

**CARACTERÍSTICAS ESTRUTURAIS E PROPRIEDADES DE
COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS COM FIBRAS DE
BURITI**

ANDERSON DE PAULA BARBOSA

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE – UENF

**CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
DEZEMBRO – 2011**

**CARACTERÍSTICAS ESTRUTURAIS E PROPRIEDADES DE
COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS COM FIBRAS DE
BURITI**

ANDERSON DE PAULA BARBOSA

“Tese de doutorado apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências para a obtenção do título de Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais”.

ORIENTADOR: PROF. SERGIO NEVES MONTEIRO

**CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
DEZEMBRO – 2011**

FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pela Biblioteca do CCT / UENF

12/2012

Barbosa, Anderson de Paula

Características estruturais e propriedades de compósitos polímeros reforçados com fibras de buriti / Anderson de Paula Barbosa. – Campos dos Goytacazes, 2011.

x, 141 f. : il.

Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) -- Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados . Campos dos Goytacazes, 2011.

Orientador: Sérgio Neves Monteiro.

Área de concentração: Materiais e meio ambiente.

Bibliografia: f. 126-140.

1. Compósitos poliméricos 2. Fibras de buriti 3. Propriedades mecânicas 4. Propriedades térmicas 5. Efeito da irradiação 6. Recursos vegetais 7. Resistência ao impacto I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Ciências Físicas II. Título.

CDD 620.194

**CARACTERÍSTICAS ESTRUTURAIS E PROPRIEDADES DE
COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS COM FIBRAS DE
BURITI.**

ANDERSON DE PAULA BARBOSA

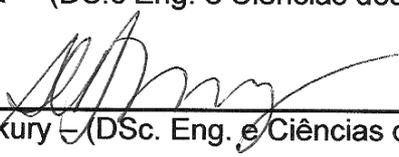
“Tese de doutorado apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências para a obtenção do título de Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais”.

Aprovada às 13:00 horas do dia 19 de dezembro de 2011.

Comissão examinadora:



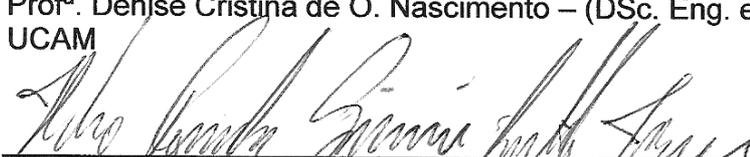
Prof. Ailton da Silva Ferreira – (DSc. Eng. e Ciências dos Materiais) – UFF



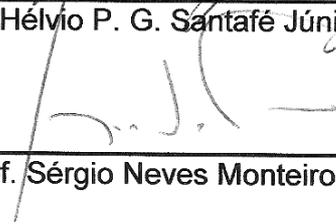
Prof^a. Ana Lúcia Diegues Skury – (DSc. Eng. e Ciências dos Materiais) – PPGCM/
UENF



Prof^a. Denise Cristina de O. Nascimento – (DSc. Eng. e Ciências dos Materiais) –
UCAM



Prof. Hélio P. G. Santafé Júnior – (DSc. Eng. e Ciências dos Materiais) - UCAM



Prof. Sérgio Neves Monteiro – (DSc. Engenharia e Ciências dos Materiais) –

PPGECM/ UENF

Orientador

A Deus

À minha esposa Fernanda

Aos meus pais Cloves e Zilda e minha irmã Mariana

E para Cecilya e Kaua que são promessa de um Brasil melhor.

Agradecimentos

Ao professor Sérgio Neves Monteiro pela paciência e oportunidade de me desenvolver pessoalmente com a sua orientação.

Aos professores do programa de pós graduação em engenharia e ciências das matérias do LAMAV.

Aos meus pais Cloves e Zilda e a minha irmã Mariana, pelo apoio e compreensão sempre prestados. À Fernanda, minha esposa, pela compreensão nos momentos de ausência e pelas palavras de incentivo.

À dona Maria de Lourdes, pelo carinho, dedicação, conselhos e presença constante durante todo doutorado.

Ao Toninho, Josemar e Valtency pelo empenho e ajuda durante este doutorado.

Aos colegas do GR.com Natalia, Michel, Lucas Barbosa, Felipe Perisse, Nuan, Netinho, Helvio Santafe, Frederico Margem Carlam, Renan, Alex e Romulo.

A todos os familiares, tios (a), primos (a), pela força e orações

A todos que de forma contribuíram, muito obrigado!!!

SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS	I
ÍNDICE DE TABELAS	IV
RESUMO	V
ABSTRACT	VI
CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO	1
1.1 Aspectos Gerais	1
1.2 Objetivos	4
1.3 Justificativa	5
1.4 Originalidade	6
CAPITULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	
2.1 Fibras – Tipos e Classificação	7
2.1.1 Fibras Vegetais	8
2.1.2 Propriedades físicas e químicas das fibras vegetais	9
2.1.3 As fibras naturais e suas composições	9
2.1.4 Estrutura física das fibras vegetais	13
2.1.3 Tratamento das fibras vegetais	15
2.2 Estudo de fibras lignocelulósicas	17
2.2.1 Algumas fibras lignocelulósicas e seu potencial como um novo material para engenharia	17
2.3 O buriti	23
2.3.1 Aspectos científicos das fibras de buriti	25
2.4 Polímeros	27
2.5 Compósitos	
2.5.1 Compósitos Poliméricos	29
2.6 Fibras vegetais como reforço polimérico	30
2.7 Tratamento de polímeros com irradiação	33
2.8 Proposta técnica a ser resolvida	34
CAPITULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS	36
3.1 Equipamentos e materiais utilizados	36
3.2 Matéria prima	36
3.2.1 A fibra de buriti	36
3.2.2 Caracterização Dimensional da fibra de buriti	37
3.2.3 Determinação da densidade da fibra	38
3.3 A matriz Polimérica	38

3.3.1	Resina Epóxi	38
3.3.2	Resina Poliéster	38
3.4	Análise Química das Fibras	39
3.5	Difração de Raios-X	39
3.6	Microscopia Eletrônica de Varredura (EDS)	40
3.7	Acelerador industrial de elétrons	40
3.8	Ensaio das fibras	42
3.8.1	Ensaio de Tração	42
3.8.2	Análise estatística de Weibull das propriedades Mecânicas	43
3.8.3	Ensaio de <i>Pullout</i>	45
3.9	Caracterização Morfológica	46
3.10.	Preparação dos compósitos	46
3.10.1	Mistura e Homogeneização	46
3.10.2	Prensagem dos corpos de prova	47
3.10.3	Ensaio de Flexão estatística	48
3.12	Ensaio de Impacto de Charpy e Izod	49
3.13	Caracterização Física do compósito	49
3.14	Análise Térmica: TG/DTG	50
CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÕES		51
4.1	As fibras caracterizadas	51
4.1.1	Os ensaios	51
4.2	Aspectos morfológicos das fibras de buriti	51
4.2.1	Morfologia das fibras de buriti	51
4.2.2	Diâmetro das fibras de buriti	53
4.3	Caracterização Físico – química	57
4.3.1	Determinação da densidade das fibras de buriti	57
4.3.2	Tratamento estatístico de Weibull para determinação da densidade da fibras de buriti.	57
4.3.3	Composição da fibra	61
4.3.4	Difração de Raio-X	62
4.3.4.1	Espectroscopia por dispersão de raios-X	63
4.3.5	Determinação da celulose	64
4.3.5.1	Determinação da celulose após irradiação gama	65
4.4	Ensaio mecânicos	66
4.4.1	Ensaio de tração da fibra de buriti	67
4.4.2	Módulo de Elasticidade das fibras de buriti	68
4.4.3	Tratamento estatístico de Weibull nos ensaios de tração das fibras de buriti	72
4.4.4	Efeito da irradiação na resistência mecânica das fibras de buriti	76
4.4.4.1	Aspecto da fibra de buriti após irradiação	78
4.5	Adesão na interface fibra de buriti em resina poliéster/epóxi	79

4.5.1	Ensaio <i>pullout</i>	79
4.5.2	Ensaio de <i>pullout</i> de compósitos de fibras de buriti com resina epóxi.	79
4.5.3	Ensaio de <i>pullout</i> de compósitos de fibras de buriti com resina poliéster.	82
4.5.4	Aspecto da fibra após ensaio de <i>pullout</i> .	83
4.6	Ensaio de resistência a tração em matriz epóxi com e sem adição de fibras de buriti	84
4.6.1	Fatura em tração de compósitos de buriti com resina epóxi	88
4.6.2	Ensaio de resistência a tração em matriz poliéster com e sem adição de fibras de buriti	89
4.6.3	Fatura em tração de compósitos de buriti com resina poliéster	92
4.6.4	Ensaio de flexão em matriz epóxi com e sem adição de fibras de buriti	94
4.6.5	Ensaio de flexão em matriz poliéster com e sem adição de fibras de buriti	96
4.7	Ensaio de impacto de compósitos de buriti	98
4.7.1	Ensaio de impacto Charpy em resina epóxi com e sem adição de fibras de buriti	98
4.7.2	Fatura em Charpy de compósitos de buriti com resina epóxi	102
4.7.3	Ensaio de impacto Charpy em resina poliéster com e sem adição de fibras de buriti	103
4.7.4	Fatura em Charpy de compósitos de buriti com resina poliéster	107
4.7.5	Ensaio de impacto Izod em resina epóxi com e sem adição de fibras de buriti	108
4.7.6	Fatura em Izod de compósitos de buriti com resina epóxi	112
4.7.7	Ensaio e impacto Izod em resina poliéster com e sem adição de fibras de buriti	113
4.7.8	Fatura em Izod de compósitos de buriti com resina poliéster	115
4.8	Ensaio térmico	116
4.8.1	TG/DTG de fibras de buriti	116
4.8.2	TG/DTG de compósitos de fibras de buriti em matriz epóxi	117
4.8.3	TG/DTG de compósitos de fibras de buriti em matriz poliéster	120

CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES

5.1	Conclusões	123
5.2	Recomendações para trabalhos futuros	125

CAPÍTULO 6: REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANEXO 01 – Trabalhos em congressos e publicações	141
--	-----

ÍNDICES DE FIGURAS

Figura 2.1	Classificação das fibras.	8
Figura 2.2	Modelo das moléculas interligadas de celulose.	10
Figura 2.3	Representação de uma fibra-celular onde estão presentes as paredes primárias, secundárias, terciárias, e suas constituições, o lúmen e o ângulo espiral.	14
Figura 2.4	Microfibrilas constituída de porções cristalinas, as micelas, que são formadas por segmentos de moléculas de celulose ordenadas.	14
Figura 2.5	Modelo para descrição da rigidez da fibra (a) Camadas em uma visualização em 3D, (b) Camadas projetadas em uma exibição 2D.	15
Figura 2.6	Resistência à tração através da estatística de Weibull sendo (a) sisal, (b) rami, (c) curauá, (d) juta, (e) Bambu, (f) coco, (g) piaçava e (h) buriti.	19
Figura 2.7	Palmeira de buriti	22
Figura 2.8	Quantidade produzida na extração vegetal por tipo de produto extrativo, produção de fibra de buriti no Brasil, 2000 a 2009.	23
Figura 2.9	Superfície das fibras de buriti (a) Fibras antes do tratamento alcalino (b) fibra após tratamento alcalino.	25
Figura 3.1	(a) Palmeira buriti, (b) pecíolos e (c) fibras extraídas. Adaptado de Monteiro et. <i>al.</i> , (2006).	36
Figura 3.2	Projetor de perfil Nikon, utilizado para medir os diâmetros das fibras de Buriti.	37
Figura 3.3	Difratômetros de raios-X Modelo Shimadzu XRD 7000	39
Figura 3.4	MEV: Microscópio Eletrônico de Varredura Modelo Shimadzu SSX 550.	40
Figura 3.5	Dynamitron Radiation Dynamics. (Acelerrador industrial de eletrons).	41
Figura 3.6	Bandejas onde as fibras foram colocadas e percorreram um caminho durante a irradiação	41
Figura 3.7	Sala de comando do acelerrador industrial de eletrons	42
Figura 3.8	Máquina Instron modelo 5582	43
Figura 3.9	Demonstração do calculo do Módulo de Elasticidade	44
Figura 3.10	Esquema do corpo de prova utilizado no ensaio de pull out	45
Figura 3.11	Corpos de prova de Buriti com Resina Epóxi	46
Figura 3.12	Matriz a ser empregada para compactação dos corpos de prova de (a) Impacto, (b) Flexão e (c) DMA, (d) <i>Pullout</i>	47
Figura 3.13	Pêndulo de impacto PANTEC	49

Figura 4.1	Micrografia obtida por MEV da seção transversal de uma fibra de buriti.	54
Figura 4.2	Micrografia de MEV de uma fibra de buriti (a) região da fibra com varias microfibrilas, (b) microfibrila	54
Figura 4.3	Micrografia obtida por MEV da seção transversal de uma fibra de buriti.	54
Figura 4.4	Distribuição estatística do diâmetro das fibras	55
Figura 4.5	Micrografia por MEV apresenta o valor médio para os intervalos de diâmetro, para fibra de buriti: (a) diâmetro 0,17mm (b) diâmetro 0,26 mm (b) diâmetro 0,35 mm (c) diâmetro 0,42 mm (d) diâmetro 0,55 mm (e) diâmetro 0,67 mm (g) diâmetro 0,75 mm	56
Figura 4.6	Gráficos de probabilidade de Weibull, densidade máxima e densidade característica das fibras de buriti em diferentes intervalos de diâmetro	58
Figura 4.7	Valores das densidades da fibra de buriti obtidas para cada intervalo de diâmetro com seus respectivos desvios padrão	60
Figura 4.8	Densidade característica da fibra de buriti obtida para cada intervalo de diâmetro com seus respectivos desvios padrão	61
Figura 4.9	Espectro de difração de raio-X para fibra de Buriti	62
Figura 4.10	Micrografia MEV da fibra de buriti (a), interface entre fibrilas, (b) região da parede celular	63
Figura 4.11	Análise da composição química do ponto (a) da figura 4.9, interface entre microfibrilas de buriti.	63
Figura 4.12	Análise da composição química do ponto (b) da figura 4.9, da região da parede celular da microfibrila de buriti	64
Figura 4.13	Curvas fornecidas após ensaio de tração realizado em máquina Instron, cada figura representa um intervalo de diâmetro: (a) 0,154 mm (b) 0,289 mm (c) 0,323 mm (d) 0,471 mm (e) 0,556 mm (f) 0,674 mm e (g) 0,703 mm	67
Figura 4.14	Gráficos de probabilidade de Weibull, Módulo de elasticidade máximo e módulo de elasticidade característico das fibras de buriti em diferentes intervalos de diâmetro.	68
Figura 4.15	Módulo de Elasticidade X diâmetro das fibras de buriti analisadas.	70
Figura 4.16	Módulo de Elasticidade característico X diâmetro das fibras de buriti analisadas.	71
Figura 4.17	Gráficos de probabilidade de Weibull, Tensão máxima e tensão característica das fibras de buriti em diferentes intervalos de diâmetro.	72
Figura 4.18	Valor médio da tensão máxima σ_m em tração em função do diâmetro médio de cada um dos sete intervalos	74

	considerados	
Figura 4.19	Tensão máxima característica em função do diâmetro médio equivalente das fibras de buriti	75
Figura 4.20	Valor médio da tensão máxima em tração em função do diâmetro médio de cada um dos nove intervalos considerados para fibras irradiadas	77
Figura 4.21	Micrografia MEV da fibra de buriti com e sem irradiação com um aumento de 50x : (a) fibras sem irradiação, (b) fibras irradiadas com 50 KGy, (c) fibras irradiadas com 250 KGy, (d) fibra irradiada com 500 KGy.	78
Figura 4.22	Tensão trativa e comprimento de embutimento para curvas de <i>pullout</i> em fibras de buriti em matriz epóxi.	80
Figura 4.23	Tensão trativa e comprimento de embutimento para curvas de <i>pullout</i> em fibras de buriti em matriz poliéster	82
Figura 4.24	Micrografia por MEV: (a) Superfície da fibra buriti que foi separada da matriz por deslizamento, sem ruptura, (b) matriz epóxi mostrando a interface fibra/matriz.	84
Figura 4.25	Curvas de carga versus extensão de matriz epoxídica reforçadas com: (a) 0%, (b) 10%, (c) 20% e (d) 30% em volume de fibra de buriti	85
Figura 4.26	Corpos de prova com matriz epoxídica reforçados com 0%, 10%, 20% e 30% (fraturado no centro e próximo à cabeça) em volume de fibra de buriti, ensaiado em tração	86
Figura 4.27	Gráficos de volume de fibras de buriti em compósitos epoxídicos versus (a) tensão média e (b) Módulo de Elasticidade.	87
Figura 4.28	Micrografias por MEV de epóxi puro: (a) 20x e (b) 200x.	88
Figura 4.29	Micrografias por MEV de epóxi com 30% de volume de fibras buriti: (a) 50x e (b) 200x.	88
Figura 4.30	Curvas de carga versus extensão de matriz poliéster reforçadas com: (a) 0%, (b) 10%, (c) 20% e (d) 30% em volume de fibra de buriti	89
Figura 4.31	Corpos de prova com matriz epoxídica reforçados com 0%, 10%, 20% e 30% (fraturado no centro e próximo à cabeça) em volume de fibra de buriti, ensaiado em tração	90
Figura 4.32	Gráficos de volume de fibras de buriti em compósitos epoxídicos versus (a) tensão média e (b) Módulo de Elasticidade	91
Figura 4.33	Micrografia MEV da fratura de uma amostra de poliéster rompida por tração com diferentes ampliações: (a) de 40x, e (b) 500x	92
Figura 4.34	Micrografia MEV de uma amostra pura rompida por tração de matriz poliéster com 30% fibra de buriti em diferentes ampliações: (a) de 40x, e (b) 500x.	93

Figura 4.35	Curvas de carga deslocamento dos ensaios de flexão de compósitos matriz epóxi com diferentes frações de fibra de buriti	94
Figura 4.36	a) Variação da resistência máxima à flexão dos compósitos de matriz epóxi com fração de fibra de buriti, (b) Variação do Módulo de Elasticidade máximo à flexão (E) dos compósitos de matriz epóxi com fração de fibra de buriti	95
Figura 4.37	Curvas de carga versus deslocamento dos ensaios de flexão de compósitos me matriz poliéster com diferentes frações de fibra de buriti	97
Figura 4.38	(a) Variação da resistência máxima à flexão dos compósitos de matriz poliéster com fração de fibra de buriti, (b) Variação do Módulo de Elasticidade máximo à flexão (E) dos compósitos de matriz poliéster com fração de fibra de buriti	97
Figura 4.39	Corpos de prova típicos de compósitos de matriz poliéster com diferentes frações volumétricas de fibra de buriti rompidos por impacto Charpy	99
Figura 4.40	Variação da energia de impacto Charpy de compósitos de poliéster com fração em volume de fibras de Buriti	101
Figura 4.41	Micrografia MEV da fratura do superfície de fratura do corpo de prova de epóxi com 30% de fibra de buriti: (a) Vista geral com baixo aumento e (b) detalhes com maior aumento.	102
Figura 4.42	Aspectos macroestruturais da ruptura por impacto Charpy de compósitos de matriz poliéster com diferentes frações volumétricas de fibras de buriti.	104
Figura 4.43	Variação da energia de impacto Charpy de compósitos de poliéster com fração em volume de fibras de Buriti	105
Figura 4.44	Micrografia MEV da fratura por impacto do corpo de prova de resina poliéster pura. (a) visão do entalhe e da superfície transversal de ruptura; (b) detalhe da ruptura.	104
Figura 4.45	Micrografia MEV da fratura por impacto do corpo de prova do compósito com 30% em volume de fibra de buriti	108
Figura 4.46	Corpos de prova típicos de compósitos de matriz epóxi com diferentes frações volumétricas de fibra de buriti, rompidos por impacto Izod	109
Figura 4.47	Variação da energia de impacto Izod de compósitos de epóxi com fração em volume de fibras de Buriti	110
Figura 4.48	Micrografia MEV da fratura do corpo de prova com 10% de buriti. (a) 30 x; (b) 1600 x	112
Figura 4.49	Aspectos macroestruturais da ruptura por impacto Izod de compósitos de matriz epoxídicas com diferentes frações de fibras de buriti.	113
Figura 4.50	Variação da energia de impacto Izod de compósitos de poliéster com fração em volume de fibras de Buriti	114

Figura 4.51	Micrografia MEV da fratura do corpo de prova com 10% de buriti. (a) 27 x; (b) 1000 x	116
Figura 4.52	Análise Termogravimétrica TG da fibra de buriti	117
Figura 4.53	Análise Termogravimétrica (TG) do epóxi, da fibra de buriti e de seus compósitos	118
Figura 4.54	Análise Termogravimétrica derivada (DTG) do epóxi, da fibra de buriti e de seus compósitos	115
Figura 4.55	Análise Termogravimétrica TG entre 200 a 350 °C, da matriz epóxi, da fibra de buriti e compósitos	116
Figura 4.56	Análise Termogravimétrica (TG) do poliéster, da fibra de buriti e de seus compósitos	117
Figura 4.57	Análise Termogravimétrica derivada (DTG) do poliéster, da fibra de buriti e de seus compósitos	118
Figura 4.58	Análise Termogravimétrica TG entre 200 a 350 °C do poliéster, da fibra de buriti e de compósitos	119

INDICE DE TABELAS

Tabela 1.1	Comparação entre as fibras naturais e fibras de vidro	3
Tabela 2.1	Constituição básica de algumas fibras vegetais.	10
Tabela 2.2	Conteúdo médio de celulose em plantas.	11
Tabela 2.3	Propriedades de algumas fibras lignocelulósicas e fibras sintéticas.	18
Tabela 2.4	Relação hiperbólica do diâmetro e tensão máxima obtendo um diâmetro equivalente para uma tensão de 1000MPa	21
Tabela 2.5	Valores de ensaio de tração, assim como valores específicos, encontrados na literatura para fibras de buriti	24
Tabela 4.1	Características morfológicas das fibras de buriti e respectivos valores encontrados na literatura	53
Tabela 4.2	Resultados estatísticos da probabilidade de Weibull para densidade das fibras de buriti	58
Tabela 4.3	Composição química de algumas fibras lignocelulosicas (%)	64
Tabela 4.4	Composição química da fibra de buriti após irradiação gama	64
Tabela 4.5	Módulo de Elasticidade das fibras de buriti	67
Tabela 4.6	Resultados estatísticos da probabilidade de Weibull para tensão máxima das fibras de buriti	70
Tabela 4.7	Tensão média e desvio padrão para fibras de buriti em matriz epóxi	77
Tabela 4.8	Tensão média e desvio padrão para fibras de buriti em matriz poliéster	79
Tabela 4.9	Comparação entre as tensões cisalhantes interfacial	81
Tabela 4.10	Propriedades dos compósitos epoxídicos reforçados com fibras de buriti	83
Tabela 4.11	Propriedades dos compósitos epoxídicos reforçados com fibras de buriti	88
Tabela 4.12	Resistência à flexão e Módulo de Elasticidade para compósitos reforçados com fibras de buriti	92
Tabela 4.13	Resultados de flexão em fibras de buriti em resina poliéster	94
Tabela 4.14	Energias de impacto Charpy em matriz epóxi para compósitos com fibra de buriti	97
Tabela 4.15	Energias de impacto Charpy para compósitos com fibra de buriti	102
Tabela 4.16	Energias de impacto Charpy para fibras lignocelulósicas	104
Tabela 4.17	Energias de impacto Izod para compósitos com fibra de buriti	107
Tabela 4.18	Energias de impacto Izod em matriz poliéster para compósitos com fibra de buriti	112
Tabela 4.19	Valores de tenacidade ao impacto de fibras naturais	112

RESUMO:

BARBOSA, Anderson de Paula. CARACTERÍSTICAS ESTRUTURAIS E PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS POLIMÉRICOS REFORÇADOS COM FIBRAS DE BURITI. 2011. Tese (Doutorado: Área Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais. UENF, Campos dos Goytacazes – RJ.

A utilização de fibras vegetais como material de reforço em termoplásticos tem despertado interesse de empresas e pesquisadores de diversos ramos de atuação em resposta a preservação ambiental. O uso de recursos vegetais para produção de materiais é uma alternativa renovável, biodegradável e de baixo custo. As fibras vegetais não são abrasivas a equipamentos e geram compósitos mais baratos, com menor densidade e maior tenacidade. Durante os processos de moldagem convencionais as fibras passam pôr inúmeros esforços mecânicos e ataques termoquímicos, necessitando o estudo de suas propriedades físicas, químicas e mecânicas. Entre a grande variedade de fibras vegetais existentes, foi escolhida para ser caracterizada neste trabalho a fibra de buriti. A escolha dessa fibra considerou o desenvolvimento econômico regional, e a pequena quantidade de estudos da fibra. Os compósitos de fibra de buriti, em matriz poliéster e epoxídica, foram confeccionados variando a fração volumétrica das fibras de 0 a 30 %. As propriedades mecânicas e térmicas destes compósitos foram avaliadas e discutidas. Além disso, os compósitos foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura, após ruptura dos corpos de prova nos ensaios de flexão e impacto, observando os mecanismos responsáveis pela ruptura dos compósitos. Foram comparados os resultados alcançados com a fibra de Buriti com outras fibras lignocelulósicas e até fibras sintéticas. O resultado obtido na análise dos diâmetros da fibra de buriti mostrou que os menores diâmetros apresentam maior densidade, Módulo de Elasticidade e resistência à tração. O tratamento da fibra de buriti com irradiação gama faz com que ela se torne mais frágil quando exposta a maiores doses de irradiação. A energia de impacto apresenta valores 20 a 30% maiores quando comparada com outras fibras lignocelulósicas, este comportamento foi confirmado através da interação fibra/matriz no ensaio de "Pullout". O comportamento térmico da fibra e dos compósitos revelam patamares bem definidos

para perda de solventes, componentes da fibra e decomposição da matriz poliéster e epóxi e seus compósitos. Os resultados encontrados mostram que a fibra de buriti material oriundo de fonte renovável e seus compósitos em matriz epóxi e poliéster revelam uma interessante opção como material para engenharia.

Palavras-chave: Compósitos poliméricos, Fibras de buriti, Propriedades mecânicas e recursos vegetais.

ABSTRACT:

BARBOSA, Anderson de Paula. STRUCTURAL CHARACTERISTICS AND PROPERTIES OF POLYMERIC COMPOSITE REINFORCE WITH BURITI FIBRES . 2011. Thesis (Doctor in Sciences: Área of Engineering of science of the Materials) – Program of After-Graduation in Engineering of science of the Materials. UENF, Campos dos Goytacazes – RJ.

The use of plant fibers as reinforcement in thermoplastics has attracted interest from companies and researchers from various branches of activity in response to environmental preservation. The use of plant resources to produce an alternative renewable material is biodegradable and of low cost. Vegetable fibers are not abrasive to equipment and generate composites cheaper, with lower density and higher toughness. During the conventional molding processes fibers undergo numerous mechanical and thermo-chemical attacks, requiring the study of their physical, chemical and mechanical. Among the wide variety of existing fiber plant, was chosen to be characterized in this work the fiber buriti. The choice of the fiber considered regional economic development, and the small number of studies of the fiber. The composite fiber buriti, polyester and epoxy matrix, were prepared by varying the volume fraction of fibers 0-30%. The mechanical and thermal properties of these composites were evaluated and discussed. Moreover, the composites were characterized by scanning electron microscopy, after rupture of the specimens in the flexural and impact tests, observing the mechanisms responsible for the rupture of the composites. We compared the results with Buriti fiber with other lignocellulosic fibers and even synthetic fibers. The result obtained in the analysis of fiber diameters buriti showed that the smaller diameters have higher density, modulus of elasticity and tensile strength. The fiber treatment buriti with gamma irradiation causes it to become more brittle when exposed to higher doses of irradiation. The impact energy has values 20-30% higher when compared with other lignocellulosic fibers, this behavior was confirmed by interaction fiber / matrix test "Pullout". The thermal behavior of the composite fiber and show well defined levels of solvent loss, fiber components and decomposition of the matrix polyester and epoxy, and their composites. The results show that fiber buriti material from a renewable source and

its composites in epoxy and polyester reveal an interesting option as a material for engineering.

Keywords: Polymer composites, buriti fibers, mechanical properties and plant resources.

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

Considerações iniciais

Neste capítulo apresentam-se considerações sobre compósitos, fibras e compósitos reforçados com fibras, enfatizando, assim a importância, motivação e justificativa do objeto de estudo desta tese de doutoramento: Características estruturais e propriedades de compósitos poliméricos reforçados com fibras de buriti.

1.1 Aspectos Gerais

Os recursos naturais desempenham um papel dominante nas atividades econômicas de qualquer país e, portanto, contribuem substancialmente para o Produto Interno Bruto (PIB). No caso dos países em desenvolvimento e subdesenvolvidos, se torna uma ajuda social, juntamente com o desenvolvimento econômico. Portanto, não é surpreendente observar uma tendência mundial crescente para o máximo aproveitamento desses recursos por meio de novos processos e produtos. Estes, por sua vez, não só ajudam na prevenção da poluição ambiental, que seria causada pelo lançamento desses materiais no ambiente sem o uso adequado, mas também na geração de empregos, especialmente na zona rural, contribuindo para a melhoria da qualidade de vida da população (Satyanaryana et. al., 2007).

Entre esses recursos estão os materiais lignocelulósicos, dos quais cerca de 2,5 bilhões de toneladas estão disponíveis e que têm sido usados desde 6000 aC (Kozlowski et al., 2004). As fibras estão disponíveis em muitos desses materiais, que são chamados também de fibras, fibras naturais ou fibras vegetais. O Brasil é grande produtor, assumindo uma posição única entre países sul-americanos, tendo uma área de aproximadamente 8,5 milhões de km², dos quais cerca de 6% são terras aráveis, 22% pastagens permanentes e 58% florestas e bosques (Satyanaryana et. al., 2005). O país também é privilegiado geograficamente por possuir condições climáticas excepcionais e solo fértil para o cultivo de uma variedade de espécies de plantas (Satyanaryana et. al., 2005).

O uso de fibras lignocelulósicas como reforço para materiais poliméricos como substituto de fibras sintéticas vem crescendo nos últimos anos, especialmente

fibras de vidro em compósitos, para diferentes setores industriais, tais como embalagens, automóveis e até mesmo no setor da construção civil (Wambua et. *al.*, 2003). Isto é principalmente devido às suas características únicas, como a abundância, biodegradabilidade, baixa densidade, natureza não tóxica, menor abrasividade aos equipamentos de transformação e propriedades mecânicas úteis, para não mencionar seu baixo custo (Tomezak et. *al.*, 2007).

Existe uma busca na tentativa de utilizar compósitos de fibras naturais no lugar da fibra de vidro, principalmente em aplicações não-estruturais, um bom número de componentes de automóveis (anteriormente feitos com compósitos de fibra de vidro) estão sendo fabricados com compósitos de fibras naturais (Wambua et. *al.*, 2003).

Pesquisas na área de fibras naturais e seus compostos concordaram com o crescimento dessas fontes renováveis (ao contrário das fontes tradicionais de energia, ou seja, carvão, petróleo e gás que são limitados). As fibras lignocelulósicas disponíveis têm vários pontos de incompatibilidade com algumas matrizes poliméricas, um exemplo é a alta absorção de umidade pelas fibras (Kozlowski et. *al.*, 2004).

O grande problema é a adesão da fibra na matriz polimérica. Este processo requer uma boa ligação entre a matriz polimérica e as fibras. Má aderência na interface significa que a plena capacidade do composto não pode ser explorada e deixa-o vulnerável a ataques ambientais que pode enfraquecê-lo, reduzindo sua vida útil. Pouca aderência entre polímeros hidrofóbicos e hidrofílicos resultam em baixo desempenho mecânico devido à má ou boa interação com a água. Estas propriedades podem ser melhoradas através de tratamentos físicos e químicos (Satyanaryana et. *al.*, 2005).

