

IVANEI FERREIRA PINHEIRO

"BIOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS DE POLI(BUTILENO ADIPATO-CO-TEREFTALATO) - PBAT E FIBRA NATURAL DE MUNGUBA, NATIVA DA AMAZÔNIA (Pseudobombax munguba)"

CAMPINAS

2012



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

IVANEI FERREIRA PINHEIRO

"BIOCOMPÓSITOS POLIMÉRICOS DE POLI(BUTILENO ADIPATO-CO-TEREFTALATO) - PBAT E FIBRA NATURAL DE MUNGUBA, NATIVA DA AMAZÔNIA (Pseudobombax munguba)"

Orientadora/Supervisora: Profª. Dra. Ana Rita Morales

Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia Química da Unicamp para obtenção do título de Mestre em Engenharia Química, na área de Ciência e Tecnologia de Materiais.

Este exemplar corresponde à versão final da dissertação defendida pelo aluno Ivanei Ferreira Pinheiro, e orientado pela Prof^a. Dr^a. Ana Rita Morales.

Prof.ª Dr.ª Ana Rita Morales - Orientadora

FEQ/Unicamp

CAMPINAS 2012

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

P655b	Pinheiro, Ivanei Ferreira Biocompósitos poliméricos de poli(butileno adipato- co-tereftalato) - PBAT e fibra natural de Munguba, nativa da Amazônia (Pseudobombax munguba) / Ivanei Ferreira PinheiroCampinas, SP: [s.n.], 2012.
	Orientador: Ana Rita Morales. Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química.
	 Compósitos poliméricos. Materiais - Biotecnologia. Plástico biodegradável. Biodegradável. Fibras naturais. I. Morales, Ana Rita, 1958 II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Química. III. Título.

Título em Inglês: Polymeric biocomposites of poly(butylene adipate-coterephthalate) - PBAT and Munguba (Pseudobombax munguba), a natural fiber native from Amazônia Palavras-chave em Inglês: Polymer composites, Materials - Biotechnology, Biodegradable plastic, Biodegradable, Natural fibers Área de concentração: Ciência e Tecnologia de Materiais Titulação: Mestre em Engenharia Química Banca examinadora: Lucia Helena Innocentini Mei, Priscila Benar Data da defesa: 10-07-2012 Programa de Pós Graduação: Engenharia Química Dissertação de Mestrado defendida por Ivanei Ferreira Pinheiro e aprovada em 10 de julho de 2012 pela banca examinadora constituída pelos doutores:

Prof.ª Dr.ª Ana Rita Morales - Orientadora

FEQ/Unicamp

Le:

Prof.ª Dr.ª Lucia Helena Innocentini Mei

FEQ/Unicamp

- Manan

Dr.ª Priscila Benar

IAC/Campinas

"A humildade é a única base sólida de todas as virtudes."

Confúcio

Dedico este trabalho a minha mãe Edimar e a meu pai Israel (*in memorian*) minhas fontes de admiração e inspiração.

AGRADECIMENTOS

A Deus pelo dom da vida e por me iluminar nesta caminhada.

À minha família minha fonte de encorajamento, agradeço pelo amor, carinho e incentivo. Obrigado por tornarem minha vida mais feliz e cheia de esperança.

A minha noiva Gianna que tanto amo, agradeço pela paciência, amor, incentivo, carinho e compreensão. A ela meu eterno amor e gratidão.

À minha orientadora Profa. Dra. Ana Rita Morales, por ter aceito orientar-me com paciência, amizade, humildade e incentivo. Agradeço pelos conselhos e ensinamentos.

À Profa. Dra. Lucia Mei, agradeço por ter me acolhido com carinho em seu grupo, pelos ensinamentos, momentos de descontração e amizade no laboratório.

À Dr^a Priscila Benar pela contribuição neste trabalho.

Aos amigos do grupo de Biomateriais e processamento, minha nova família: Adriana, Danielle, Lucas, Patrícia, Thiago, Jesus Roberto (Betão), Karen, Leonardo, Ananda, Gustavo, Larissa, Silvia, Maria, Almenara, Natália e Ivi. Muito obrigado por tornarem agradáveis os dias longe de minha família.

Ao amigo e irmão Francisco André, pela grande ajuda, incentivo e amizade.

À Wylacy Costa e família, agradeço pela amizade, carinho e, sobretudo, fonte de admiração. Aos amigos e companheiros da segunda turma do Minter/Dinter: Alex, Bruno, Vicente, Jailson, Vinícius, Enio, Érica e Aracelis.

Aos amigos conquistados na FEQ: Rosi, Carlos Alexandre, Germano, Raphael, Hugo, Rodrigo, Helder, Carlos (Maranhão), Jean, Carol, Mayara, Paulo, Julia, Tiago, Selma e Mateus.

À FAPEAM e ao CNPq pelo apoio financeiro, fundamental no desenvolvimento deste trabalho. Agradeço a Teresa, Márcia, Aline, Alexandre, Adilson, Kelly, Disney, e demais funcionários da Faculdade de Engenharia Química.

Aos laboratórios de Engenharia Ambiental e Física de Polímeros pela ajuda no desenvolvimento deste trabalho.

À BASF pelo fornecimento da matéria-prima.

A todos meu muito obrigado.

RESUMO

Neste trabalho estudou-se biocompósitos poliméricos obtidos a partir de um poliéster biodegradável e fibra natural de Munguba (Pseudobombax munguba) nativa da região amazônica. Trata-se de uma fibra de grande abundância encontrada nas regiões alagadiças da floresta, para a qual não existem relatos na literatura de sua utilização em biocompósitos poliméricos. Estudou-se a influência do tamanho da fibra, da concentração, e de tratamentos químicos na superfície da fibra, sobre as propriedades finais dos biocompósitos. As fibras naturais foram moídas e classificadas por tamanho e submetidas a tratamentos químicos. A fim de avaliar as modificações promovidas pelos tratamentos empregados, as propriedades mecânicas, morfologia e propriedades de superfície foram analisadas. A análise por Espectroscopia no Infravermelho (FTIR) mostrou o aparecimento de grupos ésteres confirmando a troca de hidroxila por acetila. Os ensaios mecânicos de tração mostraram que a modificação química proporcionou aumento de 75% no módulo elástico da fibra. Pelas análises de morfologia e de ângulo de contato, foram verificadas alterações superficiais significativas da fibra de munguba, enquanto que a análise termogravimétrica (TGA) mostrou que a modificação química aumentou a estabilidade térmica em comparação com a fibra natural. Os biocompósitos foram preparados por mistura em alto cisalhamento no estado fundido, utilizando fibras naturais e quimicamente tratadas com teores de 10 e 20% variando-se o tamanho das fibras. Os resultados indicaram que o aumento na concentração de fibra foi a principal responsável pelas mudanças nas propriedades mecânicas. As análises morfológicas mostraram que os tratamentos químicos não foram eficazes em promover boa interação fibra-matriz. Modelos mecânicos foram usados para prever o módulo de elasticidade dos biocompósitos sendo que o modelo de Russell descreveu com boa adequação os sistemas estudados. Através da calorimetria exploratória diferencial (DSC) verificou-se que a adição de fibras provocou alterações na cristalinidade, diminuição na temperatura de fusão e aumento na temperatura de cristalização na matriz.

Palavras-chave: Biocompósitos, Fibras de munguba, Poliéster biodegradável.

ABSTRACT

In this work it was studied polymer biocomposites made from a biodegradable polyester and natural fiber Munguba (Pseudobombax Munguba) native to the Amazon region, found in great abundance marshy areas of the forest, for which there are no literature reports of its use in polymer biocomposites. The effects of fiber size, concentration and chemical treatment on the fiber surface on the final properties of the biocomposites were studied. The natural fibers have been milled and classified by size and subjected to chemical treatment. In order to evaluate the changes promoted by employed treatment, the mechanical properties, surface properties and morphology were evaluated. Infrared Spectroscopy (FTIR) analysis showed the appearance of ester groups to hydroxyl confirming the exchange by acetyl. By the tensile strength tests showed that the chemical modification time increased by 75% the elastic modulus of the fiber. The analysis of the morphology and the contact angle, significant surface changes were observed in the Munguba fiber, whereas the thermogravimetric analysis (TGA) showed that the chemical modification increased the thermal stability in comparison to the natural fiber. The biocomposites were prepared by high shear mixing in the molten state using natural, and chemically treated fibers with levels of 10 and 20% varying the size of the fibers. The results indicated that increasing the concentration of fiber was mainly responsible for the changes in mechanical properties. The morphological analysis showed that the chemical treatments were not effective in promoting good fiber-matrix interaction. Mechanical models were used to predict the elastic modulus of the biocomposites and the model of Russell presented a good fit to the studied systems. By differential scanning calorimetry (DSC) showed that the addition of fibers caused changes in crystallinity decrease in melting temperature and crystallization temperature increase in the matrix.

Keywords: Biocomposites, Munguba fibers, Biodegradable polyester

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. Aplicação de compósitos na indústria altomotiva	4
Figura 2. 2. Classificação dos biopolímeros de acordo com a síntese	5
Figura 2.3. Estrutura química da unidade repetitiva do PBAT	6
Figura 2.4 Estrutura química da celobiose	9
Figura 2.5 Reação de acetilação da celulose	11
Figura 2.6 Mungubeira (<i>Pseudobombax munguba</i>) (a). Fibra do caule (b)	12
Figura 2.7 Classificação dos compósitos	13
Figura 2.8 Distribuição das fibras em compósitos.	14
Figura 2.9 Interface fibra-matriz. (a) interface ideal, (b) interface de maior probabilidade	15
Figura 2.10 Ângulo de contato	21
Figura 3.1 Fibra natural de munguba, da região Amazônica	24
Figura 3.2 FTIR do plastificante Resiflex	25
Figura 3.3 Termogravimetria do plastificante	26
Figura 3.4 Moinho de martelo utilizado para moer as fibras	27
Figura 3.5 Goniômetro utilizado para determinar o ângulo de contato	30
Figura 4.1 Espectros de FTIR das fibras de que Munguba natural e quimicamente	34
Figura 4.2. Análise termogravimétrica da fibra de munguba natural e tratada	36
Figura 4.3 curva termogravimétrica da fibra de munguba natural	36
Figura 4.4 Curva termogravimétrica da fibra de munguba quimicamente tratada	37
Figura 4.5 Micrografia da fibra de munguba natural. (a) aumento de 100x ; (b) aumento de 1000x	39
Figura 4.6 Micrografia da fibra de munguba quimicamente tratadas. (a) aumento de 100x ; (b) aumento de1000x	40
Figura 4.7 Micrografia de fibras de munguba retidas na peneira de Mesh 60. Aumento de 50x	41

Figura 4.8 Micrografia de fibras de munguba retidas na peneira de Mesh 100. Aumento de 50x
Figura 4.9 Micrografia de fibras de munguba retidas na peneira de Mesh 200. Aumento de 50x
Figura 4.10 Curvas de transição vítrea e fusão do PBAT, PBAT-P,BC/N100-10F e BC/T100 -10F
Figura 4.11 Curvas de cristalização do PBAT, PBAT-P,BC/N100-10F e BC/T100 -10F
Figura 4.12 Módulo de elasticidade dos biocompósitos de fibra de munguba natural e quimicamente tratada
Figura 4.13 Tensão de ruptura dos biocompósitos de fibra de munguba natural e quimicamente tratada
Figura 4.14 Deformação na ruptura dos biocompósitos de fibra de munguba natural e quimicamente tratada
Figura 4.15 Criofraturas do PBAT-P. (a) Aumento de 100x; (b) Aumento de 1000x
Figura 4.16 Criofraturas do bicompósito BC/N60-10F. (a) Aumento de 100x; (b) Aumento de 1000x.
Figura 4.17 Criofraturas do biocompósito BC/T60-10F. (a) Aumento de 100x; (b) Aumento de 1000x
Figura 4.18 Criofraturas do biocompósito BC/N100-10F. (a) Aumento de 100x ; (b) Aumento de 1000x
Figura 4.19 Criofraturas do biocompósito BC/T100-10F. (a) Aumento de 100x ; (b) Aumento de 1000x
Figura 4.20 Criofraturas do biocompósito BC/N200-10F. (a) Aumento de 100x ; (b) Aumento de 1000x
Figura 4.21 Criofraturas do biocompósito BC/T200-10F. (a) Aumento de 100x ; (b) Aumento de 1000x
Figura 4.22 Criofraturas do biocompósito BC/N60-20F. (a) Aumento de 100x;(b)Aumento de 1000x

Figura 4.23 Criofraturas do biocompósito BC/T60-20F. (a) Aumento de 100x; (b) Aumento de 1000x.	62
Figura 4.24 Criofraturas do biocompósito BC/N100-20F. (a) Aumento de 100x;(b) Aumento de 1000x.	63
Figura 4.25 Criofraturas do biocompósito BC/T100-20F. (a) Aumento de 100x; (b) Aumento de 1000x	64
Figura 4.26. Criofraturas do biocompósito BC/N200-20F. (a) Aumento de 100x; (b) Aumento de 1000x	65
Figura 4.27. Criofraturas do biocompósito BC/T200-20F. (a) Aumento de 100x; (b) Aumento de 1000x	66
Figura 4.28. Módulo elástico teórico dos biocompósitos BC/N100-10F e BC/N100- 20F	68
Figura 4.29 Módulo elástico teórico dos biocompósitos BC/T100-10F e BC/T100- 20F	69

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 Aplicação de compósitos em alguns modelos automotivos	4
Tabela 2.2 Fibras naturais importantes e suas origens	7
Tabela 2.3 Comparação de propriedades de fibras naturais e sintéticas	8
Tabela 3.1 Propriedades físico-químicas do PBAT	24
Tabela 3.2 Formulação dos biocompósitos	31
Tabela 4.1 Razão de aspecto das fibras usadas na preparação dos biocompósitos	42
Tabela 4.2 Valores de densidade e propriedades mecânicas das fibras de Munguba	43
Tabela 4.3 Ângulo de contato das fibras de munguba natural e tratada	44
Tabela 4.4 Propriedades térmicas do PBAT, PBAT-P, BC/N100-10F e BC/T100- 10F	45
Tabela 4.5 Propriedades mecânicas do PBAT-P e dos biocompósitos	48
Tabela 4.7 Determinação teórica do módulo elástico	67
Tabela 4.6 Resultados do fator k para compósitos de Mesh 100	68

ABREVIATURAS E NOMENCLATURAS

 θ : Ângulo de contato; PBAT: Poli(butileno adipato-co- tereftalato); PHB-V: Poli(hidroxibutirato-co-hidroxivalerato); PLA: Poli(ácido lático); PGA : Poli(ácido glicólico); PGLA: Poli(ácido glicólico-ácido lático); PHV: Poli(β-hidroxivalerato); PHAs :Poli(hidroxialcanoatos); PHB: Poli(hidroxibutirato); AAC: Copoliésteres alifáticos-aromáticos; Tm: Temperatura de fusão; ΔH_m : Entalpia de fusão; Tc: Temperatura de cristalização; ΔHc: Entalpia de cristalização; Temperatura de transição vítrea; φ: Fração volumétrica; E_c : Módulo de elasticidade do compósito; E_m : Módulo de elasticidade da matriz; E_{f} : Módulo de elasticidade da fibra; V_f : Fração volumétrica da fibra; V_m : Fração volumétrica da matriz; l_f : Comprimento da fibra; d_{f} : diâmetro da fibra;

 n_L : Fator de eficiência longitudinal;

 n_T : Fator de eficiência transversal;

 γ_{sL} : Energia interfacial entre as fases sólida e líquida;;

 γ_{LV} : Energia interfacial entre as fases líquida e vapor;

 γ_{sv} : Energia interfacial entre as fases sólida e vapor;

SUMÁRIO

Resumo	VII
Abstract	VIII
1 Introdução	1
1.1Objetivos	2
2 Revisão Bibliográfica	3
2.1 Aplicação de compósitos	3
2.2 Polímeros Biodegradáveis	4
2.2.1 Poliésteres Biodegradáveis	5
2.3 Fibras Naturais	6
2.3.1 Componentes de Fibras Naturais	8
2.4 Uso de Promotores de Adesão e Modificação Química	10
2.5 Pseudobombax munguba(Munguba)	12
2.6 Compósitos	13
2.6.1Matriz em Compósitos e Adesão na Interface Reforço/Matriz	14
2.6.2Compósitos Poliméricos	16
2.7 Modelos Mecânicos	17
2.8 Compósitos de Fibras Naturais	19
2.9 Energia Superficial e Ângulo de Contato	21
3 Materiais e Métodos	24
3.1Materiais	24
3.1.1. Fibra natural de Munguba	24

3.1.2. Poli(butileno adipato co-tereftalato) PBAT	24
3.1.3 plastificante Resyflex k-10	24
3.1.4. Ácido acético glacial e anidrido acético glacial	26
3.2 Métodos	26
3.2.1 Preparação das fibras	26
3.2.2 Tratamento Químico	27
3.2.3 Caracterização Química Por Espectroscopia	28
3.2.4 Analise Termogravimétrica (TGA)	29
3.2.5 Caracterização Morfológica das Fibras	29
3.2.6 Ensaio de Tração das Fibras	29
3.2.7 Determinação da Densidade	29
3.2.8 Ângulo de Contato	29
3.2.9 Preparação dos Biocompósitos	30
3.2.10 Caracterização Mecânica: Ensaios de Tração dos Biocompósitos	31
3.2.11 Propriedades Térmicas	32
3.2.11.1 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)	32
3.2.12 Caracterização Morfológica dos Biocompósitos	33
4 Resultados e Discussão	34
4.1 Caracterização das Fibras	34
4.1.1 Caracterização Química por Espectroscopia no Infravermelho	34
4.1.2 Análise Termogravimétrica (TGA)	35
4.1.3 Caracterização Morfológica das Fibras	38
4.1.4 Razão de Aspecto das Fibras	41
4.1.5 Ensaio de Tração das Fibras	43

4.1.6 Ângulo de Contato	44
4.2 Caracterização dos Biocompósitos	45
4.2.1 Propriedades Térmicas	45
4.2.2 Propriedade Mecânica dos Biocompósitos	48
4.2.3 Morfologia dos Biocompósitos	52
4.2.4 Determinação do Módulo Elástico Teórico	67
5 Conclusões	71
6 Sugestões para Trabalhos Futuros	73
7 Referências Bibliográficas	74
8 Apêndices	80

Capítulo 1. Introdução

1 INTRODUÇÃO

A produção de materiais plásticos duráveis sempre foi o foco na confecção de produtos que são indispensáveis para a vida do homem. Até há pouco tempo, os plásticos de commodities eram derivados de matéria prima de fonte petroquímica, sendo os plásticos de engenharia produzidos com boas propriedades para atender as exigências de um produto de alta performance. Todavia, o fato de não serem biodegradáveis vem acarretando acúmulo de lixo plástico em aterros devido ao longo período até sua degradação total.

Um dos grandes desafios que surgem é a fabricação de materiais que apresentem boa qualidade, baixo custo e curto tempo de degradação. Segundo Narayan (2002), os consumidores, frente ao crescimento dos resíduos plásticos no meio ambiente, estão buscando produtos alternativos que sejam "ambientalmente corretos", isto é, biodegradáveis, não tóxicos, feitos com matéria-prima renovável, entre outras.

O desenvolvimento de materiais ecologicamente corretos vem sendo estudado com o objetivo de minimizar problemas ambientais e reduzir acúmulo de resíduos plásticos. Deste modo, o uso de matérias-primas de fontes renováveis vem sendo objeto de diversos estudos e pesquisas, devido ao seu potencial na substituição de derivados petroquímicos (MOTHÉ e ARAUJO, 2004).

A incorporação de fibras naturais em matrizes poliméricas é uma das formas utilizadas no desenvolvimento de materiais com boas qualidades e degradação completa, o que denomina-se compósito de fibra natural. Materiais celulósicos têm sido utilizados como agentes reforçadores por apresentarem reforço necessário, não serem abrasivos e apresentarem baixo custo em relação a fibras sintéticas (ALVES *et al.*, 2010).

