temperatura de transição vítrea para os compósitos ocorreu, provavelmente, devido à umidade absorvida pelas fibras ou, no caso dos compósitos com fibras tratadas, devido a resíduo de hidróxido de sódio do tratamento.

- As micrografias de varredura eletrônica para os compósitos de juta após tratamento com NaOH 5% indicaram maior interação e distribuição mais efetiva das fibras na matriz, reflexo da melhor adesão interfacial. A modificação química previne a formação de ligações de hidrogênio entre as fibras e aproxima as características da superfície das fibras e da matriz.
  
- Estes resultados comprovaram a importância da mercerização como método de modificação de superfície de fibras de juta na determinação das características físicas e mecânicas dos compósitos. Acredita-se que compósitos com fibra de juta tratada com hidróxido de sódio a 5% e resina epóxi podem ser utilizados com ganho na resistência mecânica e redução de custos em peças produzidas.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar estudo de outras propriedades específicas do compósito, como resistência ao impacto, estabilidade térmica, absorção de água e envelhecimento;
- Fazer a incorporação de agente silano a maiores concentrações para verificar sua eficácia;
- Otimizar o processo de fabricação dos compósitos, utilizando técnicas mais elaboradas como *vacuum bagging*, infusão à vácuo, moldagem por transferência de resina, etc.;
- Desenvolver compósitos híbridos, com utilização de fibras naturais e fibras sintéticas para possibilitar a utilização em aplicações estruturais;
- Estudar a influência da incorporação da fibra de juta em outros sistemas poliméricos, como resina poliéster, para redução de custos.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Polzer, C., Heiling, R. "Fibras Naturais Usadas para Fabricar Carros". *Jornal Deutsche Welle*. [on line]. Alemanha, 03 jul. 2005. [citado em set. 2008]. *Caderno de Economia*. Disponível em: <http://www.dw-world.de/dw/article/0,,1636792,00.html>.
2. Ellison, G.C., McNaught, R. "The Use of Natural Fibres in Nonwoven Structures for Applications as Automotive Component Substrates", Ministry of Agriculture Fisheries and Food Agri – Industrial Materials, United Kingdom, 2000.
3. Bledzki, A. K., Gassan, J. "Composites reinforced with cellulose based fibres", *Progress in Polymer Science*, v. 24, pp. 221-274, 1999.
4. ASM. "Metals Handbook – Volume 21 – Composites", American Society of Metals, International Handbook Committee, 2001.
5. Al-Qureshi, H. A. A. "Composite Materials: Fabrication and Analysis". p.p. 3.2-3.3. ITA-SP, 1988.
6. Callister Jr., W. D. "Materials science and engineering: an introduction"; 5th. ed. New York: J. Wiley, 1999, c2000.
7. Tsai, S. N., Hoa, S. S., Gay, D. "Composite Materials: Design and Application", CRC. Press, New York, 2003.
8. Ashbee, K. H. G. "Fundamentals Principles of Fiber Reinforced Composites", 2nd. ed., Technomic Publishing Company, Inc., Lancaster, PA, 1993.
9. Silva, R. V. Tese de Doutorado, "Compósito de Resina Poliuretano Derivada de Óleo de Mamona e Fibras Vegetais". USP- São Carlos-SP, 2003.
10. Silva, J. L. G., AL-QURESHI, H.A. "Mechanics of wetting systems of natural fibres with polymeric resin". *Journal of Materials Processing Technology*, Amsterdam, v.92/93, p.124-128, 1999.
11. Al-Qureshi, H. A.; Silva, J. L. G. "Wetting analysis of natural sisal fibers with polymeric matrix". In: *Second International Conf. on Composite Science and Technology*, 1998, Durban. *Second Inter.Conf. on Composite Science and Technology*, 1998. p. 69-74.
12. Baley C., Busnel F., Grohens Y, Sire O. "Influence of chemical treatments on surface properties and adhesion of flax fibre-polyester resin.", *Composites Part A: Applied Science & Manufacturing*, 37, 10, 1626-1637, 2006.

13. Kuruvilla, J., Medeiros, E. S., Carvalho, L. H. “Compósitos de Matriz Poliéster Reforçados por Fibras Curtas de Sisal”. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*. Campina Grande-PB, 1999.
14. Mohanty, A. K., Misra, M., Drzal, L. T. “Natural fibers, biopolymers, and biocomposites”. Boca Raton: Taylor & Francis, 2005.
15. Mohanty, A. K., Misra, M., Drzal, L. T. “Sustainable Bio-Composites From Renewable Resources: Opportunities and Challenges in the Green Materials World”, *Journal of Polymers and the Environment*, v.10, Issue 1, 2002.
16. Khan, M. A., Mina, M. F., Drzal, L. T. “Influence of Silane Coupling Agents of Different Functionalities on the Performance of Jute-Polycarbonate Composite”, *Proceedings of the 3rd International Wood and Natural Fibre Composites Symposium*, Kassel, Germany, page 5-1 to 5-25, Sep. 19-20, 2000.
17. Vincent, J. F. V. “A unified nomenclature for plant fibres for industrial use”, *Applied Composite Materials* 7(5-6): 269-71, 2000.
18. Mannan, K.M., Talukder, M.A.I. “Characterization of raw, delignified and bleached jute fibres by study of absorption of moisture and some mechanical properties”, *Polymer*, v.38, n.10, pp. 2493-2500, 1997.
19. Jonh, M.J., Francis, B., Varughese, K.T., Thomas, S. “Effect of chemical modification on properties of hybrid fiber biocomposites”, *Composites Part A*, 2007.
20. Mutjè, P. (et al). “Chemical Modification of Jute Fibers for the Production of Green-composites”, *Journal of Hazardous Materials* v.144. pp.730–735, 2007.
21. Medeiros, E. S., Mattoso, L. H. C., Carvalho, L. H. “Uso de Tecidos de Fibras Vegetais para Melhoria das Propriedades de Materiais Plásticos”. *Circular Técnica*, 16 Embrapa. São Carlos-SP, 2002.
22. Canevarolo Jr., S. V. “Ciência dos polímeros”, São Paulo, Artliber, 2002.
23. Pham, H.Q., Marks, M.J. “Encyclopedia of polymer science and technology – Epoxy Resins”, John Wiley and Sons, Inc., New York, 2004.
24. J. Brandrup, E.H. Immergut and E.A. Grulk, Editors. “Polymer Handbook”, 4th ed., Wiley, New York, USA, 1999.
25. Vasiliev, V.V., Morozov, E.V. “Mechanics and Analysis of Composite Materials”, Elsevier Science, 2001.