Um crescente número de produtos está sendo processado por irradiação em todo o mundo e inclui itens diversos como esterilização de descartáveis hospitalares, frutas, legumes, carnes, madeira, polímeros entre outros. Esta gama de produtos resultou em melhorias significativas nestes materiais. Trabalhos como o proposto por (Kustadt *et al.*, 1993) apresenta provas suficientes que a radiação gama pode desinfetar, higienizar e prolongar a vida de alguns materiais orgânicos. A irradiação como técnica industrial para modificar as propriedades de alguns materiais já está estabelecida, juntamente com seus métodos, abrindo oportunidades para uma aplicação comercial.

Compósitos de materiais como carbono de aramida e fibra de vidro dominam o setor aeroespacial, construção civil, automotivo e das indústrias desportivas. As fibras de vidro são as mais utilizadas para reforçar plásticos devido ao seu baixo custo (em comparação com aramida e carbono) e propriedades mecânicas razoavelmente boas. No entanto, essas fibras têm graves inconvenientes, como indicado na Tabela 1.1.

Tabela 1.1 – Comparação entre as fibras naturais e fibras de vidro.

Fonte: (Wambua *et al.*, 2003).

Comparação entre fibras naturais e fibras de vidro		
	Fibras Naturais	Fibras de vidro
Densidade	Baixo	Dobro das fibras naturais
Custo	Baixo	Baixo, mas superior a fibras naturais
Renovável	Sim	Não
Reciclável	Sim	Não
Consumo de energia	Baixo	Alta
CO ₂ neutro	Sim	Não
Abrasão para máquinas	Não	Sim
Risco à saúde quando inalado	Não	Sim
Eliminação	Biodegradável	Não biodegradável

As deficiências têm sido altamente exploradas pelos defensores de compósitos de fibras naturais. A Tabela 1.1 mostra as vantagens das fibras naturais sobre as fibras de vidro (Wambua *et al.*, 2003). A produção dióxido de carbono nulo em fibras naturais é particularmente atraente. A queima de substâncias derivadas de produtos fósseis (por exemplo, petróleo) libera enormes quantidades de dióxido de carbono para a atmosfera. Este fenômeno é o principal causador do agravamento do efeito estufa e das mudanças climáticas no mundo (Wambua *et al.*, 2003).

Desta forma a proposta da presente tese é investigar as principais características físicas, mecânicas e térmicas de compósitos reforçados por fibras contínuas e alinhados, de uma das mais promissoras fibras lignocelulósicas: o buriti, como matriz de resina polimérica, tanto epóxi quanto poliéster. Foram também investigadas as características estruturais avaliando a possibilidade destes compósitos substituírem materiais convencionais como a fibra de vidro, empregados na construção civil.

1.2 Objetivos

Esta tese de doutoramento tem como objetivo geral analisar os aspectos estruturais bem como as propriedades físicas, mecânicas e térmicas tanto das fibras de buriti quanto de compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas e alinhadas de buriti, sem tratamento ou tratadas por irradiação.

Objetivos específicos:

- Caracterizar a fibra de buriti;
- Avaliar a interação das fibras de buriti com resinas poliméricas poliéster e epóxi;
- Produzir amostras de compósitos com diferentes percentuais até 30% em volume em matriz polimérica;
- Avaliar as propriedades físicas e mecânicas;
- Analisar a tenacidade ao impacto;
- Avaliar as propriedades térmicas;
- Estudar a interação da irradiação por feixes de elétrons no comportamento mecânico da fibra;
- Caracterizar macro e microestruturalmente os compósitos de fibras de buriti com resinas epóxi e poliéster;

1.3 Justificativa

Em países tropicais, produtos e resíduos gerados pela agroindústria da fibra vegetal podem constituir importante fonte de matéria-prima para a produção de componentes construtivos, científicos, tecnológicos, sociais e econômicos, permitindo o aproveitamento das fibras de buriti e valorizando, assim, um produto natural.

Considerando o meio ambiente, justifica-se o trabalho pelo aproveitamento de fibras e pela possível substituição de produtos convencionais, sobretudo aqueles à base de madeira, contribuindo assim, para evitar o desmatamento das florestas no Brasil.

Cientificamente, justifica-se pelo entendimento dos mecanismos de reforço entre a fibra de buriti e a matriz epóxi e poliéster, bem como a possibilidade de obter compósito com elevado desempenho mecânico.

Do ponto de vista econômico e social, justifica-se pelo custo inicialmente baixo, quando comparado com fibras sintéticas, como a fibra de vidro ou de carbono, podendo assim ser um incentivo para o desenvolvimento regional e da agropecuária familiar no Brasil que possui importância fundamental na geração de renda e empregos no interior do país.

1.4 Originalidade

O trabalho aborda o estudo de fibras de buriti e a formação de um compósito com esta fibra, tendo como enfoque principal o emprego de matérias residuais e técnicas que sejam apropriadas à sua produção.

Foi investigado o desempenho microestrutural do material compósito com fibras de buriti, e ainda como as alterações destas características podem influenciar no comportamento macroscópico do compósito

Não foram encontrados na literatura informações a respeito do efeito da irradiação nas fibras lignocelulósicas, em particular a fibra de buriti e a influência das doses em (kGy) no comportamento mecânico da fibra, o que indica que a presente tese é inédita neste sentido.

Estas fibras têm sido pouco investigadas como reforço de compósitos poliméricos, assim a obtenção de características estruturais e diversas propriedades mecânicas e térmicas serão realizadas originalmente pela primeira vez.

Recentes publicações mostram o potencial das fibras lignocelulósicas e a necessidade de se observar o comportamento de diâmetros cada vez menores. Este trabalho pretende contribuir de forma inédita prevendo o comportamento de uma nano fibra lignocelulósica, observando o comportamento da fibra de buriti.

CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo é apresentada uma revisão bibliográfica onde inicialmente é realizada uma análise generalista sobre compósitos. Procurando-se descrever as principais fibras existentes e, em especial o Buriti, e compósitos poliméricos reforçados por fibras. Por fim, são descritas algumas características dos compósitos de buriti, enfatizando o fato de que, por se tratar de um compósito inovador, a literatura ainda é, relativamente pouco abrangente.

2.1 Fibras – Tipos e classificação

Em relação à composição, as fibras podem ser orgânicas ou inorgânicas. As fibras orgânicas se dividem, ainda, em naturais ou artificiais. Existem controvérsias relativas a alguns tipos de fibras e sua classificação, principalmente no que se refere às fibras de celulose. Apesar de provenientes da natureza (plantas fibrosas ou madeira), o pré-tratamento antes do seu emprego ainda suscita opiniões contraditórias (Bledzki, *et al.*, 1996).

As fibras classificadas como naturais podem ser subdivididas em vegetais, animais e minerais. As fibras minerais são formadas por cadeias cristalinas com grande comprimento. As fibras de origem animal têm cadeias protéicas, enquanto as vegetais apresentam natureza celulósica. Dentre as últimas se destacam as fibras de sisal, bambu, coco e bananeira. Além da abundância e disponibilidade, uma das principais vantagens da utilização deste tipo de fibra consiste no reduzido consumo de energia envolvido em sua produção, quando comparado ao necessário para a fabricação das fibras sintéticas (Giacomin, 2003). Entretanto, sabe-se que a durabilidade das mesmas pode ser comprometida, caso seja incorporada a uma matriz, com caráter alcalino, que, ao longo do tempo, afetam sua integridade. De forma a minimizar estes efeitos as fibras podem sofrer tratamentos superficiais que a protegem da ação da água e de outros agentes agressivos, e podem ser projetados de forma a colaborar na aderência fibra-matriz (Bledzki e Gassan, 1999).

Neste trabalho, interpreta-se por fibra orgânica natural aquela proveniente de vegetais que não passou por processo industrial antes de seu emprego como reforço. A figura 2.1, adaptada a partir de Zhu *et.al.* (1994), apresenta um diagrama de classificação de algumas fibras.

As fibras podem se dividir, de acordo com sua elasticidade, em fibras de baixo e alto módulo, diferindo, assim, suas aplicações. As fibras de alto módulo melhoram a resistência do compósito, principalmente à tração, enquanto as de baixo módulo propiciam melhores resistências ao impacto e permitem ao compósito trabalhar no estágio pós fissurado, controlando a abertura e propagação das fissuras aumentando consideravelmente sua tenacidade quando aplicado teores adequados (Caetano *et al.*, 2004).

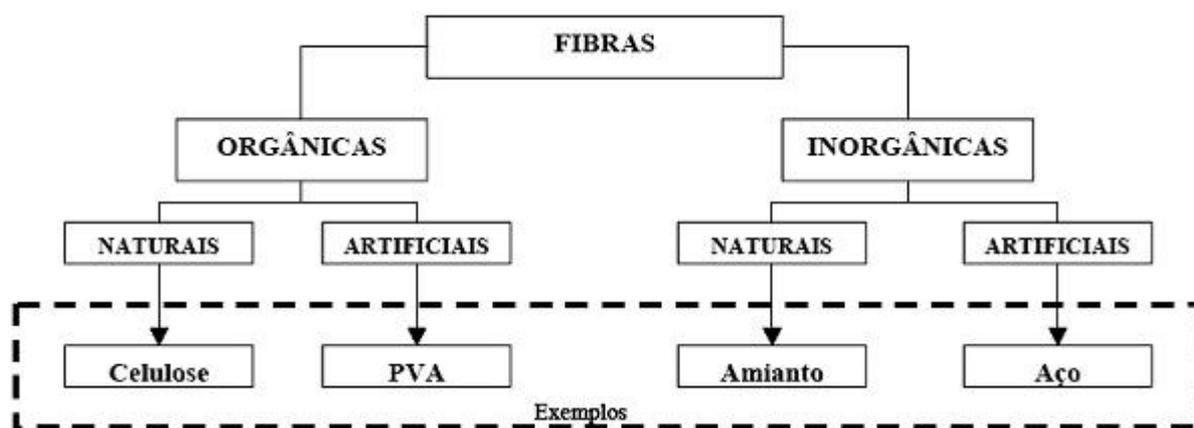


Figura 2.1 – Classificação das fibras.

Fonte: (Zhu *et. al.*, 1994).

O estudo do processo investigativo tem sido marcado pela manipulação e modificação de certas propriedades específicas dos materiais, de forma a adequar seu uso a diversas situações. A descoberta de novas propriedades em novas fibras naturais como é o caso da fibra de buriti, produz novos processos investigativos e comparativos com as demais classificações de fibras sendo estas vegetais, animais ou minerais.

2.1.1 Fibras Vegetais

As fibras vegetais são estruturas alongadas de secção transversal vazada e arredondadas, distribuídas por todo vegetal podendo ser classificadas de acordo com a origem anatômica como fibras de talo, fibras de folha, fibras de lenho e fibras de superfície. As fibras de talo ocorrem no floema que fica na entrecasca do talo, por exemplo, as fibras de juta, rami, linho, algodão, e piaçava. As fibras de folha são extraídas das folhas dos vegetais, podemos citar as de sisal, curauá, abacaxi e

banana. As fibras de lenho são obtidas do lenho como no caso as fibras de bambu e as fibras de bagaço de cana. As fibras de superfície formam uma camada protetora de caules, folhas, frutos e sementes das plantas, como as fibras de açaí, coco e as fibras de algodão (Caetano *et al.*, 2004).

Para diminuir o consumo das reservas de petróleo e facilitar a reciclagem dos carros usados, engenheiros utilizam as fibras naturais como reforço ou até mesmo na substituição completa de componentes automotivos. Dentre elas se encontram o rami, o sisal, o linho, a juta, o cânhamo, a bananeira, o ananazeiro e o coqueiro (Satyanarayana *et al.*, 2007).

Em muitos casos de uma mesma planta podem ser extraídas diferentes fibras. Esta é a situação do buritizeiro (palmeira de buriti) no qual fibras podem ser extraídas tanto da folha quanto do pecíolo (Monteiro *et al.*, 2009b).

2.1.2 Propriedades físicas e químicas das fibras vegetais.

As propriedades físicas das fibras vegetais são determinadas principalmente pela composição química e física, tais como a estrutura das fibras, celulose, ângulo das fibrilas e pelo grau de polimerização. A estrutura física das fibras vegetais pode ser modificada usando tratamento alcalino e processos de acetificação (Bledzki e Gassan, 1999). A aplicação destas fibras como reforço para materiais compósitos requer uma forte adesão entre a fibra e a matriz, tradicionais polímeros termoplásticos e termofixos.

2.1.3 As fibras vegetais e suas composições

Segundo Bledzki e Gassan (1999) as condições climáticas, idade e o processo de nutrição digestiva influenciam não só a estrutura da fibra vegetal, mas também na sua composição química. As fibras vegetais são chamadas de lignocelulósicas por terem constituição básica de celulose, hemicelulose, lignina além de quantidades de pectina, sais inorgânicos, substâncias nitrogenadas, corantes naturais, que são incluídos no que se denomina de fração de solúveis. Na tabela 2.3 veremos a composição de algumas fibras vegetais:

Tabela 2.1 – Constituição básica de algumas fibras vegetais.

Fonte: (Bledzki e Gassan, 1999).

	Algodão	Juta	Linho	Rami	Sisal
Celulose	82,7	64,4	64,1	68,6	65,8
Hemicelulose	5,7	12,0	16,7	13,1	12,0
Pectina	5,7	0,2	1,8	1,9	0,8
Lignina	-	11,8	2,0	0,6	9,9
Solúvel a água	1,0	1,1	3,9	5,5	1,2
Cera	0,6	0,5	1,5	0,3	0,3
Água	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0

Com exceção do algodão, os componentes das fibras vegetais são a celulose, hemicelulose, lignina, pectina, ceras e substâncias solúveis em água. A celulose e a hemicelulose são componentes básicos no que se diz respeito às propriedades físicas das fibras.

A celulose ($C_6H_{10}O_5$)_n é um polímero de cadeia longa composto de um só monômero (glicose), classificado como polissacarídeo ou carboidrato. A celulose é o componente essencial de todas as plantas e o polímero natural existente em maior abundância, possui fortes ligações de hidrogênio, sendo altamente hidrofílica (Agrawal *et al.*, 2000). A unidade elementar da macromolécula da celulose é a anidro-*D*-glicose, que contém três radicais hidroxilas (-OH). Estas hidroxilas formam ligações de hidrogênio dentro das moléculas (intra-moleculares) e é um dos principais constituintes das paredes celulares das plantas (cerca de 33% do peso da planta), em combinação com a lignina, com hemicelulose e pectina. Foi primeiramente isolada e caracterizada pelo químico francês Anselme Payen em 1838 (Bledzki e Gassan, 1999).

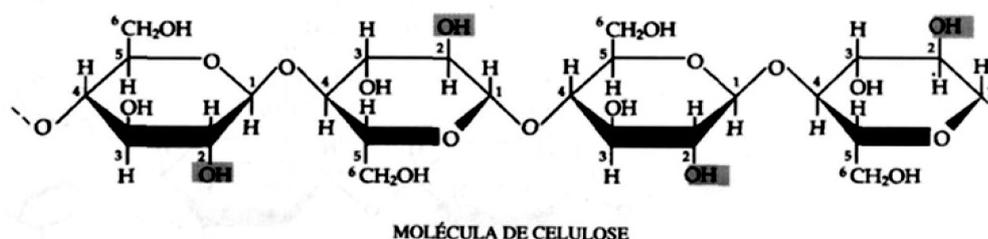


Figura 2.2 – Modelo das moléculas interligadas de celulose.

Fonte: (Carvalho *et al.*, 2009).

A figura 2.2 apresenta modelo das moléculas de celulose que são completamente lineares e tem forte tendência a formar pontes de hidrogênio inter e

intramoleculares. Os feixes de moléculas de celulose se agregam na forma de microfibrilas na qual regiões altamente ordenadas (cristalinas) se alternam com regiões menos ordenadas (amorfas). As microfibrilas compõem fibrilas e estas compõem as fibras celulósicas. Como consequência dessa estrutura fibrosa, a celulose possui alta resistência a tração e é insolúvel a maioria dos solventes (Carvalho *et al.*, 2009).

Tabela 2.2 – Conteúdo médio de celulose em plantas.

Fonte: (Carvalho *et al.*, 2009).

Planta	% de Celulose
Algodão	95 – 98
Rami	80 – 90
Bambu	40 – 50
Madeira	40 – 50
Casca de árvores	20 – 30
Musgos	25 – 30
Bactérias	20 – 30

O grau de polimerização mostra, que o comprimento das cadeias de polímeros varia de acordo com o conteúdo médio de celulose tabela 2.2, e estão diretamente relacionadas com o tipo de fibra natural. As propriedades mecânicas das fibras vegetais dependem do tipo de celulose, pois cada tipo de celulose tem sua geometria própria. O fato de moléculas intercaladas de glicose “girarem” permite que outra molécula se conecte paralelamente também por pontes de hidrogênio. Este complexo é como uma folha, plano, o que permite que vários desses se empilhem também por pontes de hidrogênio. Ao final teremos longos “fios”, formando uma fibra muito resistente, que dá origem a parede celular (Carvalho *et al.*, 2009).

Em função do seu maior grau de cristalinidade e seu alto grau de polimerização, a celulose costuma apresentar maior estabilidade aos efeitos da degradação, seja ela mecânica, química ou térmica, quando comparada aos componentes não celulósicos co-formadores das fibras. Produtos naturais como a celulose, por possuírem moléculas grandes, são mais resistentes às tensões

mecânicas e térmicas que os compostos formados por moléculas pequenas (Agrawal *et al.*, 2000).

O termo hemicelulose é utilizado coletivamente para denominar grupos distintos de polissacarídeos constituídos por vários açúcares incluindo glicose, xilose, galactose, arabinose e manose. A hemicelulose é diferente da celulose em três importantes aspectos. Em primeiro lugar, ela contém várias unidades de açúcares já a celulose tem apenas as unidades 1,4-BD-glucopirranose. Em segundo lugar, apresenta um considerável grau de ramificação de cadeias poliméricas, enquanto a celulose é um polímero estritamente linear. Em terceiro lugar, o grau de polimerização é cerca de um décimo a um centésimo daquele encontrado para a celulose. Normalmente a hemicelulose atua como um elemento de ligação entre a celulose e a lignina, não estando diretamente correlacionada à resistência e dureza das fibras. Ao contrário da celulose, os constituintes da hemicelulose diferem de planta para planta (Agrawal *et al.*, 2000).

A lignina, por sua vez, é uma macromolécula sintetizada por via radicalar a partir de três álcoois *p*-hidróxi-cinâmílicos precursores: *p*-cumarílico, coniferílico e sinapílico. Polímero complexo de estrutura amorfa, com constituintes aromáticos e alifáticos, que une as fibras celulósicas formando a parede celular. Fornece resistência à compressão ao tecido celular e às fibras, enrijecendo a parede celular e protegendo os carboidratos (açúcares) contra danos físicos e químicos. Sua concentração nas fibras influencia a estrutura, as propriedades, a morfologia, a flexibilidade e a taxa de hidrólise. Fibras com alto teor de lignina são de excelente qualidade e bastante flexíveis (Agrawal *et al* 2000).

Na última década, estudos referentes à manipulação das vias de biossíntese da lignina têm sido realizados, pois há enorme interesse dentro do tema devido à possibilidade de se obter plantas mais adequadas aos processos de deslignificação usados na indústria de celulose e papel, bem como a nascente indústria de conversão da biomassa lignificada em etanol (Agrawal *et al* 2000).

As propriedades mecânicas assim como a composição das fibras apresentam variações consideráveis em seus valores. Estes fatores contribuem para que em aplicações mais técnicas seja necessária a modificação destas fibras com fins específicos. Estas modificações visam homogeneizar suas propriedades, diminuir a absorção de umidade e promover a adesão da fibra com a matriz (Bledzki e Gassan, 1999).

Esta natureza hidrofílica pode influenciar nas propriedades de adesão devido às interações interfaciais mais fracas entre a fibra e a matriz, e conseqüentemente afetar as propriedades mecânicas do material. Uma forma de melhorar a adesão entre a fibra e a matriz é através da modificação superficial da fibra por métodos físicos ou químicos (Bledzki e Gassan, 1999).

Uma projeção para o uso das fibras vegetais sugere que o total do uso na indústria européia alcançou de 50 a 70 mil toneladas em 2005 e mais de 100 mil toneladas no ano de 2010 (IBGE, 2010).

Desta forma as fibras vegetais são objeto de estudo mostrando ser importante para produção de compósitos poliméricos é uma alternativa de grande importância tecnológica por ser uma fonte renovável, reciclável, biodegradável e de baixo custo.

Nesta totalidade as fibras de buriti são materiais que possuem ampla possibilidade de aplicação para o desenvolvimento de compósitos reforçados com fibras vegetais.

2.1.4 Estrutura física das fibras vegetais

Cada fibra-celular individual tem estrutura complexa formada por paredes celulares que circundam o lúmen. Essas paredes recebem denominações sucessivas da parte externa para interna: primária, secundária, e assim por diante. As paredes são constituídas de camadas formadas por feixes de microfibrilas que crescem no vegetal em forma de espiral, com diferentes orientações angulares. A figura 2.3 é a representação de uma fibra-celular, a qual pode conter regiões de seção transversal circular, oval ou achatada (Bledzki e Gassan, 1999).

O principal componente das microfibrilas é a celulose, as microfibrilas de celulose estão interligadas por uma rede de moléculas de hemicelulose. A rede celulose-hemicelulose é permeada por pectinas. Outro importante constituinte das paredes é a lignina, substância hidrofóbica impregnada principalmente nas camadas próximas à superfície, e que tem função de sustentação (Bledzki e Gassan, 1999).

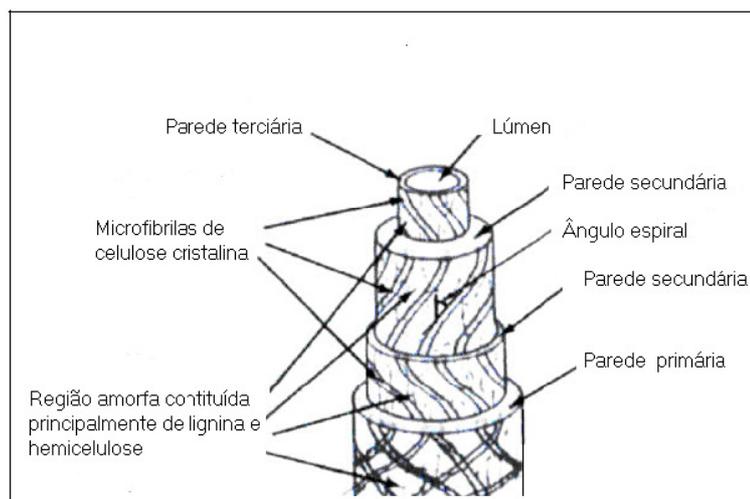


Figura 2.3 Representação de uma fibra-celular onde estão presentes as paredes primárias, secundárias, terciárias, e suas constituições, o lúmen e o ângulo espiral.

Fonte: (Bledzki e Gassan, 1999).

As microfibrilas são compostas por micelas as quais são cristais de moléculas de celulose na ordem de Angstroms, ordenadas paralelamente em diferentes estruturas alotrópicas. A figura 2.4 esquematiza feixe de microfibrilas, micelas e uma estrutura cristalina de celulose.

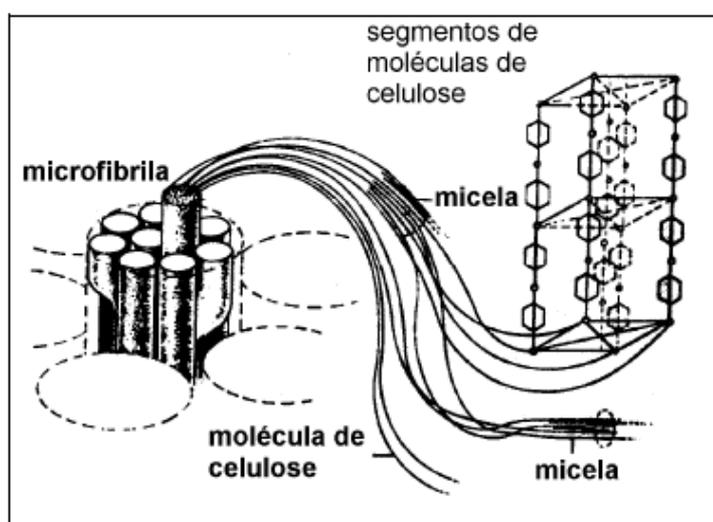


Figura 2.4 Microfibrilas constituída de porções cristalinas, as micelas, que são formadas por segmentos de moléculas de celulose ordenadas.

Fonte: (Bledzki e Gassan,1999)

Uma única fibra para os vários tipos de plantas consistem em varias células. Estas células são formadas por microfibrilas cristalinas de celulose Figura 2.4 que são conectadas a uma camada de lignina e hemicelulose.

Segundo Bledzki e Gassan, (1999), o aumento da resistência das fibras está relacionado com o aumento do teor de celulose e diminuição do ângulo espiral em relação ao eixo da fibra.

Figura 2.5 modelo de descrição da rigidez da fibra, regiões cristalinas de alternando com fibras cristalinas (b) ângulo espiral em relação ao eixo da fibra.

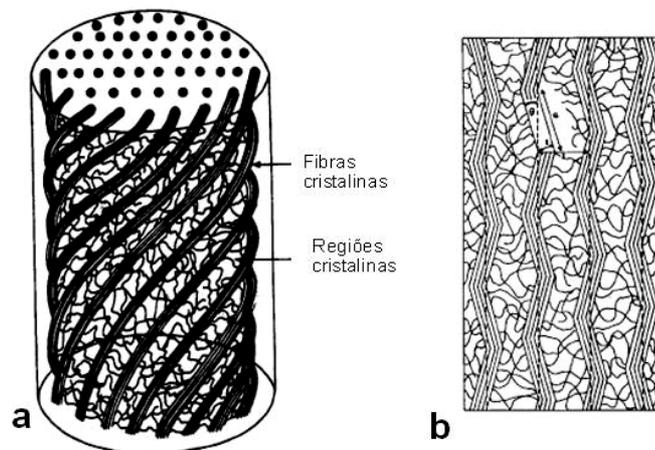


Figura 2.5 – Modelo para descrição da rigidez da fibra (a) Camadas em uma visualização em 3D, (b) Camadas projetadas em uma exibição 2D.

Fonte: (Bledzki e Gassan, 1999)

2.1.4 Tratamento das fibras vegetais

A interface é a região onde ocorre o contato entre os componentes do compósito, sendo a transferência dos esforços aplicados à matriz feita através desta região. Possíveis acúmulos de tensões, dificuldade de adesão ou umidade excessiva também podem influenciar as propriedades mecânicas. A qualidade da interface pode ser determinada por fatores químicos e físicos que, por sua vez, estão relacionados com a área da superfície, pureza do reforço, molhabilidade da matriz e diferenças nas propriedades térmicas e mecânicas dos materiais constituintes (Bledzki e Gassan, 1999). A interação entre os componentes de um

compósito da região interfacial depende do grau de contato (molhabilidade) das superfícies na interface, e das forças coesivas (adesividade) nesta região.

Os tratamentos físicos atuam na superfície das fibras, resultando em mudanças estruturais, que influenciam na ligação mecânica com os polímeros. Métodos físicos como tratamentos com descarga elétrica corona e plasma, assim como tratamento térmico e produção de tecidos tramados de fibras têm sido usados (Bledzki e Gassan, 1999).

Os tratamentos químicos atuam não só na superfície das fibras, mas podem alcançar camadas internas das mesmas. Diversos tratamentos são descritos tais como tratamento alcalino, tratamento com isocianeto, acetilação, entre outros (Bledzki e Gassan, 1999 e George *et al.*, 2001). O tratamento de fibras com NaOH é também chamado de mercerização e é muito utilizado como pré-tratamento ou revestimento das fibras naturais. Nestes sistemas ocorre a quebra das ligações de hidrogênio que unem as cadeias de celulose, conferindo uma superfície mais rugosa que auxilia na adesão entre a matriz polimérica e a fibra.

O tratamento com polipropileno modificado com anidrido Maleico (PPAM) os grupos funcionais anidrido presentes no PPAM são aptos a interagir fortemente ou até mesmo reagir com os grupos hidroxilas presentes na superfície das fibras naturais, enquanto a longa cadeia provinda do PP se difunde na matriz polimérica apolares, melhorando a adesão na interface fibra/matriz (Bledzki e Gassan, 1999).

Estes agentes de acoplamento são adicionados aos compósitos ou utilizados em tratamentos na pré-impregnação das fibras, resultando em alterações nas propriedades dos materiais. Após a adição ou tratamento com esses agentes de acoplamento, a energia da superfície das fibras fica mais próxima à da matriz, resultando das interações de hidrogênio ou formação de ligações covalentes. Isto resulta em uma maior adesão interfacial, ocasionado um melhor desempenho mecânico destes materiais (Bledzki e Gassan, 1999).

A qualidade da interface fibra-matriz é significativa para melhor interação entre a fibra vegetal e a matriz polimérica. Estes métodos anteriormente apresentados podem ser utilizados para otimizar esta interface. A interação entre a matriz polimérica e a interface entre a fibra de buriti foram objeto de investigação deste trabalho.

2.2 Estudo das fibras lignocelulósicas

Dezenas de fibras lignocelulosicas vêm sendo investigadas como reforço polimérico. Nesta revisão bibliográfica, a título de comparação foram apresentadas fibras vegetais com potencial científico para o emprego em compósitos poliméricos, bem como as características necessárias para a caracterização destas fibras. A dimensão e a relação entre o comprimento e o diâmetro destas fibras são discutidos a seguir provando ser um fator determinante na transferência de esforço para a matriz.

2.2.1 Algumas fibras lignocelulósicas e seu potencial como um novo material utilizado na engenharia

Muitas são as utilidades das fibras naturais, uma delas é como material usado na engenharia, na última década uma quantidade considerável de informações sobre elas vem sendo divulgada em artigos e trabalhos científicos.

No entanto, alguns pontos são relevantes sobre estas propriedades e devem ser considerados (Bledzki e Gassan, 1999). Segundo Mohanty *et al.*, (2002), as propriedades das fibras de uma mesma espécie podem variar consideravelmente. Isso depende se a fibra é retirada de galhos ou folhas. Por outro lado, as fibras sintéticas como a fibra de vidro ou de carbono, podem ser produzidas de maneira uniforme definindo suas propriedades.

Apesar dos inconvenientes, as fibras lignocelulósicas possuem vantagens sobre as fibras sintéticas, especialmente a de vidro (Wambua *et al.*, 2003). Segundo Monteiro *et al.*, (2009) fibras lignocelulósicas são comparativamente mais baratas leves e não-abrasivas para equipamentos de processamento e mais flexíveis, o que contribui para compósitos mais resistentes.

Questões sociais e ambientais são hoje as vantagens mais significativas para substituição de fibras sintética por fibras naturais. Além de resolver parte dos problemas ambientais a produção de fibras lignocelulosicas desenvolvem a economia de regiões isoladas de agricultores representando uma importante fonte de renda para as populações locais (Monteiro *et al.*, 2011). Sendo uma fonte renovável, as fibras lignocelulósicas emitem menos CO₂, que as fibras sintéticas

contribuindo para um menor agravamento do aquecimento global (Monteiro *et al.*, 2009a).

Uma grande vantagem das fibras lignocelulósicas em relação a fibras sintéticas é que sua densidade é extremamente mais baixa. Isto faz com que estas fibras quando usadas em reforço de compósitos são mais leves. A tabela (2.3) apresenta as propriedades de algumas fibras lignocelulósicas e fibras sintéticas (Monteiro *et al.*, 2011).

Tabela 2.3 – Propriedades de algumas fibras lignocelulósicas e fibras sintéticas.

Fonte: (Monteiro *et al.*, 2011).