Várias tentativas têm sido realizadas no desenvolvimento de compósitos a partir de fibras naturais como, por exemplo, os de Jesus (2008), de Becker *et al.* (2011), Sanchez *et al.* (2010), Ramírez *et al.* (2011) e Anuar e Zuraida (2011), dentre outros. Entre as principais fibras utilizadas estão as fibras celulósicas de materiais como coco (*Cocos nucifera*), sisal (*Agave sisalana*), curauá (*Ananas erectifolius*) e juta (*Corchorus capsularis*). Essas são matérias primas usadas no desenvolvimento de compósitos e que tem encontrado aceitação na indústria (ALVES *et al.*, 2010).

A Amazônia se destaca com sua biodiversidade inigualável, com uma vasta floresta que dispõe de uma infinidade de fibras naturais prontas a serem pesquisadas no desenvolvimento de novos materiais, sendo muitas já popularmente conhecidas e utilizadas pela própria população para confecção de objetos de arte e utensílios resistentes.

Dentre tantas, uma fibra que vale a pena citar é a de Munguba (*Pseudobombax munguba*) uma fibra natural ainda não estudada e que apresenta resistência e boa flexibilidade. Por essa característica a Munguba aparenta ser uma forte candidata para utilização como reforço em compósitos poliméricos.

Dessa forma, aliar o uso desta fibra com a tecnologia da fabricação de compósitos é de grande importância para o desenvolvimento de novos materiais e da região amazônica.

1.1 Objetivos:

Este trabalho tem como principal objetivo estudar as propriedades da fibra de munguba, uma fibra natural ainda não explorada, desenvolver e avaliar biocompósitos poliméricos com matriz de PBAT reforçados por essa fibra.

Objetivos Específicos:

Avaliar o potencial de utilização das fibras de munguba como reforço em compósitos poliméricos;

Aplicar os tratamentos químicos de mercerização e acetilação nas fibras naturais e estudar o efeito dos tratamentos químicos nas propriedades de tração, estabilidade térmica e morfologia das fibras;

Estudar o comportamento da superfície das fibras antes e após tratamento químico pela análise de molhabilidade;

Preparar biocompósitos e estudar as propriedades de tração, de morfologia e térmica, bem como o efeito da modificação química nessas propriedades;

Estudar o efeito da concentração e da razão de aspecto das fibras nas propriedades de tração dos compósitos.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Inicialmente, a revisão bibliográfica será direcionada a aplicação de compósitos, polímeros biodegradáveis, em seguida compósitos de fibras naturais e por fim, será dada ênfase à fibra natural em estudo.

2.1 Aplicação de compósitos

A aplicação industrial de compósitos reforçados com fibras naturais tornou-se amplamente difundidas a ponto de serem facilmente encontradas na literatura técnica e Internet. Estas incluem, por exemplo, estribos e plataformas, painéis automotivos e estofados, painéis de isolamento e outros. Esses materiais são produzidos principalmente por empresas norte-americanas, alemãs, japonesas, britânicas e italianas (LA MANTIA e MORREALE, 2011).

Os materiais compósitos apresentam potencial para substituição de alguns materiais da indústria, como exemplo disso os materiais compósitos aplicados na indústria automotiva, os quais são exigidos de critérios que possam satisfazer especificação de mercado como: a força de ruptura e alongamento, propriedades de flexão, resistência ao impacto, características de inflamabilidade, vaporização, odores, absorção acústica, aptidão para temperatura de processamento e tempo de permanência, estabilidade dimensional e absorção de água (FARUK, 2010).

Compósitos reforçados por biofibras geralmente são aplicados na produção de componentes interiores de automóveis (FARUK, 2010). As aplicações destes materiais vão além da diminuição de vantagens produção gastos outras como a de peças com potencial completo de reciclagem, pelo menos em termos de energia recuperando por combustão total, sem produção de emissões tóxicas. O menor peso atingível por causa da sua baixa densidade permite a produção de veículos mais leves e mais eficientes, diminuindo a emissão de gases e reduzindo a poluição (BIAGIOTTI et al., 2004).

No Brasil, algumas iniciativas estão sendo tomadas com respeito à fabricação de matérias "verdes" a partir de recursos renováveis, como exemplo pode-se citar a Mercedes Benz do Brasil que em 1992 investiu 1,4 milhões de dólares em pesquisas sobre aplicação de fibras naturais em seus produtos (ALVES *et al.*, 2010). A Figura 2.1 e Tabela 2.1 mostram exemplos da aplicação de compósitos na indústria automotiva.

Fabricante automotivo	Modelo e aplicação		
Audi	A2,A3,A4,A4 Avant,A6,A8,Roadstar,Coupe: Almofada das portas laterais e trazeiras,		
	forro do porta mala,		
BMW	3,5; 7 séries e outros: Almofada das portas, almofada do superior, forro do portamalas,		
	assento traseiro.		
Fiat	Punto,Brava, Marea,Alfa Romeo 146.		
Ford	Mondeo CD 162, Focus: Almofada das portas, forro do porta mala.		
Volkswagem	Golf A4, Passat Variant, Bora: Almofada da porta, assento traseiro, forro do porta mala.		
Mitsubishi	Space star: Almofada das portas; Colt: Painel instrumental		

Fonte: (FARUK, 2010)



Figura 2.1. Aplicação de compósitos na indústria automotiva (Alves et al., 2010).

2.2 Polímeros Biodegradáveis

Os polímeros biodegradáveis são materiais susceptíveis à degradação por microrganismos como fungos e bactérias, ou até mesmo por enzimas, gerando carbono, água e biomassa em ambiente aeróbio. Estes materiais apresentam uma grande vantagem quanto à preservação do meio ambiente, porém apresentam como desvantagens alto custo no mercado interno e externo, além de propriedades que fiquem aquém daquelas dos plásticos de commodities, limitando sua aplicação. (FRANCHETTI E MARCONATO, 2006).

Avérous e Boquillon (2004) classificam polímeros biodegradáveis em categorias diferentes de acordo com sua síntese, como mostra a Figura 2.2.



Figura 2.2. Classificação dos biopolímeros de acordo com a síntese (adaptada de AVEROUS e BOQUILLON, 2004).

2.2.1 Poliésteres Biodegradáveis

Poliésteres biodegradáveis são estruturas que apresentam ligações químicas ésteres e se subdividem em alifáticos e alifáticos aromáticos. Dentre os alifáticos existem ainda os poliésteres naturais e os sintéticos. Um exemplo de poliéster natural produzido no Brasil é o PHB, um homopolímero que pertence à família dos poli (hidroxialcanoatos) (PHAs).

Outra classe de polímeros que apresenta excelentes aplicações no setor de embalagens e filmes são os copoliésteres alifáticos-aromáticos (AAC) biodegradáveis, da qual faz parte o Ecoflex. O Ecoflex ou poli (butileno adipato-co-tereftalato) também conhecido por PBAT foi o polímero utilizado neste trabalho. O PBAT (Figura 2.3) é um polímero biodegradável obtido por síntese química produzido pela empresa BASF. O uso desse polímero deve-se a suas propriedades como alta resistência à umidade, à gordura, à mudança de temperatura e propriedade de barreira a gases (PELLICANO *et al.*, 2009). O PBAT apresenta propriedades

semelhantes ao polietileno de baixa densidade e seu filme pode ser obtido pela mesma planta de processo (CASARIN, 2004).

A literatura reporta poucos trabalhos utilizando-se o PBAT, os principais referem-se ao uso deste polímero na preparação de blendas como os desenvolvidos por Pellicano *et al.* (2009), que avaliaram blendas de PHV/PBAT, Guerra (2010) que avaliou blendas de amido de mandioca/PBAT e Casarin (2004) que estudou blendas de PHB/PBAT.



Ácido tereftálico Butanodiol Ácido adípico Figura 2.3. Estrutura química da unidade repetitiva do PBAT (GUERA, 2010).

Alguns poliésteres biodegradáveis de fontes fósseis ou renováveis são empregados na biomedicina (suturas e pinos para ossos) e embalagens em geral. O poli(ácido lático) - (PLA), o poli(ácido glicólico) - (PGA) e o poli(ácido glicólico-ácido lático) - (PGLA) são os mais recomendados na área médica (FRANCHETTI e MARCONATO, 2006).

2. 3 Fibras Naturais

São aquelas encontradas na natureza e utilizadas *"in natura"* ou após beneficiamento (MARINELLI *et al.*, 2008). São classificadas em fibras de origem vegetal, fibras de origem animal e fibras de origem mineral.

As fibras naturais vegetais podem ser classificadas de acordo com a região de onde foi retirada na planta: das sementes, da casca, das folhas, e das frutas (GUTIÉRREZ, 2011). As principais diferenças entre as fibras individuais são: as qualidades das fibras, teor de lignina, odor e outras (FARUK, 2010). As fibras originárias do caule ou folhas são conhecidas como duras e são as mais utilizadas como reforço em compósitos poliméricos (SILVA, 2003). Na Tabela 2.2 são apresentadas algumas fibras naturais utilizadas como reforço e seu local de origem na planta.

Fibra	Espécie	Origem
Abacá	Musa textilis	Folhas
Abacaxi	Ananus comosus	Folhas
Açaí	Euterpe oleracea	Frutos
Algodão	Gossypitum sp.	Sementes
Bambu	(>1250 espécies)	Capim
Banana	Musa indica	Folhas
Cânhamo	Cannabis sativa	Caule/talo
Coco	Cocos nucifera	Frutos
Curauá	Ananas erectifolius	Folhas
Esponja	Luffa cylindrica	Frutos
Henequem (sisal mexicano)	Agave fourcroydes	Folhas
Juta	Corchorus capsularis	Caule/Talo
Kenaf	Hibiscus cannabinus	Folhas
Linho	Linum usitatissimtum	Caule/Talo
Piaçava	Attalea funifera	Folhas
Rami	Boehmeria nívea	Caule/Talo
Sisal	Agave sisalana	Folhas

Tabela 2.2. Fibras naturais importantes e suas origens

Fonte: (TOMCZAK, 2010)

Os grandes atrativos desses materiais incluem o fato das fibras serem biodegradáveis, serem um recurso natural renovável, terem geralmente baixo custo e produzirem menor desgaste nos equipamentos de fabricação de compósitos quando comparadas com as fibras sintéticas (D'ALMEIDA *et al.*, 2005).

O campo de atuação dessas fibras é amplo por apresentarem propriedades semelhantes as das fibras sintéticas e menor custo. As fibras naturais apresentam um grande potencial de aplicação na indústria automobilística, na área de revestimento interno de automóveis, ônibus e caminhões, e construção civil (MOTHÉ e ARAUJO, 2004). Faruk (2010) afirma que o uso de biofibras em compósitos para componentes automotivos surgiu e desenvolveu-se comumente há poucos anos. A Tabela 2.3 compara as propriedades de diferentes fibras naturais e sintéticas. Pode-se notar que a densidade das fibras naturais é menor que das fibras de vidro, o que torna atraente o uso das primeiras.

Fibra	Densidade	Alongamento	Tensão na ruptura	Módulo de Young
	(g/cm^3)	(%)	(MPa)	(GPa)
Algodão	1,5-1,6	7,0-8,0	287-597	5,5-12,6
Juta	1,3	1,5-1,8	393-773	26,5
Rami	-	3,6-3,8	400-938	61,4-128
Linho	1,5	2,7-3,2	345-1035	27,6
Sisal	1,5	2,0-2,5	511-635	9,4-22
Fibra de coco	1,2	3,0	175	4,0-6,0
Vidro-E	2,5	2,5	2000-3500	70,0
Vidro-S	2,5	2,8	4750	86,0
Aramida (normal)	1,4	3,3-3,7	3000-3150	63,0-67,0
Carbono (padrão)	1,4	1,4-1,8	4000	230,0-240,0
Curauá	1,4	4,2	890-4.200	50,4

 Tabela 2.3. Comparação de propriedades de fibras naturais e sintéticas

Fonte: (MARINELLI et al., 2008)

No Brasil as principais fibras usadas são as de Juta (*Corchorus capsularis*), de Rami (*Boehmeria nivea*), de Sisal (*Agave sisalana*) e de bagaço de cana (*Saccharum officinarum*). Atualmente as fibras de juta se destacam na produção de compósitos para componentes automotivos (MARINELLI *et al.*, 2008).

As fibras naturais de origem vegetal podem também ser denominadas fibras celulósicas, visto que a celulose é o seu principal componente químico, ou ainda por fibras lignocelulósicas quando levamos em consideração que a maioria das fibras contém lignina, um polifenol natural (MARINELLI *et al.*, 2008).

2.3.1 Componentes de Fibras Naturais

Os principais componentes químicos das fibras naturais são celulose, hemicelulose e lignina. Apresenta ainda outros componentes com menores percentuais como ceras, pectina e substâncias solúveis em água (SILVA, 2003; MARINELLI *et al.*, 2008).

A celulose é o polímero orgânico mais comum no planeta, apresenta uma cadeia longa formado por unidades monoméricas repetitivas com duas moléculas de glicose eterificadas por ligações β -1,4-glicosídicas conhecidas como celobiose (SILVA *et al.*, 2009). A celulose é um dos principais constituintes da parede celular das plantas, pode ser sintetizada por plantas, algas, bactérias e fungos (SILVA FILHO, 2008). A estrutura química da celobiose é apresentada na Figura 2.4.



Figura 2.4 Estrutura química da celobiose.

A celulose é um polímero que exibe um polimorfismo apresentando formas conhecidas como celulose I, II, III e IV. Neste trabalho serão discutidos somente os tipos I e II.

A celulose I é encontrada na natureza e se divide em I_{α} e I_{β} ; estes dois tipos podem ser encontrados na mesma amostra, sendo que a proporção vai depender da origem da amostra (KLEMM *et al.*, 2005). A celulose II não existe naturalmente, mas pode ser obtido a partir da celulose nativa através de mercerização, que é um importante processo na modificação das fibras e será discutido no próximo tópico deste capítulo.

A lignina apresenta uma estrutura complexa altamente ramificada, é considerado um polifenol, constituído por unidades de fenilpropano que pode conter grupos hidroxilas e metoxila como substituintes do grupo fenil. Depois da celulose e hemicelulose a lignina é a macromolécula mais abundante, responsável por fornecer rigidez e dureza às fibras (SILVA *et al.*, 2009; BURANOV e MAZZA, 2008).

As hemiceluloses ou polioses são polissacarídeos responsáveis pela flexibilidade das plantas e estão associados à celulose em paredes celulares. Trata-se de polissacarídeos de baixa massa molar, constituídos por diferentes unidades de açúcares, os quais são solúveis em soluções alcalinas. Enquanto a celulose é exclusivamente formada por glicose, açúcares das hemiceluloses podem ter de cinco e seis átomos de carbono e inclui os ácidos urônicos (SILVA *et al.* 2009; SILVA, 2003; RAZERA, 2006).

2. 4 Uso de Promotores de Adesão e Modificação Química

O atual interesse na preparação de compósitos a partir de fibras naturais está, além do reforço, na preocupação com o meio ambiente e na diminuição de gastos. Elas podem ser facilmente modificadas por agentes químicos e facilmente degradadas por microrganismos. Porém, algumas dificuldades ainda são encontradas no uso de fibras lignocelulósicas. As fibras naturais são hidrofílicas enquanto que os polímeros normalmente usados como matriz apresentam caráter hidrofóbico, logo se faz necessária a modificação química de um dos componentes do compósito para que haja uma melhor interação fibra-matriz e dessa forma melhorar as propriedades de materiais compósitos.

LA MANTIA e MORREALE (2011) afirmam que vários são os métodos utilizados para melhorar a interação fibra-matriz. Dentre eles estão o tratamento alcalino, a acetilação, o tratamento com ácido esteárico, a benzilação, os tratamentos com silano ou com anidrido ou ainda com isocianato. Neste trabalho será dada ênfase aos tratamentos de mercerização e acetilação.

O tratamento alcalino ou mercerização é um tratamento químico com solução aquosa de NaOH, que aparentemente é o tratamento químico mais aplicado em fibras naturais por se tratar de um processo fácil e barato. Segundo Ass *et al.* (2006) esse tratamento altera não só a estrutura fina e morfologia da fibra, como também a conformação das cadeias de celulose, transformando celulose I em celulose II, resultando ainda em mudanças de propriedades como resistência, brilho e de adsorção da fibra. Para Klemm *et al.* (2005) a celulose II é a estrutura de relevância técnica mais estável, o que justifica a aplicação deste tratamento químico em fibras naturais em várias pesquisas como, JESUS, 2008; SANCHEZ *et al.*, 2010; LEITE *et al.*, 2010; dentre outros. Silva (2003) afirma que o processo de mercerização em fibras naturais causa aumento na cristalização, redução do diâmetro e da densidade.

Dentre as modificações químicas realizadas em fibras naturais, destaca-se a modificação química por acetilação, a qual quimicamente consiste na substituição dos grupos hidroxila da celulose por grupos acetila, ou seja, a fibra é esterificada favorecendo um caráter hidrofóbico e aumentando sua interação com matrizes poliméricas que em sua grande maioria são hidrofóbicas. A acetilação em fibras naturais normalmente é realizada utilizando-se ácido acético e anidrido acético. O esquema do processo é ilustrado na Figura 2.5.



Figura 2.5. Reação de acetilação da celulose (adaptada de D'ALMEIDA et al., 2005).

Embora a modificação das fibras seja uma boa alternativa, torna-se necessário tomar alguns cuidados no seu tratamento para que não percam suas propriedades de reforço. Hill *et al.* (1998) afirmam que as considerações técnicas mais importantes, no que diz respeito a modificações de fibras, são as condições de processo que poderão degradá-las, e o nível de modificação necessário para protegê-las da perda de propriedades. As modificações também podem ser realizadas no polímero que constitui a matriz; no entanto, manipular o polímero em sistemas de solventes muitas vezes tóxicos para realizar reações, ou mesmo promover alterações em fase sólida (Plasma, Irradiação, etc.) pode apresentar custo mais elevado, se comparado com a modificação da fibra natural (JESUS, 2008).

2.5 Pseudobombax munguba (Munguba)

A *Pseudobombax munguba* (Mart.&Zucc.) Dugand ou Mungubeira como é regionalmente conhecida, é uma espécie de árvore encontrada nas áreas alagadas da região amazônica e pertence à família das bombacaceae (MENICUCCI, 2007). É uma espécie que pode atingir até 40 metros de altura, renova suas folhas no período em que surgem flores e ocorre a maturação dos frutos (GRIBEL e ABBOTT, 1995). Os frutos de *P. munguba* são elípticos, com 15 a 30 cm de comprimento e cor vermelha. As cápsulas deiscentes contêm 500-2700 pequenas sementes (2-3 mm de diâmetro), que pesam 19-32 mg cada. As sementes são envolvidas por uma fibra macia e leve que ajuda na dispersão pelo vento.

Além da fibra encontrada no fruto, essa espécie apresenta em seu caule uma fibra (Figura 2.6) que é bastante resistente e flexível, o que pode ser interessante para utilização como reforço em compósitos poliméricos.



Figura 2.6. Mungubeira (Pseudobombax munguba) (a); Fibra do caule (b).

Torna-se essencial salientar que a extração de fibras de munguba não implica em danos permanentes ou morte da árvore fornecedora, sendo que esta se regenera e pode fornecer novas fibras para extração.

2.6 Compósitos

Os compósitos podem ser divididos em naturais e sintéticos. No caso dos sintéticos, que são objeto de estudo deste trabalho, são divididos em diferentes classes de acordo com os tipos e arranjos dos reforços, como pode ser observado na Figura 2.7.

Um compósito sintético é um material multifásico feito artificialmente e muitos deles são constituídos por duas fases, uma denominada matriz que é contínua e envolve a outra fase chamada de dispersa (CALLISTER, 2008).

Nesse trabalho será dada ênfase aos compósitos reforçados com fibras por ser este o objeto de estudo.



Figura 2.7. Classificação dos compósitos (CALLISTER, 2008).

fluencia de

forma significativa o desempenho mecânico conferindo aos compósitos diferentes propriedades.

Quanto à orientação das fibras, os compósitos podem ser classificadas como: fibras distribuídas de forma contínuas e alinhadas (a), descontínuas e alinhadas (b) e orientadas aleatoriamente (c) de acordo com o esquema mostrado na Figura 2.8. Zárate *et al.*(2003) reforçam que a resistência à tração em compósitos com fibras descontínuas é menor quando comparado com os de fibras contínuas.