26. Dotan, A.L. et al. "Efeito do tratamento químico de fibras de juta na interface fibra-matriz em conjugados juta-poliéster, analisando-se a extração das fibras da matriz (pull-out)", Congresso de Engenharia Mecânica, 8., 1989, Recife. Anais... Rio de Janeiro: ABCM.
27. Fengel, D., Wegener, G. "Wood: chemistry ultrastructure reactions", Berlin, Walter de Gruyter, 1989.
28. Belgacem, M.N. et al. "Effects of corona modification on the mechanical properties of polypropylene cellulose composites". Journal of Applied Polymer Science, New York, v.53, p.379-385, 1994.
29. Ray, D., Sarkar, B. K., Bose, N. R. "Impact fatigue behaviour of vinylester resin matrix composites reinforced with alkali treated jute fibres", Composites Part A, 33, 233, 2002.
30. Esmeraldo, M. A. Dissertação. "Preparação de novos compósitos suportados em matriz de fibra vegetal/natural". UFC, Fortaleza - 2006.
31. Hong, C. K. et al. "Mechanical properties of silanized jute-polypropylene composites", Journal of Industrial and Engineering Chemistry, v14, 71-76, 2008.
32. Herrera-Franco, P. J., Valadez-Gonzalez, A. "A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites", Composites Part B, 36, 597, 2005.
33. Oksman, K., Bengtsson, M. "The use of silane technology in crosslinking polyethylene/wood flour composites", Composites Part A, 37, 752, 2006.
34. Barra, G.M.O. Dissertação, "Preparação e caracterização de blendas de poliamida 6/ elastômeros de EPDM" UFSC, Florianópolis – 1997.
35. Silverstein, F. X. W. "Identificação espectrométrica de compostos orgânicos". 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1994.
36. Al-Qureshi, H.A. "The design and Development of Automotive Body from Natural Fiber Reinforced Composites", Int. Conf. On Composites Engineering, ICCE/4, Big Island of Hawaii, July 6 – 12, 1997, pp. 95-96.
37. American Society for Testing and Materials - ASTM D 3822-01: Standard Test Method for Tensile Properties of Single Textile Fibres, 2001.
38. American Society for Testing and Materials - ASTM D 638-02: Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, 2003.
39. American Society for Testing and Materials - ASTM D 3039M-00: Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials, 2000.

40. American Society for Testing and Materials - ASTM D 790-03: Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials, 2003.
41. Canevarolo, S. V. "Técnicas de Caracterização de Polímeros". 2004: Artliber Editora Ltda.
42. Lucas, E. F.; Soares, B. G.; Monteiro, E. "Caracterização de Polímeros: Determinação do Peso Molecular e Análise Térmica", E-papers, Brasil, 2001.
43. Jesus, M. S. Dissertação de Mestrado. "Desenvolvimento de um Compósito Polímero-Metal à Base de Resina Epóxi para Aplicações em Moldes Rápidos". UFSC, Florianópolis, SC, 2005.
44. Mohanty A.K.; Khan M.A.; Hinrichsen G. "Influence of chemical surface modification on the properties of biodegradable jute fabrics-polyester amide composites". *Composites: Part A*, 31, pp. 143-150(8), 2000.
45. Khan, M. A., et al. "Effect of 2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA) on the mechanical and thermal properties of jute-polycarbonate composite", *Composites: Part A*, v36, 71-81, 2005.
46. Carvalho, L. H.; Albuquerque, A. C.; Joseph, K.; Dalmeida, J. R. M.; Vazquez, A. "Effect of wettability and ageing conditions on the physical and mechanical properties of uniaxially oriented jute roving reinforced polyester composites", *Composite Science and Technology*, v. 60, n. 6, p. 833-844, 2000.
47. Vilaseca, F., Mendez, J.A., Pèlach, A., Llop, M., Cañigueral, N., Gironès, J., Turon, X. Mutjé, P. "Composite materials derived from biodegradable starch polymer and jute strands". *Process Biochemistry*: 42 (3) 329-334, 2007.
48. Shelley, M. Y. "Epoxy Resins", *Polymer Data Handbook*, New York: Oxford University Press, pp. 90-96, 1999.
49. Dutra, R.C.L. "Hybrid composites based on polypropylene and carbon fiber and epoxy matrix", *Polymer*, Oxford, v.41, n.10, p.3841-3849, 2000.
50. Marcovich, N. E., Aranguren, M. I., Reboredo, M. M. "Modified woodflour as thermoset fillers. Part I - effect of the chemical modification and percentage of filler on the mechanical properties", *Polymer*, Oxford, v.42, n.2, p.815-825, 2001.
51. Yang, X. et al. "Biodegradability of poly(butylene succinate) (PBS) composite reinforced with jute fibre", *Polymer Degradation and Stability*, 94, 90-94, 2009.