Fibras	Densidade ρ (g/cm³)	Tensão Máxima σ (MPa)	Módulo de Elasticidade (Gpa)	Máximo σ/ρ (MPa.cm³/g)
Bambu (<i>Bambusa vulgaris</i>)	1,03 – 0,49	106	-	-
Banana (<i>Musa sapientum</i>)	0,67 – 1,50	700 - 800	27 - 32	1194
Buriti (<i>Mauritia flexuosa</i>)	0,63 – 1,12	129 – 254	-	403
Coco (<i>Cocos nucifera</i>)	1,15 – 1,52	95 – 220	4 – 6	191
Algodão (<i>Gossypium M.</i>)	1,51 - 1,60	287 – 800	6 – 13	530
Curauá (<i>Ananas erectifolium</i>)	0,57 – 0,92	117 – 3000	27 – 80	2193
Linho (<i>Linum esitatissimum</i>)	1,30 – 1,50	344 – 1035	26 – 28	496
Juta (<i>Corchorus capsularis</i>)	1,30 – 1,45	393 – 800	13 – 27	615
Piassava (<i>Attalea funifera</i>)	1,10 – 1,45	109 – 1750	5 – 6	1591
Abacaxi (<i>Ananas comosus</i>)	1,44 – 1,56	362 – 1627	35 – 83	1130
Rami (<i>Boehmeria nivea</i>)	1,5	400 – 1620	61 – 128	1080
Sisal (<i>Agave sisalana</i>)	1,26 – 1,50	287 – 913	9 – 28	725
Madeira macia	0,46 – 1,50	112 – 1000	11 – 40	2174
Vidro	2,50 – 2,58	2000 – 3450	70 – 73	1380
Carbono	1,78 – 1,81	2500 – 6350	230 – 400	3567
Aramida	1,44	3000 – 4100	63 – 131	2847

Algumas destas fibras lignocelulósicas são bem conhecidas e comuns (Juta, Algodão, linho, madeira, sisal e coco), outras são conhecidas, porém pouco usadas (rami, abacaxi, banana e bambu) e outras relativamente desconhecidas (curauá,

piaçava, bagaço de cana e buriti). Nesta tabela, também é comparada a densidade de três fibras sintéticas (vidro, carbono e aramida).

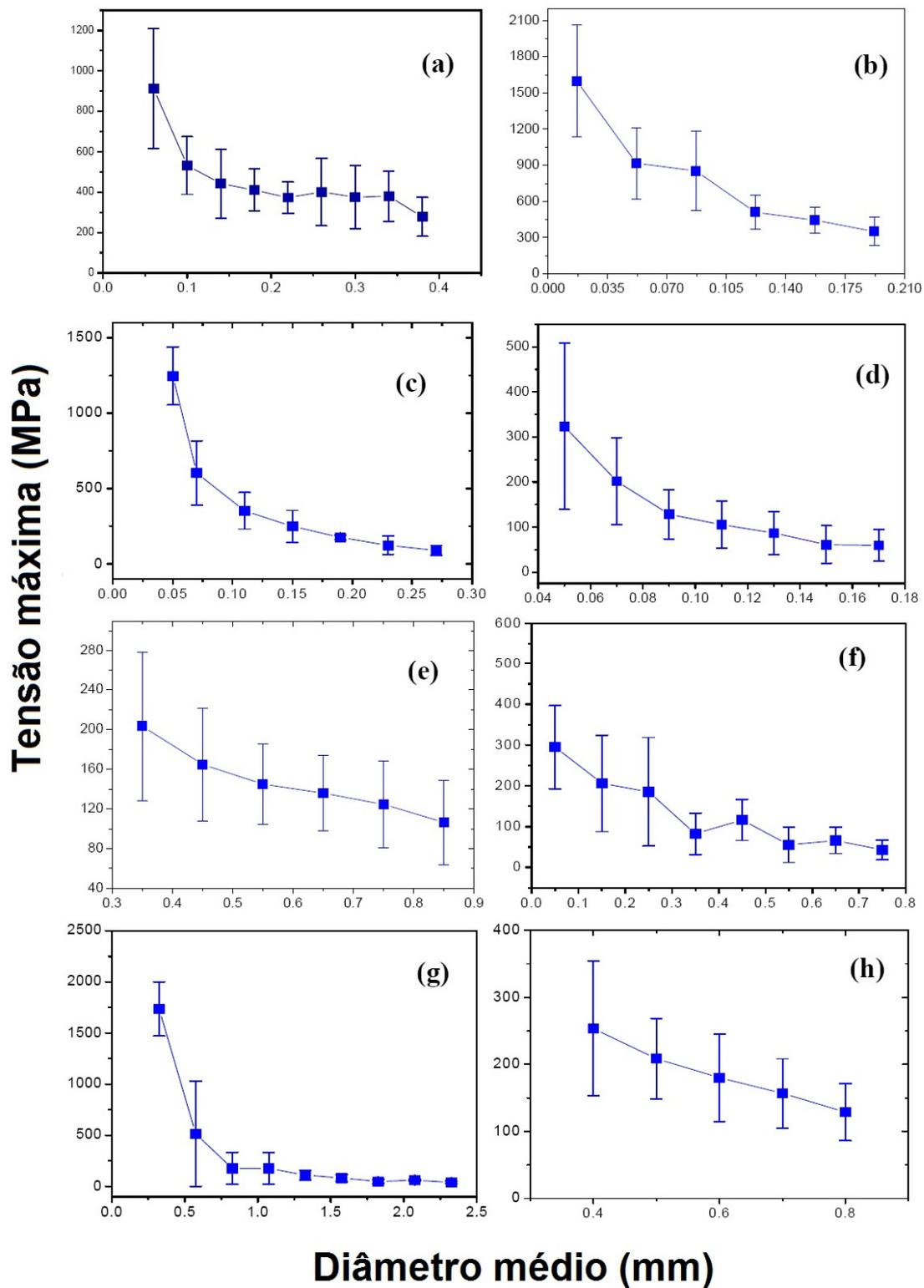


Figura 2.6 – Resistência à tração através da estatística de Weibull sendo (a) sisal, (b) rami, (c) curauá, (d) juta, (e) Bambu, (f) coco, (g) piaçava e (h) buriti.

Fonte: Monteiro *et al.*, (2011)

Alguns trabalhos recentes mostram uma relação inversa entre a resistência a tração e o diâmetro equivalente, figura 2.6 mostra a resistência à tração através da estatística de Weibull sendo (a) sisal (Monteiro *et al.*, 2010), (b) rami (Margem *et al.*, 2010), (c) curauá (Ferreira *et al.*, 2009), (d) juta (Bevitori *et al.*, 2010), (e) Bambu (Costa *et al.*, 2010), (f) coco (Santafe *et al.*, 2009), (g) piaçava (Nascimento *et al.*, 2010) e (h) buriti (Portela *et al.*, 2010).

Estas relações presentes em todos os trabalhos mostram que diâmetros mais finos apresentam uma resistência relativamente alta. Segundo Monteiro *et al.*, (2011) o ponto de maior destaque nesta figura 2.6 são os menores intervalos de diâmetro do Rami, Curauá e piaçava que atingiram valores de resistência a tração acima de 1000 MPa.

Estas nove fibras lignocelulósicas mostram através deste comportamento defeitos associadas a falhas apresentadas ao longo da estrutura das fibras. Um ponto importante citado por Monteiro *et al.*, (2011) e a dificuldade de obter naturalmente diâmetros menores devido ao processo artesanal para obtenção destas fibras. No entanto, os resultados experimentais obtidos por algumas fibras, como sisal, rami, curauá e piaçava apresentam valores acima de 1000 MPa.

A maioria das ligas metálicas, materiais cerâmicos e poliméricos possuem resistência a tração abaixo deste nível de 1000 MPa. Desta forma através de uma relação simples, uma equação hiperbólica Equação 1 proposta pelo autor obteve um valor teórico que deve ter o diâmetro para que as fibras lignocelulósicas estudadas atinjam 1000 MPa de resistência a tração (Monteiro *et al.*, 2011).

$$\sigma = \frac{A}{d} + B \quad (1)$$

Onde σ é a tensão d diâmetro e A e B constantes. Além disso, os diâmetros extrapolados equivalentes de juta, bambu, buriti, coco e banana na tabela 2.4 são obtidos pelo corte artesanal, ou encontrados na natureza.

Tabela 2.4 – Relação hiperbólica do diâmetro e tensão máxima obtendo um diâmetro equivalente para uma tensão de 1000MPa.

Fonte: (Monteiro *et al.*, 2011)

	A (MPa.mm)	B (MPa)	Coefficiente de ajuste (R²)	Tensão de 1000 MPa - Diâmetro associado (mm)
Sisal	39	209	0,93	0,049
Rami	21	389	0,88	0,034
Curauá	67	-196	0,95	0,056
Juta	19	-64	0,99	0,018
Bambu	54	49	0,98	0,057
Coco	13	68	0,74	0,014
Piaçava	620	-349	0,92	0,046
Buriti	96	15	0,99	0,097
Banana	24	17	0,98	0,097

Em seu trabalho Monteiro *et al.*, (2011), destaca as fibras lignocelulósicas como um bom reforço em matrizes poliméricas para utilização na indústria automobilística. Além de vantagens importantes e praticas, tais como menor densidade e o baixo custo, foi demonstrado que a força de tração e comparada a de ligas metálicas através de seleção de fibras com menores diâmetros.

A motivação por pesquisas de fibras lignocelulósicas como materiais de engenharia nas ultimas décadas mostraram benefícios ambientais, econômicos e sociais. A seleção de fibras com menores diâmetros mostram materiais com menores defeitos e tão resistentes como algumas ligas metálicas. Estas propriedades serão objeto de novos estudos (Monteiro *et al.*, 2011).

Através dos estudos verificados anteriormente (Monteiro *et al.*, 2011) fica evidente o potencial destas fibras lignocelulósicas e da necessidade de se observar as propriedades mecânicas de fibras com diâmetros cada vez menores.

2.3 O Buriti

O buriti (*Mauritia flexuosa*) é uma planta tipicamente da floresta Amazônica e cerrado e é considerada uma das palmeiras mais abundantes do país. Ocorrem em toda a Amazônia, Brasil Central, Bahia, Ceará, Maranhão, Minas Gerais, Piauí e São

Paulo nas áreas baixas de florestas abertas e fechadas, sobre solos mal drenados, brejosos ou inundados (Saraiva, 2009).

Palmeira de porte elegante, figura 2.7 com estipe ereto de até 35 m de altura, apresenta folhas grandes, dispostas em leque. Flores em longos cachos de até 3 m de comprimento, de coloração amarelada, surgem de dezembro a abril. Seu fruto tem aparência de uma elipsóide, castanho-avermelhado, de superfície revestida por escamas brilhantes. Polpa marcadamente amarela. Semente oval dura e amêndoa comestível. Frutifica de dezembro a junho.



Figura 2.7 – Palmeira de buriti.

Fonte: (Lorenzi *et al.*, 2004)

Segundo (Saraiva, 2009) os buritizais são reconhecidos pela população local do nordeste por sua importância como fonte de alimento, abrigo e renda e pelo uso múltiplo de praticamente todas as suas partes. Os buritizais têm um papel fundamental no equilíbrio dos ecossistemas locais, por possuírem características singulares de contribuir para manter a umidade do solo e dos corpos hídricos, principalmente nas épocas secas. Ajudam também a reter o assoreamento dos rios e servem como local de habitat, abrigo e fonte de alimento para uma ampla

diversidade de fauna associada. No saber local nordestino, onde há buritis há água. Utilizando-se deste mesmo princípio, onde se extinguem os buritizeiros há visível diminuição na oferta hídrica, por causa da destruição do seu habitat (Saraiva, 2006).

O IBGE (2010) não traz dados nacionais atuais sobre a produção da polpa e óleo de buriti, e a fibra retirada das folhas novas é considerada o seu maior uso, com produção anual de cerca de 500 toneladas e valor de comercialização da ordem de R\$ 1,15 milhão de reais. Os maiores produtores de fibra são o Pará, Maranhão e Bahia, sendo que a Mesorregião dos Lençóis Maranhenses é responsável por 27,8% da produção nacional.

O crescimento na produção de fibra de Buriti é representado na figura 2.8 segundo dados do IBGE (2010) através da quantidade produzida na extração vegetal por tipo de produto extrativo. Observa-se também que em 2004, há um aumento da oferta no mercado da fibra de buriti proveniente do estado do Maranhão, que passa a fornecer cinco vezes mais que no período anterior, repercutindo no aumento nacional da produção (Afonso, 2008).

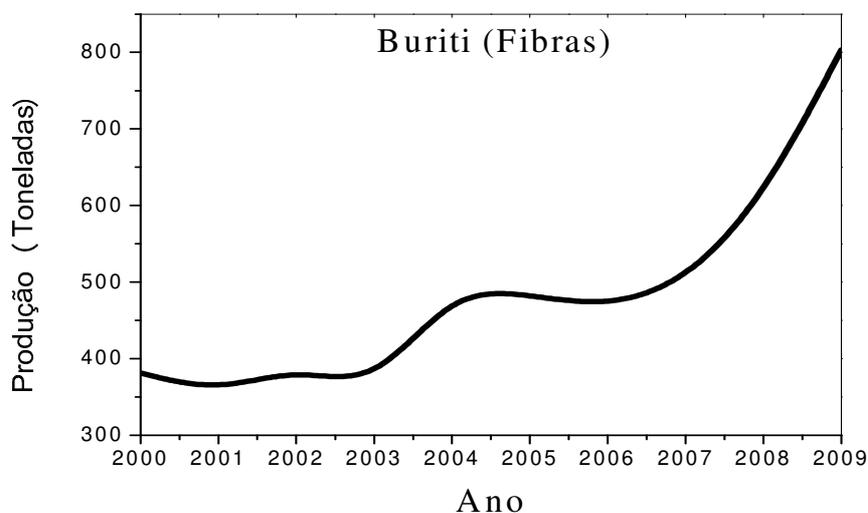


Figura 2.8 – Quantidade produzida na extração vegetal por tipo de produto extrativo, produção de fibra de buriti no Brasil, 2000 a 2009 (IBGE, 2010).

Fonte: (IBGE, 2010)

Ao levantar perspectivas futuras para a cadeia de valor do buriti, com base na análise dos seus componentes (funções) básicos, operadores e organismos reguladores, (Afonso, 2008) coloca que a desinformação quanto aos aspectos ecológicos e de manejo e a falta de organização social são os principais problemas

na extração de produtos da palmeira de Buriti, isso está levando a um desequilíbrio ambiental e destruindo uma grande parte dos buritizeiros.

2.3.1 Aspectos científicos das fibras de buriti

Poucos estudos mostram o potencial de reforço da fibra de buriti, abordando a possibilidade de substituição das fibras sintéticas. Santos *et al.*, (2008)a, investigou a caracterização microestrutural e mecânica da fibra de buriti para utilização como reforço em compósitos poliméricos. Obteve valores de resistência a tração de 684 MPa e Módulo de Elasticidade de 36,26 GPa que são próximos dos valores encontrados em outras fibras como mostrado na tabela 2.5.

A fibra de buriti apresentou densidade inferior à densidade da água 0,770 g/cm³ o que resultou em valores específicos de resistência e módulo sob tração tabela 2.5. Estes valores estão coerentes com os citados por Mueller *et al.*, (2003), para fibras de Juta, fibras de linho, fibras de sisal. Os valores encontrados por Santos *et al* (2008)a, obtidos nos ensaios de tração, assim como os valores específicos, estão coerentes com os encontrados na literatura para fibras vegetais mais utilizadas como reforço em compósitos.

Tabela 2.5 – Valores de ensaio de tração, assim como valores específicos, encontrados na literatura para fibras de buriti.

Fonte: Santos *et al.*, (2008)a.

	Buriti
Resistência a tração (MPa)	684
Módulo elástico (GPa)	36,26
Resistência específica	97,7
Módulo específico	5,18

Em um de seus trabalhos Santos *et al.*, (2008)b investigou o tratamento químico nas propriedades de impacto em compósitos com fibras de buriti. O tratamento químico das fibras vegetais como citado anteriormente, ajuda a remover impurezas como ceras, pectina, sais minerais e algumas hemiceluloses. O tratamento alcalino utilizando 10% de hidróxido de Sódio modificou as propriedades

de impacto dos compósitos de buriti em resina poliéster investigado em dois tempos de tratamento em solução NaOH (40 e 80) minutos.

Na figura 2.9 (a e b) observa-se a mudança na morfologia da superfície da fibra após o tratamento alcalino. Na figura 2.9 (a) antes do tratamento encontram-se muitas partículas soltas na superfície da fibra, as quais podem tornar difícil a adesão com a matriz polimérica, influenciando de modo negativo nas propriedades mecânicas do compósito. Na figura 2.9 (b) após o tratamento a mesma se encontra livre de partículas soltas podendo oferecer mais acessibilidade à matriz de resina de poliéster Santos *et al* (2008)b.

Os resultados obtidos por Santos *et al* (2008)b, após ensaio de impacto indicam que o tratamento químico em solução alcalina dado aos compósitos tratados por (40 e 80) minutos, garantiu uma menor variação nas propriedades, desta forma o tratamento feito em um período de tempo maior que (80 minutos), melhorou de forma significativa a interface fibra/matriz dando ao compósito melhor resultado de resistência ao impacto e energia absorvida.

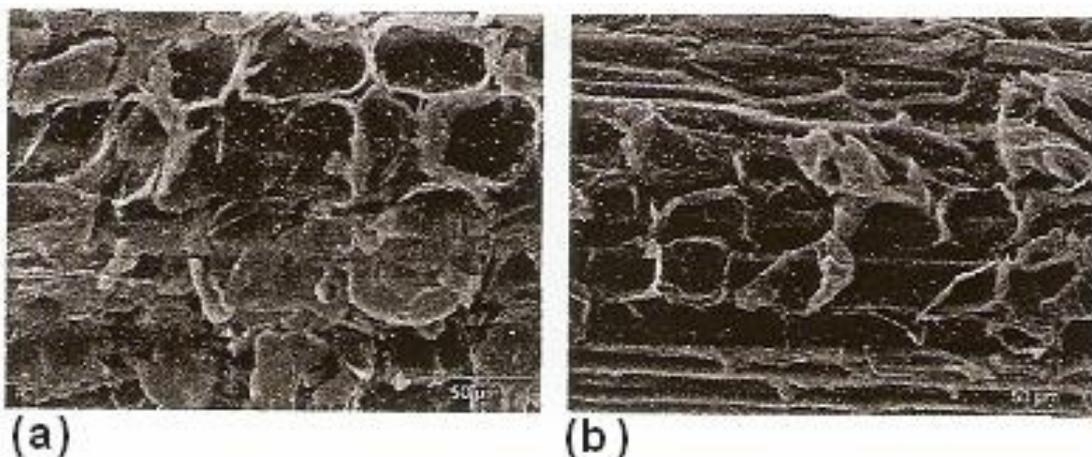


Figura 2.9 – Superfície das fibras de buriti (a) Fibras antes do tratamento alcalino (b) fibra após tratamento alcalino.

Fonte: (Santos *et al.*, 2008b)

Assim as propriedades mecânicas, morfologia da superfície e a microestrutura das fibras de buriti apresentam valores semelhantes aos encontrados na literatura para outras fibras vegetais. Os valores específicos obtidos para as fibras de buriti são interessantes e justificam um aprofundamento nas pesquisas, como será discutido na presente tese.

2.4 Polímeros

A palavra polímero origina-se do grego poli (muitos) e mero (unidade de repetição). Assim, um polímero é uma macromolécula composta por muitas (dezenas de milhares) de unidades de repetição denominadas meros, ligados por ligação covalente. A matéria-prima para a produção de um polímero é o monômero, isto é, uma molécula com uma (mono) unidade de repetição (Canevarolo, 2002).

No entanto, para melhor compreensão da relação entre suas características e o efeito sobre o desempenho dos materiais compostos por polímeros, quando empregados na obtenção de materiais poliméricos, será abordada a classificação de Callister (2002) quanto à estrutura molecular e quanto à sua resposta mecânica a temperaturas elevadas, ou seja, quanto ao comportamento térmico.

Polímeros Termoplásticos sob efeito de temperatura e pressão, amolecem assumindo a forma do molde. Nova alteração de temperatura e pressão reinicia o processo, sendo, portanto, recicláveis. Em nível molecular, à medida que a temperatura é elevada, as forças de ligação secundárias são diminuídas (devido ao aumento do movimento molecular), de modo tal que o movimento relativo de cadeias adjacentes é facilitado quando uma tensão é aplicada. Os termoplásticos são relativamente moles e dúcteis e compõem-se da maioria dos polímeros lineares e aqueles que possuem algumas estruturas ramificadas com cadeias flexíveis (Mano, 2000). Ex: PE, PP, PVC, etc.

Polímeros Termofixos ou termorrígidos, sob efeito de temperatura e pressão, amolecem assumindo a forma do molde. Nova alteração de temperatura e pressão não faz efeito algum, tornando-os materiais insolúveis, infusíveis e não-recicláveis. Durante o tratamento térmico inicial, ligações cruzadas covalentes são formadas entre cadeias moleculares adjacentes; essas ligações prendem as cadeias entre si para resistir aos movimentos vibracionais e rotacionais da cadeia a temperaturas elevadas, sendo que o rompimento destas ligações só ocorrerá sob temperatura muito elevadas. Os polímeros termofixos são geralmente mais duros, mais fortes e mais frágeis do que os termoplásticos, e possuem melhor estabilidade dimensional (Mano, 2000) . Ex: Baquelite (resina de fenol-formaldeído), epóxi (araldite), algumas resinas de poliéster, etc.

O presente trabalho utilizou resina polimérica epóxi e poliéster para confecção de compósitos.

Os produtos confeccionados a partir das resinas poliéster constituem o grupo de polímeros termofixos, são os mais utilizados na indústria devido à sua grande versatilidade e boas propriedades mecânicas, a um custo relativamente baixo. Essas resinas apresentam ainda boa estabilidade dimensional e são de fácil manuseio (Mallick, 1993).

Segundo Rosato & Rosato, 2004 as Características e Limitações das Resinas Termorrígidas epóxi e poliéster são:

Resina Epóxi apresenta como característica: Excelente propriedade em compósitos, muito boa resistência química, boas propriedades elétricas e térmicas e baixa contração na cura. Limitações: longos ciclos de cura melhores propriedades obtidas em altas temperaturas de cura.

Resina Poliéster apresenta como característica: amplamente utilizada, fácil uso, cura a temperatura ambiente, ótimas propriedades em compósitos, boa resistência química, boas propriedades elétricas. Limitações: emissão de estireno, contração durante a cura e inflamável.

A resina epóxi líquida é muito utilizada em laminados de fibra sintéticas como o de vidro, carbono e kevlar e também com naturais como juta, sisal, algodão, etc. Devido à sua alta resistência mecânica e química, ela é utilizada em laminados especiais onde as resinas convencionais de laminação, como os poliésteres insaturados, não atendem o necessário. São muito utilizados em tubulações, tanques, aeronaves, embarcações, veículos de alta performance, artigos esportivos, revestimentos especiais, entre outras (Bledzki e Gassan, 1999).

2.5 Compósitos

O mercado dos materiais compósitos tem crescido de forma constante na última década e, hoje, inclui diversas aplicações aeroespaciais, biomédicas, na indústria automobilística, bem como na infra-estrutura civil. Nestes e em vários outros setores, muitos profissionais têm sentido a necessidade de conceber produtos com estes novos materiais (Levy Neto e Pardini, 2006).

Embora a associação do termo compósito esteja ligada às chamadas tecnologias de ponta, nas quais peças e dispositivos oriundos desse material são empregados em componentes utilizados em satélites, aeronaves, helicópteros, implantes ortopédicos, odontológicos biocompatíveis, veículos de Fórmula 1,

plataformas marítimas, plataformas de petróleo, pontes, telescópios, instrumentos musicais e estruturas inteligentes em geral, a origem desta importante classe de materiais remonta a incontáveis milhares de anos, uma vez que madeiras, ossos e tecidos musculares são exemplos notáveis em termos de eficiência estrutural dos chamados compósitos naturais (Hull *et al.*, 1996). Nestes materiais também pode-se distinguir uma fase de reforço, normalmente na forma filamentar, e outra aglutinante (a matriz), a qual permite que os esforços transfiram ao longo de todo compósito trabalhando de forma integrada.

Levy Neto e Pardini (2006) fazem a seguinte definição: Um material compósito é um conjunto de dois ou mais materiais diferentes, combinados em escala macroscópica, para funcionarem como uma unidade, visando obter um conjunto de propriedades que nenhum dos componentes individualmente apresenta.

É importante ressaltar que como definição de uma forma geral de materiais compósitos, ela é bem clara no entanto é importante ressaltar que os componentes aparecem em escala macroscópica no compósito. Isso para poder diferenciar das ligas, por exemplo, nas quais são combinados diferentes materiais, como o manganês no aço; no entanto, em escala atômica. Já nos materiais compósitos, a escala de dimensões das inclusões é tipicamente da ordem de um micrometro ou maior. Outra definição é que um material compósito é formado pela união de dois materiais de naturezas diferentes, resultando em um material de desempenho superior àquela de seus componentes tomados separadamente. O material resultante é um arranjo de fibras, contínuas ou não, de um material resistente (reforço) que são impregnados em uma matriz de resistência mecânica inferior as fibras. No entanto este conceito permite ao profissional da área, até determinado ponto, criar um novo material, enfatizando determinadas características desejáveis, enquanto minimizar outras indesejáveis, por meio de combinação de componentes. Desta forma, uma gama de aspectos de comportamento do material pode ser manipulada no projeto em questão, como: Resistência estática, fadiga, rigidez, resistência à corrosão, resistência à abrasão, redução de peso, capacidade de trabalho a alta e baixa temperatura, isolamento ou condutividade térmica, elétrica ou acústica, dureza, ductilidade e aparência estética (Levy Neto e Pardini, 2006).

O material compósito tem como característica básica dois tipos de fases: a matriz que tem a finalidade de proteger sua estrutura e as outras fases contra a ação do meio ambiente e, particularmente, corrosão e abrasão, e o reforço que altera as

propriedades da matriz, podendo proporcionar uma maior resistência (Bledzki e Gassan, 1999 & Broutman, 1990).

Para obter características desejáveis dos materiais compósitos dois ou mais materiais são combinados. O compósito de fibra de vidro em matriz polimérica é um exemplo típico. A fibra de vidro confere resistência mecânica, enquanto a matriz polimérica é responsável pela flexibilidade do compósito. Na verdade, a matriz pode ser polimérica, metálica ou cerâmica. O mesmo vale para o reforço, que pode estar na forma de dispersão de partículas, fibras, bastonetes, lâminas ou plaquetas (Jones, 1994; Ratnam *et al*, 2008).

Outra característica marcante dos compósitos é a sua versatilidade quanto ao largo espectro de propriedades físicas, químicas e mecânicas que podem ser obtidas, pela combinação de diferentes tipos de matriz e pelas várias opções de reforço. O limite de combinações para a obtenção de um compósito tende ao infinito da imaginação (Levy Neto e Pardini, 2006).

Em virtude do exposto, tais estudos mostram uma diversificação de conceitos aliado à adoção de um critério mais abrangente, sendo assim os compósitos constituem uma classe heterogênea, multifásica, sendo polímero ou não. Muito embora as características dos compósitos possam variar significativamente em função do tipo de aplicação a que se destinam, pelo que foi visto os conceitos se completam e não se contradizem.

2.5.1 Compósitos Poliméricos

Segundo (Aquino 2005) os compósitos poliméricos são classificados segundo sua formação em fase contínua (matriz) que é reforçada por uma fase descontínua (fibras), essa se agrega físico-quimicamente após um processo de crosslinking, termo usado no campo sintético da ciência dos polímeros, geralmente ligações transversais promovem uma diferença nas propriedades físicas dos polímeros, formando crosslinking polimérico (cura). Normalmente a fase descontínua é formada por fibra de vidro natural lignocelulósica ou de origem animal dependendo da sua aplicação.

Os compósitos de matriz polimérica dividem-se em termorrígidos (epóxi, poliamida, poliéster) e termoplásticos (poli-éter-cetona, poli-sulfona, poliéterimida) reforçados com fibra de vidro, carbono, aramida (klevlar) ou boro.

Os compósitos poliméricos para aplicações de engenharia principalmente, os feitos com resina epóxi devido à baixa retração durante a cura, são excelente na adesão a uma variedade de superfícies, boa estabilidade dimensional, baixa absorção de umidade, boas propriedades térmicas e elétricas, excelente resistência química e a intempéries com alta relação resistência/peso (Jones, 1994).

Os compósitos poliméricos apresentam um baixo peso específico. Tornando viável sua utilização na indústria aeroespacial, onde fibras de carbono, boro, quartzo apresentam aos projetistas propriedades de melhoria nos projetos estruturais, permitindo, assim, maior desempenho em vôo de aeronaves e veículos de reentrada (Hull *et al.*, 1996).

Com uma grande gama de utilizações e combinações de polímeros de elevado desempenho com fibras cerâmicas ou poliméricas de elevado Módulo de Elasticidade e resistência mecânica os compósitos poliméricos apresentam soluções para quase todo tipo de problema e uma excelente resistência mecânica, o que possibilita a sua utilização em aplicações no setor de aeronáutica, naval, automobilístico e outras (Monteiro *et al.*, 2008).

2.5 Fibras vegetais como reforço polimérico

O reforço de polímeros com fibras é o método mais comum e mais simples de se desenvolver um novo material. O preço das fibras sintéticas, a crise de energia e a necessidade de serem utilizados recursos renováveis e não poluentes, têm levado os pesquisadores a optarem pelo uso de fibras vegetais em substituição às fibras tradicionais (Agopyan *et al.*, 2005).

O interesse na utilização de fibras lignocelulósicas como reforço em compósitos de matrizes termofixa e/ou termoplástica. Esses compósitos são chamados de materiais amigos do ambiente, e apresentam como vantagens ser um material renovável, biodegradável, de baixo custo, baixa densidade, apresentar isolamento térmico e acústico, não abrasível e não afetar a saúde (Savastano *et al.*, 2000) e são uma matéria-prima harmônica com o meio ambiente e apresentam como limitações de sua utilização ter natureza hidrofílica e baixa resistência térmica.

Porém esses compósitos podem ser aplicados em diversas áreas, desde as indústrias automotivas, embalagens até construção civil.

A importância dessas fibras ocorre devido ao alto teor de celulose que elas possuem, pois a celulose é o mais abundante dos polímeros de ocorrência natural e

tem grande importância tecnológica. Podem sofrer modificações químicas e ter vários derivados com importância industrial (Navarro *et al.*, 2001) é importante na resistência à tração, insolúvel na maioria dos solventes. Possui alto grau de cristalinidade, e eventuais degradações das cadeias de celulose levam a uma pior atuação como agente de reforço em materiais compósitos.

As fibras naturais apresentam menores propriedades mecânicas que as fibras de vidro, porém suas propriedades específicas são equivalentes (Cantero *et al.*, 2003). Elas apresentam elevada razão de aspecto e eficiente transferência de tensões e dão um incremento acentuado nas propriedades mecânicas dos compósitos.

Feixes de moléculas de celulose podem estar agrupados tridimensionalmente formando regiões de ordenação cristalina elevada que se agregam na forma de cristalitos envolta em regiões menos ordenadas (regiões amorfas), unidas em microfibrilas com cerca de 10 a 25 nanômetros de diâmetros. Essa alta cristalinidade contribui para a insolubilidade e pouca reatividade da celulose (Jones, 1994).

Mohanty *et al.*, (2004) usando fibra de cânhamo em biocompósito com matriz termoplástica observaram que a presença de cera na superfície da fibra contribuía para a ineficiente união entre a fibra e a matriz, sendo necessário tratamento na superfície da fibra para melhorar a adesão fibra-matriz resultando biocompósito com superior desempenho.

A principal desvantagem de fibras celulósicas como reforço de termoplasto ocorre devido à alta percentagem de grupos hidroxilas, conseqüentemente a alta polaridade, e baixo teor de lignina sendo necessárias modificações para serem utilizadas combinando com o polímero não polar (Bhattacharya *et al.* 2003). Essa polaridade é vantajosa em matrizes termofixas de natureza polar. O efeito do tratamento químico na superfície da fibra reduz a absorção de umidade, pois aumenta a hidrofobicidade da superfície devido a ligações de longas cadeias de hidrocarbonetos. As adições desses agentes penetram na parede celular através dos poros superficiais depositando-se na região interfibrilar restringindo a entrada de água.