Figura 2.8. Distribuição das fibras em compósitos. (a) contínuas e alinhadas, (b) descontínuas e alinhadas, (c) descontínuas e orientadas aleatoriamente (Adaptado de CALLISTER,2008).

De acordo com Neto e Pardini (2006) um fator determinante no desempenho de um compósito quanto à solicitação mecânica refere-se à relação entre as frações volumétricas de fibras (V_f), da matriz (V_m) e de vazios (V_v). Estes parâmetros dão informações sobre o volume de cada componente do compósito. Os valores de V_f e V_m são pré definidos no processo de produção. V_v é difícil de ser medido, mas é esperado que apresente valores menores que 1% / volume já que seu aumento prejudica o desempenho mecânico do compósito.

2.6.1 Matriz em compósitos e Adesão na Interface Reforço/Matriz

A fase matriz de um compósito pode ser um metal, polímero ou cerâmica. A matriz, além de constituinte apresenta várias funções nos compósitos como: Unir as fibras quando se tratar de compósitos reforçados por fibras; transmitir e distribuir tensões para as fibras quando aplicada ao compósito; prevenir a propagação de trincas frágeis das fibras com sua propriedade de baixa dureza e plasticidade o que é indispensável pra evitar que o compósito falhe a baixas tensões;

proteger as fibras contra danos superficiais, como oxidação da mesma em contato com o ar no caso de fibras naturais (CALLISTER, 2008).

A maior compatibilidade fibra-matriz minimiza o arrancamento de fibra da matriz quando o compósito sofre tensões. É essencial que exista uma boa adesão entre as fibras e a matriz, já que as propriedades dos compósitos irão depender principalmente dessas interações química ou resistência da ligação.

O estudo da interface em compósitos é essencial para entender o comportamento mecânico dos mesmos, para tanto é necessário conhecer adesão entre os constituintes dos compósitos. Adesão é um termo normalmente utilizado quando se refere à atração entre as substâncias, sendo dessa forma forças atrativas entre átomos e/ou superfícies. A adesão em compósitos estruturais depende dos seguintes fatores: da presença de grupos funcionais na superfície da fibra produzido por algum tratamento; orientação, arranjo atômico, cristalinidade e morfologia do reforço; conformação molecular e constituição química da matriz; e arranjos geométricos do reforço (NETO e PARDINI, 2006). Para melhor entendimento um exemplo de interface em compósitos é ilustrado na Figura 2.9.



Figura 2.9 Interface fibra-matriz. (a) interface ideal, (b) interface de maior probabilidade (Adaptada de CHAWLA, 1987).

Para que a matriz tenha uma adesão efetiva com o reforço, alguma interação deve estar ocorrendo. Teorias são usadas para explicar a adesão em materiais (RAZERA, 2006), algumas delas serão descritas a seguir.

Atração eletrostática: Diferença entre cargas eletrostáticas na interface fibra-matriz podem acarretar numa melhor adesão pela atração entre as cargas. Esta atração pode não ter uma contribuição significativa ao serem submetidas a esforço mecânico.

Ligação química: A ligação química em compósitos talvez seja a de maior importância, já que essa pode ocorrer pela adição de agentes de acoplamento formando ligações com grupo compatível encontrada tanto na fibra como na matriz. De acordo com Neto e Pardini (2006), a resistência adesiva nesse caso vai depender do tipo e o do número de ligações.

Adesão mecânica: Nesse caso é essencial que o reforço apresente rugosidade para que dessa forma haja ancoramento mecânico da matriz sobre o reforço.

2.6.2 Compósitos Poliméricos

Compósitos poliméricos são definidos como materiais onde a matriz é formada por polímeros e como reforço são utilizadas fibras. Esses materiais são os compósitos usados em maior quantidade por apresentarem maior diversidade de aplicações, por serem de fácil fabricação e menor custo (CALLISTER, 2008). As propriedades mecânicas dos compósitos dependem de seus constituintes, do volume, orientação e interação fibra-matriz (BONELLI *et al.*, 2005).

Com a busca atual pelo desenvolvimento de materiais ecologicamente corretos, muitas pesquisas na área de compósitos poliméricos têm utilizado como matriz polímeros biodegradáveis. A exemplo podem ser citados os trabalhos de Gutiérrez (2011) que utilizou acetato de celulose como matriz, Ramírez *et al.* (2011) que utilizou amido de mandioca, Jesus (2008) que utilizou Poli(hidroxibutirato), entre outros.

Materiais compósitos onde a matriz polimérica é um polímero biodegradável e o agente de reforço são biofibras como as lignocelulósicas são definidos como biocompósitos (AVÉROUS e BOQUILLON, 2004).

2.7 Modelos Mecânicos

Um dos principais efeitos da adição de cargas em matrizes poliméricas é a mudança nas propriedades mecânicas do compósito. Dentre essas propriedades, o módulo de elasticidade pode ser previsto, teoricamente, utilizando-se modelos mecânicos. Segundo Choudhury (2008), esses modelos também podem ser usados para encontrar a melhor combinação dos constituintes dos compósitos.

Quando se trata de um compósito bifásico existem duas expressões matemáticas que são usadas para prever o módulo de elasticidade em função das frações volumétricas dos constituintes. Denominadas regra das misturas, essas expressões estimam que o módulo elástico do compósito deva ficar entre um limite superior (Eq. 2.1) e um limite inferior (Eq. 2.2) (CALLISTER, 2008).

As equações 2.1 e 2.2 são denominadas modelo em paralelo e em série, respectivamente. O modelo em paralelo é o mais indicado para compósitos com fibras orientadas uniformemente na direção do esforço mecânico (GUTIÉRREZ, 2011). O modelo em série por sua vez, é utilizado quando o esforço é aplicado na direção contrária da orientação das fibras (NETO e PARDINI, 2006).

$$E_{C} = E_{F} V_{F} + E_{m} V_{m}$$
Equação (2.1)
$$E_{C} = \frac{E_{m} E_{F}}{V_{F} E_{m} + V_{m} E_{F}}$$
Equação (2.2)

Nas equações 2.1 e 2.2, E_c , E_F e E_m referem-se ao módulo de elasticidade do compósito, da fibra e da matriz, respectivamente. Por sua vez V_F e V_m são frações volumétricas da fibra e da matriz.

Outro modelo utilizado é o modelo da regra das misturas modificado (Eq. 2.3), que é aplicado para compósitos reforçados com fibras descontínuas e orientadas aleatoriamente (VIANNA *et al.*, 2004). k é um fator empírico que representa a eficiência do reforço, que é dependente da orientação e da transferência de tensão entre fibra- matriz (MOHANTY *et al.*, 2004).

$$E_{c} = kE_{F}.V_{F} + E_{m}.V_{m}$$
Equação (2.3)

Para compósitos reforçados com fibras distribuídas de forma aleatória a literatura reporta k = 0,2 e permite prever valores de módulo elástico próximos do experimental. (CHOUDHURY, 2008; GUTIÉRREZ, 2011). Mohanty *et al.* (2004) utilizaram k = 0,35 obtido pela média dos valores de k calculados através da Equação 2.4 para compósitos com 10 e 20% de fibra, a partir dos resultados experimentais de módulo elástico.

$$k = \frac{E_c - V_m E_m}{V_F E_F}$$
 Equação (2.4)

A combinação entre as Equações 2.1 e 2.2 gera modelo Hirsch e Voight (Eq 2.5), também aplicado para prever o módulo elástico em compósitos, onde x é um fator de correção como k usado na Equação 2.3 (GUTIÉRREZ, 2011).

$$E_{c} = x(V_{F}E_{F} + V_{M}) + (1 - x)\frac{E_{F}E_{M}}{E_{M}V_{F} + E_{F}V_{M}}$$
 Equação (2.5)

Os modelos de Maxwell e Russell, Equações 2.6 e 2.7, respectivamente, são modelos também utilizados na previsão do módulo de elasticidade em função da composição dos compósitos.

De acordo com Gutiérrez (2011), o modelo de Maxwell apresenta melhor aplicação em compósitos com baixos teores de reforço. Para Li *et al.* (2008), o modelo de Russell assume que o reforço têm forma de cubos com o mesmo tamanho e encontram-se dispersos na matriz.

$$E_{C} = E_{M} \frac{E_{F} + 2E_{M} + 2V_{F}(E_{F} - E_{M})}{E_{F} + 2E_{M} - V_{F}(E_{F} - E_{M})}$$
Equação (2.6)

$$E_{C} = E_{M} \frac{V_{F}^{\frac{2}{3}} + \frac{E_{M}}{E_{F}} (1 - V_{F}^{\frac{2}{3}})}{V_{F}^{\frac{2}{3}} - V_{F} + \frac{E_{M}}{E_{F}} (1 + V_{F} - V_{F}^{\frac{2}{3}})}$$
Equação (2.7)

Halpin e Tsai desenvolveram uma equação semiempírica largamente utilizada na previsão de módulo de elasticidade de compósitos com fibras orientadas aleatoriamente (CHOUDHURY, 2008; MA e JOO, 2010; COLEMAN *et al.*, 2006). É um modelo relativamente simples, preciso e considera a forma e a razão de aspecto do reforço (VLASVELD *et al.*, 2005).O modelo de Halpin-Tsai é apresentado na Equação 2.8. Coleman *et al.* (2006) afirmam que esse modelo oferece melhor previsão de módulo elástico para baixas frações volumétricas de fibra.

$$E_{C} = \frac{3}{8} \frac{1 + 2(l_{f} / d_{f})n_{L}V_{f}}{1 - n_{L}V_{f}} E_{m} + \frac{5}{8} \frac{1 + 2n_{T}V_{f}}{1 - n_{T}V_{f}} E_{m}$$
Equação (2.8)

Onde, l_f é o comprimento e d_f o diâmetro médios das fibras. De acordo com O'Regan *et al.*, (1999) os parâmetros n_L (Eq. 2.9) e n_T (Eq. 2.10) descrevem respectivamente os fatores de eficiência longitudinal e transversal.

$$n_{L} = \frac{(E_{f} / E_{m}) - 1}{(E_{f} / E_{m}) + 2(l_{f} / d_{f})}$$
Equação (2.9)
$$n_{T} = \frac{(E_{f} / E_{m}) - 1}{(E_{f} / E_{m}) + 2}$$
Equação (2.10)

2.8 Compósitos de Fibras Naturais

Compósitos reforçados com fibras naturais têm sido amplamente estudados. Compósitos preparados por fibras naturais e polímeros convencionais ou mesmo polímeros biodegradáveis são apresentados como alternativas pela disponibilidade e abundância das fibras, bem como pelo baixo peso específico destas quando comparadas com fibras de vidro, por exemplo.

Becker *et al.* (2011), avaliaram as propriedades térmicas, mecânicas e morfológicas de compósitos preparados com polipropileno (PP), sem e com PP-gMA (polipropileno enxertado com anidrido maleico) reforçados com fibra de bananeira. Nos resultados de propriedade térmica, os compósitos de PP com fibra apresentaram maior estabilidade quando comparado com compósitos na presença de anidrido maleico. Os pesquisadores verificaram que a adição de fibras de bananeira não alterou a temperatura de cristalização do PP, entretanto, diminuiu o grau de cristalinidade. As propriedades mecânicas por sua vez, tiveram alterações. O módulo de elasticidade foi maior para o compósitos na presença de anidrido; porém, foi menor que PP puro. Com os testes de tração puderam verificar que o PP puro apresentava melhores resultados se comparado com os compósitos. A adição de fibras de bananeira deu resultados significativos de resistência ao impacto, os quais foram superiores ao PP puro. Através das análises das imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), verificaram que os compósitos sem a presença de anidrido apresentaram vazios entre a fibra e a matriz, devido à baixa interação entre os componentes.

Machado *et al.* (2010) prepararam compósitos biodegradáveis a base de polihidroxibutirato-hidroxivalerato (PHB-HV) reforçados com casca e dos resíduos da colheita do café, e obtiveram resultados mecânicos melhores se comparados com PHB-HV puro, mantendo ainda a estrutura cristalina do polímero.

Mothé e Araújo (2004) desenvolveram e avaliaram compósitos de poliuretano reforçados com fibras de curauá nas proporções de 5, 10 e 20%. Nas avaliações térmicas, o poliuretano puro apresentou maior estabilidade térmica se comparado com os compósitos. Os testes de tração mostraram que o módulo de elasticidade aumenta à medida que se adiciona fibras, entretanto a resistência à tração e a deformação na ruptura diminuem quando comparadas com o poliuretano.

Penha *et al.* (2006) avaliaram as propriedades mecânicas de tração e flexão de compósitos de poliéster/fibra de juta e poliéster/fibra de vidro/fibra de juta. Os testes de tração mostraram que a adição da fibra de vidro no compósito aumentou em 54% a resistência à tração e em aproximadamente 200% o módulo de elasticidade. Nas propriedades de flexão a adição de fibra de vidro proporcionou um aumento superior a 100% no módulo de elasticidade, e não mostrou ter efeito na resistência a flexão.
2.9. Energia Superficial e Ângulo de Contato

Moléculas existentes na superfície de um liquido ou sólido possuem energia adicional diferindo-se das moléculas do interior do líquido ou sólido, essa energia é chamada de energia interfacial e pode também estar localizada na interface de um material. Em compósitos o conhecimento de cada sistema reforço-matriz é de grande importância para estudar o molhamento da matriz sobre o reforço, pois o molhamento vai estar diretamente ligado às forças intermoleculares (NETO e PARDINI, 2006).

O ângulo de contato simbolizado por θ é uma das técnicas utilizadas para medir a modificação superficial de materiais através do molhamento material. De acordo com Sena (2011) o ângulo de contato é uma técnica que consiste na medida do ângulo formado entre a gota de um líquido depositada sobre uma superfície sólida (Figura 2.10). Quando o líquido é depositado sobre uma superfície sólida, dois fenômenos podem ocorrer, o líquido se espalha ou tende formar uma gota esférica. O ângulo formado entre o líquido e o sólido considerando estes dois fenômenos, irá caracterizar o grau de interação entre os dois materiais (NETO e PARDINI, 2006).

Alguns critérios são usados para avaliar a molhabilidade de um material. Diz-se que um líquido molha o sólido quando o líquido se espalha uniformemente por toda superfície, nesse caso o ângulo θ será igual à zero. Quando $\theta < 90^{\circ}$, o sólido é considerado como molhado ou molhante e o líquido espalha-se espontaneamente, para $\theta > 90^{\circ}$ não há molhamento (BRISOLARI, 2008; LUZ, *et al.* 2008).

A medida do ângulo de contato, ou θ , é também uma das técnicas utilizadas para estimar a energia livre superficial de um sólido. A determinação da energia livre de superfície é uma técnica simples desde que a superfície em análise esteja devidamente preparada (SENA, 2011).



Figura 2.10. Ângulo de contato. (SENA, 2011)

Onde:

 γ_{SV} : Energia interfacial entre as fases sólida e vapor; γ_{LV} : Energia interfacial entre as fases líquida e vapor; γ_{SL} : Energia interfacial entre a fase sólida e líquida; θ : Ângulo de contato.

Uma relação entre ângulo de contato e a energia de superfície entre a gota de um líquido e uma superfície sólida é dada pela equação de Young (Eq. 2.11) que fornece uma visão termodinâmica sobre a natureza química da superfície (AHADIAN *et al.*, 2010).

A medida do ângulo de contato pode apresentar variação denominada histerese, que pode ser causada por vários fatores como a contaminação do líquido, contaminação da superfície ou rugosidade da superfície. A madeira é um exemplo deste tipo de fenômeno, que por apresentar aspecto poroso, medir sua molhabilidade não é fácil, pois além de ser um material com superfície irregular também absorve líquidos facilmente (BRISOLARI, 2008).

O ângulo de contato pode ser determinado utilizando-se um goniômetro ou pelo método gravimétrico. Quando se trata de fibras de reforço com diâmetros entre ~5-20µm o método gravimétrico é o mais utilizado, já que depositar uma gota numa superfície minúscula não é uma tarefa fácil (NETO e PARDINI, 2006).

Conhecido também como técnica de Wilhelmy, o método gravimétrico é o mais indicado para determinar o ângulo de contato de fibras com diâmetro pequeno. Nessa técnica são utilizadas balanças que tem sensibilidade mínima de 10⁻⁷ gramas e a determinação do ângulo de contato é realizada através da imersão da fibra em um líquido adequado. A microbalança mede a força exercida pelo líquido na fibra (NETO e PARDINI, 2006).

A determinação do ângulo de contato utilizando-se um goniômetro é o método direto mais utilizado. Também conhecido como método da gota séssil, este baseia-se na medida do perfil da gota do líquido depositada sobre uma superfície sólida. A gota de um líquido devidamente purificado é depositada sobre a superfície de um sólido por meio de uma micro seringa. Um canhão de luz é incidido sobre a gota a imagem formada é ampliada com uma lente de baixo aumento, e o ângulo de contato é medido através de um anteparo com escala (BUZETO e CAMPOS, 2004). Para o melhor entendimento o sistema de medida do ângulo de contato utilizando-se um goniômetro é ilustrado no próximo capítulo deste trabalho na Figura 3.5.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão apresentados os materiais e técnicas usadas neste trabalho, bem como um breve detalhe sobre as técnicas.

3.1 Materiais

3.1.1. Fibra natural de Munguba originária do município de Japurá, Estado do Amazonas.

Na Figura 3.1 é mostrada a fibra de munguba na forma que é extraída do caule da mungubeira.



Figura 3.1 Fibra natural de munguba, da região Amazonica.

3.1.2. Poli(butileno adipato co-tereftalato) PBAT comercialmente conhecido por Ecoflex[®] F BX 7011, um poliéster sintético fornecido pela empresa BASF. Suas propriedades físicoquímicas são mostradas na Tabela 3.1.

Propriedade	Unidade	Método de Teste	Valor
Densidade mássica	g/cm3	ISO 1183	1,25 - 1,27
Índice de fluidez- MFR 190°C /2,16 kg	g/10 min	ISO 1133	2,7 - 4,9
Volume fundido – MVR 190°C /2,16kg	mL/10 min	ISO 1133	2,5 - 4,5
Ponto de fusão	°C	DSC	110 - 120
Dureza Shore D	-	ISO 868	32
Ponto de amolecimento Vicat	°C	ISO 306	91

Tabela 3.1. Propriedades físico-químicas do PBAT

Fonte: BASF (2012).

3.1.3. Foi utilizado o **plastificante Resyflex k-10** fornecido pela Resypar Indústria e Comércio Ltda. É produzido a partir de matérias primas vegetais renováveis sendo indicado para compor

formulações biodegradáveis. O uso do plastificante neste trabalho é justificado pela necessidade de um material para melhorar o processamento dos biocompósitos.

O plastificante utilizado é um material novo no mercado não havendo informações sobre a sua constituição, por esse motivo o mesmo foi caracterizado por FTIR para identificação de seus grupos químicos e por TGA para se conhecer sua estabilidade térmica. Os resultados de FTIR são apresentados na Figura 3.2. As bandas na região de 1700cm⁻¹, 1165cm⁻¹ e 2919cm⁻¹ indicaram que o plastificante é semelhante ao óleo soja epoxidado. Pela análise termogravimétrica-TGA, Figura 3.3, é possível verificar que o material tem limitação quanto à estabilidade térmica já que inicia sua degradação em torno de 157°C, mas está adequado para utilização em PBAT que tem a temperatura de fusão entre 110 e 120°C.



Figura 3.2. FTIR do plastificante Resyflex.



Figura 3.3 Termogravimetria do plastificante Resyflex.

3.1.4. Ácido acético glacial (Synth, P.A, Brasil) e anidrido acético glacial (Synth, P.A, Brasil) foram utilizados na acetilação da fibra de munguba. No processo de mercerização utilizou-se NaOH. (Synth, P.A, Brasil).

3.2 Métodos

3.2.1 Preparação das Fibras

As fibras em sua forma natural apresentam-se como feixes de aproximadamente 1 metro de comprimento, por isto fez-se necessária a moagem para a obtenção de fibras com dimensões adequadas ao processamento.