As propriedades dos compósitos usando como reforço fibras vegetais são influenciadas pelas propriedades de cada um dos componentes. A efetiva interação entre os componentes é importante para as propriedades mecânicas dos compósitos. No caso dos compósitos, polipropileno e fibras vegetais, a

incompatibilidade entre os constituintes influencia no grau de dispersão da fibra na matriz e na completa homogeneidade da estrutura do compósito, deixando o compósito vulnerável ao ataque ambiental, enfraquecendo e reduzindo o ciclo de vida (Mohanty *et. al.*, 2004).

A melhor combinação das propriedades mecânicas dos compósitos é obtida quando as fibras estão orientadas na direção longitudinal, com distribuição uniforme e com a máxima fração volumétrica alcançada (Silva *et al.*, 2002).

Neagu *et al.*, (2005), citam que as fibras de madeira têm alto potencial para reforço em plástico, a polpa industrializada para papel produz enorme quantidade de fibras primárias, uma pequena fração dessas fibras pode ser usada como material de reforço para compósito a um baixo custo por peso, devido à elevada razão de aspecto que essas fibras apresentam.

Colom *et al.*, (2003), no estudo de compósito de fibras lignocelulósicas e termoplásticos como polietileno de alta densidade (PEAD), citam que as fibras necessitam serem modificados para ocorrer uma forte interação interfacial e obter melhores propriedades mecânicas do compósito, especialmente nos ensaios de tração, impacto e alongação, o mesmo ocorrendo com o compósito de fibra de banana e matriz termofixa tipo de poliéster, neste caso ocorre a retirada de substâncias superficiais, como ceras.

A tenacidade de compósitos reforçados com fibras curtas pode ser influenciada por vários fatores tais como as propriedades intrínsecas da matriz, da fração volumétrica da fibra e da adesão interfacial, além disso, depende da temperatura e velocidade de ensaio realizado (Hristov *et. al.*, 2004).

As propriedades dos compósitos são influenciadas pelas propriedades das fibras, e as propriedades das fibras naturais são influenciadas pelas condições de desenvolvimento e processamento. É, no entanto, muito difícil se obter propriedades mecânicas constantes para as fibras vegetais, depois de repetidos testes (Wambua *et al.*, 2003).

Caraschi (2002) trabalhando com polipropileno e pó de madeira, cita que a alta cristalinidade e a alta massa molecular da celulose são favoráveis na contribuição da frágil interação química entre as duas fases, entretanto, é necessário um tratamento na fibra, para uma melhor interação entre a celulose e a matriz, ou o uso de um agente de acoplamento.

A área de contato entre os componentes do compósito é a região chamada interface, que atua transferindo a carga recebida pela matriz para o reforço fibroso. Como cada fibra forma uma interface individual com a matriz, a área interfacial é muito larga. As ligações interfaciais são resultado da boa molhabilidade da fibra pela matriz, assim como a formação de ligações químicas entre as fibras e a superfície da matriz (Jayaraman, 2003).

A propriedade da interface é única para cada sistema fibra-matriz. A adesão entre a fibra e matriz pode ser atribuída a alguns fatores: adsorção e umidade, adesão mecânica, interdifusão, atração eletrostática e às ligações químicas. A força final de ligação reflete alguma reação química ocorrida entre as fibras, entre as fibras e o agente de acoplamento e entre a fibra e a resina, durante o processo (Rot *et al.*, 2001).

Wambua *et al.*, (2003), estudando algumas fibras vegetais, como coco, sisal, juta, abacaxi e linho, para substituição das fibras de vidro como reforço de termoplasto, cita que a resistência à tração aumentou com o aumento da fração volumétrica de fibra, tendo o coco apresentado o menor valor de propriedade mecânica nos ensaios realizados e o linho o maior desempenho.

Dessa forma, a estrutura interna dos compósitos e a sua interação, a qual por sua vez, é função da aderência entre a fibra e matriz, influem de forma significativa no seu desempenho e na sua durabilidade. A maior aderência pode ser conseguida através da melhora do desempenho da zona de transição entre as fibras e a matriz, fazendo com que as duas fases trabalhem solidariamente.

2.7 Tratamento de polímeros com irradiação

O desenvolvimento de métodos para as modificações controláveis do polímero e fibras naturais alterando suas propriedades físico-químicas, mecânicas, de barreira, ópticas e de outras propriedades é uma das áreas mais importantes da tecnologia investigativa moderna. Uma abordagem promissora para a alteração das propriedades dos materiais é baseada no tratamento com radiação ionizante, particularmente, a irradiação de feixe de elétrons (Rocha *et al.*, 2010).

Airradiação de feixe de elétrons foi aplicada de maneira eficiente para modificar as propriedades dos polímeros usados em diversas aplicações. Na indústria de embalagens flexíveis, os fabricantes aplicam específicas doses de

radiação de feixe de elétrons para promover a reticulação e cisão das cadeias poliméricas para melhorar as propriedades mecânicas do material (Lyons *et al.*, 1993).

A relativa facilidade do processo de radiação, a eficiência para modificar as propriedades de materiais e a extensão dessas alterações tem motivado vários pesquisadores a estudar o efeito da radiação ionizante em embalagens plásticas de alimentos (Lyons *et al.*, 1993).

Estudos feitos sobre o efeito da radiação ionizante, especificamente da radiação gama em madeira, passaram a ser experimentados na década de 70. Foram observadas mudanças significativas nos materiais após o tratamento com irradiação um deles modificou a composição de celulose e lignina da madeira, permitindo a observação de consideráveis mudanças nas propriedades dos materiais e extensas oportunidades para a realização de futuras pesquisas neste segmento (Freitag e Morrell, 1998).

A aplicação da radiação gama tem fundamental importância nas alterações das propriedades físicas, mecânicas e químicas de espécies de vegetais. A energia pode penetrar no vegetal e iniciar uma série de reações de polimerização, reticulação e oxidação, alterando as características dos compostos químicos presentes nas enzimas, como por exemplo, da celulose e lignina. Estas variações dependem principalmente da dose aplicada e das espécies irradiadas (Rosário *et al.*, 2006).

Por outro lado, a radiação ionizante também pode afetar os materiais poliméricos levando a uma produção de radicais livres. Estes radicais livres podem levar à degradação e fenômenos, como a liberação de gases, descoloração, alterações nas propriedades mecânicas, térmicas de barreira e de degradação e de lixiviação de aditivos de polímeros em solventes (Rosário *et al.*, 2006; Riganakos *et al.*, 1999).

2.8 Proposta técnica a ser resolvida

Com a finalidade de diversificar as pesquisas relacionadas à fabricação de novos compósitos reforçados com fibras naturais, visando atender as necessidades econômicas, ambientais e sociais, esta tese de doutorado busca melhorar o desempenho dos compósitos com o efetivo reforço da fibra de buriti. Desta forma

espera-se abrir possíveis futuras aplicações deste material na engenharia, assunto este pouco pesquisado no cenário mundial.

Com propósito de obter informações sobre o desenvolvimento de compósitos poliméricos com fibras de buriti, a presente tese obteve poucas informações na literatura, tornando o presente tema da tese de relevante originalidade. Devido à potencialidade desta fibra, trata-se de um tema que necessita de pesquisa. Pois a Unicamp e a UENF são as pioneiras na pesquisa científica do buriti.

Desta forma, a proposta foi investigar a influência da fibra de buriti em matriz polimérica e dos parâmetros empregados no processo de fabricação. Através da aplicação de métodos científicos em ensaios de tração, Weibull, *Pullout*, Izod, Charpy, Flexão, DSC, caracterização morfológica, outros. Obtendo uma estrutura mais uniforme; maior resistência a ruptura dos compósitos, maior redução das tensões residuais e diminuição da porosidade.

CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Equipamentos e materiais utilizados

3.2 Matéria- Prima

Os produtos primários que se constituíram na matéria prima para a produção dos compósitos foram:

- Fibra de buriti para incorporação;
- Como Matrizes: Resina Poliéster insaturada ortoftálica e Resina epóxi (éter diglicídico do bisfenol);
- Como catalisador: Base de metil-etil cetona, para a resina poliéster e trietileno tetramina para a resina epóxi.

3.2.1 A Fibra de Buriti

As fibras de buriti utilizadas neste trabalho foram extraídas de pecíolos da palmeira, adquiridas diretamente do estado do Pará, da sua capital, Belém no mercado ver-o-peso e do entorno na cidade de Abaetetuba, (Pa).

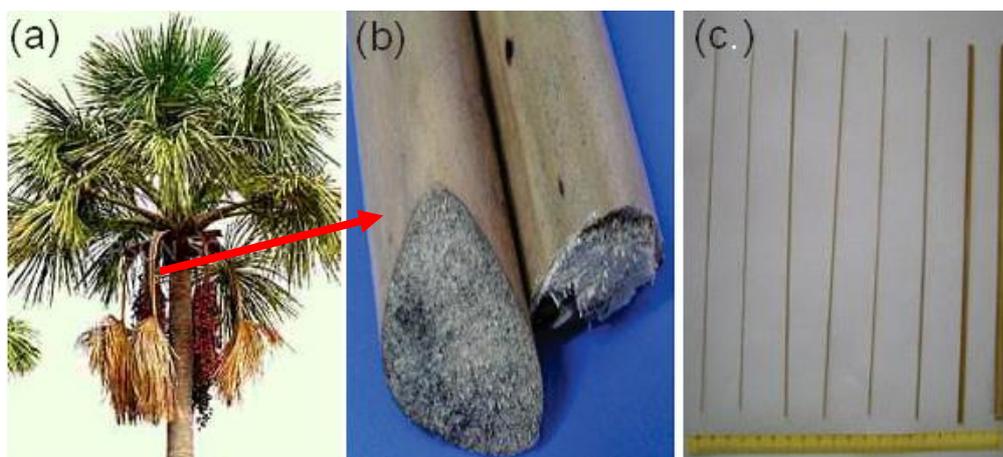


Figura 3.1 – (a) Palmeira buriti, (b) pecíolos e (c) fibras extraídas.

A figura 3.1 mostra através de uma seta a localização do pecíolo na palmeira de buriti de onde são extraídas as fibras utilizadas na presente tese.

Do lote adquirido realizou-se uma classificação em relação ao diâmetro, comprimento e caracterização físico-química da fibra.

3.2.2 Caracterização Dimensional da fibra de Buriti

Para a caracterização dimensional da fibra de buriti foram retiradas aleatoriamente 100 fibras seus diâmetros foram medidos em um projetor de perfil modelo 6C, disponível no LAMAV/UENF, mostrado na figura 3.2. As medidas de diâmetro foram realizadas em cinco posições ao longo da fibra. Em cada posição foi obtida uma segunda medida girando a fibra em 90 graus e considerando-se a média das duas medidas nesta posição. Este procedimento foi adotado devido ao fato da seção reta da fibra não ser perfeitamente circular. Ou seja, em toda fibra lignocelulósica existe uma excentricidade no diâmetro. Com base nestas medidas de diâmetro e comprimento das 100 fibras, foi realizada uma análise estatística com elaboração de histograma de distribuição dimensional e cálculo dos diâmetros.



Figura 3.2 – Projetor de perfil Nikon, utilizado para medir os diâmetros das fibras de Buriti LAMAV/UENF.

Fonte: LAMAV.

3.2.3 Determinação da densidade da fibra

Com base nas dimensões obtidas com projetor de perfil, a densidade da fibra de Buriti foi determinada pela relação:

$$\rho = \frac{M}{V}$$

Equação (2)

Onde:

ρ = Densidade (g/cm³);

M = Massa do corpo de prova (g);

V = volume do corpo de prova (cm³).

3.3 A matriz Polimérica

Dois diferentes polímeros termofixos, epóxi e poliéster, foram utilizados separadamente como matriz dos compósitos, incorporados com fibras de Buriti.

3.3.1 Resina Epóxi

Foi utilizada resina epoxídica do tipo éter diglicidílico do bisfenol A (DGEBA), devidamente misturada ao endurecedor trietileno tetramina (TETA) na proporção estequiométrica correspondente ao phr = 13 (13 partes de endurecedor por 100 partes de resina). Esta proporção estequiométrica equivale em princípio a abertura de todos os anéis epóxi por ligação com as moléculas de amina (Monteiro *et al.*, 2008a).

3.3.2 Resina Poliéster

Foi utilizada resina poliéster insaturada ortoflállica, rígida e de alta viscosidade, não sendo solúvel em água. A resina foi endurecida com 0,5% de catalisador à base de metil-etil cetona.

3.4 Análises Químicas das Fibras

Uma das informações mais importantes das fibras é sua composição química, onde as características e especificações das fibras lignocelulósicas são determinantes, para uma boa associação da fibra com a resina (Aquino, 2003).

A informação química das fibras foi determinada, por meio da difração de raios-X, Espectrometria de raios-X e teor de celulose, hemicelulose e lignina pelo método de análise gravimétrica de fibras, desenvolvido por Meterns (2002).

3.5 Difração de Raios-X

A estrutura cristalina e composição química das fibras foram inicialmente determinadas por meio da difração de raios-X. Para realizar a análise, uma amostra de buriti foi triturada. O equipamento figura 3.3 e utilizado no laboratório de matérias avançadas na UENF. A voltagem aplicada foi de 35 kV e a corrente de 40 mA θ inicial de 40° 2θ final de 100° passo ($\Delta\theta$) $0,05^\circ$.



Figura 3.3 – Difratômetros de raios-X Modelo Shimadzu XRD 7000, LAMAV/UENF.

Fonte: Própria.

3.6 Microscopia Eletrônica de Varredura

A espectrometria dispersiva de raios-X é um método de análise que se baseia no fato que os elementos químicos emitem a radiação característica. Quando sujeito a radiação provocada por partículas aceleradas ou pela incidência de radiação proveniente de raios-X. Obtendo fotografias das estruturas que compõem a fibra em grandes aumentos.

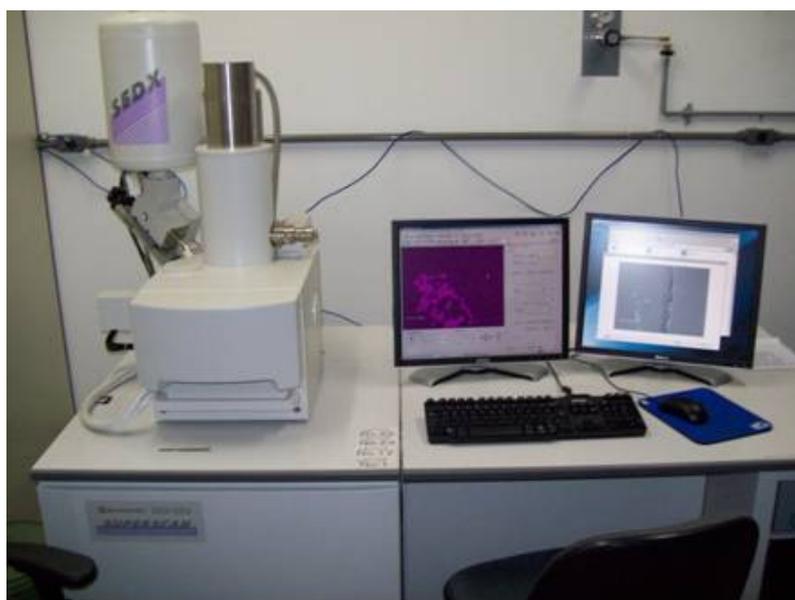


Figura 3.4 – MEV: Microscópio Eletrônico de Varredura Modelo Shimadzu SSX 550, LAMAV/UENF.

Fonte: Própria.

3.7 Acelerador industrial de elétrons

A irradiação foi realizada em um acelerador industrial de elétrons modelo II Dynamitron Radiation Dynamics figura 3.5. O funcionamento do acelerador eletrostático a 25 ° C, na presença de ar, com uma largura de feixe de 100 cm. A taxa de dose de 22,42 kGy/s associada com uma energia de 1,487 MeV, um feixe de corrente de 5,59 mA e uma velocidade de bandeja de 6,72 m/min. As medições de dose foram realizados com triacetato de celulose filme dosímetros CTA modelo FTR 125 Fuji Photo Film.



Figura 3.5 – Dynamitron Radiation Dynamics (Acelerador industrial de elétrons) USP/São Paulo.

Fonte: Própria.

A fibra após ser levada em estufa para retirada da umidade foi colocada em bandejas conforme apresenta a figura 3.6 durante a irradiação. Após a primeira passagem sob o feixe de elétrons do acelerador, as amostras foram manualmente invertidas (180°) e retornaram para novo processo de irradiação de modo a garantir que o feixe de elétrons do acelerador, utilizado com energia de 1,5 MeV, atingisse toda a espessura da amostra irradiada.



Figura 3.6 – Bandejas onde as fibras foram colocadas e percorreram um caminho durante a irradiação USP/São Paulo.

Fonte: Própria.

Na sala de comando figura 3.7, foram introduzidos os seguintes parâmetros de operação do acelerador:

- Tensão de aceleração dos elétrons: 1,5 MeV
- Corrente de feixe de elétrons: Variável de acordo com a dose requerida
- Largura de feixe de elétrons: 100 cm
- Frequência de varredura do feixe de elétrons: 100 Hz
- Velocidade das bandejas: 6,72 m/min.



Figura 3.7 – Sala de comando do acelerador industrial de elétrons USP/São Paulo.

Fonte: Própria.

3.8 Ensaio das Fibras

Ensaio mecânicos foram feitos para avaliar a resistência das fibras e do compósito.

3.8.1. Ensaio de Tração

Com o objetivo de caracterizar as propriedades mecânicas da fibra de Buriti foram investigadas suas propriedades de tração.

Para a execução, foi utilizada figura 3.8 uma máquina universal Instron modelo 1101, com pressão nas garras pneumáticas de 0,3 MPa, velocidade de 0,1

mm/min e capacidade de 100 kN. Os resultados foram analisados por meio da estatística Weibull.



Figura 3.8 – Máquina Instron modelo 5582, LAMAV/UENF.

Fonte: Própria.

O corpo de prova foi submetido a um ensaio de tração, a máquina de ensaio fornece um gráfico que mostra as relações entre a força aplicada e as deformações ocorridas durante o ensaio, o qual é conhecido como gráfico tensão deformação figura 3.9.

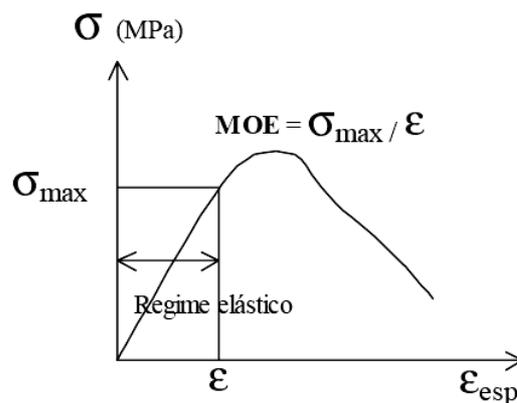


Figura 3.9 – Demonstração do cálculo do Módulo de Elasticidade.

Fonte: (Callister, 2000).

Sendo:

- σ – tensão
- ε – Alongamento

Os valores dos módulos de elasticidade de diferentes classes de materiais podem ser encontrados na literatura que abordam o assunto.

A capacidade de deformação do material, o Módulo de Elasticidade foi calculado como sendo a relação entre a tensão máxima atingida pela fibra ou compósito no regime elástico, identificada pela conformação da curva e sua correspondente deformação específica, que é a relação obtida e a base de medida utilizada para sua obtenção em unidades correspondentes. Os dados são automaticamente gerados pelo software da Máquina Instron modelo 5582.

3.8.2. Análise Estatística de Weibull das propriedades Mecânicas

Nomeada em homenagem ao professor sueco Walodi Weibull, essa distribuição possui uma ampla utilização (Carvalho, 2007). Weibull demonstrou a capacidade da distribuição para pequenas amostras e sua flexibilidade para fornecer uma utilidade adequada para uma grande variedade de dados estabelecidos (Ferreira *et al.*, 2009; Dias, 2002; Peres & Carvalho, 2003; Portela *et al.*, 2009). Nesta tese a análise de Weibull foi realizada utilizando o programa de computador Weibull Analysis.

Os parâmetros utilizados nesta estatística de Weibull são:

β – é o parâmetro de forma, mais conhecido como Módulo de Weibull. De um modo geral, β possui valores entre 0,5 e 15. Quanto mais próximo de 15 β estiver, mais o valor médio se aproximará do parâmetro de escala e a variação tenderá a zero.

θ – é o parâmetro de escala que indica o valor característico do que se está medindo com uma confiança de 63,8%.

R^2 – é o parâmetro de ajuste, pois indica o quanto os pontos do gráfico de Weibull estarão bem ajustados à sua reta central. O valor de R^2 pode variar de 0 a 1. Quanto mais próximo do parâmetro estiver de 1, melhor ajustados estarão os pontos experimentais à reta central.

3.8.3 Ensaio de *Pullout*

O ensaio de *pullout* vem sendo utilizado para se determinar o comprimento crítico tanto de fibras sintéticas (Yue & Cheung, 1999; Tanaka *et al.*, 2002) quanto de fibras naturais (Aquino; Monteiro, D' Almeida, 2003; Monteiro *et al.*, 2006 a,b,c).

A proposta do ensaio de *Pullout* neste trabalho é avaliar o comprimento da fibra de Buriti embutida nas resinas poliéster e epóxi, com o objetivo de estudar a adesão entre a fibra e a matriz polimérica e determinar o comprimento crítico da fibra.

Os corpos de prova foram preparados com a resina epóxi e poliéster sobre um molde com diâmetro de 10 milímetros e comprimento do embutimento variando de 3 a 40 milímetros (3, 5, 10, 20, 30, 40 mm) conforme demonstrado nas figuras 3.10 e 3.11.

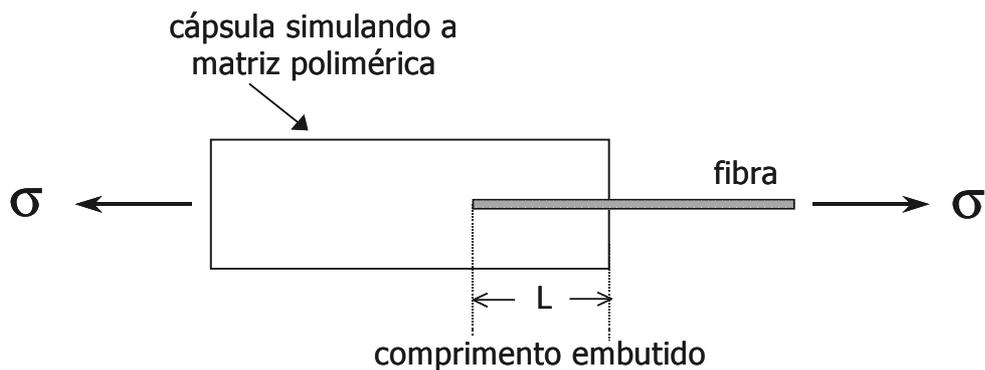


Figura 3.10 – Esquema do corpo de prova utilizado no ensaio de *pullout*.

Fonte: (Monteiro e Almeida, 2006).

Os materiais fabricados foram, então, testados em uma máquina de ensaio universal Instron, modelo 1101 com 100kn de capacidade e garras pneumáticas, em ensaio de *pullout* para determinação da tensão de ruptura dos corpos de prova e suas dimensões apresentados na figura 3.11. A velocidade do ensaio utilizada foi de cinco mm/min, temperatura de 22 °C e pressão na garra de 0,3 MPa. Em media foram analisados cinco corpos de prova.

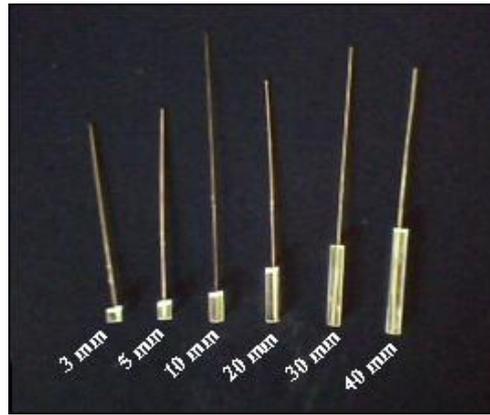


Figura 3.11 – Corpos de prova de Buriti com Resina Epóxi. Confeccionado no LAMAV/UEN

3.9. Caracterização Morfológica

Foi realizada uma análise morfológica da fibra por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), a fim de se interpretarem suas propriedades. Para tal, foi avaliada, qualitativamente, a superfície das fibras longitudinalmente e transversalmente. As análises foram realizadas em microscópio eletrônico de varredura, modelo Zeiss DSM 960, sendo empregada uma voltagem de elétrons de 10-20 Kv e usou-se o modo de elétrons secundários.

3.10. Preparação de Compósitos

3.10.1. Mistura e Homogeneização

Os compósitos de buriti com as resinas poliméricas foram preparados vertendo-se a resina poliéster sobre as fibras dispostas no molde. Foram fabricados compósitos com fração de fibras variando de 10 a 30%, em fração volumétrica, sendo que as fibras são dispostas no sentido longitudinal ao molde.

3.10.2. Prensagem dos corpos de prova

As placas retangulares destes compósitos foram fabricadas em um molde fechado de aço de medidas diferenciadas para ensaios de flexão e Charpy. Ainda foram utilizadas moldes de silicone para confeccionar corpos de prova, sendo que

todos os moldes, para cada tipo de ensaio tem suas medidas variadas de acordo com a norma ASTM ,conforme mostrado na figura 3.12:

- A) Molde para ensaio de flexão estática 152 x 122 x7mm;
- B) Molde para ensaios de impacto, tanto izod como charpy 152 x 125 x 10mm;
- C) Molde para ensaio de *Pullout* com variação de comprimento de 3 a 40 mm de embutimento da fibra na resina.

Neste molde, as fibras de Buriti foram colocadas, paralelamente e em toda a extensão da largura de 122mm e 125mm, quando fabricadas respectivamente para flexão e charpy. A quantidade complementar será de resina poliéster e epóxi misturadas com o catalisador, mas ainda no estado líquido, foram adicionadas fibras.

Foi aplicada durante a cura, uma carga de uma tonelada sobre a tampa do molde para facilitar a impregnação da resina por entre as fibras.

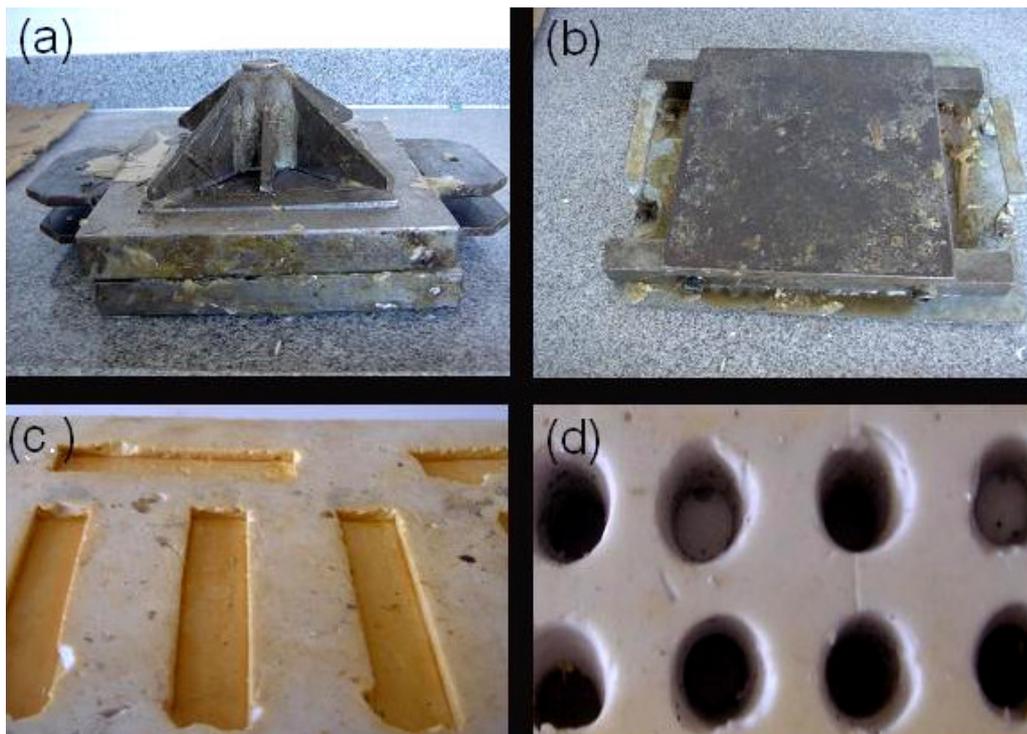


Figura 3.12 – Matriz a ser empregada para compactação dos corpos de prova de (a) Impacto, (b) Flexão e (c) DMA, (d) *Pullout*. Disponível no LAMAV/UENF

3.10.3. Ensaio de Flexão Estática

Foram realizados ensaios de resistência a flexão estática com 10 amostras para cada formulação. Após serem compactados, foram caracterizados pela realização dos ensaios de resistência à flexão estática.

Os materiais fabricados foram, então, testados em flexão em três pontos para determinação da tensão de ruptura, T_r , empregando-se máquina Instron modelo 5582 de ensaios de 100kN de capacidade. A carga foi aplicada pelo cutelo superior, numa velocidade de 1mm/min até a ruptura do corpo de prova. Ainda não foram estabelecidas normas para compósitos de Buriti, pois se trata de um produto original.

Os corpos-de-prova foram ensaiados por flexão, usando a técnica de 3 pontos em máquina Instron modelo 5582, com capacidade de 100 kV a uma taxa de deformação de $1,6 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Foi realizado, ainda, um ensaio de carga máxima Q_m calculando a tensão máxima associada à resistência bem como o modulo de elasticidade do compósito por meio das equações (Monteiro et al, 2008a):

$$\sigma_m = \frac{3LQ_m}{2bd^2} \quad (3)$$

$$E = \frac{Q_m L^3}{4bd^3 \Delta\gamma} \quad (4)$$

Sendo:

- L – a distância entre suportes
- b – a largura igual a 25 mm
- d – a espessura.
- $\Delta\gamma$ – deflexão

3.12. Ensaio de Impacto de Charpy e Izod

Para a confecção do entalhe com 2,54 mm de profundidade, ângulo de 45° e raio de curvatura de 0,25 mm no fundo do entalhe, foi utilizada uma fresa alemã em aço rápido atendendo à norma DIN 847. Os corpos de prova foram ensaiados em um pêndulo da marca PANTEC, Modelo XC-50, 1 x 220V x 60Hz em configuração Charpy, pertencente ao LAMAV/UENF. A figura 3.13 apresenta uma imagem do

pêndulo Charpy utilizado nas medidas de resistência ao impacto dos compósitos estudados.



Figura 3.13 – Pêndulo de impacto PANTEC , disponível no LAMAV/UENF.

3.13. Caracterização Física do Compósito

A densidade dos corpos de prova foi determinada pela relação:

$$\rho = \frac{M}{V}$$

Equação (5)

Onde:

ρ = Densidade (g/cm³);

M = Massa do corpo de prova (g);

V = volume do corpo de prova (cm³).

Foram confeccionados corpos de prova nas proporções de fibras de 10, 20 e 30% em peso de fibras de Buriti.

3.14. Análise Térmica: TG/DTG

Para a análise TG foi utilizado o módulo termogravimétrico da marca SHIMADZ, modelo TGA-50 acoplado ao interfaceador TA-50W, nas seguintes condições:

- Massa da amostra 4 a 6 mg
- Temperatura: 23 a 700 °C
- Atmosfera: ar sintético
- Taxa de aquecimento: 10 °C/min
- Fluxo: 20 mL/min

Foram analisadas as seguintes amostras: fibra de buriti, resina epóxi e poliéster, compósitos em matriz epóxi com 10, 20, 30% fibras de buriti, compósitos em matriz poliéster com 10, 20 e 30% em fibra de buriti.

CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 As fibras caracterizadas

4.1.1 Os ensaios

O presente capítulo aborda resultados obtidos através do estudo da fibra de buriti, bem como o processamento e caracterização dos compósitos poliméricos produzidos.

Os ensaios realizados permitem caracterizações morfológicas, físicas, químicas e mecânicas e os resultados encontrados foram comparados aos resultados encontrados na literatura para algumas fibras vegetais.

4.2 Aspectos morfológicos das fibras de Buriti

As análises por microscopia eletrônica de varredura tem como objetivo determinar as características das fibras de buriti quanto à morfologia e ao aspecto superficial.

4.2.1 Morfologia das fibrilas de Buriti

Os aspectos morfológicos da estrutura da superfície da fibra de buriti, através imagens feitas após fratura, mostram a microestrutura característica do material. Através de destas imagens é possível observar que as fibras são compostas de diferentes tipos de células regularmente arranjadas com uma lacuna no centro. As células apresentam formas hexagonais e circulares.

Na figura 4.1 é possível observar a presença do lúmen, da parede celular e da interface das microfibrilas, formações típicas das fibras lignocelulósicas. O Lúmen é um pequeno orifício de formato circular, responsável pelo transporte de água e nutrientes na planta.

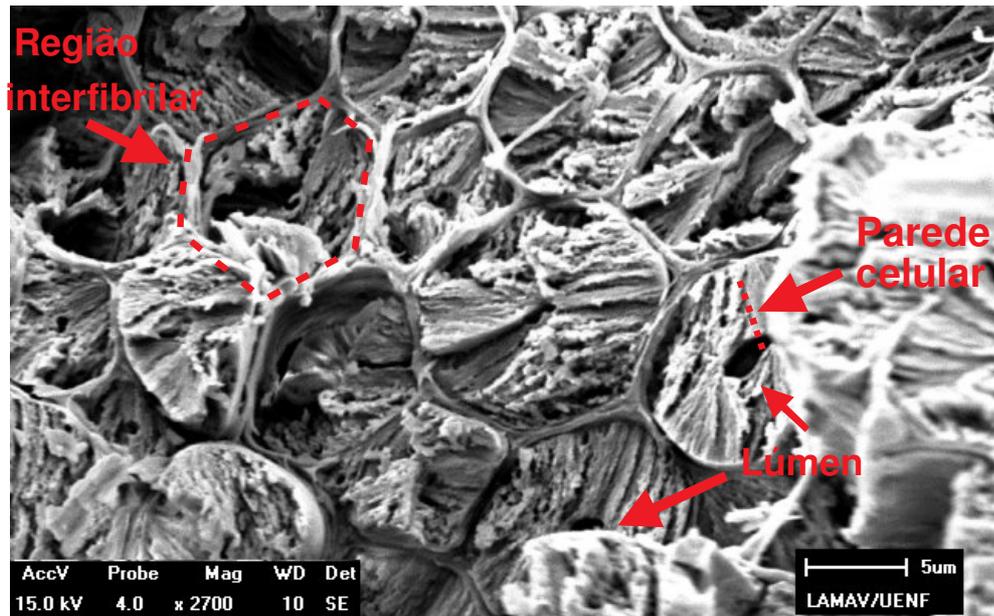


Figura 4.1 – Micrografia obtida por MEV da seção transversal de uma fibra de buriti.

A forma hexagonal das fibrilas é observada na Figura 4.2 em diversos tamanhos assim como a membrana que parece envolver as fibrilas, chamada de lamela média. Os espaços entre as fibrilas de maior seção transversal estão preenchidos por fibrilas de menor seção garantindo um maior grau de empacotamento nesta região da fibra.

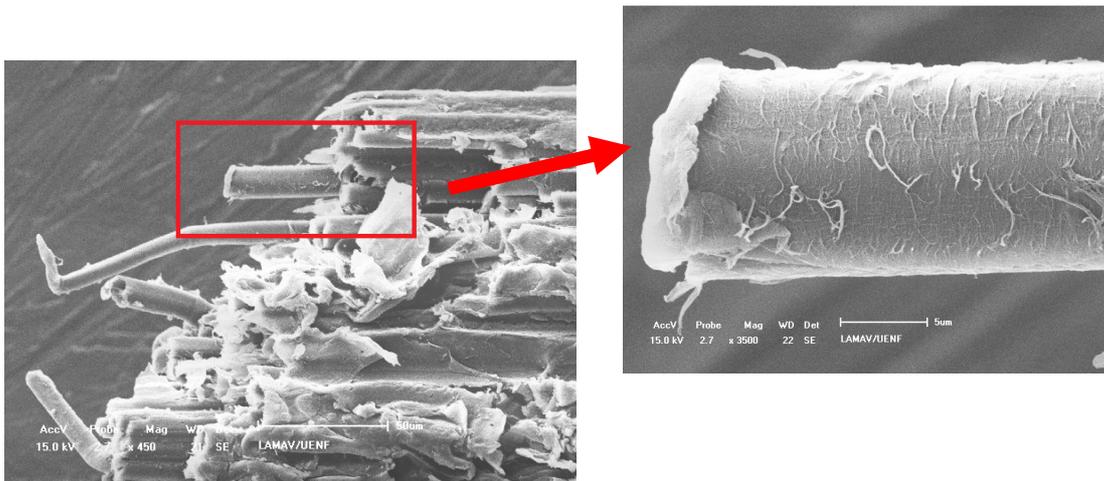


Figura 4.2 – Micrografia de MEV de uma fibra de buriti (a) região da fibra com varias microfibrilas, (b) microfibrila.

Na fibra de buriti destacam-se espaços vazios entre as microfibrilas ao longo de toda fibra. As microfibrilas são tubos responsáveis pelo transporte de água e nutrientes da planta, esta estrutura é muito resistente e pode ser observada em maior ampliação figura 4.2 (Bledziki e Gassan, 1999).

A tabela 4.1 destaca que os valores das características morfológicas das fibras de buriti obtidas neste trabalho estão de acordo com valores encontrados na literatura (Pereira, *et al.*, 2003).

Tabela 4.1 – Características morfológicas das fibras de buriti e respectivos valores encontrados na literatura.

Fonte: (Pereira *et al.*, 2003).

Propriedades morfológicas	(Pereira <i>et al.</i>, 2003)	Presente tese
Comprimento da fibrila (μm)	$1,60 \pm 0,37$	$1,75 \pm 0,71$
Largura da fibrila (μm)	$10,03 \pm 1,76$	$10,50 \pm 2,13$
Diâmetro do Lume (μm)	$3,42 \pm 1,46$	$3,35 \pm 1,23$
Espessura da parede celular (μm)	$3,30 \pm 12,88$	$3,75 \pm 2,55$

O comprimento da fibrila, largura da fibrila, diâmetro do lúmen e espessura da parede celular influenciam no empacotamento do material pesquisado, principalmente pelo baixo valor médio do lúmen, que, devido a estas dimensões, não favorecerá o aparecimento de muitas ligações entre as fibrilas. Muito embora a maioria da literatura especializada afirme que baixo valor do diâmetro do lúmen pode proporcionar baixos valores em algumas propriedades de resistência físico mecânicas destas fibras celulósicas (Pereira *et al.*, 2001). O presente trabalho verificou que maiores valores para o lúmen torna as fibras menos densas e com grande número de defeitos.

4.2.2 Diâmetro das fibras de Buriti.

As fibras de buriti utilizadas neste trabalho foram escolhidas aleatoriamente, embutidas em resina e posteriormente cortadas revelando uma geometria irregular. A Figura 4.3 mostra uma fotografia MEV de uma fibra sem tratamento, quando é possível constatar que a medida da área da seção transversal não é tão simples.

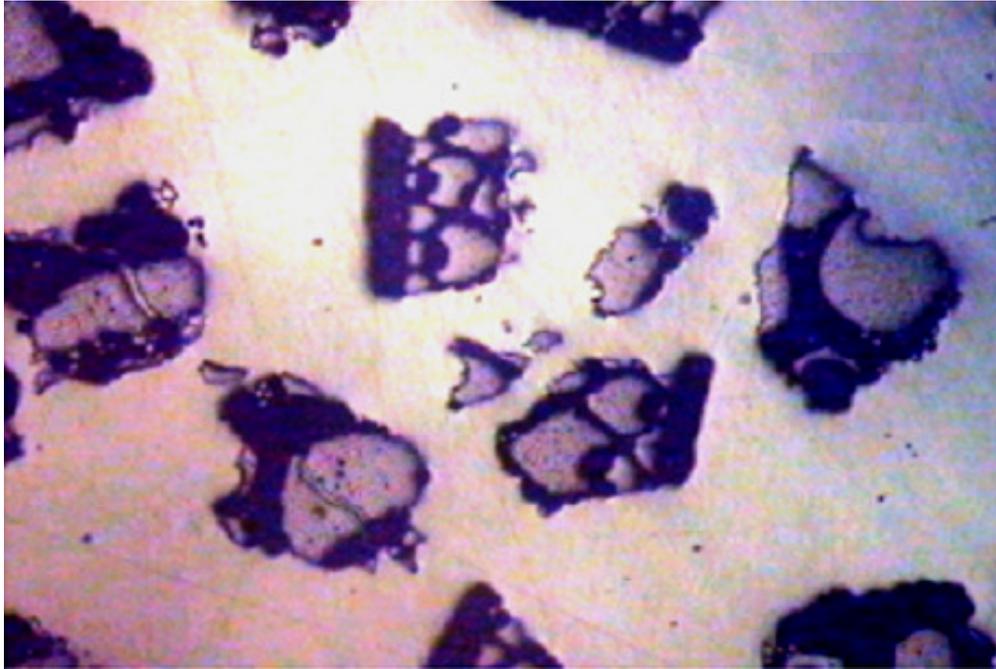


Figura 4.3 – Micrografia obtida por MEV da seção transversal de uma fibra de buriti.

Os diâmetros das fibras utilizadas neste trabalho variam de 0,10 a 0,80 milímetros, e foram medidos em diferentes pontos ao longo de toda fibra em um medidor de perfil, obtendo uma média. Desta forma, foram estimadas faixas de diâmetros de 0,10 em 0,10 milímetros, dando um total de 7 faixas.

As características morfológicas das fibras de buriti utilizadas neste trabalho, assim como as principais relações que as caracterizam como matéria prima na produção de compósitos poliméricos são descritas em função dos diâmetros e da interação fibra/matriz.

Uma avaliação dimensional de 100 fibras retiradas aleatoriamente do feixe de 5 kg adquiridas no mercado ver-o-peso em Belém estado do Pará, região norte do Brasil, permitiu que fossem feitas as distribuições do diâmetro apresentado na Figura 4.4, correspondendo a sete faixas de intervalo de 0,1 mm até 0,80 mm. Para o presente trabalho foram selecionadas todas estas faixas.

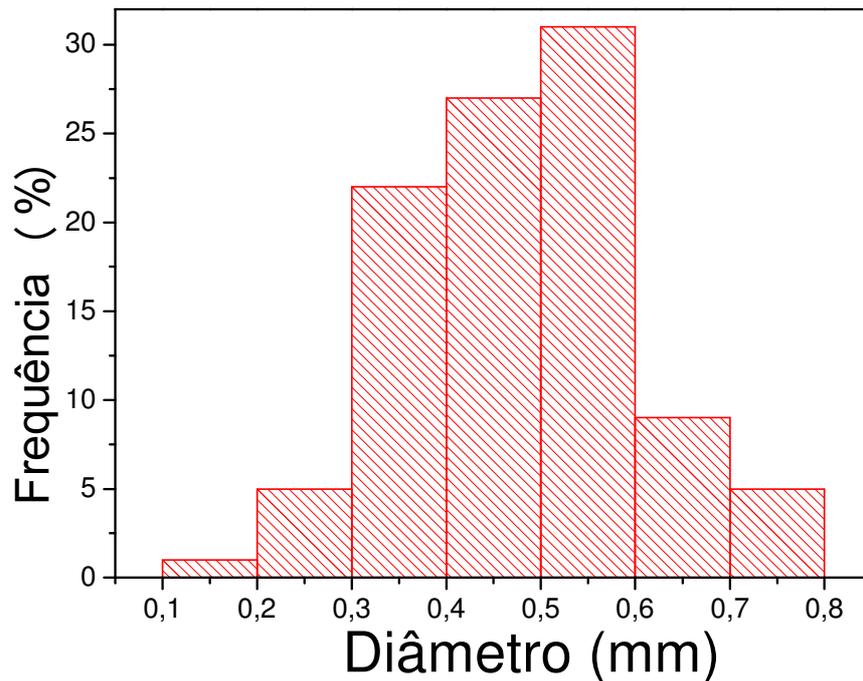


Figura 4.4 – Distribuição estatística do diâmetro das fibras.

A análise das fibras de buriti com diferentes diâmetros foi realizada com o auxílio de Microscópio Eletrônico de Varredura como apresentado na figura 4.5. São evidenciadas imperfeições à medida que aumenta o diâmetro da fibra, denotando uma correlação inversa entre imperfeições e o diâmetro. Pode-se observar uma superfície rugosa com desprendimento de fibras-celulares que constituem as fibras, assim como saliências e reentrâncias que podem propiciar baixa interação com a matriz poliméricas, quando estas fibras são utilizadas em compósitos.

Na fibra mostrada na figura 4.5(a) com diâmetro de 0,17 mm, verifica-se uma superfície mais uniforme envolvendo relativamente poucos filamentos e microfibrilas, mesmo com a presença de resíduos na superfície da fibra. A fibra apresentada na figura 4.5(g), diâmetro de 0,75 mm, tem fratura menos uniforme envolve maior número de filamentos e microfibrilas, observam-se também regiões com espaços vazios entre os filamentos que compõem as fibrilas.

Através desta análise foi possível constatar que fibras com menores diâmetros apresentam poucos defeitos na sua estrutura sendo mais coesas e para maiores diâmetros e observado um número maior de filamentos rompidos de forma irregular e a presença de espaços vazios entre as fibrilas.

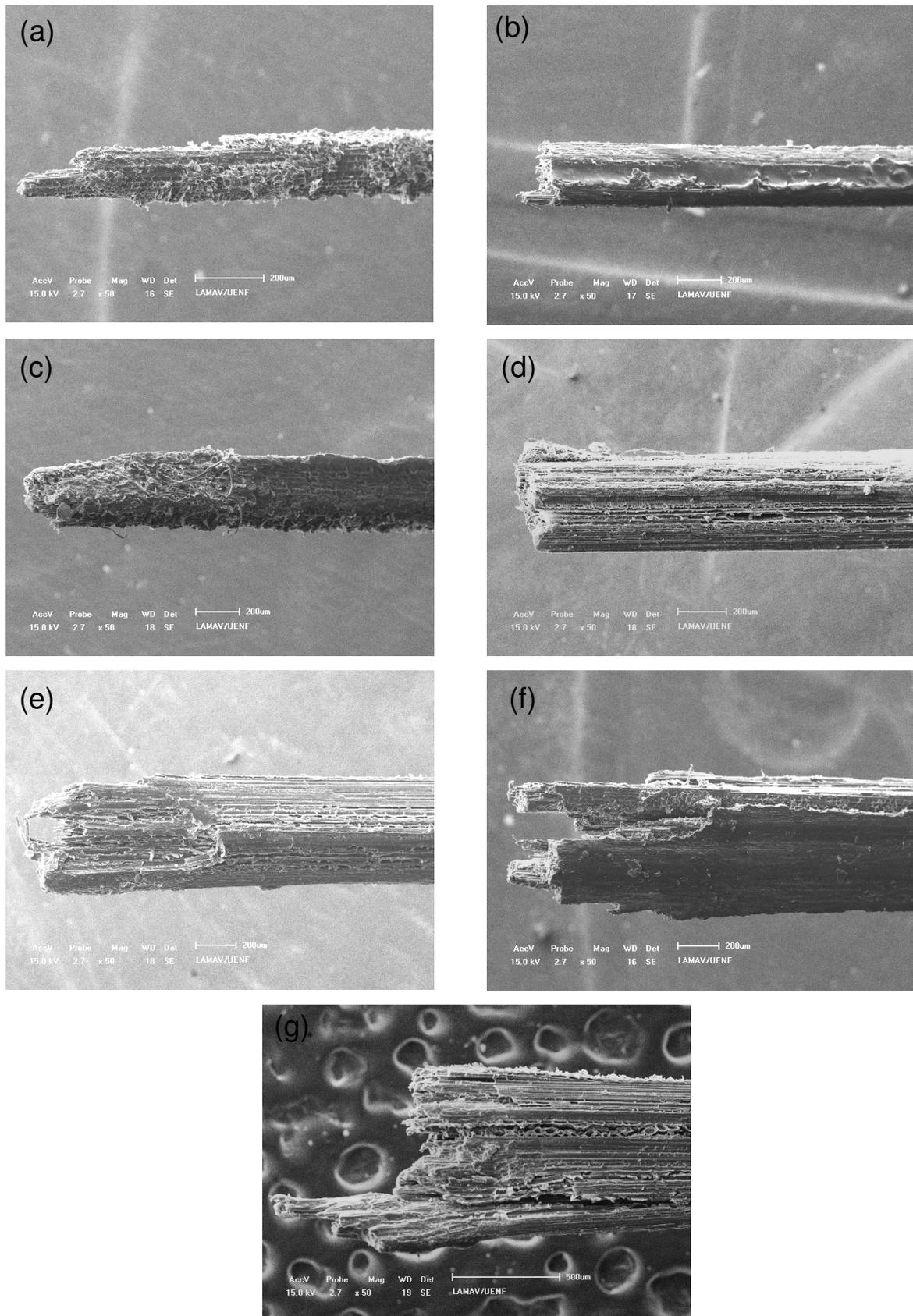


Figura 4.5 – Micrografia por MEV apresenta o valor médio para os intervalos de diâmetro, para fibra de buriti: (a) diâmetro 0,17mm (b) diâmetro 0,26 mm (b)

diâmetro 0,35 mm (c) diâmetro 0,42 mm (d) diâmetro 0,55 mm (e) diâmetro 0,67 mm (g) diâmetro 0,75 mm.

4.3 Caracterização Físico – Química

4.3.1 Determinação da densidade das fibras de Buriti

A densidade é uma propriedade fundamental na definição da aplicação das fibras para o uso tecnológico. No presente trabalho, as densidades da fibra de buriti foram determinadas em função do diâmetro. Esta análise revelou diferentes valores de densidade para faixas de diâmetros entre 0,1 a 0,8 mm.

4.3.2 Tratamento estatístico de Weibull para determinação da densidade das fibras de Buriti

A densidade aparente é influenciada pelos poros e pelo lúmen existentes nas fibras vegetais, já a densidade absoluta é a densidade da fibra excluindo essas estruturas. A densidade absoluta representa a medida do material sólido da célula. A densidade aparente é algumas vezes menor que a densidade absoluta devido ao efeito da flutuação causado pela entrada de ar entre as células, o lúmen, e demais estruturas presentes em diferentes fibras vegetais (Wambua *et al.*, 2003).

Pela utilização de método estatístico de Weibull foi calculado o diâmetro por das fibras em função das faixas de diâmetros determinadas. A figura 4.6 mostra os gráficos de probabilidade de Weibull obtidos neste trabalho.

Os gráficos dos intervalos de diâmetros, mostram uma reta central que se ajusta às densidades referentes às 20 fibras do respectivo intervalo de diâmetro, dentre as 140 fibras ensaiadas. Desta forma os pontos representam as densidades e quanto mais próximos à reta melhor é a qualidade estatística dos resultados.

A determinação da densidade da fibra de buriti para os respectivos intervalos de diâmetro estão apresentados na Tabela 4.2. Pode ser verificado que a densidade aumenta à medida que os diâmetros das fibras diminuem. A relação diâmetro e densidade mostra se inversamente proporcional, provando tornar-se mais densa a fibra de buriti à medida que seu diâmetro fica menor.

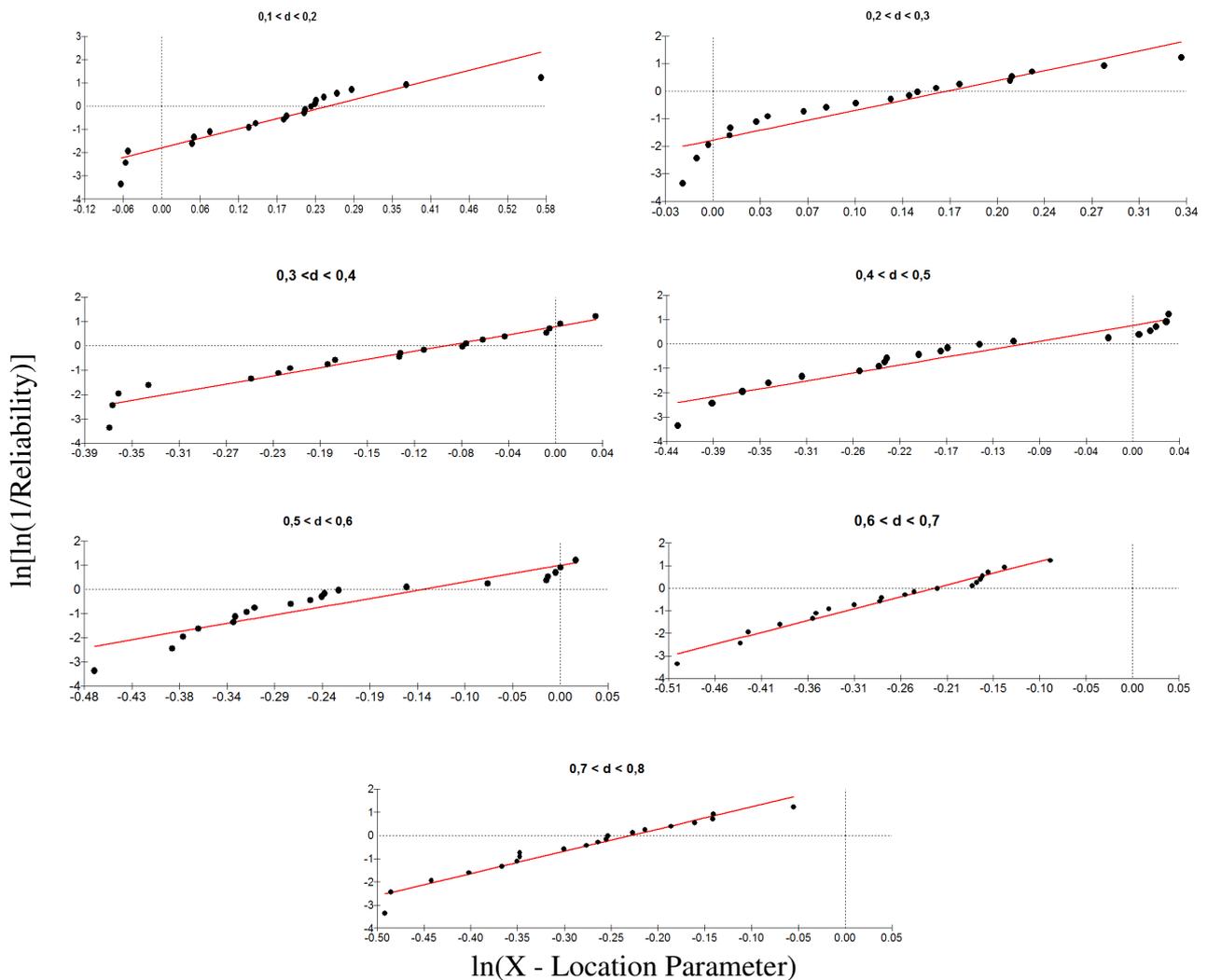


Figura 4.6 – Gráficos de probabilidade de Weibull, densidade máxima e densidade característica das fibras de buriti em diferentes intervalos de diâmetro.

Este estudo detalhado dos vários intervalos de diâmetro mostra que a densidade das fibras vegetais deve levar em conta o diâmetro. Portanto esta variação de densidade pode influenciar de forma significativa nos tratamentos estatísticos e investigativos no estudo de fibras lignocelulósicas (Mueller *et al.*, 2003).

Tabela 4.2 – Resultados estatísticos da probabilidade de Weibull para densidade das fibras de buriti.

Intervalo de diâmetro equivalente (mm)	β	θ (g/cm ³)	R ²	Densidade Média (g/cm ³)	Desvio Padrão (g/cm ³)
0,10 – 0,20	7,08	1,28	0,89	1,202	0,202
0,20 – 0,30	8,06	1,18	0,93	1,126	0,165
0,30 – 0,40	8,68	0,91	0,94	0,863	0,119
0,40 – 0,50	7,45	0,90	0,92	0,847	0,134
0,50 – 0,60	7,11	0,87	0,87	0,812	0,135
0,60 – 0,70	10,21	0,80	0,97	0,765	0,091
0,70 – 0,80	9,56	0,79	0,96	0,755	0,095

É importante lembrar que os parâmetros da tabela 4.2 possuem as seguintes características quanto aos resultados estatísticos de Weibull (Carvalho, 2007).

Os valores dos parâmetros apresentados da tabela 4.2 explicam valores relativamente elevados de β entre 7 – 11 o que pode significar que as distribuições de pontos associados ao gráfico de Weibull, apresentando na figura 4.6. têm boa representatividade estatística.

Com base nos valores da densidade máxima característica apresentados na tabela 4.2, foi possível a construção do gráfico da densidade em relação aos respectivos diâmetros médios em cada intervalo, como mostrado na figura 4.7. Nesta figura pode-se observar um crescente aumento da densidade em função de menores diâmetros como observado por (Callister, 2000) para fibras sintéticas.

Para a construção da curva-padrão da variação da densidade estimando valores para os diâmetros foi construída uma equação hiperbólica utilizando os pontos ao longo da reta da obtida na figura 4.7. Os intervalos de diâmetros utilizados variaram entre 0,1 a 0,8 mm em um total de 7 faixas.

A equação (1) dá uma relação hiperbólica ($\rho_m = A/d + B$) da densidade média (ρ_m) em função do diâmetro (d) para os pontos obtidos, sendo A = 0,95 e B = 0,63 parâmetros fornecidos pelo ajuste linear dos inversos dos diâmetros fornecidos.

$$\rho_m = 0,95/d + 0,63 \quad (1)$$

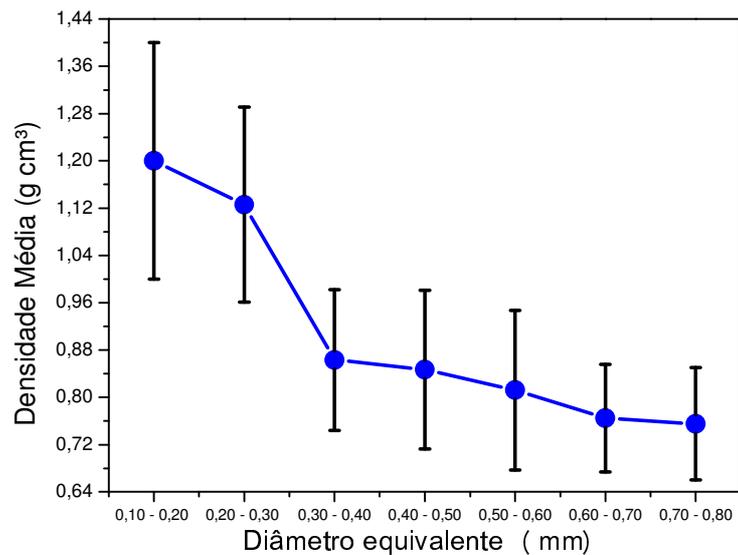


Figura 4.7 – Valores das densidades da fibra de buriti obtidas para cada intervalo de diâmetro com seus respectivos desvios padrão.

Embora o presente trabalho tenha limitado a investigação a somente 7 faixas de intervalo de diâmetros, existe uma forte tendência de encontrar-se valores cada vez mais altos para a densidade à medida que se diminui mais o diâmetro das fibras de buriti. Segundo (Callister, 2000) esta é uma tendência confirmada para fibras sintéticas. A equação hiperbólica (2) para o inverso da densidade relaciona a densidade característica (θ) e o diâmetro (d) para o ajuste da reta sendo $A = 0,97$ e $B = 0,68$ constantes.

$$\theta = 0,97/d + 0,68 \quad (2)$$

A densidade aparente da fibra de buriti apresentada na Figura 4.8, compreende um faixa de densidade igual a $1,202 - 0,755 \text{ g/cm}^3$ equivalente a um intervalo de diâmetro entre $0,10 - 0,80 \text{ mm}$. Com base nos valores encontrados, foi determinada uma densidade média de $0,911 \text{ g/cm}^3$.

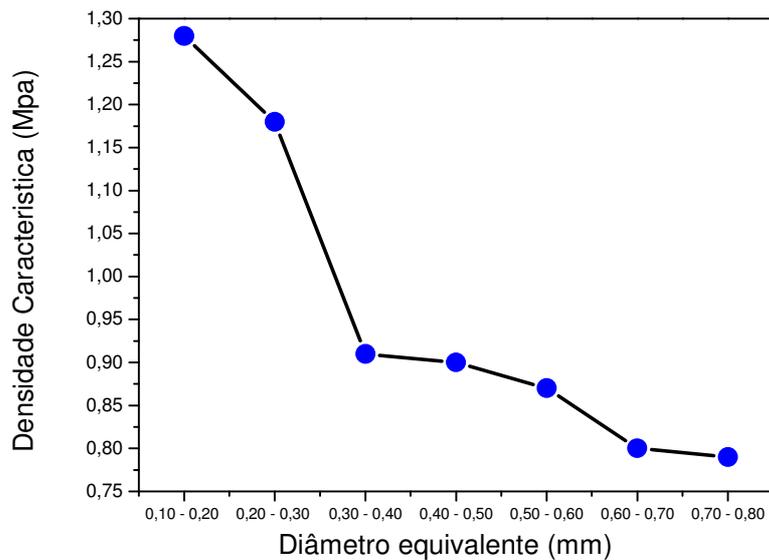


Figura 4.8 – Densidade característica da fibra de buriti obtida para cada intervalo de diâmetro com seus respectivos desvios padrão.

Algumas outras fibras lignocelulósicas apresentam intervalo de densidade variando entre 0,9 - 1,5 g/cm³, considerando o lúmen e impurezas, como graxas e óleos. Segundo (Satyanarayana *et al.*, 2007) a fibra de Juta possui densidade igual a 1,46 g/cm³, a fibra de Rami densidade 1,5 g/cm³, a fibra de Sisal densidade igual a 1,2 – 1,3 g/cm³ e a fibra de Curauá possui densidade igual a 0,92 g/cm³. Vale destacar porém que estes resultados não levaram em conta os respectivos intervalos de diâmetro das fibras.

Através desta análise o presente trabalho estabeleceu para a fibra de buriti uma densidade de 0,911 g/cm³, valor próximo a 0,886 g/cm³ utilizado por (Santos 2010), que possivelmente utilizou maiores diâmetros das fibras em seu cálculo.

4.3.3 Composição da fibra de buriti

Na determinação da composição da fibra foram feitos ensaios de caracterização que avaliaram a composição da fibra macerada e da superfície rompida por tração em pontos específicos.

4.3.4 Difração de Raios-X

O difratograma de raios-X da fibra de buriti nas condições naturais macerada sem tratamento é representado na figura 4.9. Foi observada a ocorrência de dois picos intensos, próximos aos valores de $2\theta = 16^\circ$ e 22° . O pico em $2\theta = 16^\circ$ corresponde ao plano cristalográfico (101) o pico $2\theta = 22^\circ$ corresponde a (002) o pico $2\theta = 34^\circ$ correspondem aos planos (023) ou (004), respectivamente (Guimarães *et al.*, 2010).