Inicialmente as fibras foram moídas em moinho de martelo (Figura 3.4), na Oficina da FEQ com tempo de duração de 3 minutos cada moagem. Posteriormente as fibras foram submetidas à moagem em liquidificador por 2 minutos para reduzir ainda mais seu tamanho. Em

seguida fez-se a separação granulométrica, utilizando-se um conjunto de peneiras da série de Tyler de 48, 60, 100 e 200 Mesh, com diâmetro de abertura de 0,48, 0,25, 0,15 e 0,075 mm respectivamente. Foram selecionadas as fibras retidas nas peneiras 60, 100 e 200 Mesh para serem usadas neste trabalho. Esta etapa foi realizada no Laboratório de Engenharia Ambiental da FEQ/ Unicamp.



Figura 3.4 Moinho de martelo utilizado para moer as fibras.

3.2.2 Tratamento Químico das Fibras

Com a finalidade de melhorar as propriedades mecânicas e térmicas das fibras e também proporcionar boa interação química entre fibra-matriz, as fibras foram submetidas aos tratamentos químicos de mercerização e acetilação. Os tratamentos químicos das fibras foram realizados seguindo-se o método descrito por Jesus (2008).

Mercerização das Fibras

Inicialmente pesaram-se 40g da fibra retida na peneira 60 Mesh. Em seguida as fibras foram imersas em solução aquosa de NaOH, 2% em massa, por 20 minutos em banho de gelo. Posteriormente as fibras foram retiradas da solução e lavadas até que a água de lavagem residual alcançasse pH 7. As fibras foram secas em estufa (FANEM, 315 SE, Brasil) a 70°C, por um período de 12 horas. O mesmo procedimento foi realizado para as fibras retidas nas peneiras de 100 e 200 Mesh.

Acetilação das Fibras

As fibras de munguba mercerizadas foram transferidas para um reator de vidro de 2L com três entradas. Adicionou-se no reator ácido acético glacial e anidrido acético na proporção de 1 : 1,5 em volume até que cobrissem as fibras. Colocou-se um termômetro em uma das entradas do reator e um condensador de bolas com circulação de água em outra. O reator foi aquecido em banho de óleo até 90 °C e mantido nesta temperatura por 2 horas. Após este período, as fibras foram removidas por filtração a vácuo, lavadas com água destilada para remoção total dos solventes, e secas em estufa a 70°C por um tempo de 6 horas. O mesmo procedimento foi repetido para as fibras retidas nas peneiras de 100 e 200 Mesh.

O procedimento experimental foi realizado no Laboratório de Biomateriais, Faculdade de Engenharia Química-Unicamp.

3.2.3 Caracterização Química por Espectroscopia no Infravermelho

A espectroscopia na região do infravermelho é uma técnica experimental muito utilizada na caracterização de polímeros. Ela se baseia nos movimentos de vibração e rotação característicos de ligações químicas entre os átomos de diferentes tipos numa molécula, quando expostos a determinados níveis de energia, cuja frequência de radiação é classificada em: próxima (10.000 a 4.000 cm⁻¹), média (4.000 a 200 cm⁻¹) e distante (200 a 10 cm⁻¹). A faixa de maior uso para a caracterização de polímeros é a do infravermelho médio, pois nesta região as bandas de absorção são características de movimentos localizados de pequenos grupos de átomos.

Pela espectroscopia na região do infravermelho, com transformada de Fourier/ FT-IR (Thermo Scientific, Nicolet 6700, USA), foi utilizada para se verificar a ocorrência de mudança química das fibras vegetais após tratamento químico. O procedimento experimental foi realizado no Laboratório de Recursos Analíticos e Calibração-LRAC/ Faculdade de Engenharia Química - Unicamp.

Os espéctros de infravermelho foram obtidos no modo ATR (Refletância Total Atenuada), com o acessório SMART OMNI-SAMPLER operando em uma faixa de 4000 - 675 cm⁻¹, resolução de 4cm⁻¹ e 32 scan.

3.2.4 Análise Termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica (TGA) é utilizada para determinar variação da massa da amostra em função da temperatura (CANEVAROLO JUNIOR, 2004). Dessa forma essa análise será utilizada com objetivo de verificar se a modificação química da fibra influenciará em sua estabilidade térmica.

Temperatura de degradação térmica foi determinada utilizando analisador termogravimétrico da TA Instruments, Modelo 2950. As amostras foram submetidas a uma programação de temperatura, com início na temperatura ambiente de 25°C e razão de aquecimento de 20°C/min, até atingirem a temperatura de 700°C em atmosfera de oxigênio.

3.2.5 Caracterização Morfológica das Fibras

A superfície das fibras foi estudada com o auxílio de um Microscópio Eletrônico de Varredura – MEV (Leica, LEO 440i, Inglaterra) para verificar possíveis modificações após os tratamentos químicos.

Com o objetivo de estudar a influência do tamanho da fibra nas propriedades dos compósitos, determinou-se a razão de aspecto (L/D) das fibras retidas nas peneiras de 60, 100 e 200 Mesh utilizado-se um microscópio óptico MO (Leica, Q500IW, Inglaterra) do Laboratório de Recursos Analíticos e de Calibração (LRAC)/FEQ. As médias da razão de aspecto são de 20 medidas em todos os tamanhos de fibra.

3.2.6 Ensaio de Tração das Fibras

Para avaliação das propriedades de tração das fibras, antes e após tratamento químico, foram preparados corpos de prova com diâmetro médio de 3 mm e 10 cm de comprimento. Papel cartolina foi colado nas extremidades das fibras para melhor fixação nas garras da máquina de tração. Neste ensaio foi usada célula de carga com capacidade de 1000N e a velocidade de ensaio foi de 1 mm/min.

3.2.7 Determinação da Densidade

As densidades das fibras e do PBAT plastificado foram determinadas utilizando-se a técnica de picnometria gasosa. A picnometria gasosa determina o volume real do sólido, ainda que poroso, por variação de pressão utilizando normalmente gás hélio numa câmara de volume conhecido (MOURA e FIGUEIREDO, 2012).

O teste de picnometria foi realizado utilizando-se picnômetro a gás (Micromeritics, AccuPyc 1330 V2.02, USA). no laboratório de uso comum do Departamento de Termofluido Dinâmica da Faculdade de Engenharia Química - UNICAMP.

3.2.8 Ângulo de Contato

As medidas do ângulo de contato de uma gota d'água e de uma gota de diiodometano depositada na superfície das fibras de munguba natural e quimicamente tratada, foram realizadas através do método da gota séssil, utilizando-se um goniômetro do Laboratório de Física de Polímeros/FEQ.

O esquema do goniômetro (Tantey, CAM-MICRO) utilizado neste trabalho é apresentado na Figura 3.5. Os testes de ângulo de contato foram realizados a uma temperatura 25°C e umidade relativa de 56%.



Figura 3.5 Goniômetro utilizado para determinar o ângulo de contato das fibras de munguba.

3.2.9 Preparação dos Biocompósitos

Os compósitos foram preparados nas seguintes proporções em massa de polímero (PBAT), plastificante e fibras: 80%PBAT/10%plastificante/10%fibra e 71%PBAT/9% plastificante/20%fibra. As formulações foram utilizadas na preparação de compósitos utilizando fibras naturais e quimicamente tratadas. A Tabela 3.2 apresenta todas as formulações estudadas. Os componentes de cada formulação foram previamente pesados e homogeneizados manualmente.

Teor de	Teor de plastificante	Teor de fibra	Tipo de fibra/ abertura	Amostra
PBAT (%)	(%)	(%)	da peneira	
89	11	0	0	PBAT-P
80	10	10	Natural/Mesh 60	BC/N60-10F
80	10	10	Tratada/Mesh 60	BC/T60-10F
80	10	10	Natural/Mesh 100	BC/N100-10F
80	10	10	Tratada/Mesh 100	BC/T100-10F
80	10	10	Natural/Mesh 200	BC/N200-10F
80	10	10	Tratada/ Mesh 200	BC/T200-10F
71	9	20	Natural/Mesh 60	BC/N60-20F
71	9	20	Tratada/Mesh 60	BC/T60-20F
71	9	20	Natural/Mesh 100	BC/N100-20F
71	9	20	Tratada/Mesh 100	BC/T100-20F
71	9	20	Natural/Mesh 200	BC/N200-20F
71	9	20	Tratada/ Mesh 200	BC/T200-20F

Tabela 3.2. Formulação dos biocompósitos de PBAT e fibra de Munguba.

As cargas para mistura tiveram variações no peso a fim de manter a proporção de plastificante em relação ao polímero.

Cada formulação de aproximadamente 100g foi processada em um misturador de alto cisalhamento (M.H.,100H, Brasil) até a fusão do PBAT. Após esta etapa, cada formulação foi transferida para a prensa hidráulica com aquecimento (MH, Q/F MOT. 8 TON, Brasil) e prensadas a uma temperatura de 140°C por dois minutos. Os corpos de prova para os ensaios de tração foram confeccionados conforme a Norma ASTM D 638. Todos os equipamentos usados

estão disponíveis no Laboratório de Processamento de Polímeros da Faculdade de Engenharia Química/Unicamp.

3.2.10 Caracterização Mecânica: Ensaios de Tração dos Compósitos

O ensaio de resistência à tração é um dos métodos mais utilizados para se estudar as propriedades mecânicas dos materiais e serve para comparar o desempenho mecânico dos mesmos, bem como avaliar as modificações ocorridas após formação de compósitos, blendas, etc.

As propriedades de tração (Módulo de elasticidade, tensão de ruptura e alongamento na ruptura), das formulações apresentadas na Tabela 3.2, foram determinadas com dez corpos de prova para cada amostra. Foi adotada a Norma ASTM D 638 e utilizada uma máquina de ensaio universal (MTS, DL 2000, Brasil) com velocidade de ensaio de 100mm/min, e célula de carga com capacidade de 1000N. Os equipamentos estão disponíveis no Laboratório de Processamento de Polímeros, da Faculdade de Engenharia Química/ Unicamp. Esses ensaios são importantes para se determinar o limite de resistência dos compósitos quando solicitados mecanicamente.

3.2.11 Propriedades Térmicas

Análises térmicas foram realizadas no laboratório de Análises Térmicas do Departamento de Engenharia de Materiais e Bioprocessos (DEMBio), da Faculdade de Engenharia Química/Unicamp.

3.2.11.1 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A técnica DSC é usada para medir eventos endotérmicos e exotérmicos com taxa de aquecimento controlada, os quais são essenciais na caracterização de amostras, tais como variação de entalpia (Δ H), temperatura de transição vítrea (T_g) e de fusão (T_m), entalpia de fusão (Δ H_m), temperatura de cristalização (T_c) e de degradação (T_d), obtidos pelo registro do termograma da amostra. (CANEVAROLO JUNIOR, 2004).

Neste trabalho utilizou-se um equipamento de calorimetria exploratória diferencial – DSC (TA Instruments, modelo 2920, EUA) para se determinar a temperatura de fusão (T_m), a temperatura de cristalização (T_c) e a temperatura de transição vítrea (T_g) dos biocompósitos obtidos. A taxa de aquecimento foi de 10°C/ min e a faixa de temperatura do experimento variou de -60 até 500°C em atmosfera inerte de nitrogênio.

3.2.12 Caracterização Morfológica dos Biocompósitos

Foram realizados testes para estudo da morfologia dos biocompósitos e do grau de coesão na interface matriz-fibra, com o auxílio de um Microscópio Eletrônico de Varredura – MEV (Leica, LEO 440i, Inglaterra) do Laboratório de Recursos Analíticos e de Calibração (LRAC)/ FEQ, para se conhecer a morfologia dos compósitos. Este tipo de análise pode ajudar no entendimento das propriedades mecânicas de reforço do material, as quais dependem muito do tipo de interação física e química entre seus componentes.

4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização da Fibra

4.1.1 Caracterização Química por Espectroscopia no Infravermelho

Os espectros de infravermelho (FTIR) das fibras de munguba quimicamente modificada e fibra natural são mostrados na Figura 4.1.



Figura 4.1 Espectros de FTIR das fibras de que Munguba natural e quimicamente tratadas.

Verificando-se o comportamento dos espectros das fibras naturais e quimicamente tratadas, pode-se comprovar a ocorrência de modificação química. Pela presença de uma banda em 1730 cm⁻¹, relativa aos grupos carbonilas, pode-se assumir que a reação de acetilação ocorreu, em conformidade com os resultados de Leite *et al.* (2010). No espectro da fibra natural, nesta mesma região, pode ser observado um pico muito baixo, decorrente possivelmente da oxidação natural (KAPULSKIS *et al.*, 2003).

Tanto na fibra quimicamente tratada, como na fibra natural, é possível perceber uma banda na região de 3300-3500 cm⁻¹ decorrente da vibração de grupos hidroxilas, porém, verificase nos espectros da fibra quimicamente tratada uma diminuição dessa banda, indicando uma acetilação parcial das fibras. De acordo com D'Almeida *et al.* (2005), embora a esterificação dos grupos OH não tenha sido completa, ela já é potencialmente interessante, pois reduz a higroscopia da fibra, pela diminuição dos grupamentos OH que favorecem a absorção de água. Observa-se também o aumento na intensidade da banda na região de 1240 cm⁻¹, que pode ser atribuída às ligações C-O que aumentam com a esterificação (LOPES *et al.*, 2011). Na região de 1050 cm⁻¹ pode-se considerar uma diminuição na intensidade do pico com tratamento químico, que pode ser associada à esterificação parcial da celulose, já que segundo Tomczac (2010) esse pico é decorrente da vibração de grupos C-OH da celulose em fibras naturais.

Na fibra natural pode ser observada uma banda em torno de 1610 cm⁻¹ que para Delben *et al.* (2006) é proveniente de anéis aromáticos da lignina, na fibra tratada verifica-se que essa banda teve uma redução acentuada provavelmente pela tratamento químico de mercerização ter retirado grande parte da lignina da fibra.

4.1.2 Análise Termogravimétrica – TGA

As análises de TGA, assim como os resultados de FTIR, apresentaram diferentes comportamentos para as fibras quimicamente modificadas e naturais, como pode ser visto na Figura 4.2.



Figura 4.2. Análise termogravimétrica da fibra de munguba natural e tratada



Figura 4.3. Curva termogravimétrica da fibra de munguba natural.



Figura 4.4. Curva termogravimétrica da fibra de munguba quimicamente tratada.

As derivadas das curvas de TGA que representam as velocidades de degradação térmica das fibras naturais e quimicamente tratada são ilustradas nas Figuras 4.3 e 4.4. A primeira observação, diz respeito a um desnivelamento da curva da fibra natural em torno de 100°C, referente à perda de massa de água devido à natureza hidrofílica da fibra, ou também de voláteis (JESUS, 2008). Nessa mesma região de temperatura observa-se que a fibra modificada se mantém estável, devido seu caráter mais hidrofóbico após acetilação.

A análise de TGA é caracterizada por dois estágios principais, o primeiro inicia-se a 260°C para fibra natural e 280°C para fibra quimicamente tratada. Para Sanchez *et al.*(2010), Razera (2006) e Tomczak (2010) o primeiro estágio está associado ao início da decomposição térmica, correspondente às hemiceluloses juntamente com a celulose, neste caso para a fibra natural. Na fibra quimicamente tratada esse estágio finaliza em temperatura mais elevada, 366°C, possivelmente devido ao fato da mercerização ter removido uma porção de hemiceluloses que se

decompõe antes da celulose e convertido celulose I em celulose II, que é a forma mais estável, e faz com que a fibra suporte temperaturas mais altas (RAZERA, 2006).

Tendo em vista que o primeiro estágio corresponde à degradação da celulose, fica claro que na fibra quimicamente tratada a celulose é o componente majoritário, já que a perda de massa nesse estágio foi maior quando comparado com a fibra natural. Esse comportamento deve-se provavelmente ao tratamento alcalino que retirou parcialmente hemiceluloses e lignina da fibra.

O segundo estágio começa em torno de 360°C na fibra natural e 366°C na fibra tratada e está relacionado com a degradação da lignina. Observando as curvas de degradação das fibras é notável que a perda de massa no segundo estágio é maior para a fibra natural, devido ao fato da mesma apresentar teor de lignina mais elevado do que a fibra quimicamente tratada. Isto explica porque a fibra tratada apresenta maior estabilidade térmica, pois o processo de mercerização provoca perda de compostos como hemiceluloses e parte da lignina (SANCHEZ *et al.*,2010).

O tratamento químico em fibras mostrou ter eficiência, gerando maior estabilidade térmica, indicando que as fibras tratadas podem suportar maiores temperaturas de processamento sem se degradar, comparadas à fibra natural. Entretanto, a fibra de munguba não tratada também se apresenta estável para a faixa de temperatura de muitas matrizes poliméricas biodegradáveis, que podem ser usadas para a obtenção de biocompósitos.

4.1.3 Caracterização Morfológica da Fibra de Munguba

As Figuras 4.5 e 4.6 mostram fotomicrografias de MEV da superfície das amostras de fibras de munguba, natural e tratada. Pode-se perceber que o tratamento químico retirou resíduos incrustados nas cavidades das fibras, deixando vazios e aumentando assim a área de contato da fibra que pode favorecer um maior ancoramento mecânico das cadeias da matriz polimérica.



Figura 4.5 Micrografia da fibra de munguba natural. (a) aumento de 100x ; (b) aumento de 1000x



Figura 4.6. Micrografia de fibra de munguba tratada quimicamente. (a) aumento de 100x ; (b) aumento de 1000x.

4.1.4 Razão de Aspecto das Fibras

Nas Figuras 4.7, 4.8 e 4.9 são apresentadas as micrografias de fibras de munguba que foram utilizadas na preparação dos biocompósitos.



Figura 4.7 Micrografia de fibras de munguba retidas na peneira de Mesh 60. Aumento de 50x.



Figura 4.8 .Micrografia de fibras de munguba retidas na peneira de Mesh 100. Aumento de 50x.



Figura 4.9 Micrografia de fibras de munguba retidas na peneira de Mesh 200. Aumento de 50x

Fica perceptível ao analisar as Figuras 4.7, 4.8 e 4.9 que dentro de uma mesma peneira existem fibras com diferentes tamanhos, desta forma a seleção das fibras por tamanho utilizando peneiras de Tyler não se mostrou um bom método de seleção. Essa variação de tamanho resultará numa grande variação na razão de aspecto, que por sua vez ao ser utilizado em modelos mecânicos, por exemplo, poderá gerar resultados incoerentes.

Através das imagens das fibras é possível observar que o diâmetro das fibras em todas as peneiras praticamente se mantém, alterando-se perceptivelmente o comprimento. Os valores apresentados na Tabela 4.1 mostram que as fibras utilizadas na preparação dos compósitos sofrem pouca variação na razão de aspecto. Torna-se importante citar que existiam muitas fibras de comprimento muito elevado no que não foi possível ser medir o comprimento, principalmente nas fibras retidas nas peneiras de 60 e 100 Mesh o que leva a crer que a razão de aspecto determinada não apresenta precisão.

Tabela 4.1 Razão de aspecto médio das fibras usadas na preparação dos biocompósitos.

	Mesh 60	Mesh 100	Mesh 200
L/D	$11 \pm 3,0$	$13 \pm 4,0$	$12 \pm 5,0$

4.1.5 Ensaios de Tração das Fibras

A utilização de fibras de munguba em compósitos, bem como sua caracterização quanto às propriedades *in natura*, tratada quimicamente e processada, ainda não são conhecidos na literatura. Portanto, um dos objetivos deste trabalho foi contribuir com alguns resultados interessantes para sua aplicação, como a resistência a solicitações mecânicas de tração, já que este parâmetro em compósitos é importante para definir sua utilização. Na Tabela 4.2 são apresentados os valores médios de cinco corpos de prova de tração das fibras de munguba, natural e quimicamente tratadas, bem como os seus valores de densidade para fins de comparação com a Tabela 2.3.

Fibra de Munguba	Densidade(g/cm ³)	Alongamento (%) Tensão na		Módulo Elástico	
			Ruptura (MPa)	(GPa)	
Natural	$1,560 \pm 0,001$	$1,4 \pm 0,1$	$219,1 \pm 44,0$	$15,4 \pm 3,5$	
Tratada	$1,530 \pm 0,001$	$1,0 \pm 0,1$	$274,6 \pm 68,3$	$27,3 \pm 4,7$	

Tabela 4.2 Valores de densidade e propriedades mecânicas das fibras de Munguba.