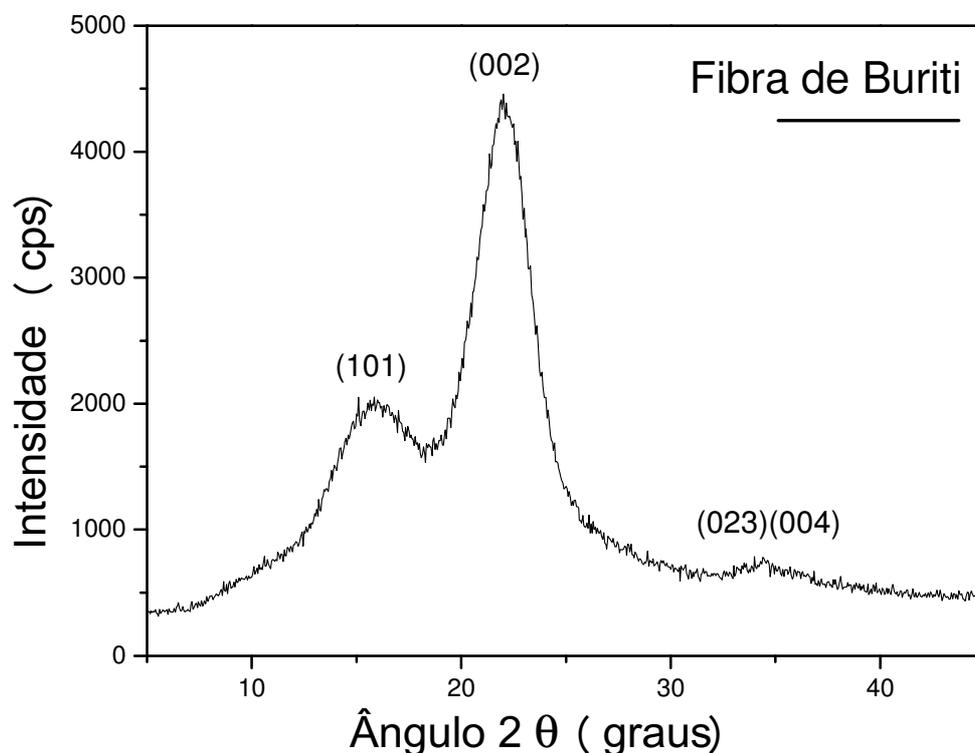


Figura 4.9 – Densidade característica da fibra de buriti obtida para cada intervalo de diâmetro com seus respectivos desvios padrão.

Para fibras que apresentam alto teor de celulose, como as do algodão, são normalmente observados dois picos próximos a 16° . Contudo para o caso das fibras de buriti, apenas um pico foi encontrado nessa região, o que é atribuído à presença de material amorfo, como lignina e hemicelulose, responsáveis por encobrirem um dos picos referentes à celulose (Spinacé *et al.*, 2009)

4.3.4.1 EDS – Espectroscopia por dispersão de raios-X.

A Figura 4.10 mostra a superfície da fibra de buriti em um aumento de 2700x. Nos pontos (a) e (b) destacados a fibra foi investigada quanto à composição química. A figura 4.11 e 4.12 destaca a presença de carbono, oxigênio e ouro. O pico de ouro presente na composição é proveniente do recobrimento realizado na superfície da fibra durante a etapa de preparação para análise no microscópio eletrônico de varredura (MEV).

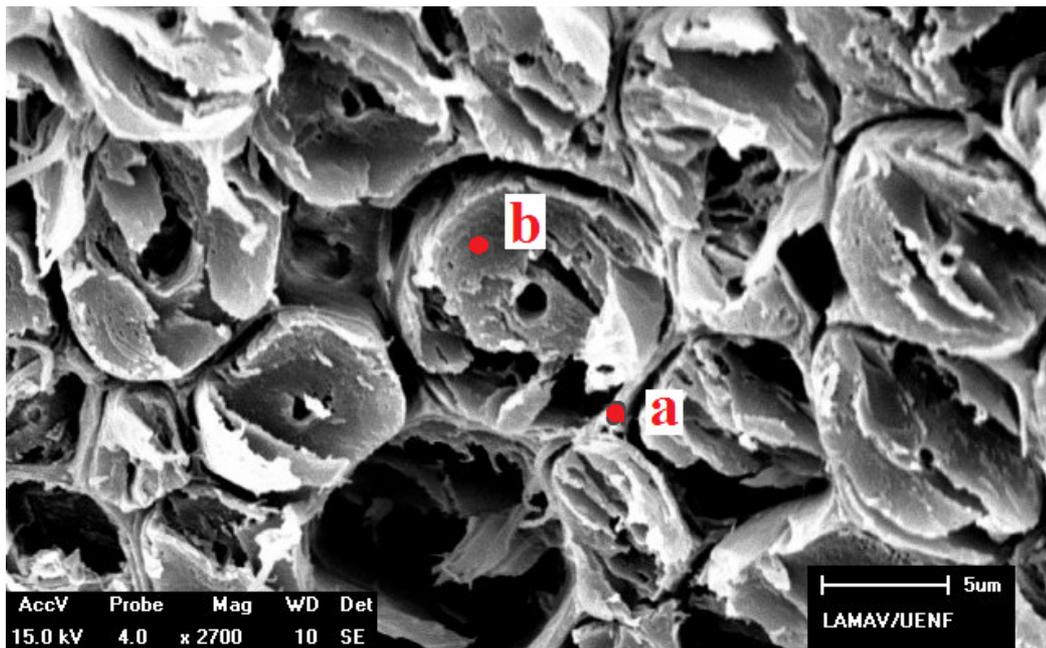


Figura 4.10 – Micrografia MEV fibra de buriti (a), interface entre fibrilas, (b) região da parede celular.

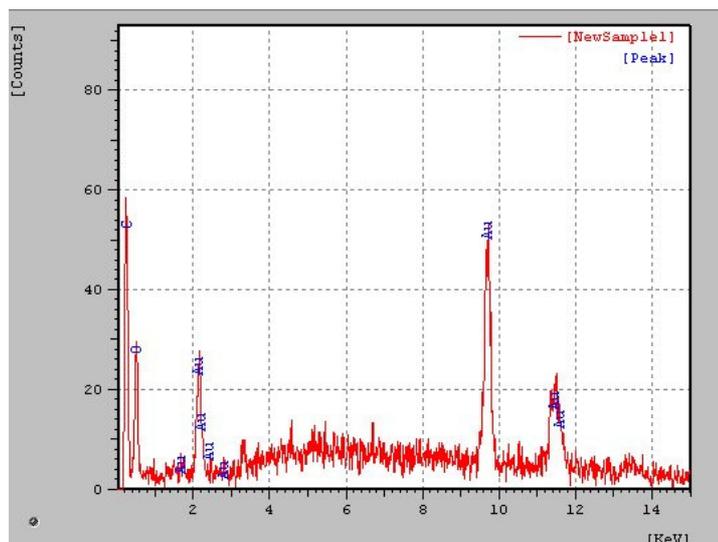


Figura 4.11 – Análise da composição química do ponto (a) da figura 4.10, interface entre microfibrilas de buriti.

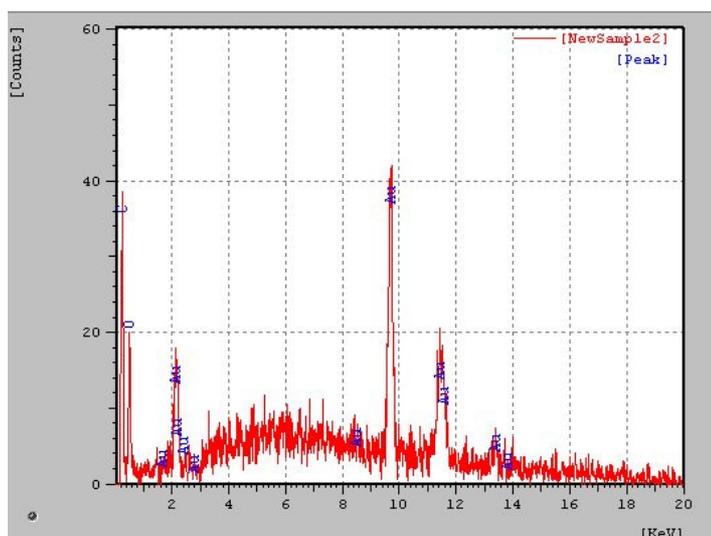


Figura 12 – Análise da composição química do ponto (b) da figura 4.10, da região da parede celular da microfibrila de buriti.

Nos dois pontos observados foi verificada a presença de carbono e oxigênio, elementos presentes em todas as fibras lignocelulósicas (Bledziki e Gassan, 1999).

4.3.5 Determinação da celulose

Através do método Gravimétrico foi determinado o teor de celulose, hemicelulose e lignina das fibras de buriti. A tabela 4.3 apresenta a comparação dos resultados encontrados neste trabalho com o de algumas fibras lignocelulósicas investigadas.

É possível perceber que a fibra de buriti apresenta menor teor de celulose em relação a algumas fibras citadas, apresentando valor aproximado às fibras de cana, coco, bambu e piaçava. É observado um comportamento similar, tanto para a concentração de Hemicelulose quanto para lignina que é maior em relação às demais fibras sendo igual ou superior apenas a fibra de cana, madeira e piaçava.

Freitag e Morrell (1998) verificaram que a aplicação de tratamentos como irradiação gama podem mudar as propriedades químicas e físicas da madeira. Neste trabalho foi utilizado este procedimento para alterar a composição de celulose, hemicelulose e lignina das fibras de buriti, como será visto na próxima seção.

Tabela 4.3 – Composição química de algumas fibras lignocelulosicas (%).

Fibra	Celulose	Hemicelulose	Lignina	Fibras totais	Referências
Buriti	51,29	18,80	16,37	86,46	Presente tese
Bambu	35	15	27	38	Schuchardt (1995)
Cana	45	20	23	80	Schuchardt (1995)
Cânhamo	67	16	8	83	Schuchardt (1995)
Coco	45	43	0,3	90	Schuchardt (1995)
Curauá	71	8	3,1	82,1	Ferreira (2009)
Juta	60	15	16	91	Schuchardt (1995)
Linho	60	16	4	91	Schuchardt (1995)
Madeira	45	22	25	88,3	Schuchardt (1995)
Piaçava	31,6	10,5	48,4	88,3	Aquino (2003)
Rami	69	13	1	82	Schuchardt (1995)
Sisal	60	12	10	92	Schuchardt (1995)

4.3.5.1 Determinação da celulose após irradiação gama

A tabela 4.4 mostra que para maiores doses de irradiação ocorre uma diminuição da concentração de celulose. Esta mudança na estrutura química da fibra é proporcional à irradiação dos componentes individuais, ou seja, celulose, hemicelulose e lignina. No entanto, segundo Curling *et al.*, (2008a), a celulose é mais sensível à radiação gama que a lignina.

Tabela 4.4 – Composição química da fibra de buriti após irradiação gama.

Doses KGy	Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Lignina (%)
10	48,96	20,53	12,40
40	47,71	20,54	12,74
250	45,01	18,11	14,51

A irradiação na fibra de buriti com raios gama contribuiu para a cisão de seus componentes e mudanças na cristalinidade da molécula de celulose. Há evidências de que a mudança na cristalinidade influencia a elasticidade, a capacidade de absorção de água, e outras propriedades físicas das fibras das madeiras (Curling *et al.*, 2008).

Curling *et al.*, (2008) investigaram as mudanças na estrutura macromolecular da celulose no Pinho (*Pinus sylvestris* L) quando submetido a doses de irradiação gama. Para doses maiores de 120 kGy o grau de cristalinidade da madeira diminuiu. Quando submetida ao tratamento no intervalo de dose de 500 a 4.500 kGy,

foi observada uma queda brusca na cristalinidade da espécie, e com 9.000 kGy houve a degradação total da molécula de celulose, tanto nas regiões cristalinas quanto nas regiões amorfas. Os autores ainda observaram que o tamanho dos cristalitos presentes nas amostras diminuíram com o aumento da dose de radiação.

Desta forma, pode-se concluir que a irradiação gama modifica a composição química da fibra de buriti, diminuindo a concentração de celulose, hemicelulose e lignina, alterando a cristalinidade da fibra.

4.4 Ensaio mecânicos

O histórico de preparação das amostras, a geometria do corpo de prova e a interação fibra matriz são aspectos fundamentais para os ensaios mecânicos das fibras de buriti. Vale destacar que os resultados obtidos nos ensaios mecânicos das fibras e compósitos não consideraram fatores como a temperatura e umidade.

4.4.1 Ensaio de tração da fibra de buriti

O ensaio de tração na fibra de buriti determina o comportamento mecânico em diferentes diâmetros. Os resultados obtidos por tração da fibra de buriti realizados em máquina Instron estão representados na figura 4.13. A análise revela que maiores diâmetros apresentam maiores números de serrilhações ao longo de toda curva, carga X deslocamento, correspondendo ao processo gradativo de separação dos filamentos que compõem a fibra de buriti. Desta forma, pode-se perceber que menores diâmetros possuem menos filamentos rompidos. Os ensaios das fibras foram tratados estatisticamente através do método de Weibull.

Através da análise dos dados obtidos após os ensaios de tração em máquina Instron, foram construídas curvas de força X deformação para cada ensaio levando-se em consideração as faixa de diâmetros das fibras de buriti.

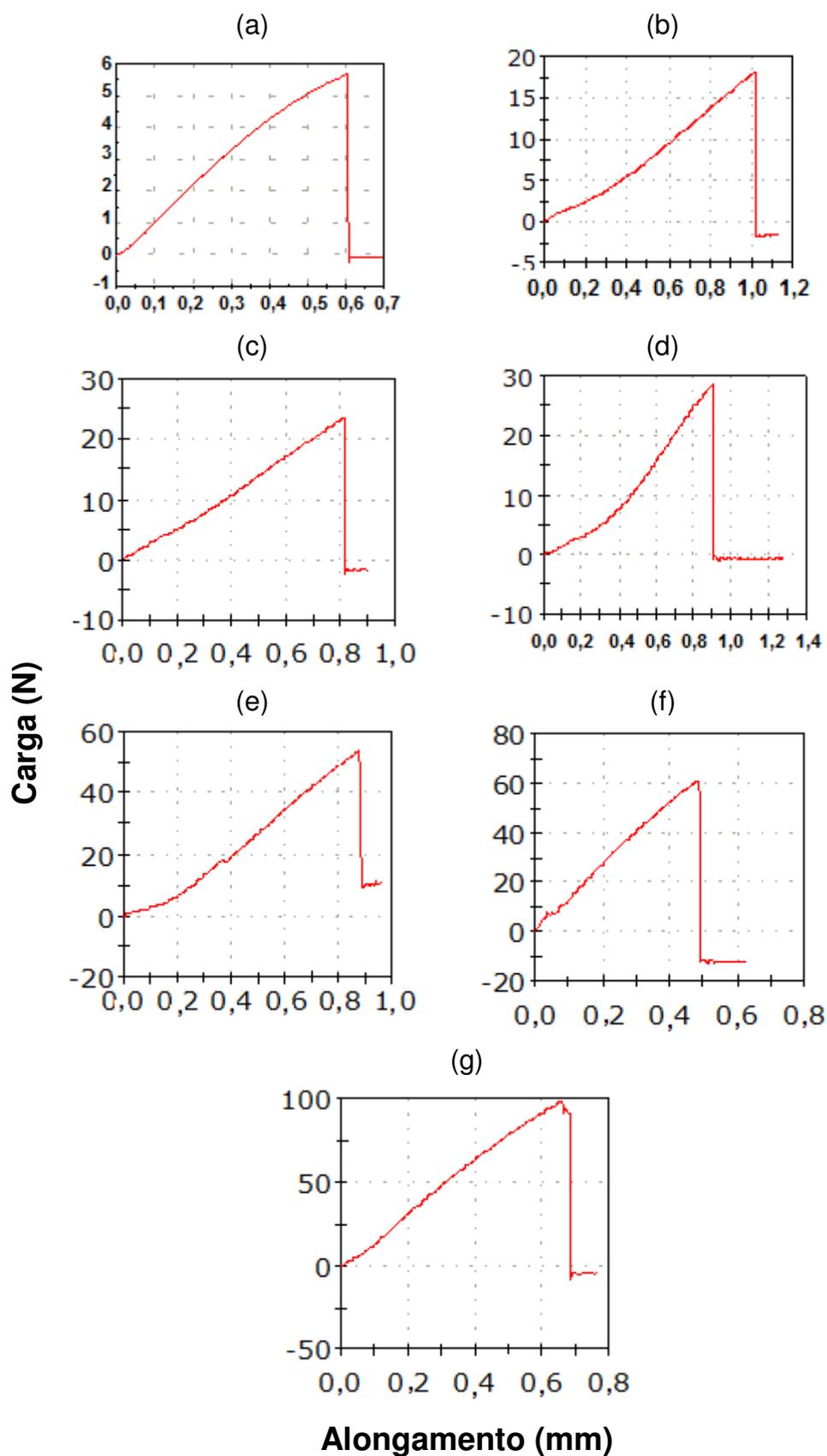


Figura 4.13 – Curvas fornecidas após ensaio de tração realizado em máquina Instron, cada figura representa um intervalo de diâmetro: (a) 0,154 mm (b) 0,289 mm (c) 0,323 mm (d) 0,471 mm (e) 0,556 mm (f) 0,674 mm e (g) 0,703 mm.

4.4.2 Módulo de Elasticidade das fibras de buriti

Baseado nos resultados fornecidos pelos ensaios de tração obteve-se o Módulo de Elasticidade para cada fibra ensaiada, onde, posteriormente, estes valores foram analisados através da Estatística de Weibull Figura 4.14, para todas as faixas de diâmetro. Mediante este método, obtiveram-se dados para cada um dos intervalos de diâmetros equivalentes, representados na tabela 4.5, bem como os parâmetros β , θ , R^2 , Módulo de Elasticidade e desvio padrão.

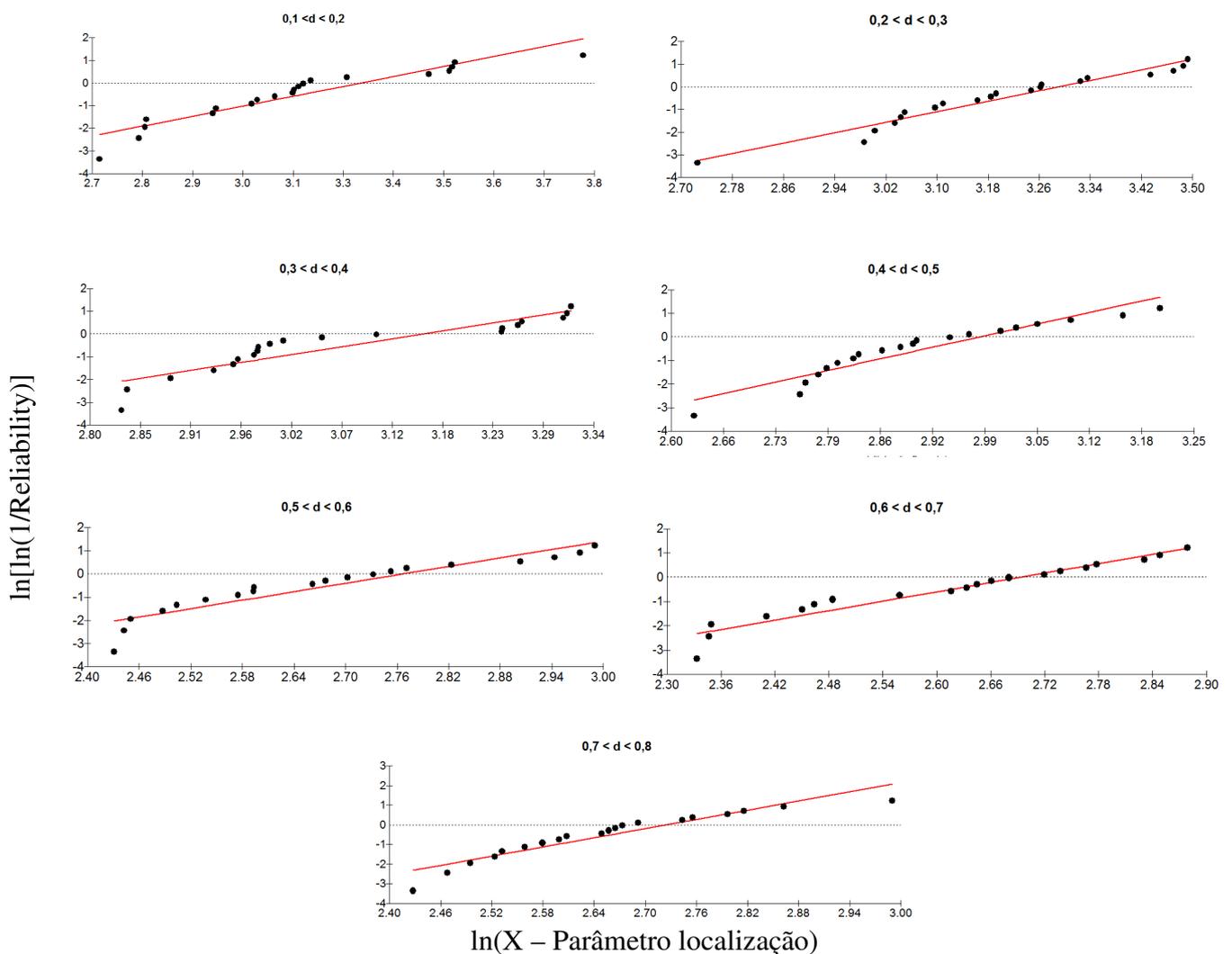


Figura 4.14 – Gráficos de probabilidade de Weibull, Módulo de elasticidade máximo e módulo de elasticidade característico das fibras de buriti em diferentes intervalos de diâmetro.

Na tabela 4.5 é possível observar o efeito do tamanho do diâmetro da fibra de buriti sobre o módulo de elasticidade. Pode-se constatar que não ocorreram diferenças consideráveis das larguras entre 0,5 – 0,8 mm, apresentando valores próximos para o módulo de Elasticidade entre 13,5 – 14,5 GPa. Já para as fibras mais finas observa-se um grande aumento no valor do Módulo de Elasticidade.

Tabela 4.5 – Módulo de Elasticidade das fibras de buriti.

Intervalo de diâmetro equivalente (mm)	β	θ (GPa)	R^2	Média do Módulo de Elasticidade (GPa)	Desvio Padrão (GPa)
0,10 – 0,20	3,98	26,78	0,888	24,27	6,83
0,20 – 0,30	5,79	26,83	0,951	24,84	4,98
0,30 – 0,40	6,43	23,49	0,843	21,88	3,97
0,40 – 0,50	7,54	19,76	0,906	18,55	2,91
0,50 – 0,60	6,06	15,91	0,881	14,44	2,83
0,60 – 0,70	6,45	14,79	0,936	13,77	2,51
0,70 – 0,80	7,77	15,25	0,893	14,34	2,19

Com os valores do Módulo de Elasticidade apresentados na Tabela 4.5, construiu-se o gráfico com uma tendência linear para os intervalos de diâmetro que variam entre $0,1 < d < 0,8$ Figura 4.15. Isto demonstra uma relação inversa entre o diâmetro e o Módulo de Elasticidade, como observado em capítulos anteriores para a densidade.

Destaca-se que o valor do Módulo de Elasticidade obtido para o intervalo de diâmetro entre $0,1 < d < 0,2$ mm não apresentam boa confiança estatística. Uma das possíveis causas é o equipamento usado durante o ensaio. Ressalta-se também que não foi possível obter valores para o Módulo de Elasticidade em diâmetros menores que 0,1 mm.

Observando certa linearidade entre os diâmetros que variam entre $0,2 < d < 0,8$ mm através de uma equação hiperbólica e que se melhor se ajusta aos pontos, obtém-se uma estimativa do Módulo de Elasticidade (E) para diferentes diâmetros das fibras de buriti.

$$E = 7,67 / d_e + 4,49 \quad (3)$$

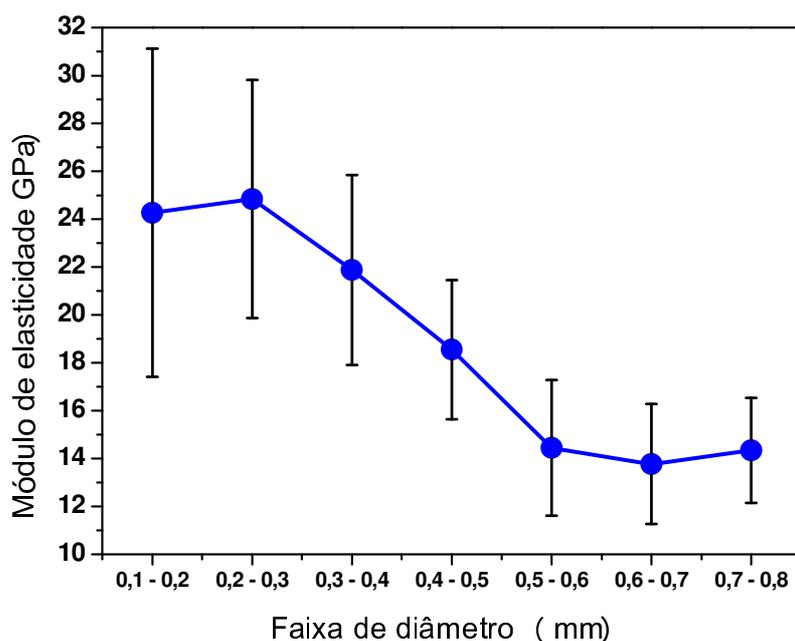


Figura 4.15 – Módulo de Elasticidade X diâmetro das fibras de buriti analisadas.

Os valores de β obtidos neste trabalho se apresentaram relativamente baixos, o que denuncia um afastamento do parâmetro θ em relação à média para o Módulo de Elasticidade mostrando grande variação, distanciando do seu real valor real.

No intuito de se efetuar uma melhor avaliação da possibilidade de existir uma correlação mais favorável, comparou-se o módulo de Elasticidade médio e o desvio padrão com o módulo elasticidade característico para cada faixa de diâmetro.

A Figura 4.16 mostra o Módulo de Elasticidade característico. Nesta figura está indicada a mais simples relação hiperbólica obtida com base na regressão linear dos pontos experimentais equação (4).

$$\theta = 8,18 / d_e + 4,86 \quad (4)$$

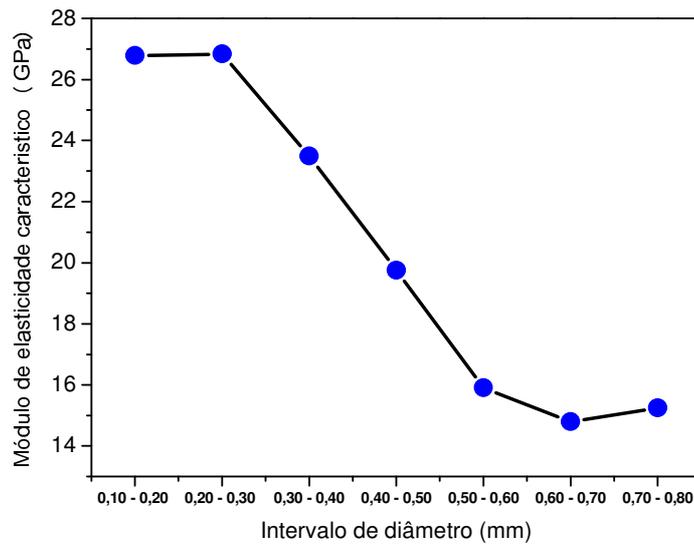


Figura 4.16 – Módulo de Elasticidade característico X diâmetro das fibras de buriti analisadas.

Através desta análise foi observada uma maior rigidez, ou resistência da fibra de buriti, para diâmetros cada vez menores. Por meio de uma equação hiperbólica é possível obter um valor cada vez maior para o Módulo de Elasticidade, e um material mais rígido podendo ser aplicado de acordo com a necessidade em projetos de engenharia.

O Módulo de Elasticidade calculado para fibras lignocelulósicas observado na literatura varia muito, como mostrado por Satyanarayana *et al.*, (2007): Juta (10-30 GPa), Sisal (19 GPa), coco (10 GPa) e a Piaçava (1,07 – 4,59 GPa). O valor do Módulo de Elasticidade calculado na presente tese para a fibra de buriti equivale a $(17,97 \pm 3,23)$ GPa. Vale ressaltar que este valor é diferente do apresentado por Santos *et al.*, (2008a) de 36,26 GPa, que não considerou os intervalos de diâmetro.

Fibras com alto valor do Módulo de Elasticidade como o Curauá (30 – 80 GPa) e o Rami (44 GPa) apresentam um diâmetro menor em relação ao diâmetro da fibra de buriti. Desta forma, é possível estimar através de uma equação hiperbólica um valor para o diâmetro e relacionar um Módulo de Elasticidade equivalente.

4.4.3 Tratamento estatístico Weibull da tensão máxima de tração das fibras de buriti

Os dados estatísticos gerados pela análise de Weibull, apresentados na Figura 4.17 são referentes aos resultados de máxima tração para cada intervalo de diâmetro variando de 0,1 a 0,8 mm para a fibra de Buriti.

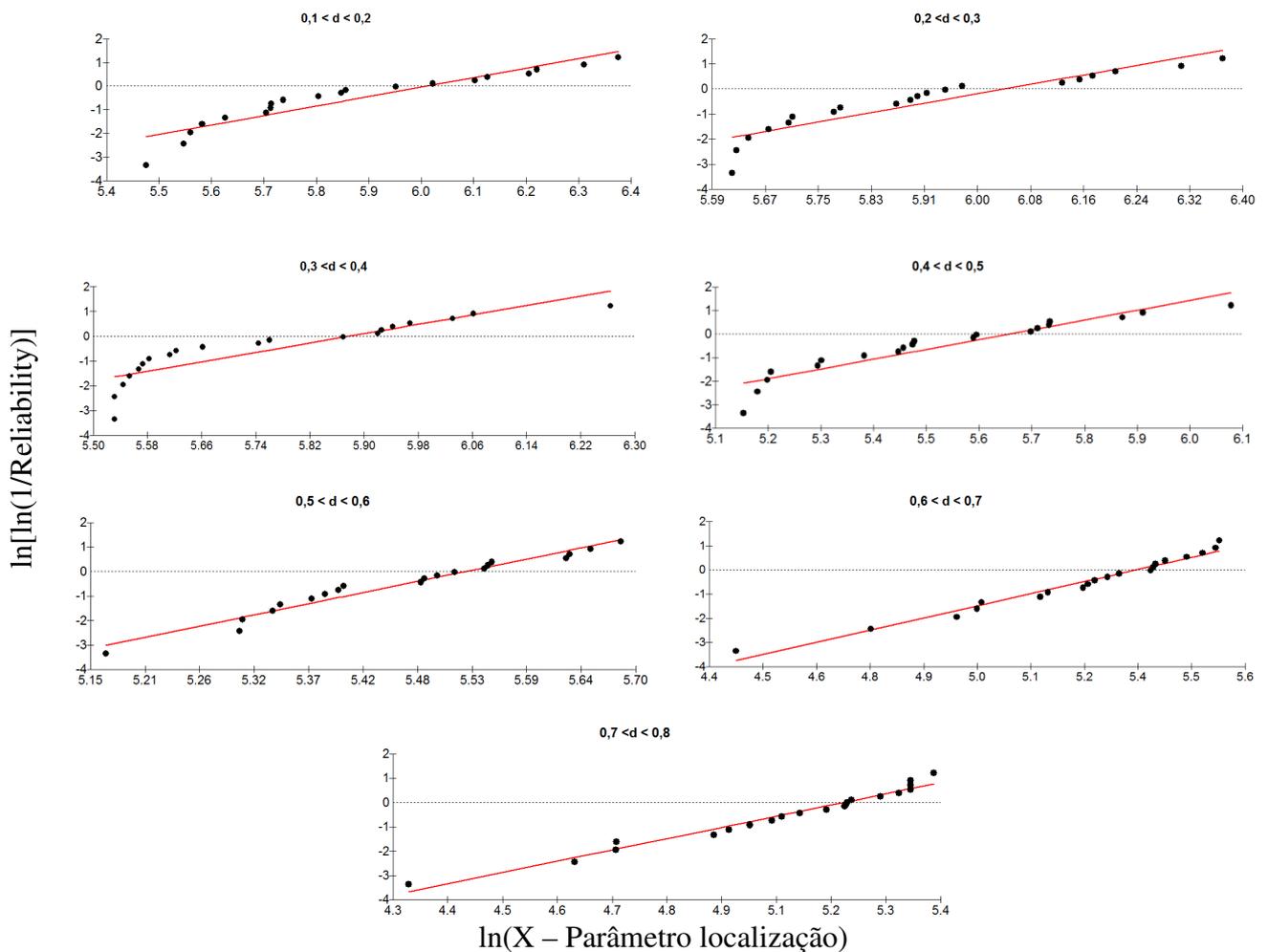


Figura 4.17 – Gráficos de probabilidade de Weibull, Tensão máxima e tensão característica das fibras de buriti em diferentes intervalos de diâmetro.