Pode-se observar que os tratamentos químicos proporcionaram modificação das fibras, causando alterações nas suas propriedades de tração. O módulo de elasticidade teve um aumento de 75%, a tensão de ruptura aumentou em 25%, enquanto que o alongamento apresentou diminuição. Este comportamento pode ser explicado pelo aumento da rigidez da fibra decorrente da retirada da fração amorfa da celulose e das hemiceluloses pelo tratamento químico de mercerização. Para Troedec *et al.* (2008) o tratamento alcalino hidrolisa a parte amorfa da celulose, restando apenas a fração cristalina da celulose. Lopes *et al.* (2011) obtiveram resultados semelhantes nas propriedades mecânicas de fibras de caroá ao avaliarem o efeito da acetilação, afirmando que estes resultados estão associados com a remoção parcial de lignina e polioses, causando maior rigidez na fibra.

As fibras de munguba apresentam densidade semelhante a outras fibras naturais usadas como reforço em compósitos. Outra consequência da modificação química foi uma leve diminuição na densidade das fibras, que se deve provavelmente a perda de alguns componentes da fibra como hemiceluloses, lignina e ceras retiradas pelo processo de mercerização.

Ao comparar as propriedades mecânicas da fibra de munguba (Tabela 4.2) com as de outras fibras vegetais (Tabela 2.3), percebe-se que a fibra estudada apresenta módulo de elasticidade semelhante ao da fibra de sisal, o que mostra que a fibra de munguba apresenta potencial para utilização como reforço em compósitos poliméricos.

4.1.6 Ângulo de Contato

Os valores observados para o ângulo de contato θ para as fibras de munguba naturais e quimicamente tratadas são apresentados na Tabela 4.3.

Fibra	θ(°)	θ (°)
	Diiodometano	Água
Natural	51,9	nd*
Tratada	nd*	53,5

Tabela 4.3. Ângulo de contato das fibras de munguba natural e tratada

* Não detectado.

A determinação do ângulo de contato da fibra natural utilizando-se água não foi possível, pois a água espalhava-se completamente na superfície da fibra, sendo rapidamente absorvida. O mesmo ocorreu ao se tentar medir o ângulo de contato da fibra quimicamente tratada com o diiodometano.

Existe claramente uma inversão no comportamento das fibras naturais e quimicamente tratadas. A fibra natural mudou seu caráter de tipicamente hidrofílico para organofílico. Como os valores de θ são menores que 90° as fibras apresentam um caráter de molhabilidade (LUZ *et al.*, 2008). Isto é, a fibra natural tem uma afinidade, embora limitada, ao solvente orgânico, enquanto que a fibra tratada tem uma afinidade parcial com a água. O teste comprovou que a acetilação alterou a característica superficial da fibra, favorecendo um caráter mais hidrofóbico, já que a deposição de água na fibra tratada mostrou comportamento contrário da fibra natural, que deve ter ocorrido devido à acetilação reduzir a polaridade da fibra por reagir com grupos –OH terminais.. O mesmo pode ser dito no uso diidometano.

Considerando que o diiodometano é apolar e a fibra natural polar, θ deveria ser maior que 90°, porém isso não foi observado neste trabalho provavelmente pela característica porosa da fibra, que favoreceu a penetração do diiodometano nos seus poros.

4.2 Caracterização dos Biocompósitos

4.2.1. Propriedades Térmicas.

Nas Figuras 4.10 e 4.11 estão ilustradas, respectivamente, as curvas de DSC referentes ao aquecimento e resfriamento das amostras analisadas e na Tabela 4.4 são apresentadas as propriedades térmicas dessas amostras.

Formulação	$T_g(^{o}C)$	Onset	$T_{c}(^{\circ}C)$	$T_m(^{\circ}C)$	$\Delta H_{m}\left(J/g\right)$	$\Delta H_{c} (J/g)$
		Tc(°C)				
PBAT	-29	68	42	120	18	21
PBAT-P	-34	93	80	121	15	20
BC/N100-10F	-	102	90	116	20	16
BC/T100-10F	-	95	85	114	21	17

Tabela 4.4. Propriedades térmicas do PBAT, PBAT-P, BC/N100-10F e BC/T100-10F.



Figura 4.10. Curvas de transição vítrea e fusão do PBAT, PBAT-P, BC/N100-10F e BC/T100-10F.



Figura 4.11. Curvas de cristalização do PBAT, PBAT-P, BC/N100-10F e BC/T100-10F.

As curvas de DSC bem como propriedades térmicas apresentadas na Tabela 4.4 são referentes ao aquecimento e ao resfriamento das amostras. O objetivo desta análise foi avaliar a influência da presença da fibra no comportamento de cristalização e na cristalinidade do PBAT. Para isto foram selecionadas as formulações com 10% de fibras na condição natural e após os

tratamentos químicos. Como o PBAT foi modificado com plastificante, este efeito também foi estudado.

Ao analisar a T_g dos sistemas verifica-se que o PBAT-P apresenta T_g menor que o PBAT. Essas alterações na T_g ocorrem porque o plastificante diminui a interação entre as moléculas do polímero, o que consequentemente aumenta a mobilidade entre as cadeias. O nível energético necessário para dar mobilidade as cadeias também diminui, reduzindo a temperatura de transição vítrea (YOSHIGA *et al.*, 2004). A sensibilidade do equipamento foi baixa para determinar a Tg das formulações com fibras, BC/N100-10F e BC/T100 -10F.

O onset de cristalização indicou que a adição de fibras e plastificante promoveu o início da cristalização da matriz em temperaturas mais altas e diminuiu o intervalo de cristalização comparada com o PBAT. Acredita-se que tanto as fibras como o plastificante estão favorecendo a formação de núcleos estáveis e facilitando a formação de cristais menores, porém as fibras mostraram efeito mais expressivo.

Observa-se claramente que tanto o plastificante como as fibras atuaram como agentes nucleantes deslocando a temperatura de cristalização para valores mais elevados em relação à do PBAT. O efeito do plastificante pode ser associado à maior mobilidade das cadeias enquanto que a presença das fibras facilita a nucleação pelo efeito de superfície. Ambos devem estar favorecendo a nucleação heterogênea, que é o mecanismo mais provável para a nucleação. Os valores de calor de cristalização foram reduzidos para as amostras contendo as fibras, na condição de resfriamento imposta pelo DSC.

As análises de DSC indicaram que a adição de plastificante não alterou o perfil e a temperatura de fusão do PBAT, porém com a adição das fibras percebeu-se um leve deslocamento na curva de fusão com diminuição da T_m . A interação fibra-matriz, embora fraca, provoca uma desorganização no empacotamento das cadeias da matriz, ou seja a formação de cristais menores e mais defeituosos, o que causaria a diminuição da temperatura de fusão (LUZ *et al.*, 2008; LEITE *et al.*, 2010).

A entalpia de fusão do PBAT diminui levemente com a adição do plastificante que provavelmente é resultado de uma redução na fase cristalina causada pela presença do plastificante na frente de crescimento do cristalito agindo como um diluente da fração cristalizável. Porém nota-se que com a adição de fibras na matriz plastificada há um aumento na

 ΔH_m , que pode estar associado ao fato das fibras terem absorvido parcialmente o plastificante e pelo efeito fortemente nucleante das fibras.

4.2.2. Propriedades Mecânicas dos Biocompósitos

Na Tabela 4.5 são apresentadas as propriedades mecânicas do PBAT plastificado e dos biocompósitos reforçados com 10 e 20% de fibra de munguba. A apresentação comparativa dos valores de Módulo elástico, Tensão de ruptura e Deformação na ruptura pode ser visualizada nas Figuras 4.12, 4.13 e 4.14, respectivamente.

Amostra	Módulo de elasticidade	ódulo de elasticidade Tensão na ruptura	
	(MPa)	(MPa)	(%)
PBAT-P	$51,0 \pm 4,0$	$21,0 \pm 2,0$	$806,0 \pm 66,0$
BC/N60-10F	$72,0 \pm 5,0$	$9,0 \pm 0,0$	$344,0 \pm 36,0$
BC/T60-10F	$80,0 \pm 9,0$	$9,0 \pm 1,0$	$311,0 \pm 52,0$
BC/N100-10F	87,0 ± 4,0	$10,0 \pm 1,0$	$349,0 \pm 44,0$
BC/T100-10F	$94,0 \pm 4,0$	$9,0 \pm 0,0$	$316,0 \pm 24,0$
BC/N200-10F	$80,0 \pm 5,0$	$10,0 \pm 0,0$	$392,0 \pm 40,0$
BC/T200-10F	$87,0 \pm 4,0$	$10,0 \pm 0,0$	$379,0 \pm 30,0$
BC/N60-20F	$93,0 \pm 8,0$	$6,0 \pm 0,0$	$148,0 \pm 49,0$
BC/T60-20F	$101,0 \pm 18,0$	$7,0 \pm 1,0$	$61,0 \pm 39,0$
BC/N100-20F	$93,0 \pm 9,0$	$6,0 \pm 0,0$	$165,0 \pm 62,0$
BC/T100-20F	$97,0 \pm 7,0$	$6,0 \pm 0,0$	$103,0 \pm 53,0$
BC/N200-20F	$109,0 \pm 7,0$	$7,0 \pm 0,0$	$125,0 \pm 55,0$
BC/T200-20F	$100,0 \pm 8,0$	$6,0 \pm 0,0$	$142,0 \pm 60,0$

Tabela 4.5 Propriedades mecânicas do PBAT-P e dos biocompósitos.

Observa-se que a adição das fibras promoveu modificação considerável em todas as propriedades quando comparadas à matriz pura. Para todas as amostras ocorreu um aumento no Módulo elástico e redução da Tensão de ruptura e Deformação na ruptura comparadas ao PBAT-P. Dentre as variáveis das formulações dos compósitos, a que mostrou ter efeito mais significativo no módulo elástico foi a concentração de fibra, tendo em vista que o aumento da concentração de fibras aumentou significativamente o módulo elástico dos compósitos. A adição de 10 % de fibras forneceram aumento mínimo de 40% e máximo de 86% e as formulações com 20 % de fibras por sua vez apresentaram aumento mínimo de 81% e máximo de 112 %.

Esse tipo de comportamento em compósitos é comum já que a adição de cargas rígidas a matrizes poliméricas tende em comum a formar materiais mais rígidos e menos resistentes (SANTOS *et al.*, 2010)

Em comparação com os biocompósitos de fibra natural, os biocompósitos que utilizaram fibras tratadas não tiveram aumento significativo no módulo de elasticidade. Esperava-se que o tratamento químico por acetilação mostrasse efeito sobre as propriedades de módulo elástico, porém, acredita-se que a acetilação não produziu grupos ésteres suficientes para proporcionar boa interação química com a matriz e consequentemente aumentar a transferência de tensão fibra-matriz. Jesus (2008) obteve resultados semelhantes ao estudar biocompósitos de fibras de coco e sisal acetiladas com matriz de PHB. Dessas observações pode-se supor que o aumento do módulo se deveu em grande parte a um ancoramento mecânico da matriz nas fibras.

Considerando-se a razão de aspecto (L/D), as formulações preparadas com fibras retidas na peneira de mesh 100 deveriam apresentar as melhores propriedades mecânicas, já que neste caso foram medidos os maiores valores de L/D. Todavia, o que se observa é a independência da razão de aspecto nas propriedades mecânicas das formulações.

Esperava-se que a utilização de diferentes tamanhos de fibras mostrasse efeito nas propriedades mecânicas nos biocompósitos já que de acordo com Hietala (2011) o aumento na razão de aspecto proporciona melhor propriedade de reforço. Com base nos resultados não é possível afirmar que os biocompósitos apresentavam diferentes razão de aspecto, o que sugere que todas as formulações apresentam tamanhos de fibra aproximados.



Módulo elástico (MPa)

Figura 4.12 Módulo de elasticidade dos biocompósitos de fibra de munguba natural e quimicamente tratada.

Os resultados de tensão na ruptura (MPa) para o PBAT plastificado e compósitos contendo 10% e 20% em massa de fibra são apresentados na Figura 4.13.



Figura 4.13 Tensão na ruptura dos biocompósitos de fibra de munguba natural e quimicamente tratada.

É possível observar que o PBAT plastificado apresentou tensão na ruptura mais elevada que os compósitos, e com o aumento da concentração de fibra diminuiu-se a tensão na ruptura. Vale ressaltar que todas as formulações com 10% em fibra de munguba, independente do tratamento e razão de aspecto, apresentaram valores de tensão muito próximos, a mesma observação é válida para as formulações com 20%.

As baixas tensões dos compósitos podem ser resultados do comprimento da fibra, pois de acordo com Kuruvilla (1999), existe um comprimento crítico necessário para que a transferência de tensão possa ser alcançada, ou seja, se o reforço aplicado nos compósitos apresentar comprimento inferior ao crítico, a fibra será arrancada com facilidade da matriz e o compósito falhará a baixas tensões. O fato da resistência dos compósitos, a baixos teores de fibras, ser inferior à da matriz pode também ser atribuído ao carregamento ineficiente, de modo que as fibras ajam como defeitos e fragilizem a matriz, reduzindo a resistência mecânica do compósito. Para Santos *et al.* (2010) a baixa resistência é causada pelas falhas na interface que são causadas pela fraca interação dos constituintes. O sistema estudado mostrou esta deficiência na interação entre a fibra e a matriz, como será discutido no capítulo referente à morfologia dos compósitos.

Dentre as diferentes variáveis utilizadas na preparação dos compósitos, a que mostrou maior influência na tensão de ruptura foi a concentração de fibras, visto que aumento da concentração de fibra reduziu consideravelmente os valores desta propriedade. Este comportamento pode ser explicado pelo aumento dos pontos de falha ocasionados pela presença de fibras (JESUS, 2008).

Da mesma maneira que com o módulo de elasticidade, o tratamento químico não demostrou ter grande influência nos resultados de Tensão de Ruptura. A presença da fibra, atuando como defeito define o comportamento do material, sendo mais importante que o tratamento empregado. Apesar disso, este foi melhor que o observado por Luz *et al.*(2008) que ao estudarem a influência da acetilação nas propriedades de compósitos de polipropileno reforçados com 10% e 20% de celulose e celulignina, verificaram que a acetilação causa uma diminuição na tensão de ruptura dos compósitos.

A Figura 4.14 apresenta a deformação na ruptura do PBAT plastificado e dos compósitos com 10% e 20% em fibra.

A deformação na ruptura dos compósitos foi inferior ao PBAT plastificado, o qual devese possivelmente pelo aumento na rigidez ou falta de adesão entre as fibras e a matriz. De acordo com Sanchez *et al.*(2010), fibras com maior rigidez que a matriz apresentam a característica de aumentar o módulo de elasticidade, porém, diminuem o alongamento. Se a adesão é fraca o alongamento diminui com mais intensidade.

É notável que o tamanho e o tipo de fibra utilizada não mostraram influência nos valores de deformação. Todavia, a concentração de fibra mostrou ser o fator mais importante, visto que o aumento no teor de fibra diminui a deformação dos compósitos.



Deformação na Ruptura (%)

Figura 4.14 Deformação na ruptura dos biocompósitos de fibra de munguba natural e quimicamente tratada.

4.2.3 Morfologia dos Biocompósitos

As fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) das criofraturas do PBAT plastificado são apresentadas nas Figuras 4.15. Observam-se regiões de deformação plástica na superfície fraturada do PABT-P, características de fratura dúctil.



Figura 4.15 Criofraturas do PBAT-P. (a) Aumento de 100x; (b) Aumento de 1000x.

Ao comparar as fotomicrografias da matriz de PBAT-P com os biocompósitos, nota-se que a matriz apresenta aspectos diferentes nesses sistemas, esse comportamento provavelmente está relacionado com a possível alteração da cristalização devido a adição de fibras na matriz, como verificado nos resultados de DSC.

Nas Figuras 4.16 a 4.27 a seguir são apresentadas as micrografias dos biocompósitos de fibra de munguba natural e quimicamente tratada. Ao observar as imagens é possível perceber que as fibras estão dispersas de forma aleatória e há presença de espaços vazios entre as fibras e a matriz nos compósitos de fibra natural, indicando a fraca interação química que está relacionada com o caráter hidrofílico da fibra e hidrofóbico da matriz. Porém, nos compósitos com fibras quimicamente tratadas observa-se uma molhabilidade parcial e uma leve diminuição na presença desses vazios que pode ser resultado de uma interação química dos grupos ésteres gerados na acetilação. Teoricamente, a interação fibra-matriz nos compósitos com fibras quimicamente tratadas deveria ser bastante eficiente pela presença de grupos químicos nas fibras semelhantes à matriz, porém as imagens de MEV mostram que os compósitos ainda precisam melhorar sua adesão. Possivelmente a acetilação na fibra foi parcial e consequentemente não formou grupos ésteres suficientes para promover uma adesão significativa.

Nas fotomicrografias das fraturas com ampliação de 100x é possível observar regiões dos compósitos caracterizadas pela perda de fibra, que tornam-se mais intensas nos compósitos com fibra natural, possivelmente pela menor interação com a matriz polimérica. Essas regiões onde as fibras foram arrancadas são conhecidas como "pull-out" da matriz que, segundo Razera (2006), é caracterizada pela falta de adesão.

De acordo com Razera (2006) a transferência de tensão pode ser maximizada pelo aumento do comprimento da fibra no compósito. Um ponto importante nas observações das fotomicrografias é o fato de que em todas as formulações a presença de "pull-out" torna-se visível. Este resultado é mais uma evidência de que os biocompósitos apresentaram fibras com tamanhos aproximados, proporcionando comportamento semelhante em todas as formulações. Assim o processo de peneiramento das fibras parece não ter sido eficaz.



Figura 4.16. Criofraturas do bicompósito BC/N60-10F. (a) aumento de 100x; (b) aumento de 1000x.



Figura 4.17. Criofraturas do biocompósito BC/T60-10F. (a) aumento de 100x; (b) aumento de 1000x.


Figura 4.18. Criofraturas do biocompósito BC/N100-10F. (a) aumento de 100x; (b) aumento de 1000x.



Figura 4.19. Criofraturas do biocompósito BC/T100-10F. (a) aumento de 100x ; (b) aumento de 1000x.



Figura 4.20. Criofraturas do biocompósito BC/N200-10F. (a) aumento de 100x ; (b) aumento de 1000x.



Figura 4.21. Criofraturas do biocompósito BC/T200-10F. (a) aumento de 100x ; (b) aumento de 1000x.



Figura 4.22. Criofraturas do biocompósito BC/N60-20F. (a) aumento de 100x; (b)aumento de 1000x.



Figura 4.23. Criofraturas do biocompósito BC/T60-20F. (a) aumento de 100x; (b) aumento de 1000x.



Figura 4.24. Criofraturas do biocompósito BC/N100-20F. (a) aumento de 100x;(b) aumento de 1000x.



Figura 4.25. Criofraturas do biocompósito BC/T100-20F. (a) aumento de 100x; (b) aumento de 1000x.



Figura 4.26. Criofraturas do biocompósito BC/N200-20F. (a) aumento de 100x; (b) aumento de 1000x.



Figura 4.27. Criofraturas do biocompósito BC/T200-20F. (a) aumento de 100x; (b) aumento de 1000x.

4.2.4 Determinação do Módulo Elástico Teórico

O módulo elástico teórico foi determinado aplicando-se os seguintes modelos mecânicos:

Regra da Mistura Modificada (VIANNA, 2004) Modelo de Halpin-Tsai (CHOUDHURY, 2008) Modelo de Russel (GUTIÉRREZ, 2011) Modelo de Maxwell (GUTIÉRREZ, 2011)

Para utilização dos modelos mecânicos é necessário que se conheçam as frações volumétricas das fibras e da matriz. A determinação dessa propriedade por sua vez pode ser realizada em função das densidades das fibras e da matriz utilizando-se as equações 4.1 e 4.2 conforme o método descrito por Vianna *et al.*, (2004).

$$V_f = \frac{m_f / \rho_f}{m_f / \rho_f + m_m / \rho_m}$$
 Equação (4.1)

$$V_m = \frac{m_m / \rho_m}{m_m / \rho_m + m_f / \rho_f}$$
 Equação (4.2)

Onde V_f , V_m , ρ_f , ρ_m , m_f e m_m correspondem, respectivamente, às frações volumétricas de fibras e matriz no compósito, densidades da fibra e da matriz; massas de fibra e matriz no compósito.

A previsão do módulo de elasticidade em função do volume de fibra, utilizando os modelos mecânicos de Maxwell, Russell, Halpin-Tsai e regra da mistura modificada para k = 0,2 são apresentados na Tabela 4.6. A previsão utilizando os modelos foi aplicada apenas para compósitos de fibras retidas na peneira de Mesh 100, tanto os de fibra natural (Figura 4.28) como quimicamente modificada (Figura 4.29). A razão pela qual se escolheu as fibras da peneira de Mesh 100 se deve pelo fato dessas teoricamente apresentarem tamanho intermediário dentre as fibras utilizadas na preparação dos biocompósitos.

O modelo de Halpin-Tsai previu valores de módulo acima do experimental, porém a baixa fração volumétrica de fibras obteve resultado próximo do experimental. Como esse modelo é dependente da razão de aspecto do reforço, uma justificativa para a previsão incoerente pode estar relacionado com a variação no tamanho das fibras retidas em uma mesma peneira impossibilitando uma boa medida na razão de aspecto. Vale ressaltar que o processo de mistura por alto cisalhamento pode ter ocasionado a quebra das fibras, dessa forma mascarando ainda mais a razão de aspecto do reforço. Vlasveld (2005) e Choudhury (2008), ao utilizarem este modelo observaram o mesmo comportamento obtendo valores de módulo superiores ao experimental.

Amostra	Módulo de elasticidade (MPa)							
7 milostru	Experimental	Maxwell	Russell	Mistura Modificada	Halpin-Tsai			
BC/N100-10F	87,0	64,5	89,1	295,4	92,6			
BC/N100-20F	93,1	81,6	112,7	556,9	145,2			
BC/T100-10F	94,4	64,8	89,5	299,6	93,4			
BC/T100-20F	97,3	82,2	113,4	564,8	146,9			

Tabela 4.6 Determinação teórica do módulo elástico.



Figura 4.28. Módulo elástico teórico dos biocompósitos BC/N100-10F e BC/N100-20F.



Figura 4.29 Módulo elástico teórico dos biocompósitos BC/T100-10F e BC/T100-20F.

O modelo da mistura modificada k = 0,2 mostrou não ser adequado aos sistemas estudados, apresentando previsão muito elevada em comparação com os dados experimentais. Acredita-se que o desvio na previsão da regra da mistura modificada pode estar relacionado ao fator de correção utilizado, já que este refere-se à adesão interfacial que não foi eficaz neste caso (como foi demonstrado na análise de morfologia dos compósitos), além do fato desse modelo não levar em consideração forma e tamanho das fibras.

Uma forma de avaliar indiretamente a eficiência do reforço ou a adesão interfacial fibramatriz é determinar o fator de eficiência do reforço (k) a partir dos dados experimentais de módulo utilizando-se a regra das misturas modificada, já que um material ideal deve apresentar k=1 (VIANNA *et al.*, 2004). Os valores de k para compósitos com fibras retidas na peneira de Mesh 100 foram determinados a partir dos dados experimentais e são apresentados na Tabela 4.7.

Amostra	BC/N100-10F	BC/N100-20F	BC/T100-10F	BC/T100-20F
К	0,032	0,020	0,038	0,021

Tabela 4.7 Resultados do fator k para biocompósitos de Mesh 100.

Os Tabela 4.6 mostra que os compósitos estudados apresentaram valores de k muito afastados do valor para um material ideal, o que pode estar associado a uma fraca adesão interfacial fibra-matriz e consequentemente falta de transferência de tensão entre as fases.

Dessa forma fica claro que a inadequação no uso do modelo da mistura modificada neste caso, está associado ao fator de correção utilizado (k=0,2) que é muito alto para esse sistema. Como já citado neste trabalho o fator k refere-se à transferência de tensão fibra-matriz e para que essa ocorra é necessário que haja alguma interação, o que aparenta não ter ocorrido com eficácia nem mesmo com tratamento químico.

Dentre os modelos utilizados, o modelo de Russell foi o que melhor se adequou aos sistemas estudados apresentando as melhores previsões para os dois teores de fibras. Os modelos de Russell e Halpin-Tsai adequaram-se melhor a baixas frações volumétricas como esperado de acordo com a literatura (COLEMAM, 2006; GUTIÉRREZ, 2011). Gutiérrez (2011) ao utilizar esses modelos obteve melhores aproximações com o modelo de Maxwell. Foi perceptível que o modelo de Russel se adequou melhor aos sistemas com menores teores de fibras.

5 – CONCLUSÕES

O estudo inédito realizado com as fibras de munguba indica um alto potencial de utilização das mesmas como reforço em compósitos poliméricos. Os resultados experimentais mostraram que os tratamentos químicos de mercerização e de acetilação promoveram a modificação química na superfície das fibras. Essa modificação, ainda que parcial, foi responsável pelo aumento significativo no módulo de elasticidade e maior estabilidade térmica. Os resultados de espectroscopia de IV indicaram esterificação das fibras e diminuição nos grupos OH, e por isto maior hidrofobicidade, que são condições esperadas para a promoção de uma maior interação com matrizes poliésteres. Os ensaios mecânicos mostraram que os tratamentos químicos não causaram danos às fibras já que proporcionaram aumento dessas propriedades. A análise por MEV mostrou que os tratamentos químicos não causaram degradação das fibras, promovendo além da modificação química, uma limpeza superficial e um aumento da área superficial. Os testes de ângulo de contato mostraram que a molhabilidade das fibras aumentou para substâncias apolares após a modificação química.

O estudo das propriedades mecânicas dos biocompósitos mostraram que a utilização da fibra de munguba promoveu aumento significativo no módulo elástico, porém a incorporação de fibras apresentou-se como pontos de falha diminuindo a tensão e a deformação na ruptura. A utilização de peneiras de Tyler na separação de fibras por tamanho mostrou não ser um método eficiente, já que a variação de tamanho em uma mesma peneira foi alta. A modificação química da fibra promoveu maior interação química entre os componentes, embora insuficiente para alterações significativas no módulo elástico, pouca influência na tensão e deformação de ruptura. Através do estudo morfológico por MEV foi possível confirmar que a interação química parcial fibra de munguba-PBAT promoveu uma fraca adesão interfacial indicando que as condições do processo de acetilação empregadas não foram adequadas para contribuir de forma significativa para a adesão.

Os modelos mecânicos de Russell e Halpin-Tsai mostraram-se adequados aos biocompósitos estudados, gerando melhores aproximações a baixas frações de fibras. A aproximação dos modelos mecânicos está diretamente ligada com a interação fibra-matriz e funciona como indicador dessa característica em compósitos.

As análises térmicas de DSC indicaram que tanto a adição de fibra como de plastificante cristalinidade do PBAT, porém as fibras tiveram maior ação alteraram nucleante desorganizando as cadeias poliméricas da matriz, e como consequência diminuição da temperatura de fusão e aumento na temperatura de cristalização da matriz. A adição de plastificante aumenta os espaços livres entre as cadeias poliméricas causando maior mobilidade transição sobre elas e diminuindo a temperatura de vítrea do PBAT.

6 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Aplicar e estudar a viabilidade de outros tipos de tratamentos na fibra ou de agentes de compatibilização com o objetivo de obter uma boa interação na interface fibra-matriz.

- Testar outros métodos de separação das fibras para obter maior homogeneidade no tamanho das fibras.

- Avaliar a influência do processo de mistura a alto cisalhamento na alteração da razão de aspecto das fibras.

- Realizar a caracterização completa das fibras de Munguba. Determinar os teores de lignina, celulose e hemicelulose, estrutura cristalina, por se tratar de uma fibra onde essas propriedades são desconhecidas.

- Estudar a preparação dos biocompósitos pelas técnicas de extrusão e injeção e avaliar outras propriedades mecânicas nos biocompósitos como resistência ao impacto, resistência a flexão e avaliar a estabilidade térmica dos biocompósitos por meio de termogravimetria.

- Realizar estudo de biodegradação dos biocompósitos de fibras de munguba.

7- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AHADIAN, S.; MORADIAN, S.; TEHRAN, M. A. Assessing the equation of state and comparing it with other relationships used for determining the surface tension of solids. **Applied Surface Science**, v.256, p.1983–1991, 2010.

ALVES, C.; FERRÃO, P. M. C.; SILVA, A. J.; REIS, L. G.; FREITAS, M.; RODRIGUES, L. B.; ALVES, D. E. Ecodesign of automotive components making use of natural jute fiber composites. **Journal of Cleaner Production**, v.18, p. 313-327, 2010.

ASS, B. A. P.; BELGACEM, M. N.; FROLLINI, E. Mercerized linters cellulose: characterization and acetylation in N,N-dimethylacetamide/lithium chloride. **Carbohydrate Polymers,** v. 63, p. 19-29, 2006.

ANUAR, H; ZURAIDA, A. Improvement in mechanical properties of reinforced thermoplastic elastomer composite with kenaf bast fibre. **Composites: Part B**, v. 42, p. 462–465, 2011.

AVEROUS, L.; BOQUILLON, N. Biocomposites based on plasticized starch: thermal and mechanical behaviours. **Carbohydrate Polymers**, v. 56, p. 111-122, 2004.

AVEROUS, L.; BORDES, P.; POLLET, E. Nano-biocomposites: Biodegradable polyester/nanoclay systems. **Progress in Polymer Science**, v. 34, p. 125-155, 2009.

BASF.Ficha técnica ecoflex 2004. Disponível em <http://www.basf.com.br> acesso em janeiro de 2012.

BECKER, D.; KLEINSCHMIDT, A. C.; BALZER, P. S.; SOLDI, V. Influência da sequência de mistura do PP-MA nas propriedades dos compósitos de PP e fibra de bananeira. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 21, n. 1, p. 7-12, 2011.

BIAGIOTTI, J.; PUGLIA, D.; TORRE, L.; KENNY, J. M.; ARBELAIZ, A; CANTERO, G; MARIETA, C.; LLANO-PONTE, R.; MONDRAGON, I. A Systematic investigation on the influence of the chemical treatment of natural fibers on the properties of their polymer matrix composites. **Polymer composites**, v. 25, n. 5, p. 470-479, 2004.

BONELLI, C. M. C.; ELZUBAIR, A.; SUAREZ, J. C. M.; MANO, E. B. Comportamento térmico, mecânico e morfológico de compósitos de polietileno de alta densidade reciclado com fibra de piaçava. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 15, n. 4, p. 256-260, 2005.

BRISOLARI, A. Estudo da molhabilidade em madeiras tropicais ou de reflorestamento por medidas de ângulo de contato e de permeabilidade. 2008. 98p. Dissertação de Mestrado – Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2008.

BURANOV, A. U.; MAZZA, G. Lignin in straw of herbaceous crops. industrial crops and products, v. 28, p. 237–259, 2008.

BUZETO, F. A.; CAMPOS, J. S. C. Modificação do ângulo de contato de amostras de borracha natural submetida a tratamento por descarga corona. **Anais do Congresso CONAMET/SAM**, La Serena, 2004.

CASARIN, S A. **Desenvolvimento e caracterização de blendas e de compostos empregando polímeros biodegradáveis**. 2004. 108p. Dissertação de Mestrado – Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2004.

CALLISTER JR., W. D. Ciência e Engenharia de Materiais - Uma Introdução. 7.ed. Rio de Janeiro: LTC, 705p., 2008.

CANEVAROLO JUNIOR, S. V. Técnicas de Caracterização de Polímeros. São Paulo: Artliber, 2004. P. 17-361.

CHAWLA, K. K.; Composite materials: science and engineering. New York: Spring-Verlag, 1987. 294p.

CHOUDHURY, A. Isothermal crystallization and mechanical behavior of ionomer treated sisal/HDPE composites. **Materials Science and Engineering A**, v.491, p. 492–500, 2008.

COLEMAN, J.N.; KHAN, U.; BLAU, W. J.; GUN'KO, Y. K. Small but strong: A review of the mechanical properties of carbon nanotube–polymer composites. **Carbon**, v.44, p. 1624-1652, 2006.

D'ALMEIDA, J. R. M.; D'ALMEIDA, A. L. F. S.; CALADO, V.; BARRETO, D. W. Acetilação de fibra de bucha (*Luffa cylindrica*). **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 15, n. 1, p. 59-62, 2005.

DELBEN, J.R.J. *et al.* Pirólise à vácuo da Aroeira. **17º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Foz do Iguaçu, 2006. 9p.

FRANCHETTI, S. M. M.; MARCONATO, J. C. Polímeros biodegradáveis – Uma solução para diminuir a quantidade dos resíduos plásticos. **Química Nova**, v. 29, n. 4, p. 811-816, 2006.

FARUK, O. **Cars from Jute and Other Bio-Fibers**. Disponível em: <http://biggani.com/files_of_biggani/mashiur/interview/omar_faruk.pdf.> Acesso em: dezembro de 2011.

GRIBEL, R.; ABBOTT, R. J. Genetics of cytosolic phosphoglucose isomerase (PGI) variation in the Amazonian tree Pseudobombax munguba (Bombacaceae). **Heredity**, v. 76, p. 531 -538,1995.

GUERRA, P. M. Modificação química do amido de mandioca e blendagem com poliéster biodegradável. 2010. 86p. Dissertação de Mestrado – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2010.

GUTIÉRREZ, M. C. **Biocompósitos de acetato de celulose e fibras curtas de Curauá**. 2011. 100p. Tese de Doutorado-Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2011.

HIETALA, M.; SAMUELSSON, E.; NIINIMÄKI, J.; OKSMAN, K. The effect of pre-softened wood chips on wood fibre aspect ratio and mechanical properties of wood–polymer composites. **Composites: Part A**, v. 42, p. 2110–2116, 2011.

HILL, C. A. S.; KHALIL, H. P. S. A.; HALE, M. D. A study of the potential of acetylation to improve the properties of plant fibres. **Industrial Crops and Products**, v. 8, p. 53–63, 1998.

JESUS, R. C. **Processamento e caracterização de biocompósitos de PHB com fibras naturais de coco e sisal acetiladas e não-acetiladas**. 2008. 74p. Dissertação de mestrado – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2008.

KAPULSKIS, T. A.; JESUS, R. C.; MEI, L. H. I. Modificação química de fibras de coco e de sisal visando melhorar suas interações interfaciais com matrizes poliméricas biodegradáveis. **Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica**, 4, 2003, Campinas. Anais... Campinas: UNICAMP, 2003. 6p.

KLEMM, D.; HEUBLEIN, B.; FINK, H.; BOHN, A. Cellulose: Fascinating Biopolymer and Sustainable Raw Material. **Angewandte chemie international edition**, v. 44, p. 3358- 3393, 2005.

KURUVILLA, J.; MEDEIROS, E. S.; CARVALHO, L. H. Compósitos de matriz poliéster reforçados por fibras curtas de sisal. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, 1999.

LA MANTIA, F. P.; MORREALE, M. Green composites: A brief review. **Composites: Part A**, v. 42, p. 579–588, 2011.

LEITE, M. C. A. M.; FURTADO, C. R. G.; COUTO, L. O.; OLIVEIRA, F. L. B. O.; CORREIA, T. R. Avaliação da biodegradação de compósitos de poli(ε-caprolactona)/fibra de coco verde. **Polímeros**, v.20, p.339-344, 2010.

LI, X.; TABIL, L. G.; OGUOCHA, N.; PANAGRAHI, S. Thermal diffusivity, Thermal conductivity and specific heat of flax fiber-HDPE biocomposites at processing temperatures. **Composites science and technology**, v. 68, p. 1753-1758, 2008.

LOPES, F. F. M; ARAÚJO, G. T.; NASCIMENTO, J.W.B.; VASCONCELOS, R.F.; DANTAS, J.M. Avaliação dos efeitos da acetilação nas propriedades das fibras de caroá. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.15, n.1, p.84–89, 2011.

LOPES, F. F. M.; ARAÚJO. G. T.; NASCIMENTO, J. W. B.; GADELHA, T. S.; SILVA, V. R. Estudo dos efeitos da acetilação em fibras de sisal. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.14, n.7, p.783–788, 2010.

LUZ, A. P.; RIBEIRO, S.; PANDOLFELLI, V. C. Artigo revisão: Uso da molhabilidade na investigação do comportamento de corrosão de materiais refratários. **Cerâmica**, v.54, p. 174 (2008).

LUZ, S. M.; DEL TIO, J.; ROCHA, G. J. M.; GONÇALVES, A. R.; DEL'ARCO Jr, A. P. Cellulose and cellulignin from sugarcane bagasse reinforced polypropylene composites: Effect of acetylation on mechanical and thermal properties. **Composites: Part A**, v.39, p. 1362–1369, 2008.

MA, H.; JOO, C. W. Structure and mechanical properties of jute–polylactic acid biodegradable composites. **Journal of Composite Materials**, v.45, n.14, p.1451–1460, 2010.

MACHADO, A.R.T. ; MARTINS, P.F.Q. ; FONSECA, E.M.B. ; REIS, K.C. Compósitos biodegradáveis a base de polihidroxibutirato-hidroxivalerato (PHB-HV) reforçado com resíduos do beneficiamento do café. **Revista Matéria**, v. 15, n.3, p. 400-404, 2010.

MARINELLI, A.L.; MONTEIRO, M.R.; AMBRÓSIO, J.D. BRANCIFORTI, M. C.; KOBAYASHI, M.; NOBRE, A. D. Desenvolvimento de compósitos poliméricos com fibras vegetais naturais da biodiversidade: Uma contribuição para a sustentabilidade Amazônica. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.18, n. 2, p. 92-99, 2008.

MENICUCCI, T. A. Filogeografia e estrutura genética de populações da mungubeira (*pseudobombax munguba* (mart.&zucc.) dugand,malvaceae – bombacoideae na Amazônia brasileira. 2007. 79p. Dissertação de Mestrado- Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia-INPA. 2007.

MOHANTY, A. K.; WIBOWO, A; MISRA, M.; DRZAL, L. T. Effect of process engineering on the performance of natural fiber reinforced cellulose acetate biocomposites. **Composites: Part A**, v. 35, p. 363-370, 2004

MOTHÉ, C. G.; ARAUJO, C. R. Caracterização térmica e mecânica dos compósitos de poliuretano com fibras curauá. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.14, n. 4, p. 274-278, 2004.

MOURA, M. J.; FIGUEIREDO, M. M. Aplicação das técnicas de picnometria de gás e de porosimetria de mercúrio à caracterização de madeira de *E. globulus*. **Silva Lusitana**, v. 10, p. 207-216, 2002.

NARAYAN, R.; PISKIN, E.; YAVAZ, H. Starch based polymeric materials. **Turkish Plastics Foundation Journal**, p. 136-139, 2002.

NETO, F. L.; PARDINI, L. C. **Compósitos Estruturais: Ciência e Tecnologia**. São Paulo: Edgard Blucher, 2006.312p.

O'REGAN, D. F.; AKAY, M.; MEENAN, B. A comparison of Young's modulus predictions in fibre-reinforced-polyamide injection mouldings. **Composites Science and Technology**, v.59, p. 419-427, 1999.

PELLICANO, M.; PACHEKOSKI, W.; AGNELLI, J. A. M. Influencia da adição de amido de mandioca na biodegradação da blenda polimérica PHBV/Ecoflex[®]. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 19, n. 3, p. 212-217, 2009.

PENHA, J. K. M; DAMASCENO, M. A.; FELIPE, R. N. B.; FELIPE, R. C. T. S. Análise comparativa entre as propriedades mecânicas de compósitos poliméricos reforçados por juta/vidro/juta e juta/juta. **17º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Foz do Iguaçu, 2006. 10p.

RAMIREZ, M. G. L.; SATYANARAYANA, K. G.; IWAKIRI, S.; MUNIZ, G. B.; TANOBE, V.; FLORES-SAHAGUN, T. S. Study of the properties of biocomposites. Part I. Cassava starchgreen coir fibers from Brazil. **Carbohydrate Polymers**, v.86, p. 1712–1722, 2011.