Considerando-se os dados estatísticos de Weibull, apresentados na tabela 4.6, para intervalos de diâmetro que variam de 0,10 mm, em um total de 7 intervalos, o programa calculou os valores dos parâmetros de probabilidade estatística,

utilizando o método da máxima verossimilhança segundo Kapur & Lamberson, (1977).

O valor de β , para a maioria dos intervalos de diâmetro é um valor médio por volta de 4. Em princípio, significa que as distribuições de pontos associados ao gráfico de Weibull têm razoável representatividade estatística. Já a faixa que apresenta um valor igual a 8 remete à melhor qualidade estatística.

Tabela 4.6 – Resultados estatísticos da probabilidade de Weibull para tensão máxima das fibras de buriti.

Intervalo de diâmetro equivalente (mm)	β	θ (MPa)	R^2	Tensão Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)
0,10 – 0,20	4,01	407,6	0,87	369,5	103,5
0,20 – 0,30	4,65	418,3	0,85	382,4	93,63
0,30 – 0,40	4,74	357,2	0,78	326,9	78,66
0,40 – 0,50	3,96	279,7	0,88	253,4	71,79
0,50 – 0,60	8,29	251,7	0,95	237,4	34,09
0,60 – 0,70	4,18	211,7	0,97	192,4	51,87
0,70 – 0,80	4,02	180,5	0,97	163,6	45,79

Através da análise da Figura 4.18 é possível estabelecer um aumento linear da tensão à medida que diminui o diâmetro. Esta tendência tem exceção na faixa de diâmetro entre $0,1 < d < 2$ mm. Uma das causas desta queda na tensão se reflete no equipamento usado durante o ensaio de tração. Na montagem do equipamento ocorreram problemas como o rompimento na fixação das fibras, escorregamento e o esmagamento das fibras pela garra; desta forma, não foi possível obter valores com precisão da tensão máxima para diâmetros menores que 0,1 mm.

As Equação (1) são muito semelhantes em suas constantes. Isto sugere que a correlação hiperbólica é a que fisicamente melhor descreve a variação da resistência à tração das fibras de buriti com seus diâmetro equivalentes.

Assim, a Figura 4.18 apresenta a variação dos valores médios para as tensões máximas, com os respectivos desvios padrão. Verifica-se nesta figura que fibras com diâmetros variando entre $0,2 < d < 8$ mm apresentam comportamento linear. Desta forma, através de uma equação hiperbólica estimamos valores médios da tensão máxima σ_m e diâmetro equivalente d_e para estas 7 faixas de diâmetro:

$$\sigma_m = 73,36 / d_e + 81,05 \quad (5)$$

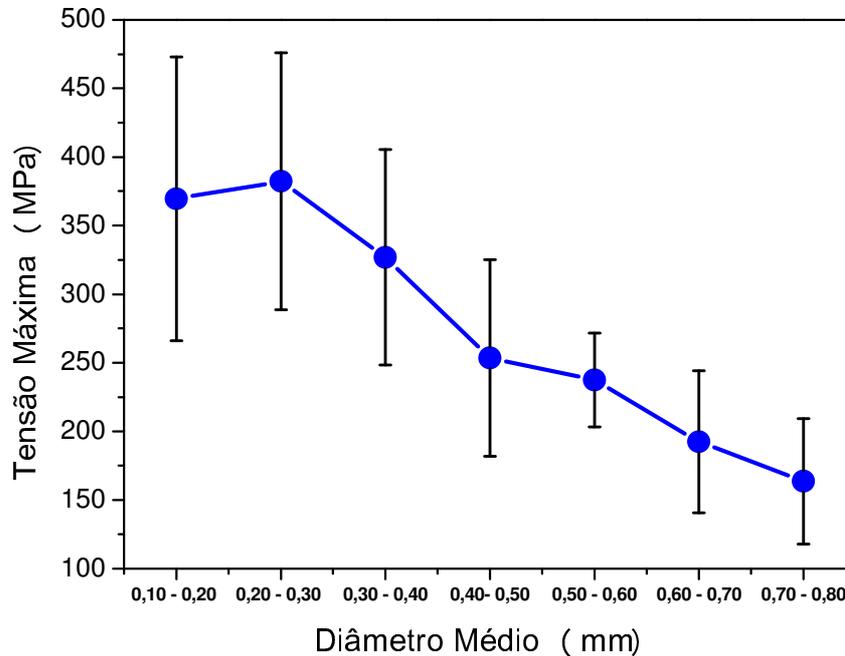


Figura 4.18 – Valor médio da tensão máxima σ_m em tração em função do diâmetro médio de cada um dos sete intervalos considerados.

Com os valores das tensões máximas características citados na tabela 4.6, construiu-se o gráfico diâmetro X tensão característica equivalente, conforme mostrado na figura 4.19. Nesta figura, através da equação hiperbólica com as faixas de diâmetro variando entre $0,1 < d < 0,8$ é possível estimar valores relativos para relação diâmetro X tensão característica. Assim, existe uma tendência da tensão máxima característica variar inversamente com o diâmetro da fibra de buriti. Ou seja, para os menores diâmetros, têm-se os maiores valores de tensão máxima e maiores diâmetros menores valores. Como citado anteriormente a tensão máxima característica correspondente a 63,8% de probabilidade das fibras de buriti apresentarem esta tensão.

$$\theta = 79,27 / d_e - 88,85 \quad (6)$$

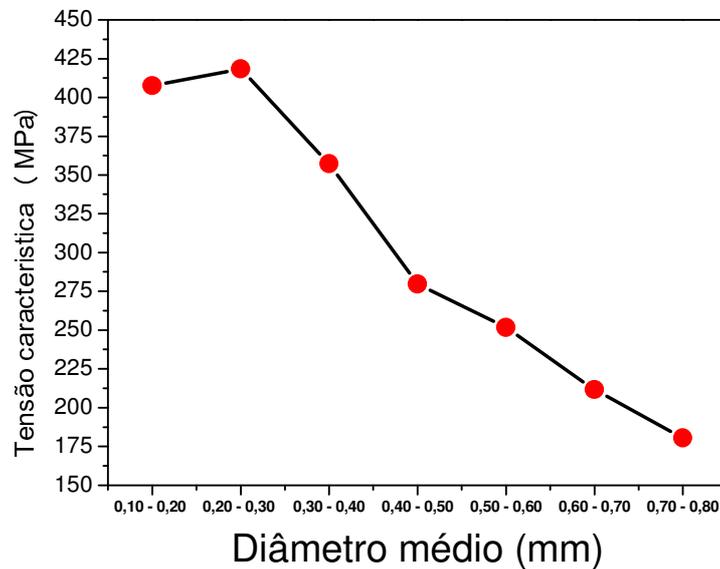


Figura 4.19 – Tensão máxima característica em função do diâmetro médio equivalente das fibras de buriti.

Com base nos valores da tensão máxima e tensão característica, com utilização da equação Hiperbólica, para um valor de tensão de 1000 MPa obtém-se um diâmetro aproximado de 0,081 mm. Estes valores são próximos aos observados por Monteiro *et al.*, (2011) que para valores de diâmetros menores que 0,087 mm para fibra de buriti seria possível obter valores para tensão maiores que 1000 MPa.

Segundo a literatura outras fibras atingem este valor de tensão (1000 MPa) com diâmetros duas a três vezes menores em relação a fibras de buriti como por exemplo das seguintes fibras de Coco 0,014 mm, Juta 0,018 mm, Rami 0,034 mm, Piaçava 0,046 mm, Sisal 0,049 mm e Curauá 0,056 mm (Monteiro *et al.*, 2011).

A fibra de buriti se mostra superior em relação às demais fibras citadas neste trabalho por atingir excelentes propriedades mecânicas com maiores diâmetros possibilitando um melhor processo de extração se comparado a outras fibras lignocelulosicas citadas neste trabalho e seu possível uso industrial.

Basicamente, este comportamento das tensões máximas características implicaria em uma provável correlação com o diâmetro das fibras. Esta variação com o diâmetro não tem aparentemente um sentido físico. Através de estudos Tomczak *et al.*, (2007) também investigou a influência do diâmetro sobre a tensão máxima

sobre propriedades das fibras de piaçava. Embora os autores tenham limitado a investigação a somente 5 intervalos de diâmetro, sem indicar a precisão nos valores (barra de erro), os resultados mostraram uma tendência da tensão máxima variar inversamente com o diâmetro.

Estatisticamente, as observações indicam que haverá maior chance de que um dos muitos filamentos da fibra mais grossa seja prematuramente rompido, iniciando o processo de decréscimo na resistência da fibra até a sua fratura. Isto nos leva a entender que com maior número de filamentos, figura 4.5 (f,g,h), haverá maior chance de se atingir o valor máximo da tensão comparativamente mais cedo (com menor carga) do que com menor número de filamentos.

4.4.4 Efeito da irradiação na resistência mecânica das fibras de buriti

A aplicação da radiação gama tem fundamental importância nas alterações das propriedades físicas, mecânicas e químicas de espécies de madeira e suas fibras (Curling *et al.*, 2008). A energia pode penetrar na madeira e iniciar uma série de reações de polimerização, reticulação e oxidação, alterando as características dos compostos químicos presentes nas mesmas, como por exemplo, da celulose e lignina. Estas variações dependem principalmente da dose aplicada e das espécies irradiadas (Freitag e Morrell, 1998).

Mudanças na estrutura química das fibras podem ser apresentadas como a soma de irradiações dos componentes individuais, ou seja, celulose, hemicelulose e lignina. No entanto, a celulose é mais sensível à radiação gama que a lignina (Freitag e Morrell, 1998).

Os resultados observados mostraram que a irradiação gama modifica a fibra de buriti fazendo com que ela fique menos resistente. Para maiores doses de irradiação gama em fibras de buriti as fibras se tornam menos resistente; como podemos observar na figura 4.20. Esta menor resistência mecânica se deve a uma série de fatores que serão descritos.

Ressalta-se que neste trabalho adotou-se o uso de altas doses de irradiação (5, 10, 25, 40, 250 e 500kGy) sobre as fibras como forma de investigar a interação desta tecnologia com as propriedades mecânicas da fibra, não sendo este procedimento um protocolo comercialmente utilizado.

Na figura 4.20 são apresentados os valores médios e os desvios-padrão de resistência à tração das fibras de buriti irradiadas às doses de (5, 10, 25, 40, 250, 500) kGy. Esta mesma figura mostra maior resistência à tração da fibra não irradiada.

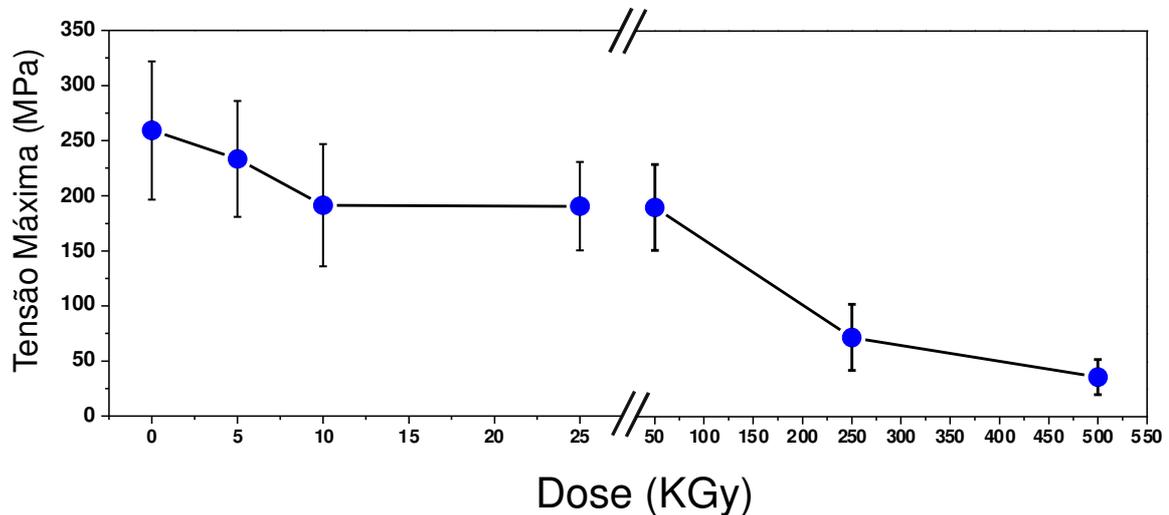


Figura 4.20 – Valor médio da tensão máxima em tração em função do diâmetro médio de cada um dos nove intervalos considerados para fibras irradiadas.

Freitag e Morrell, (1998) afirmam que a radiação pode provocar uma série de reações químicas nas cadeias poliméricas da celulose e lignina, promovendo reações simultâneas e aleatórias que são ocasionadas pela interação do oxigênio com os radicais presentes nas mesmas. Os autores ainda relatam que, em análises químicas realizadas em amostras de celulose e lignina, observa-se que mesmo em doses de radiação muito baixas é possível notar o aumento das cadeias poliméricas dos componentes das espécies, fato que pode ser explicado pela reticulação das mesmas. Os grupos hidroxilas são responsáveis pelo comportamento físico e químico da fibra, conferindo rigidez às cadeias unitárias devido às forças intermoleculares presentes nas amostras das diferentes espécies de vegetais. Os resultados obtidos permitem afirmar que as doses de radiação aplicadas nas amostras de buriti promoveram alterações de forma negativa nas propriedades mecânicas da fibra.

Desta forma, maiores doses de irradiação modificam as propriedades de forma a prejudicar a resistência mecânica da fibras de buriti. Este fato pode ser relacionado com a quebra das cadeias moleculares de celulose fazendo com que o

material perca sua cristalinidade. Este fato também pode ser observado na tabela 4.4, que após a irradiação a composição de celulose diminuía tornando-se menor a medida em que aumentava as doses de irradiação gama.

4.4.4.1 Aspecto da fibra de buriti após a irradiação

As fibras de buriti não irradiada e irradiadas com 50 KGy, 250 KGy e 500 KGy foram fotografadas por MEV como mostrado na figura 4.21. Foi possível observar uma maior degradação na fibra irradiada com 500 kGy, figura 4.18 (d). Neste processo de interação da irradiação com a matéria ocorre transferência de energia, que pode provocar excitação dos átomos e moléculas provocando quebra nas cadeias poliméricas da fibra de buriti. Observa-se, todavia, que as fibras irradiadas, quando comparada com a não irradiada, apresentam uma superfície mais rugosa com a ocorrência do desfibrilamento, aparentando um esfarelamento.

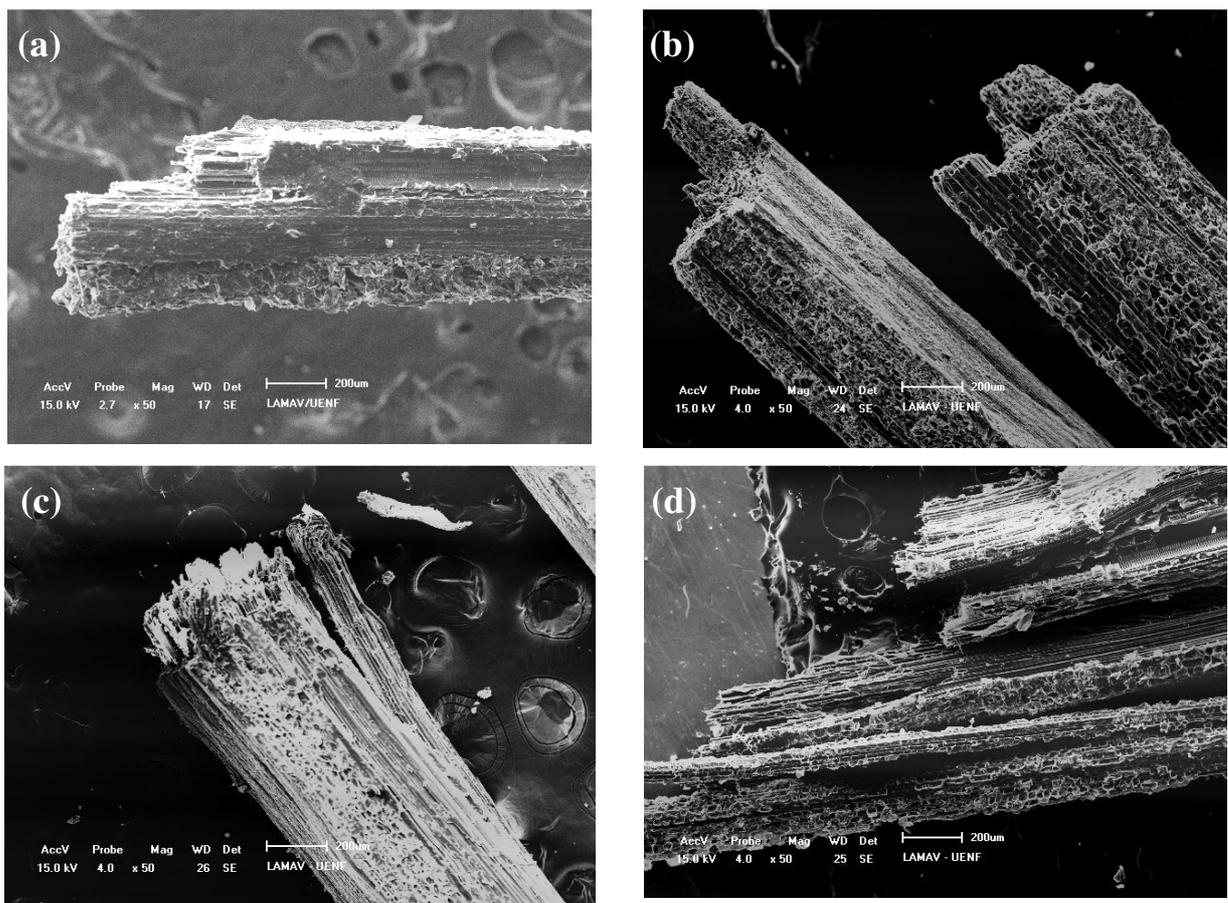


Figura 4.21 – Micrografia MEV da fibra de buriti com e sem irradiação com um aumento de 50x : (a) fibras sem irradiação, (b) fibras irradiadas com 50 KGy, (c) fibras irradiadas com 250 KGy, (d) fibra irradiada com 500 KGy.

A irradiação em fibras de buriti apresenta comportamento semelhante ao observado por (Clough *et al.*, 1996) que observou uma visível degradação em compósitos e polímeros, utilizando doses cada vez maior de radiação, verificando esfacelamento e mudança de coloração para maiores doses de radiação.

4.5 Adesão na interface da fibra de buriti em resina poliéster/epóxi

A interface da fibra com a resina é a região onde ocorre o contato entre os componentes do compósito, sendo a transferência dos esforços aplicados à matriz feita através desta região.

Possíveis acúmulos de tensão, dificuldade de adesão ou umidade excessiva também podem influenciar as propriedades mecânicas do compósito. Segundo Ferreira (2000) a qualidade da interface pode ser determinada por fatores químicos e físicos que, por sua vez, estão relacionados com a área da superfície, pureza do reforço, molhabilidade da matriz e diferenças nas propriedades térmicas e mecânicas dos materiais constituintes. A interação entre os componentes de um compósito da região interfacial depende do grau de contato (molhabilidade) das superfícies na interface, e das forças coesivas (adesividade) nesta região.

4.5.1 Ensaio *pullout*

Foram realizados ensaios de *pullout*, onde os comprimentos das resinas poliéster e epóxi, em que foram feitas os embutimentos das fibras de buriti, variaram entre 3 - 40 mm.

4.5.2 Ensaio de *pullout* de compósitos de fibras de buriti com resina epóxi

Nos ensaios de *pullout* os corpos de prova embutidos foram tracionados por garras especiais prezas em ambas as extremidades fibra/resina.

A tabela 4.7 mostra os resultados das tensões médias e seus respectivos desvios padrão para os diversos comprimentos da matriz epóxi.

Tabela 4.7 – Tensão média e desvio padrão para fibras de buriti em matriz epóxi.

Comprimento (mm)	Tensão Média e Desvio Padrão (MPa)
3	12,55 ± 7,53
5	111,07 ± 66,32
10	151,21 ± 79,42
20	180,37 ± 58,11
30	201,72 ± 82,92
40	174,09 ± 58,38

É possível observar um aumento nos valores das tensões médias com o crescimento da área de contato fibra/matriz. Esta variação da tensão em função dos tamanhos do embutimento tem relação com o escorregamento interfacial da fibra dentro da matriz. O embutimento de 3 mm mostra um valor muito baixo de tensão relacionado com o escorregamento da fibra ao ser tracionada em resina epóxi.

A figura 4.22 apresenta a variação da tensão trativa pelo comprimento crítico de *pullout* para fibras de buriti embutidas em resina epóxi, além das tensões máximas (*pullout stress*) com suas respectivas barras de erros, correspondentes à média e desvio padrão dos ensaios de *pullout* para cada comprimento embutido.

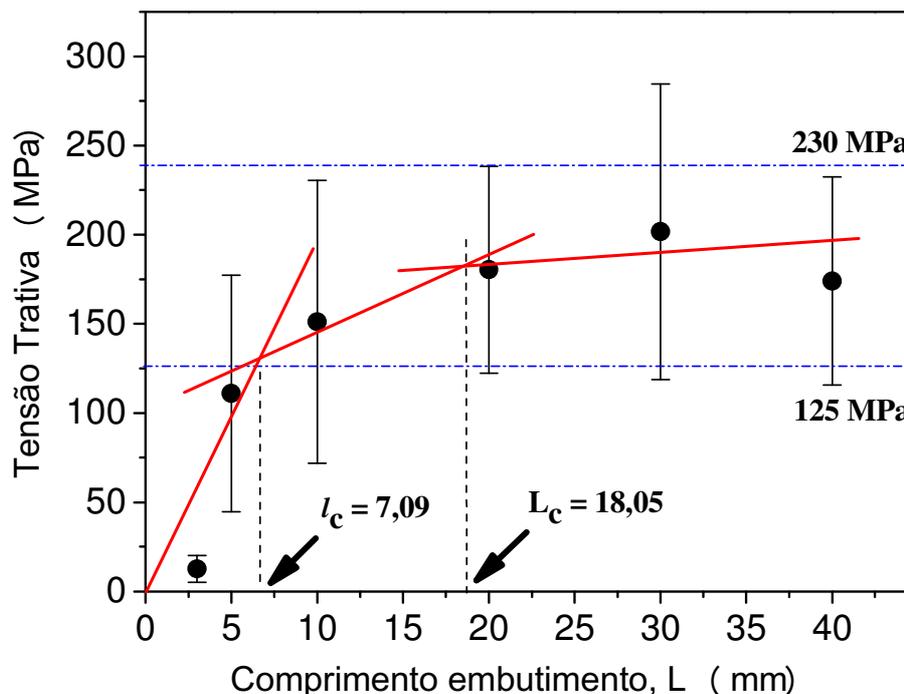


Figura 4.22 – Tensão trativa e comprimento de embutimento para curvas de *pullout* em fibras de buriti em matriz epóxi.

Em uma primeira análise das respectivas tensões para cada comprimento de embutimento foram traçadas três retas. Considerando os valores médios e seus limites estatísticos. Para a interação fibra/matriz percebe-se que para valores de embutimento abaixo de 3 mm a fibra desliza normalmente fora do compósito de epóxi sem ruptura. Para valores acima de 20 mm a fibra se rompe dentro do compósito.

As linhas horizontais pontilhadas mostram um limite que varia de 125 a 230 MPa para a resistência à tração das fibras. Este valor está um pouco abaixo do encontrado para tração de fibras de buriti sem embutimento, devido ao processo de escorregamento da interface buriti/epóxi. O valor de $l_c = 7,09$ mm corresponde à interseção dos melhores ajustes lineares para $l = 3, 5, 10$ e 20 mm, sendo o comprimento crítico limite encontrado para livre desacoplamento fibra/matriz. Pode-se também determinar o valor de $L_c = 18,05$ mm, corresponde à interseção dos melhores ajustes lineares para $l = 5, 10, 20, 30$ e 40 mm, a partir do qual não ocorre mais desacoplamento da fibra em relação à matriz.

Uma avaliação mais precisa do comprimento crítico talvez pudesse ser feita considerando um menor comprimento de embutimento. Entretanto, a dispersão relativamente grande nos limites estatísticos faz tal consideração no caso das fibras de buriti ter pouca relevância. Além disto, através do comprimento crítico obtido no ensaio de *pullout*, é possível se avaliar também a tensão cisalhante interfacial, τ_c , que mede a resistência na interface buriti/epóxi, através da equação (7), como feito por (Monteiro *et al.*, 2010) em análise de fibras de rami.

$$\tau_c = \frac{d\sigma_f}{2l_c} \quad (7)$$

Onde d é o diâmetro da fibra, l_c é o comprimento crítico e σ_f sua resistência à tração.

Utilizando-se o valor do comprimento crítico $l_c = 7,09$ mm na equação, juntamente com o diâmetro médio de $0,7$ mm e a média da resistência a tração de $175,5$ MPa, obteve-se a tensão interfacial de cisalhamento $\tau_c = 8,7$ MPa.

4.5.3 Ensaio de *pullout* de compósitos de fibras de buriti com resina poliéster

Os resultados relacionados na tabela 4.8 para diferentes tamanhos de embutimento buriti/poliéster apresentam valores próximos aos apresentados para a relação buriti/epóxi.

Tabela 4.8 – Tensão média e desvio padrão para fibras de buriti em matriz poliéster.

L (mm)	Tensão Média e Desvio Padrão (MPa)
3	10,73 ± 7,53
5	14,61 ± 8,69
10	112,44 ± 54,75
20	168,51 ± 64,31
30	138,19 ± 65,21
40	154,51 ± 74,47

A figura 4.23 mostra que os limites superior e inferior da tensão trativa variam entre 100 a 225 MPa. O comprimento crítico limite para o livre desacoplamento determinado, $l_c = 8,50$ mm, tem valor duas vezes maior que o encontrado para relação buriti/epóxi. Pode-se também determinar um valor $L_c = 22,75$ mm do comprimento a partir do qual não mais ocorre desacoplamento da fibra em relação à matriz; valor este maior se comparado a interface buriti/poliéster.

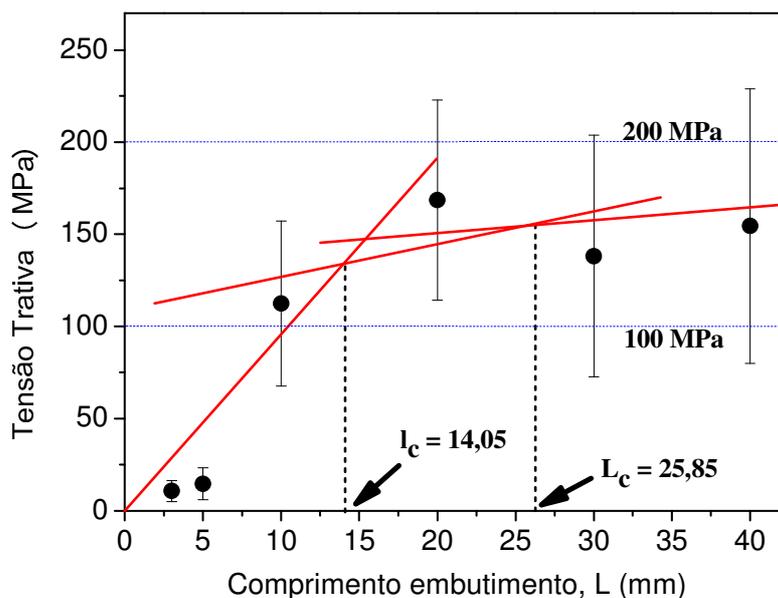


Figura 4.23 – Tensão trativa e comprimento de embutimento para curvas de *pullout* em fibras de buriti em matriz poliéster.

Utilizando o comprimento crítico $l_c = 8,50$ mm, determinado através da equação (7), juntamente com o diâmetro médio de 0,7 mm e a média da resistência a tração de 175,5 MPa, obteve-se a tensão interfacial de cisalhamento $\tau_c = 7,22$ MPa.

Tabela 4.9 – Comparação entre as tensões cisalhantes interfacial

Fibra/Matriz	τ_i (MPa)	Referencia
Buriti/ epóxi	8,37	Presente tese
Buriti/ Poliéster	7,22	Presente tese
Curaua/ Poliéster	0,50	(Monteiro <i>et al.</i> , 2009)
Curaua/Epóxi	6,52	(Monteiro <i>et al.</i> , 2009)
Coco/Epóxi	3,37	(Costa <i>et al.</i> , 2008)
Coco/Poliéster	0,43	(Monteiro <i>et al.</i> , 2008)
Piaçava/Poliéster	2,35	(Monteiro <i>et al.</i> , 2005)
Piaçava/Epóxi	10,00	(Nascimento <i>et al.</i> , 2008)
Sisal/ Poliéster	7,47	(Monteiro <i>et al.</i> , 2009)

Comparando o valor da tensão cisalhante interfacial dos compósitos buriti/epóxi e buriti/poliéster com outros relatados na literatura (Aquino *et al.*, 2003; Monteiro *et al.*, 2006a), pode-se pressupor que a relação fibra/matriz discutida neste trabalho é bastante promissora, corroborando a tendência da utilização dessas fibras lignocelulósicas como reforço em compósitos poliméricos.

A tabela 4.9 apresenta resultados das tensões cisalhantes interfacial para os compósitos pesquisados neste trabalho e resultados da literatura.

4.5.4 Aspecto da fibra após ensaio de *Pullout*

Os resultados de *pullout* foram complementados com observações em MEV. A figura 4.24 mostra a superfície de uma fibra extraída do embutimento por deslizamento sem ruptura. Na figura.4.24(a) observa-se uma camada de resina epóxi aderida à superfície da fibra. Com maiores ampliações, figura 4.24(b), é possível perceber que existe um buraco em cujas paredes há um restante de fibra aderida na resina epóxi, onde anteriormente a fibra estava inserida e foi arrancada.

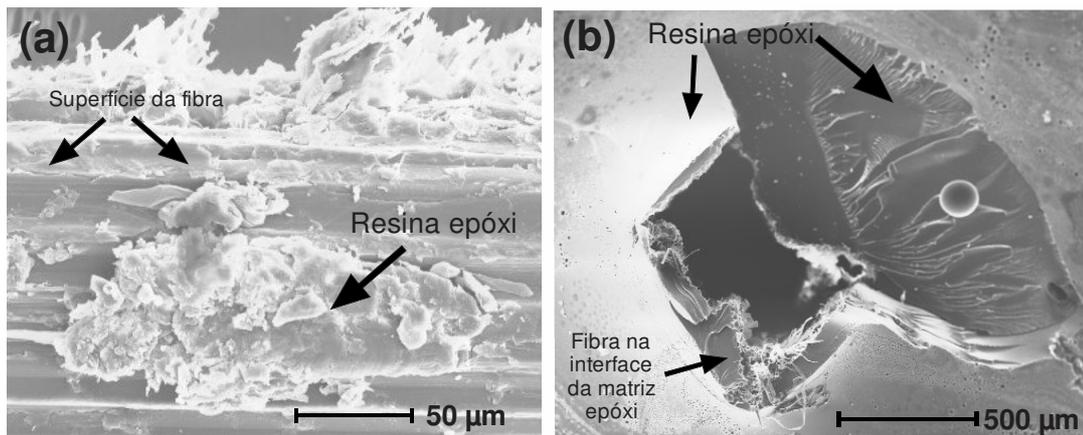


Figura 4.24 – Micrografia por MEV: (a) Superfície da fibra buriti que foi separada da matriz por deslizamento, sem ruptura, (b) matriz epóxi mostrando a interface fibra/matriz.

Como observação final é relevante mencionar que os testes de arrancamento de fibras de buriti embutidas em resina epóxi e poliéster apresentaram resistência da interface fibra/matriz relativamente alta.