RAZERA, I. A. T. **Fibras lignocelulósicas como agente de reforço de compósitos de matriz fenólica e lignofenólica.** 2006. 167p. Tese de doutorado-Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2006.

SANCHEZ, E. M. S.; CAVANI, C. S.; LEAL, C. V.; SANCHEZ, C. G. Compósito de resina de poliéster insaturado com bagaço de cana-de-açúcar: influência do tratamento das fibras nas propriedades. **Polímeros,** v. 20, n. 3, p. 194-200, 2010.

SANTOS, E. F.; MORESCO, F.; ROSA, S. M. L.; NACHTIGALL, S. M. B. Extrusão de compósitos de PP com fibras curtas de coco: Efeito da temperatura e agentes de acoplamento. **Polímeros**, v. 20, n. 3, p. 215-220, 2010.

SENA, H. C. Efeitos da descarga corona em superfície de polipropileno em temperatura ambiente e acima. 2011. 84p. Dissertação de mestrado – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2011.

SILVA, R.; HARAGUCHI, S. K.; MUNIZ, E. C.; RUBIRA, A. F. Aplicações de fibras lignocelulósicas na química de polímeros e em compósitos. **Química Nova**, v. 32, n. 3, p. 661-671, 2009.

SILVA, R. V. **Compósitos de resina de poliuretano derivada de óleo de mamona e fibras vegetais**. 2003. 139p. Tese de doutorado – Interunidade em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003.

SILVA FILHO, E.C. **Polissacarídeo natural celulose quimicamente modificado no uso da remoção de cátions e termoquímica da interação na interface sólido/líquido**. 169p. Tese de Doutorado – Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2008.

TOMCZAK, F. Estudo do Efeito de Cargas Minerais em Compósitos Poliméricos Particulados em Matriz de Polipropileno. 135p. Tese Doutorado – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2010.

TROEDEC, M. L.; SEDAN, D.; PEYRATOUT, C.; BONNET, J. P.; SMITH, A.; GUINEBRETIERE, R.; GLOAGUEN, V.; KRAUSZ, P. Influence of various chemical treatments on the composition and structure of hemp fibers. **Composites: Part A**,v. 39, p. 514-522, 2008.

VIANNA, W. L.; CORREA, C. A.; RAZZINO, C. A. Efeitos do tipo de poliestireno de alto impacto nas propriedades de compósitos termoplásticos com farinha de resíduo de madeira. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 14, n. 5, p. 339-348, 2004.

VLASVELD, D. P. N.; GROENEWOLD, J.; BERSEE, H.E.N.; MENDES, E.; PICKEN S.J. Analysis of the modulus of polyamide-6 silicate nanocomposites using moisture controlled variation of the matrix properties. **Polymer**, v. 46, p. 6102–6113, 2005.

YOSHIGA, A.; TOFFOLI, S. M.; WIEBECK, H. Estudo do composto PVC reciclado/CaCO₃ em pastas vinílicas. **Polímeros**, v. 14, n. 3, p. 134-141, 2004.

ZÁRATE, C. N.; ARANGUREN, M. I.; REBOREDO, M. M. Influence of fiber volume fraction and aspect ratio in resol-sisal composites. **Journal of applied polymer science**, v. 89, p. 2714-2722, 2003.

APÊNDICES

PROPRIEDADES DE TRAÇÃO DAS FIBRAS

Specime n #	Largura mm	Espessur a mm	Carga Max. no Pico N	Tensao no pico máx. MPa	Deformaç ão na Ruptura mm/mm	Alongame nto na Ruptura mm	Módulo de Young MPa
1	3,00	0,140	158,0	376,27	0,013	0,32	34671,32 9
2	3,00	0,270	248,3	306,60	0,014	0,34	27701,31 3
3	3,00	0,370	243,6	219,47	0,017	0,42	21901,31 3
4	3,00	0,130	101,0	259,04	0,013	0,32	25299,81 8
5	3,00	0,180	114,1	211,38	0,010	0,24	26773,97 5
Mean	3,00	0,218	173,0	274,55	0,013	0,33	27269,55 0
Std. Dev.	0,00	0,101	69,9	68,26	0,002	0,06	4688,181
Specime n #	Carga Máx. na Ruptura N	Tensão de Ruptura MPa	Deformaç ão no pico máx. mm/mm	Alongame nto no pico máx. mm			
1	158,032	376,266	0,013	0,322			
2	248,349	306,604	0,014	0,344			
3	243,614	219,472	0,017	0,416			
4	101,024	259,037	0,013	0,324			
5	114,147	211,383	0,010	0,242			
Mean	173,033	274,552	0,013	0,329			
Std. Dev.	69,878	68,261	0,002	0,062			

FIBRA QUIMICAMENTE TRATADA



Specime	Largura	Espessur	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame	Módulo de
n #	mm	a	Max. no	no pico	ao na	nto na	Young
		mm	PICO	max.	Ruptura	Ruplura	MPa
1	2.00	0.420	N 025 5	100 54	0.014	0.25	14270 14
I	3,00	0,430	230,0	102,94	0,014	0,35	14279,14 9
2	3,00	0,300	152,3	169,28	0,015	0,38	13351,48
							8
3	3,00	0,180	128,4	237,76	0,024	0,59	13230,08
		0.400	100.0	007 70	0.004	0.50	2
4	3,00	0,180	123,0	227,70	0,021	0,53	14629,69 4
5	3,00	0,200	167,0	278,39	0,016	0,41	21510,95
	0.00	0.050	101.0	010.10	0.010	0.45	6
Mean	3,00	0,258	161,2	219,13	0,018	0,45	15400,27 4
Std. Dev.	0,00	0,108	45,2	44,03	0,004	0,10	3467,651
Specime	Carga	Tensão	Deformaç	Alongame			
n #	Máx. na	de	ão no pico	nto no			
	Ruptura	Ruptura	máx.	pico máx.			
	N	MPa	mm/mm	mm			
1	235,477	182,540	0,014	0,347			
2	152,349	169,277	0,015	0,380			
3	128,389	237,758	0,024	0,589			
4	122,960	227,703	0,021	0,527			
5	167,033	278,388	0,016	0,412			
Mean	161,242	219,133	0,018	0,451			
Std. Dev.	45,189	44,035	0,004	0,103			

FIBRA NATURAL



Specime	Largura	Espessur	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame	Módulo de
n #	mm	а	Max. no	no pico	ão na	nto na	Young
		mm	Pico	máx.	Ruptura	Ruptura	MPa
4		1.000	N	MPa	<u>%</u>	mm	50.001
1	3,00	1,280	77,0	20,04	812,5	203,12	50,081
2	3,00	1,330	68,3	17,11	688,9	172,22	61,670
3	3,00	1,350	80,6	19,89	756,3	189,07	50,003
4	3,00	1,330	90,6	22,70	896,6	224,16	46,541
5	3,00	1,320	85,3	21,55	773,9	193,48	52,809
6	3,00	1,300	80,7	20,69	769,3	192,33	49,551
7	3,00	1,270	77,7	20,40	787,0	196,74	49,247
8	3,00	1,300	78,0	20,00	786,5	196,63	50,210
9	3,00	1,440	72,3	16,74	720,7	180,17	59,010
10	3,00	1,200	75,6	20,99	813,5	203,38	54,587
11	3,00	1,190	87,1	24,38	941,8	235,44	49,907
Mean	3,00	1,301	79,4	20,41	795,2	198,79	52,147
Std. Dev.	0,00	0,069	6,5	2,18	72,1	18,03	4,565
Specime	Carga	Tensão	Deformaç	Alongame			
n #	Máx. na	de	ão no pico	nto no			
	Ruptura	Ruptura	máx.	pico máx.			
	N	MPa	mm/mm	mm			
1	76,969	20,044	8,125	203,124			
2	68,276	17,112	6,889	172,219			
3	80,570	19,894	7,563	189,075			
4	90,573	22,700	8,966	224,156			
5	85,330	21,548	7,739	193,481			
6	80,694	20,691	7,693	192,330			
7	77,729	20,401	7,870	196,744			
8	77,982	19,995	7,865	196,627			
9	72,310	16,739	7,207	180,167			
10	75,559	20,989	8,135	203,378			
11	87,053	24,385	9,418	235,438			
Mean	79,368	20,409	7,952	198,795			
Std. Dev.	6,489	2,184	0,721	18,034			



Apêndices

Specime	Largura	Espessur	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame	Módulo de
n #	mm	а	Max. no	no pico	ão na	nto na	Young
		mm	Pico	máx.	Ruptura	Ruptura	MPa
	0.00	1.450	N	MPa	<u>%</u>	mm	00.450
1	3,00	1,450	43,0	9,89	348,8	87,19	86,459
2	3,00	1,330	34,2	8,57	237,6	59,39	46,655
3	3,00	1,400	39,4	9,38	346,6	86,66	71,176
4	3,00	1,560	47,6	10,17	378,6	94,65	82,095
5	3,00	1,280	35,3	9,20	279,2	69,79	84,722
6	3,00	1,380	39,5	9,54	294,8	73,70	99,943
7	3,00	1,630	48,6	9,94	386,0	96,51	78,158
8	3,00	1,610	39,8	8,24	247,3	61,82	70,470
9	3,00	1,510	39,1	8,63	287,5	71,88	80,748
10	3,00	1,240	33,1	8,90	305,9	76,48	71,131
11	3,00	1,340	33,0	8,20	234,8	58,71	70,806
Mean	3,00	1,430	39,3	9,15	304,3	76,07	76,579
Std. Dev.	0,00	0,133	5,4	0,70	54,3	13,58	13,361
Specime	Carga	Tensão	Deformaç	Alongame			
n #	Máx. na	de	ão no pico	nto no			
	Ruptura	Ruptura	máx.	pico máx.			
	N	MPa	mm/mm	mm			
1	43,015	9,888	3,488	87,194			
2	34,181	8,567	2,376	59,393			
3	39,402	9,381	3,466	86,656			
4	47,610	10,173	3,786	94,652			
5	35,324	9,199	2,792	69,788			
6	39,510	9,543	2,948	73,702			
7	48,568	9,932	3,848	96,200			
8	39,790	8,238	2,473	61,821			
9	39,075	8,626	2,875	71,882			
10	33,117	8,902	3,059	76,482			
11	32,969	8,201	2,348	58,707			
Mean	39,324	9,150	3,042	76,044			
Std. Dev.	5,380	0,694	0,541	13,534			

BIOCOMPÓSITOS COM 10% DE FIBRA ACETILADA MESH 60



Apêndices

Specime	Largura	Espessur	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame	Módulo de
n#	mm	a	Max. no	no pico	ão na	nto na	Young
		mm	Pico	máx.	Ruptura	Ruptura	MPa
		1 0 0 0	N	MPa	%	mm	
1	3,00	1,280	38,0	9,90	417,7	104,43	67,397
2	3,00	1,500	41,4	9,19	437,5	109,37	53,060
3	3,00	1,550	42,6	9,17	682,8	170,71	11,247
4	3,00	1,530	47,4	10,33	855,3	213,82	35,808
5	3,00	1,380	44,8	10,82	1071,3	267,82	13,961
6	3,00	1,500	44,3	9,84	859,3	214,83	29,036
7	3,00	1,600	41,7	8,70	632,1	158,03	33,005
8	3,00	1,420	42,4	9,95	888,2	222,05	28,788
9	3,00	1,060	48,9	9,82	704,3	176,07	13,149
10	3,00	1,350	33,4	8,25	307,1	/0,//	72,900
10	3,00	1,460	37,4	0,42	333,3	03,32	73,022
12	3,00	1,390	30,1	8,00	333,9	83,47	78,328
13	3,00	1,390	35,2	8,43	312,8	78,21	66,408
14	3,00	1,440	36,4	8,43	303,1	/5,/8	64,272
15	3,00	1,310	36,4	9,26	383,5	95,86	71,305
16	3,00	1,360	37,3	9,13	347,9	86,97	75,717
17	3,00	1,360	34,4	8,43	302,5	75,63	78,196
18	3,00	1,410	36,7	8,69	353,3	88,32	73,091
19	3,00	1,260	35,6	9,41	348,5	87,13	92,927
Mean	3,00	1,430	39,5	9,20	519,7	129,93	54,086
Std. Dev.	0,00	0,107	4,6	0,74	248,9	62,22	25,810
Specime	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame			
n #	Nax. na	de Rupturo	ao no pico	nio no nico móx			
	N	MPa	mm/mm	mm			
1	38.009	9 898	4 177	104 434			
2	41 295	9 177	4 340	108 491			
3	42 640	9 1 7 0	6 828	170 712			
0	47 168	10.276	8 4 5 8	211 /61			
5	47,100	10,270	10,430	211,401			
5	44,094	10,790	9 502	200,000			
0	44,275	9,039	6,093	159,000			
7	41,741	0,090	0,321	156,032			
8	42,367	9,945	8,882	222,048			
9	48,822	9,804	7,027	1/5,668			
10	33,412	8,250	3,071	76,770			
11	37,388	8,421	3,333	83,318			
12	36,096	8,656	3,339	83,470			
13	35,163	8,432	3,128	78,212			
14	36,422	8,431	3,031	75,778			
15	36,387	9,259	3,835	95,865			
16	37,267	9,134	3,479	86,967			
17	34,411	8,434	3,025	75,627			
18	36,748	8,687	3.533	88,320			
19	35.535	9.401	3.451	86.271			
Mean	39 465	9 195	5 185	129 636			
Std Day	4 520	0.722	0 479	61 052			
Siu. Dev.	4,029	0,700	2,470	01,900			

BIOCOMPÓSITOS COM 10% DE FIBRA NATURAL MESH 60



BIOCOMPÓSITOS COM 10% DE FIBRA ACETILADA MESH 100

Specime	Largura	Espessur	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame	Módulo de
n#	mm	a	Max. no	no pico	ão na 🕺	nto na	Young
		mm	Pico	máx.	Ruptura	Ruptura	MPa
			N	MPa	%	mm	
1	3,00	1,470	41,3	9,37	334,2	83,55	100,094
2	3,00	1,460	40,4	9,23	329,6	82,41	97,318
3	3,00	1,460	41,0	9,37	315,6	78,90	88,935
4	3,00	1,410	39,2	9,28	306,4	76,60	88,837
5	3,00	1,540	44,0	9,53	330,3	82,58	95,108
6	3,00	1,560	41,8	8,93	261,7	65,42	95,967
7	3,00	1,530	43,5	9,47	326,5	81,61	97,820
8	3,00	1,470	42,1	9,54	323,3	80,82	99,217
Mean	3,00	1,488	41,7	9,34	315,9	78,99	95,412
Std. Dev.	0,00	0,051	1,6	0,20	23,7	5,92	4,333
Specime	Carga	Tensão	Deformaç	Alongame			
n #	Máx. na	de	ão no pico	nto no			
	Ruptura	Ruptura	máx.	pico máx.			
	N	MPa	mm/mm	mm			
1	41,324	9,371	3,342	83,547			
2	40,447	9,234	3,296	82,405			
3	41,034	9,368	3,156	78,904			
4	39,234	9,275	3,064	76,600			
5	44,047	9,534	3,303	82,580			
6	41,779	8,927	2,617	65,421			
7	43,447	9,466	3,238	80,955			
8	42,054	9,536	3,233	80,824			
Mean	41,671	9,339	3,156	78,904			
Std. Dev.	1,555	0,200	0,235	5,884			



BIOCOMPÓSITOS COM 10% DE FIBRA NATURAL MESH 100

Specime	Largura	Espessur	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame	Módulo de
n #	mm	а	Max. no	no pico	ão na	nto na	Young
		mm	Pico	máx.	Ruptura	Ruptura	MPa
			N	MPa	%	mm	
1	3,00	1,350	38,6	9,52	303,2	75,81	82,831
2	3,00	1,420	45,4	10,65	402,3	100,58	87,527
3	3,00	1,340	39,4	9,79	337,2	84,31	92,127
4	3,00	1,570	47,4	10,05	393,8	98,44	83,300
5	3,00	1,580	44,4	9,38	325,0	81,26	79,900
6	3,00	1,380	44,4	10,72	418,3	104,58	87,743
7	3,00	1,340	35,4	8,80	300,3	75,08	87,473
8	3,00	1,320	37,8	9,53	372,7	93,17	90,313
9	3,00	1,380	36,8	8,90	316,1	79,01	92,407
10	3,00	1,430	37,8	8,82	317,1	79,27	86,761
Mean	3,00	1,411	40,7	9,62	348,6	87,15	87,038
Std. Dev.	0,00	0,093	4,2	0,70	44,1	11,02	4,070
Specime	Carga	Tensão	Deformaç	Alongame			
n #	Máx. na	de	ão no pico	nto no			
	Ruptura	Ruptura	máx.	pico máx.			
	N	MPa	mm/mm	mm			
1	38,471	9,499	3,015	75,380			
2	45,318	10,638	4,010	100,241			
3	39,363	9,792	3,372	84,310			
4	47,357	10,055	3,938	98,442			
5	44,445	9,377	3,250	81,256			
6	44,395	10,723	4,183	104,578			
7	35,358	8,795	3,003	75,083			
8	37,753	9,534	3,727	93,170			
9	36,835	8,897	3,161	79,013			
10	37,848	8,822	3,171	79,271			
Mean	40,714	9,613	3,483	87,075			
Std. Dev.	4,221	0,699	0,441	11,025			



BIOCOMPÓSITOS COM 10% DE FIBRA ACETILADA MESH 200

Specime	Largura	Espessur	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame	Módulo de
n #	mm	а	Max. no	no pico	ão na	nto na	Young
		mm	Pico	máx.	Ruptura	Ruptura	MPa
			N	MPa	%	mm	
1	3,00	1,450	41,4	9,53	334,4	83,60	89,078
2	3,00	1,460	40,1	9,16	346,9	86,73	80,672
3	3,00	1,430	42,2	9,85	389,8	97,45	93,652
4	3,00	1,340	40,7	10,13	416,3	104,08	86,311
5	3,00	1,320	40,2	10,14	421,0	105,25	86,253
6	3,00	1,290	38,1	9,84	350,0	87,51	84,613
7	3,00	1,270	35,5	9,31	395,2	98,81	85,907
8	3,00	1,290	36,3	9,37	385,5	96,39	86,530
9	3,00	1,430	38,7	9,03	358,1	89,52	90,474
10	3,00	1,410	38,6	9,14	388,9	97,22	88,753
Mean	3,00	1,369	39,2	9,55	378,6	94,66	87,224
Std. Dev.	0,00	0,074	2,2	0,41	29,8	7,44	3,518
Specime	Carga	Tensão	Deformaç	Alongame			
n #	Máx. na	de	ão no pico	nto no			
	Ruptura	Ruptura	máx.	pico máx.			
	N	MPa	mm/mm	mm			
1	41,436	9,525	3,344	83,596			
2	40,115	9,159	3,469	86,734			
3	42,235	9,845	3,898	97,446			
4	40,713	10,128	4,163	104,079			
5	40,160	10,141	4,210	105,250			
6	38,093	9,843	3,500	87,511			
7	35,469	9,309	3,952	98,811			
8	36,278	9,374	3,855	96,386			
9	38,733	9,029	3,581	89,523			
10	38,648	9,137	3,889	97,219			
Mean	39,188	9,549	3,786	94,655			
Std. Dev.	2,172	0,414	0,298	7,440			



Apêndices

Specime	Largura	Espessur	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame	Módulo de
n #	mm	а	Max. no	no pico	ão na	nto na	Young
		mm	Pico	máx.	Ruptura	Ruptura	MPa
			N	MPa	%	mm	
1	3,00	1,530	44,0	9,58	361,6	90,41	75,913
2	3,00	1,560	46,1	9,84	364,9	91,23	71,969
3	3,00	1,500	47,0	10,45	417,9	104,47	83,082
4	3,00	1,500	46,7	10,37	415,0	103,76	74,706
5	3,00	1,560	44,5	9,50	337,4	84,36	75,648
6	3,00	1,430	44,8	10,44	426,8	106,70	85,687
7	3,00	1,420	41,4	9,72	343,3	85,82	83,606
8	3,00	1,370	42,8	10,41	436,8	109,20	81,177
9	3,00	1,350	38,6	9,53	343,4	85,86	74,349
10	3,00	1,280	38,3	9,97	423,6	105,91	86,646
11	3,00	1,350	39,8	9,83	412,2	103,05	83,017
Mean	3,00	1,441	43,1	9,97	389,4	97,34	79,618
Std. Dev.	0,00	0,096	3,2	0,38	38,9	9,72	5,177
Specime	Carga	Tensão	Deformaç	Alongame			
n #	Máx. na	de	ão no pico	nto no			
	Ruptura	Ruptura	máx.	pico máx.			
	N	MPa	mm/mm	mm			
1	43,990	9,584	3,616	90,410			
2	46,066	9,843	3,649	91,228			
3	47,042	10,454	4,179	104,468			
4	46,653	10,367	4,150	103,755			
5	44,475	9,503	3,374	84,361			
6	44,792	10,441	4,268	106,700			
7	41,424	9,724	3,433	85,822			
8	42,754	10,402	4,359	108,972			
9	38,579	9,526	3,434	85,862			
10	38,296	9,973	4,236	105,909			
11	39,812	9,830	4,122	103,048			
Mean	43,080	9,968	3,893	97,321			
Std. Dev.	3,159	0,382	0,388	9,691			

BIOCOMPÓSITOS COM 10% DE FIBRA NATURAL MESH 200



Specime	Largura	Espessur	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame	Módulo de
n#	mm	а	Max. no	no pico	ão na	nto na	Young
		mm	Pico	máx.	Ruptura	Ruptura	MPa
	0.00	4 000	N	MPa	<u>%</u>	mm	107.010
1	3,00	1,390	34,3	8,23	23,4	5,84	137,813
2	3,00	1,320	25,9	6,55	67,8	16,95	89,265
3	3,00	1,480	29,9	6,73	12,4	3,11	122,892
4	3,00	1,580	32,7	6,90	87,6	21,89	116,958
5	3,00	1,520	26,8	5,87	68,3	17,08	83,830
6	3,00	1,480	27,7	6,24	92,8	23,21	94,466
7	3,00	1,550	28,5	6,12	127,0	31,75	78,210
8	3,00	1,270	25,9	6,80	21,3	5,33	111,851
9	3,00	1,500	29,2	6,48	85,8	21,46	90,694
10	3,00	1,410	32,9	7,78	15,0	3,75	129,138
11	3,00	1,510	28,3	6,25	31,5	7,88	88,293
Mean	3,00	1,455	29,3	6,72	57,5	14,39	103,946
Std. Dev.	0,00	0,097	2,9	0,71	38,7	9,68	20,409
Specime	Carga	Tensão	Deformaç	Alongame			
n #	Máx. na	de	ão no pico	nto no			
	Ruptura	Ruptura	máx.	pico máx.			
	N	MPa	mm/mm	mm			
1	33,455	8,023	0,170	4,241			
2	25,260	6,379	0,243	6,076			
3	29,887	6,731	0,124	3,112			
4	30,526	6,440	0,186	4,650			
5	26,772	5,871	0,683	17,081			
6	27,470	6,187	0,323	8,076			
7	28,475	6,124	1,270	31,750			
8	25,467	6,684	0,163	4,084			
9	28,997	6,444	0,578	14,453			
10	32,895	7,777	0,150	3,753			
11	28,257	6,238	0,296	7,399			
Mean	28,860	6,627	0,381	9,516			
Std. Dev.	2,693	0,677	0,346	8,658			

BIOCOMPÓSITOS COM 20% DE FIBRA ACETILADA MESH 60



Apêndices

Specime	Largura	Espessur	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame	Módulo de
n #	mm	а	Max. no	no pico	ão na	nto na	Young
		mm	Pico	máx.	Ruptura	Ruptura	MPa
	0.00	1.000	N		<mark>%</mark>	mm	75.404
1	3,00	1,300	20,2	5,19	82,1	20,54	75,434
2	3,00	1,300	21,4	5,48	143,2	35,79	84,436
3	3,00	1,460	24,3	5,54	162,5	40,63	/3,801
4	3,00	1,320	23,5	5,94	117,5	29,39	102,382
5	3,00	1,310	23,3	5,94	232,1	58,04	74,653
6	3,00	1,290	23,1	5,98	189,9	47,49	91,750
7	3,00	1,270	22,4	5,88	103,1	25,77	100,013
8	3,00	1,490	25,9	5,78	164,2	41,05	70,973
9	3,00	1,350	25,0	6,16	211,8	52,95	96,441
10	3,00	1,310	21,8	5,55	194,6	48,66	89,951
11	3,00	1,400	24,5	5,84	94,1	23,54	94,973
12	3,00	1,380	24,5	5,91	137,7	34,44	97,919
13	3,00	1,440	22,9	5,31	144,9	36,22	71,674
14	3,00	1,410	26,8	6,33	202,8	50,71	92,859
Mean	3,00	1,359	23,5	5,77	155,8	38,94	86,947
Std. Dev.	0,00	0,071	1,8	0,32	46,4	11,61	11,443
Specime	Carga	Tensão	Deformaç	Alongame			
n #	Max. na	de	ao no pico	nto no			
	Ruptura	Ruptura	max.	pico max.			
	N 000						
1	20,226	5,186	0,821	20,536			
2	21,370	5,479	1,432	35,792			
3	24,254	5,537	1,625	40,631			
4	23,533	5,943	1,175	29,387			
5	23,347	5,941	2,321	58,037			
6	23,007	5,945	1,886	47,146			
7	22,290	5,850	1,010	25,253			
8	25,854	5,784	1,642	41,049			
9	24,959	6,163	2,118	52,949			
10	21,829	5,555	1,946	48,657			
11	24,544	5,844	0,941	23,536			
12	24,478	5,913	1,377	34,435			
13	22.929	5.308	1.449	36.218			
14	26.781	6.331	2.028	50.712			
Mean	23 529	5 770	1 555	38 881			
Std Dev	1 779	0.320	0.466	11 638			
	1,775	0,020	0,700	11,000			

BIOCOMPÓSITOS COM 20% DE FIBRA NATURAL MESH 60


Specime	Largura	Espessur	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame	Módulo de
n#	mm	a	Max. no	no pico	ão na 🕺	nto na	Young
		mm	Pico	máx.	Ruptura	Ruptura	MPa
			N	MPa	%	mm	
1	3,00	1,460	26,7	6,09	151,6	37,91	108,175
2	3,00	1,510	26,7	5,89	100,2	25,05	103,203
3	3,00	1,380	23,8	5,74	47,9	11,98	92,962
4	3,00	1,590	28,8	6,04	150,2	37,54	101,697
5	3,00	1,370	25,1	6,11	77,5	19,39	114,377
6	3,00	1,410	24,4	5,78	71,2	17,79	93,067
7	3,00	1,500	29,2	6,48	162,2	40,55	101,137
8	3,00	1,590	28,8	6,03	115,5	28,89	92,267
9	3,00	1,330	24,0	6,02	163,8	40,94	86,735
Mean	3,00	1,460	26,4	6,02	115,6	28,89	99,291
Std. Dev.	0,00	0,095	2,2	0,22	43,6	10,91	8,781
Specime	Carga	Tensão	Deformaç	Alongame			
n#	Máx. na	de	ão no pico	nto no			
	Ruptura	Ruptura	máx.	pico máx.			
	N	MPa	mm/mm	mm			
1	26,690	6,094	1,516	37,908			
2	26,522	5,855	0,186	4,647			
3	23,678	5,719	0,194	4,850			
4	28,794	6,036	1,502	37,542			
5	24,766	6,026	0,140	3,502			
6	24,283	5,741	0,237	5,926			
7	29,026	6,450	1,602	40,046			
8	28,774	6,032	1,155	28,886			
9	24,018	6,019	1,638	40,938			
Mean	26,283	5,997	0,908	22,694			
Std. Dev.	2,193	0,218	0,695	17,385			

BIOCOMPÓSITOS COM 20% DE FIBRA ACETILADA MESH 100



93

Specime	Largura	Espessur	Carga	Tensão	Deformaç	Alongame	Módulo de
n #	mm	а	Max. no	no pico	ão na	nto na	Young
		mm	Pico	máx.	Ruptura	Ruptura	MPa
			N	MPa	%	mm	
1	3,00	1,350	24,8	6,13	205,0	51,25	95,113
2	3,00	1,430	24,9	5,80	176,2	44,04	96,002
3	3,00	1,480	24,6	5,54	173,9	43,47	76,070
4	3,00	1,400	26,1	6,20	203,0	50,76	94,207
5	3,00	1,340	25,1	6,23	204,3	51,08	87,902
6	3,00	1,340	25,2	6,27	167,7	41,91	102,844
7	3,00	1,350	23,8	5,89	166,9	41,72	84,520
8	3,00	1,440	27,4	6,35	233,4	58,35	98,116
9	3,00	1,440	27,5	6,38	24,5	6,12	104,119
10	3,00	1,390	26,9	6,45	112,0	28,01	116,545
11	3,00	1,360	25,5	6,26	92,6	23,14	92,154
Mean	3,00	1,393	25,6	6,13	159,9	39,99	95,236
Std. Dev.	0,00	0,049	1,2	0,28	60,8	15,21	10,707
		– ~					
Specime	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame			
Specime n #	Carga Máx. na	de	Deformaç ão no pico	Alongame nto no			
Specime n #	Garga Máx. na Ruptura	de Ruptura	Deformaç ão no pico máx.	Alongame nto no pico máx.			
specime n #	Carga Máx. na Ruptura N	de Ruptura MPa	Deformaç ão no pico máx. mm/mm	Alongame nto no pico máx. mm			
Specime n #	Carga Máx. na Ruptura N 24,810	de Ruptura MPa 6,126	Deformaç ão no pico máx. mm/mm 2,050	Alongame nto no pico máx. mm 51,246			
Specime n #	Carga Máx. na Ruptura N 24,810 24,807	Tensao de Ruptura MPa 6,126 5,783	Deformaç ão no pico máx. mm/mm 2,050 1,723	Alongame nto no pico máx. mm 51,246 43,078			
Specime n # 1 2 3	Carga Máx. na Ruptura N 24,810 24,807 24,591	Tensao de Ruptura MPa 6,126 5,783 5,538	Deformaç ão no pico máx. mm/mm 2,050 1,723 1,739	Alongame nto no pico máx. mm 51,246 43,078 43,470			
Specime n # 1 2 3 4	Carga Máx. na Ruptura N 24,810 24,807 24,591 26,052	Tensao de Ruptura MPa 6,126 5,783 5,538 6,203	Deformaç ão no pico máx. mm/mm 2,050 1,723 1,739 2,030	Alongame nto no pico máx. mm 51,246 43,078 43,470 50,756			
Specime n # 1 2 3 4 5	Carga Máx. na Ruptura N 24,810 24,807 24,591 26,052 25,057	Tensao de Ruptura MPa 6,126 5,783 5,538 6,203 6,233	Deformaç ão no pico máx. mm/mm 2,050 1,723 1,723 2,030 2,043	Alongame nto no pico máx. mm 51,246 43,078 43,470 50,756 51,078			
Specime n # 1 2 3 4 5 6	Carga Máx. na Ruptura N 24,810 24,807 24,591 26,052 25,057 25,195	Tensao de Ruptura MPa 6,126 5,783 5,538 6,203 6,233 6,267	Deformaç ão no pico máx. mm/mm 2,050 1,723 1,739 2,030 2,043 1,677	Alongame nto no pico máx. mm 51,246 43,078 43,470 50,756 51,078 41,913			
Specime n # 1 2 3 4 5 6 7	Carga Máx. na Ruptura N 24,810 24,807 24,591 26,052 25,057 25,195 23,836	Tensao de Ruptura MPa 6,126 5,783 5,538 6,203 6,233 6,267 5,885	Deformaç ão no pico máx. mm/mm 2,050 1,723 1,739 2,030 2,043 1,677 1,669	Alongame nto no pico máx. mm 51,246 43,078 43,470 50,756 51,078 41,913 41,715			
Specime n n # 1 2 3 3 4 5 6 7 8	Carga Máx. na Ruptura N 24,810 24,807 24,591 26,052 25,057 25,195 23,836 27,387	Tensao de Ruptura MPa 6,126 5,783 5,538 6,203 6,233 6,267 5,885 6,340	Deformaç ão no pico máx. mm/mm 2,050 1,723 1,739 2,030 2,043 1,677 1,669 2,326	Alongame nto no pico máx. mm 51,246 43,078 43,470 50,756 51,078 41,913 41,715 58,149			
Specime n n # 1 2 3 4 5 6 7 8 9	Carga Máx. na Ruptura N 24,810 24,807 24,591 26,052 25,057 25,195 23,836 27,387 27,318	Tensao de Ruptura MPa 6,126 5,783 5,538 6,203 6,233 6,267 5,885 6,340 6,324	Deformaç ão no pico máx. mm/mm 2,050 1,723 1,739 2,030 2,043 1,677 1,669 2,326 0,207	Alongame nto no pico máx. mm 51,246 43,078 43,470 50,756 51,078 41,913 41,715 58,149 5,184			
Specime n n # 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10	Carga Máx. na Ruptura N 24,810 24,807 24,591 26,052 25,057 25,195 23,836 27,387 27,318 26,904	Tensao de Ruptura MPa 6,126 5,783 5,538 6,203 6,233 6,267 5,885 6,340 6,324 6,452	Deformaç ão no pico máx. mm/mm 2,050 1,723 1,739 2,030 2,043 1,677 1,669 2,326 0,207 1,120	Alongame nto no pico máx. mm 51,246 43,078 43,470 50,756 51,078 41,913 41,715 58,149 5,184 28,009			
Specime n n # 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11	Carga Máx. na Ruptura N 24,810 24,807 24,591 26,052 25,057 25,195 23,836 27,387 27,318 26,904 24,989	Tensao de Ruptura MPa 6,126 5,783 5,538 6,203 6,233 6,267 5,885 6,340 6,324 6,452 6,125	Deformaç ão no pico máx. mm/mm 2,050 1,723 1,739 2,030 2,043 1,677 1,669 2,326 0,207 1,120 0,223	Alongame nto no pico máx. mm 51,246 43,078 43,470 50,756 51,078 41,913 41,715 58,149 5,184 28,009 5,568			
Specime n n # 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 Mean	Carga Máx. na Ruptura N 24,810 24,807 24,591 26,052 25,057 25,195 23,836 27,387 27,318 26,904 24,989 25,540	Tensao de Ruptura MPa 6,126 5,783 5,538 6,203 6,233 6,267 5,885 6,340 6,324 6,452 6,125 6,116	Deformaç ão no pico máx. mm/mm 2,050 1,723 1,739 2,030 2,043 1,677 1,669 2,326 0,207 1,120 0,223 1,528	Alongame nto no pico máx. mm 51,246 43,078 43,470 50,756 51,078 41,913 41,715 58,149 5,184 28,009 5,568 38,197			

BIOCOMPÓSITOS COM 20% DE FIBRA NATURAL MESH 100



Specime	Largura	Espessur	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame	Módulo de
n#	mm	a	Max. no	no pico	ão na	nto na	Young
		mm	Pico	máx.	Ruptura	Ruptura	MPa
			N	MPa	%	mm	
1	3,00	1,530	28,3	6,16	163,5	40,87	95,971
2	3,00	1,400	26,3	6,26	141,2	35,29	110,416
3	3,00	1,640	30,2	6,14	34,9	8,73	109,062
4	3,00	1,530	31,2	6,80	206,7	51,68	108,599
5	3,00	1,310	23,0	5,85	36,6	9,15	92,109
6	3,00	1,280	27,8	7,23	241,7	60,43	124,532
7	3,00	1,320	23,5	5,94	138,8	34,70	88,377
8	3,00	1,330	27,8	6,96	232,0	58,01	116,312
9	3,00	1,490	27,2	6,08	152,6	38,15	99,425
10	3,00	1,440	26,4	6,12	162,9	40,73	83,728
11	3,00	1,390	26,6	6,37	186,9	46,72	99,790
12	3,00	1,410	26,0	6,16	171,5	42,88	90,119
13	3,00	1,460	28,3	6,45	190,8	47,69	103,692
Mean	3,00	1,425	27,1	6,35	158,5	39,62	101,703
Std. Dev.	0,00	0,104	2,3	0,41	63,0	15,74	11,849
Specime	Carga	Tensão	Deformaç	Alongame			
n #	Máx. na	de	ão no pico	nto no			
	Ruptura	Ruptura	máx.	pico máx.			
	N	MPa	mm/mm	mm			
1	28,249	6,154	1,568	39,193			
2	26,285	6,258	1,412	35,291			
3	30,202	6,139	0,349	8,735			
4	31,210	6,799	2,067	51,684			
5	22,974	5,846	0,366	9,145			
6	27,270	7,102	0,177	4,425			
7	23.517	5,939	1.388	34.702			
8	27.767	6.959	2,320	58,011			
9	27 168	6.078	1 526	38 145			
10	26 426	6 117	1 629	40 727			
11	20,720	6,160	1,020	46 720			
	26 55U	n 309	1 009		1	1	1
12	26,559	6,369	1,009	12,876			
12	26,559 26,040	6,156 6,156	1,715	42,876			
12 13	26,559 26,040 28,264	6,156 6,453	1,009 1,715 1,908	42,876 47,695			
12 13 Mean	26,559 26,040 28,264 27,072	6,369 6,156 6,453 6,336	1,715 1,908 1,407	42,876 47,695 35,181			

BIOCOMPÓSITOS COM 20% DE FIBRA ACETILADA MESH 200



Specime	Largura	Espessur	Carga	Tensao	Deformaç	Alongame	Módulo de
n#	mm	а	Max. no	no pico	ão na	nto na	Young
		mm	Pico	máx.	Ruptura	Ruptura	MPa
			N	MPa	%	mm	
1	3,00	1,300	27,2	6,96	190,3	47,57	101,446
2	3,00	1,400	29,4	7,01	69,7	17,44	102,718
3	3,00	1,230	26,6	7,21	95,1	23,79	111,273
4	3,00	1,300	27,2	6,98	129,1	32,28	118,254
5	3,00	1,480	28,8	6,49	100,3	25,08	87,350
6	3,00	1,280	25,4	6,63	147,7	36,94	107,696
7	3,00	1,470	30,1	6,83	161,8	40,46	107,622
8	3,00	1,250	27,1	7,22	93,0	23,25	124,870
9	3,00	1,310	28,3	7,19	212,5	53,13	111,882
10	3,00	1,270	27,7	7,26	131,3	32,84	118,410
11	3,00	1,380	27,0	6,51	64,2	16,05	97,547
12	3,00	1,390	28,7	6,89	47,8	11,96	108,463
Mean	3,00	1,338	27,8	6,93	120,3	30,06	108,128
Std. Dev.	0,00	0,084	1,3	0,27	51,2	12,79	10,139
Specime	Carga	Tensão	Deformaç	Alongame			
n#	Máx. na	de	ão no pico	nto no			
	Ruptura	Ruptura	max.	pico max.			
4	N 07.070						
	27,072	6,941	1,835	45,881			
2	28,624	6,815	0,220	5,503			
3	26,500	7,182	0,927	23,184			
4	26,742	6,857	0,206	5,155			
5	28,796	6,486	1,003	25,084			
6	25,384	6,610	1,468	36,712			
7	30,105	6,827	1,618	40,457			
8	25,644	6,838	0,199	4,980			
9	28,145	7,162	2,078	51,947			
10	27,059	7,102	0,158	3,949			
11				10.01-			
	26,962	6,513	0,642	16,045			
12	26,962 27,821	6,513 6,672	0,642	16,045 4,795			
12 Mean	26,962 27,821 27,405	6,513 6,672 6,834	0,642 0,192 0,879	16,045 4,795 21,974			

BIOCOMPÓSITOS COM 20% DE FIBRA NATURAL MESH 200



96

ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA)

TERMOGRAVIMETRIA DA FIBRA NATURAL E TRATADA.



TERMOGRAVIMETRIA DA FIBRA NATURAL



TERMOGRAVIMETRIA DA FIBRA QUIMCAMENTE TRATADA