4.6 Ensaios de resistência a tração em matriz epóxi com e sem adição de fibras de buriti

A figura 4.25 ilustra curvas típicas de carga versus extensão dos compósitos de epóxi, reforçados com fibras alinhadas de buriti com 0, 10%, 20% e 30% em volume de fibras, fornecidas pela máquina Instron modelo 5582.

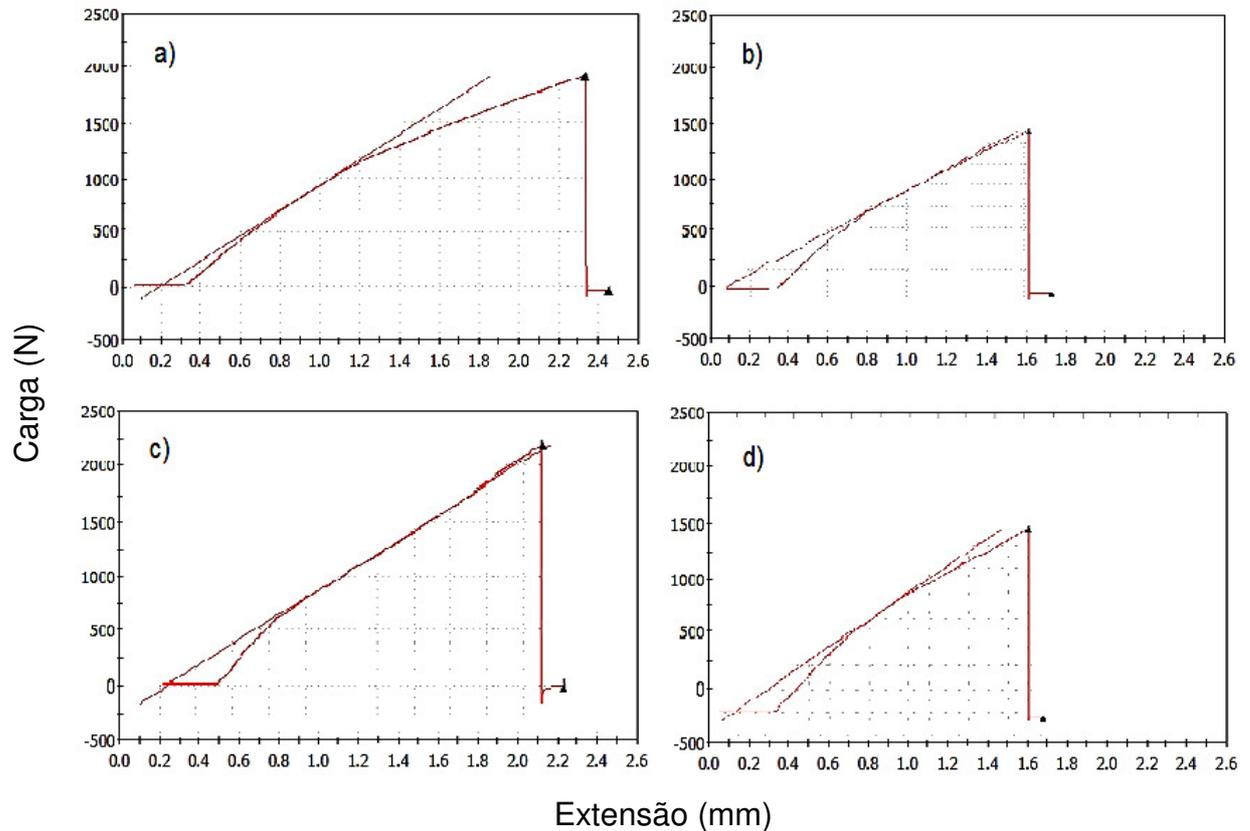


Figura 4.25 – Curvas de carga versus extensão de matriz epoxídica reforçadas com: (a) 0%, (b) 10%, (c) 20% e (d) 30% em volume de fibra de buriti.

A figura 4.26 apresenta corpos de prova rompidos, após o ensaio de tração da matriz epóxi, reforçados com fibras de buriti com 0, 10%, 20% e 30% em volume. Nota-se que à medida que aumenta a quantidade de fibra incorporada a ruptura tende a se tornar mais heterogênea, inclusive com a fratura ocorrendo próxima à cabeça do corpo de prova, como no caso do compósito com 30% de fibra. Esta heterogeneidade é característica de compósitos com fibras lignocelulósicas e responsável pela elevada imprecisão, ou seja, desvio padrão, na média estatística dos resultados.

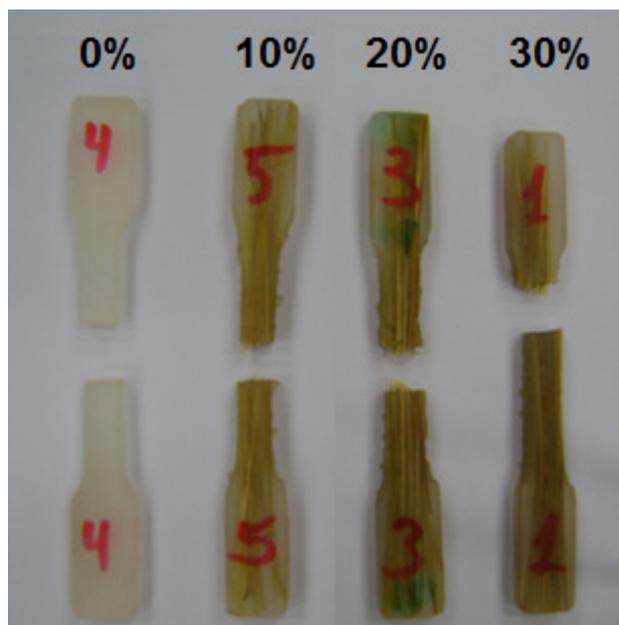


Figura 4.26 – Corpos de prova com matriz epoxídica reforçados com 0%, 10%, 20% e 30% (fraturado no centro e próximo à cabeça) em volume de fibra de buriti, ensaiado em tração

Com relação aos resultados gerados pela máquina Instron após o ensaio de tração obteve-se as propriedades mecânicas dos compósitos buriti/epóxi. A tabela 4.10 apresenta a tensão máxima em MPa, o Módulo de Elasticidade em GPa e a deformação média em porcentagem, com seus respectivos desvios padrões.

Tabela 4.10 – Propriedades dos compósitos epoxídicos reforçados com fibras de buriti

Volume de Fibra de Buriti (%)	Tensão Máxima (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Deformação Média (%)
0	$61,94 \pm 8,32$	$0,97 \pm 0,11$	$0,07 \pm 0,01$
10	$57,95 \pm 9,32$	$1,30 \pm 0,21$	$0,04 \pm 0,00$
20	$72,11 \pm 11,43$	$1,42 \pm 0,08$	$0,05 \pm 0,01$
30	$76,07 \pm 4,73$	$1,52 \pm 0,11$	$0,05 \pm 0,01$

É possível perceber um crescimento nos valores da resistência a tração e da rigidez com o aumento da incorporação das fibras de buriti. Desta forma, pode-se concluir que estas fibras extraídas do pecíolo provocam um reforço na matriz de epóxi. As razões para este efeito de reforço podem ser entendidas pela análise da fratura dos compósitos, discutida no tópico seguinte. Com base na tabela 4.9 foram gerados os gráficos, mostrados na figura 4.27, que relacionam essas propriedades.

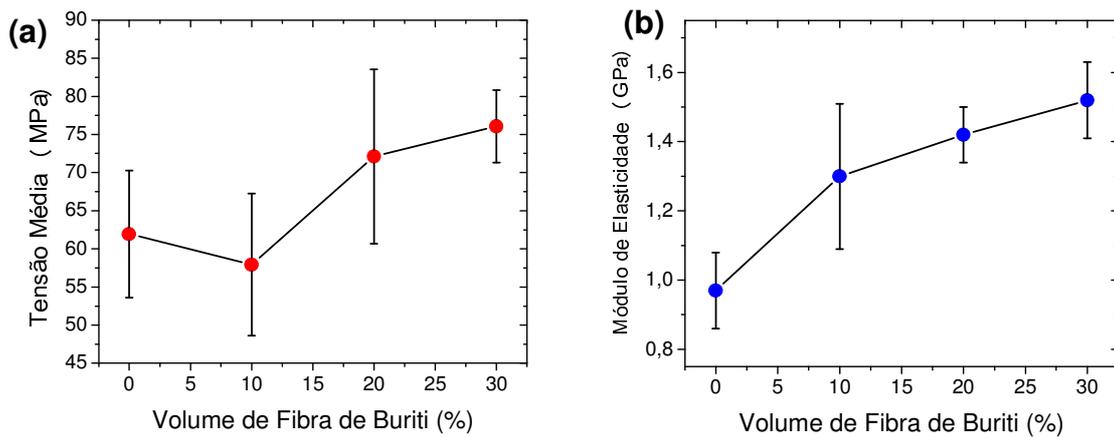


Figura 4.27 – Gráficos de volume de fibras de buriti em compósitos epoxídicos versus (a) tensão média e (b) Módulo de Elasticidade.

Destaca-se que o compósito em matriz epóxi com 30% de buriti apresenta uma resistência a tração (76,06 MPa) menor do que o encontrado por Costa *et al.*, (2011) com 30% de fibra de coco (133,38 MPa), menor que encontrado por Lopes *et al.*, (2010) com 30% de fibra de Curauá (89,5 MPa), e menor que o encontrado por Neto *et al.*, (2011) com 30% de fibra de Rami (102,26 MPa), todos também embutidos em matriz epóxi.

Assim, quando comparado a compósitos em matriz epóxi de outras fibras lignocelulósicas, os compósitos com 30% de buriti apresentam propriedade de tração inferior.

4.6.1 Fratura em tração de compósitos de buriti com resina epóxi

A figura 4.28 mostra as micrografias por MEV da superfície do corpo de prova fraturado, matriz epóxi com 0% em volume de fibras de buriti, para diferentes

aumentos. Nesta figura, observa-se as marcas resultantes da propagação de trincas através da frágil resina epóxi, figura 4.28(a). Com maior aumento, figura 4.28 (b), observam-se detalhes das marcas de rio (*river patterns*) bem como a lisa superfície frágil rompida em tração.

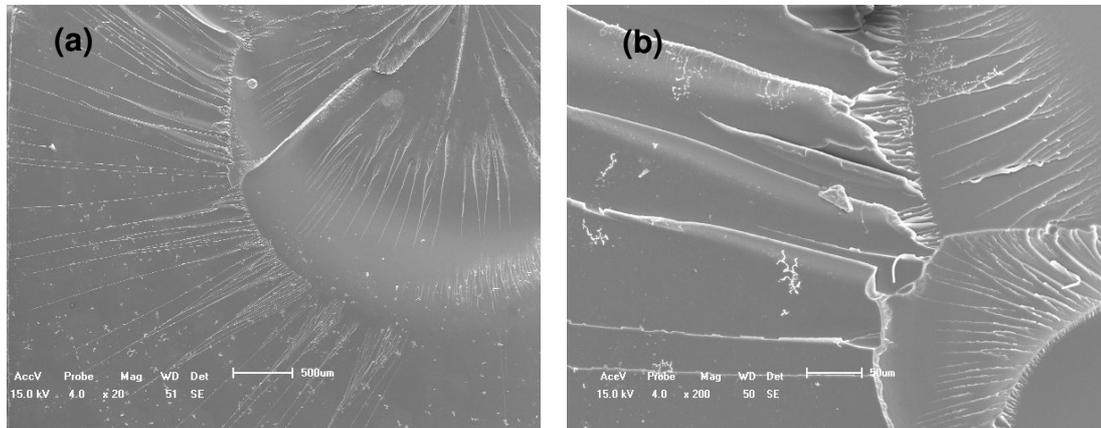


Figura 4.28 – Micrografias por MEV de epóxi puro: (a) 20x e (b) 200x.

A figura 4.28 apresenta as micrografias por MEV da superfície dos corpos de provas fraturados, com matriz epóxi com 30% em volume de fibras de buriti, para aumentos distintos. Na figura com menor aumento figura, 4.29(a), notam-se algumas fibras descoladas da matriz, o que sugere uma baixa tensão cisalhante interfacial. Notam-se também evidências de trinca nucleada na interface entre a fibra de buriti e a matriz epóxi. Com maior aumento, figura 4.29(b), observa-se uma fibra de buriti bem aderida à matriz epóxi.

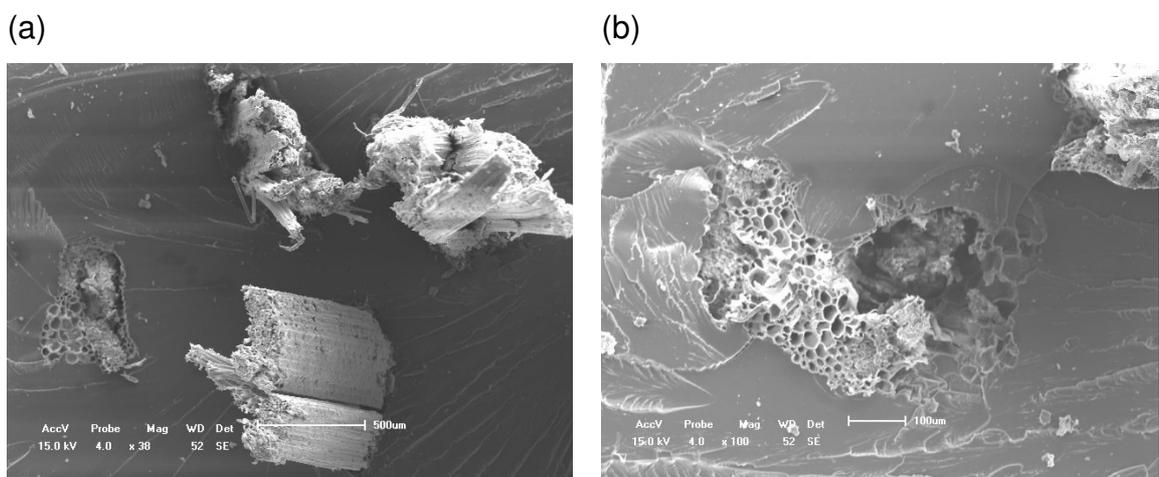


Figura 4.29 – Micrografias por MEV de epóxi com 30% de volume de fibras buriti: (a) 50x e (b) 200x.

Nota-se que a propagação da trinca é bloqueada pela fibra, abrindo um espaço entre a fibra e a matriz. Mesmo após a fratura da matriz epóxi, as fibras continuam resistindo ao esforço de tração, acarretando valores maiores de resistência ao compósito do que com a matriz pura.

4.6.2 Ensaio de resistência a tração em matriz poliéster com e sem adição de fibras de buriti

A figura 4.30 mostra as curvas de carga versus extensão referentes aos compósitos de poliéster reforçados com diferentes frações de volume de fibra de buriti. Estas curvas foram obtidas diretamente do programa fornecido durante o ensaio em máquina Instron.

A resina de poliéster pura é mais frágil, figura 4.30(a), revelando uma ruptura frágil. Com incorporação da fibra de buriti, nota-se uma curva característica de materiais com certa tenacidade, figura 4.30(b-d).

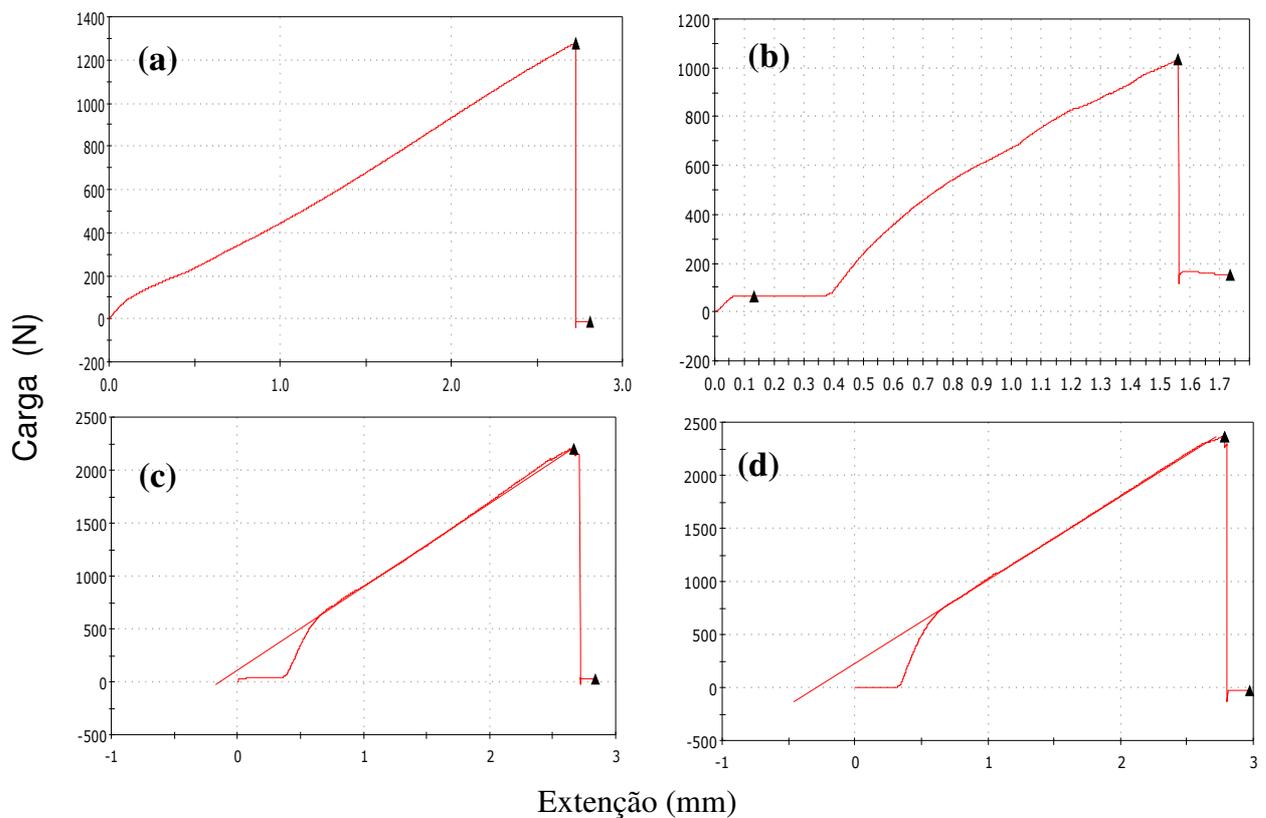


Figura 4.30 – Curvas de carga versus extensão de matriz poliéster reforçadas com: (a) 0%, (b) 10%, (c) 20% e (d) 30% em volume de fibra de buriti.

A figura 4.31 mostra o aspecto dos corpos de prova após ruptura do poliéster puro e compósitos com 10, 20 e 30% de fibra de buriti. Nesta figura fica evidente uma região onde ocorreu uma ruptura não uniforme que cresce à medida em que aumenta o volume de fibra no compósito. Este comportamento pode ser explicado pela dificuldade de propagação de trincas na interface fibra/matriz. Este mecanismo é também observado para compósitos epoxídicos.

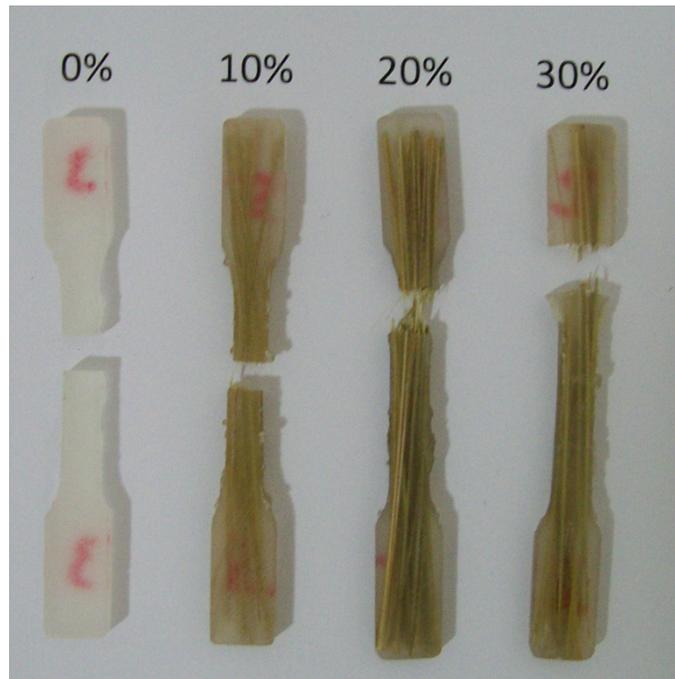


Figura 4.31 – Corpos de prova com matriz epoxídica reforçados com 0%, 10%, 20% e 30% (fraturado no centro e próximo à cabeça) em volume de fibra de buriti, ensaiado em tração

Com base nos resultados das curvas de carga versus extensão de matriz de poliéster reforçadas com fibra de buriti, e também na figura 4.30, foram calculados os valores da resistência a tração, Módulo de Elasticidade e deformação média para poliéster puro e compósitos com 10, 20 e 30% de fibra de buriti com seus respectivos desvios padrão. Estas propriedades mecânicas estão listadas na tabela 4.11.

Tabela 4.11 – Propriedades dos compósitos epoxídicos reforçados com fibras de buriti

Volume de Fibra de Buriti (%)	Tensão Máxima (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Deformação Média (%)
0	$48,17 \pm 4,01$	$0,64 \pm 0,06$	$0,11 \pm 0,01$
10	$80,22 \pm 5,10$	$1,48 \pm 0,44$	$0,04 \pm 0,02$
20	$91,87 \pm 8,43$	$1,35 \pm 0,29$	$0,09 \pm 0,03$
30	$126,33 \pm 12,55$	$1,53 \pm 0,22$	$0,06 \pm 0,03$

Com base na figura 4.32 pode-se observar que à medida que cresce a proporção de fibra de buriti no compósito sua resistência a tração e rigidez aumentam no compósito.

Compósitos em matriz poliéster com 30% de fibra de buriti atingiram valores de resistência a tração acima de 100 MPa e Módulo de Elasticidade acima de 1,5 GPa. Isso indica que a fibra de buriti atua como um reforço efetivo para compósitos de poliéster.

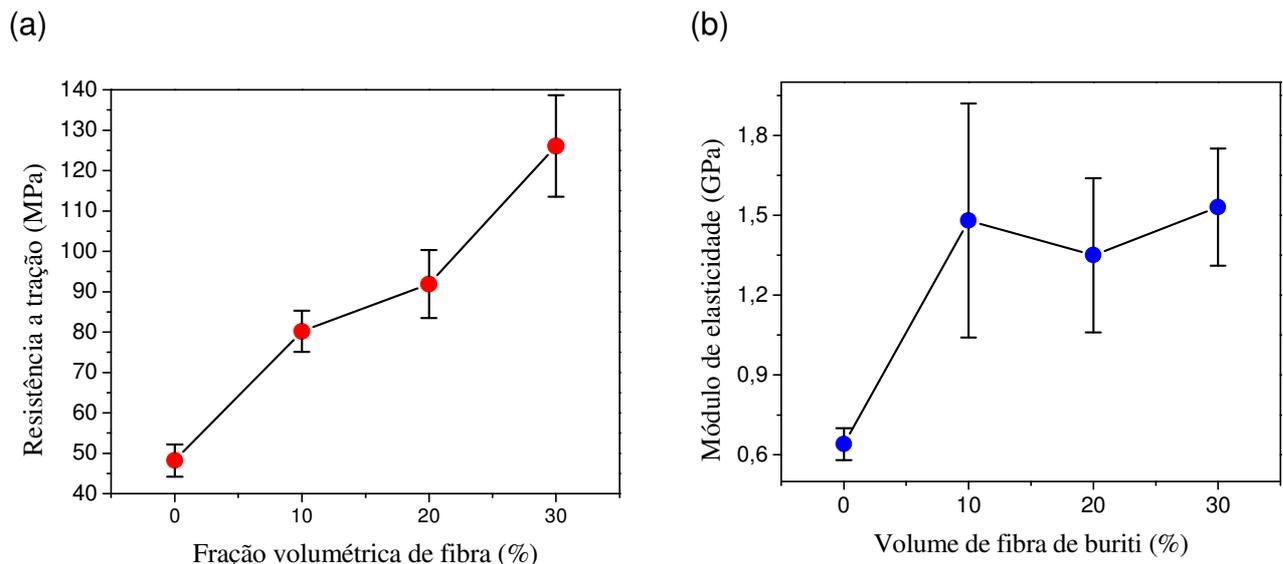


Figura 4.32 – Gráficos de volume de fibras de buriti em compósitos epoxídicos versus (a) tensão média e (b) Módulo de Elasticidade.

Desta forma, os compósitos de buriti tanto em matriz epóxi quanto em matriz poliéster apresentam excelentes propriedades de resistência a tração quando comparados com outras fibras lignocelulósicas.

O compósito buriti/poliéster com 30% de buriti apresentou um valor de 126,1 MPa de resistência a tração, valor este superior ao encontrado para outras fibras lignocelulósicas em matriz epóxi e poliéster.

O valor do compósito em matriz poliéster com 30% de buriti é superior ao encontrado por Neto *et al.*, (2010) para fibra de Rami (67,30 MPa), Bevitore *et al.*, (2010) para fibra de juta (75,70 MPa) e Nascimento *et al.*, (2011) de fibra de piaçava (54,19 MPa), todas em matriz poliéster na proporção de 30%.

4.6.3 Fratura em tração de compósitos de buriti com resina poliéster

A figura 4.33 mostra fotografias por MEV típicas de ruptura por tensão em poliéster puro (0% fibra). Com baixa ampliação, figura 4.33(a), observa-se um aspecto uniforme e plano na superfície após fratura características típicas de materiais frágeis. Fica evidente na figura 4.33(b), com maior ampliação, marcas na superfície devido à fratura única. Este comportamento apresentado é típico de um material frágil, embora defeitos como vazios e falhas na estrutura também sejam observados.

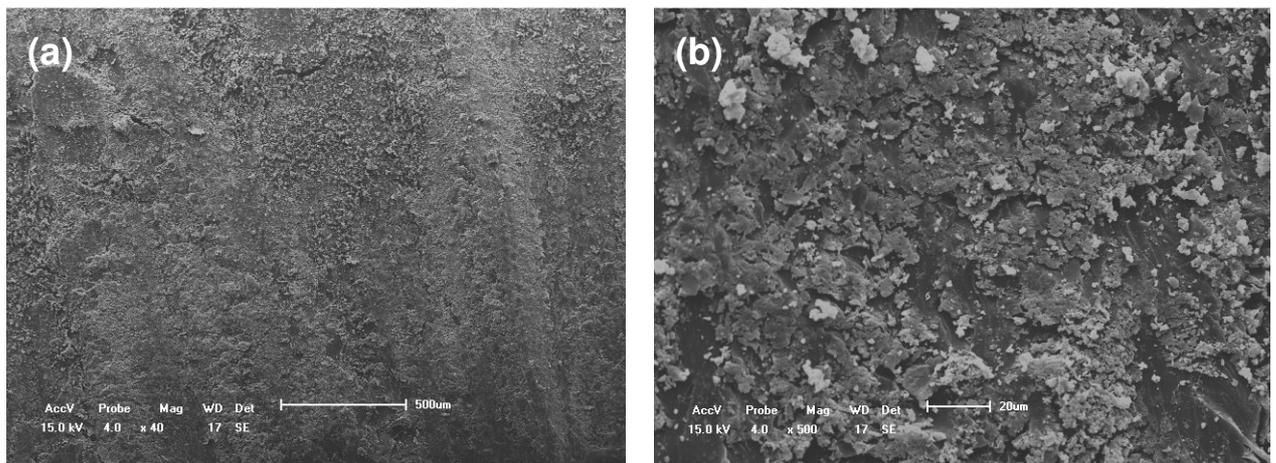


Figura 4.33 – Micrografia MEV da fratura de uma amostra de poliéster rompida por tração com diferentes ampliações: (a) de 40x, e (b) 500x.

A figura 4.34 apresenta fotografias por MEV em diferentes ampliações da fratura do compósito de poliéster com 30% de fibra de buriti. A figura 4.34(a) mostra as fibras saindo da matriz. Algumas fibras se rompem dentro da matriz em ambos os lados fazendo com que em sua superfície alterne buracos e pontas de fibras. Esta é uma evidência de rachaduras longitudinais propagando entre a fibra e a matriz. Com maiores aumentos, figura 4.34(b), observa-se uma fibra que rompeu perto da rachadura transversal que se propagou na matriz. A separação da interface fibra/matriz também indica que rachaduras longitudinais foram nucleadas, nesta interface.

A razão para este comportamento é aparentemente uma consequência da fraca resistência na interface fibra/matriz.

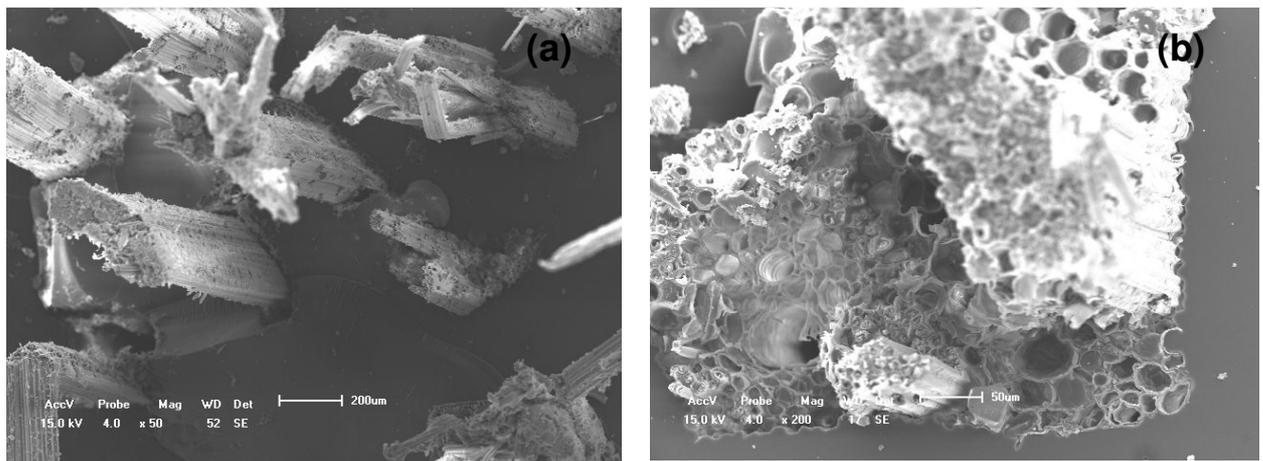


Figura 4.34 – Micrografia MEV de uma amostra pura rompida por tração de matriz poliéster com 30% fibra de buriti em diferentes ampliações: (a) de 40x, e (b) 500x.

Como observado por (Mohanty *et al.*, 2000) e (Monteiro *et al.*, 2009) um dos inconvenientes na utilização de fibras lignocelulósicas, tanto em matriz poliéster como em matriz epóxi, é sua natureza hidrofílica, devido à água absorvida na superfície da fibra. Assim, as matrizes poliéster e epóxi apresentam caráter hidrofóbico, formando uma fraca interação fibra/matriz. Esta fraca ligação pode ser responsável pelo descolamento da fibra na matriz causando a ruptura como mostrado na figura 4.34.

4.6.4 Ensaio de flexão em matriz epóxi com e sem adição de fibras de buriti

Os ensaios de flexão dos compósitos de buriti com resina epóxi foram feitos de acordo com a norma ASTM D 790-03 em máquina Instron modelo 5582, obtendo uma curva de flexão com força máxima em Newton e deslocamento Máximo em milímetros.

A figura 4.35 representa o comportamento padrão para resina epóxi pura e para compósitos com 10, 20 e 30% com fibras de buriti incorporadas. Observa-se que, como esperado, a curva de flexão do epóxi puro é linear, correspondendo ao regime elástico até a ruptura, o que caracteriza um comportamento frágil. Este comportamento indica que ao se atingir o ponto de máxima resistência, a ruptura é súbita e imediata ocorrendo uma queda de praticamente toda a carga aplicada.

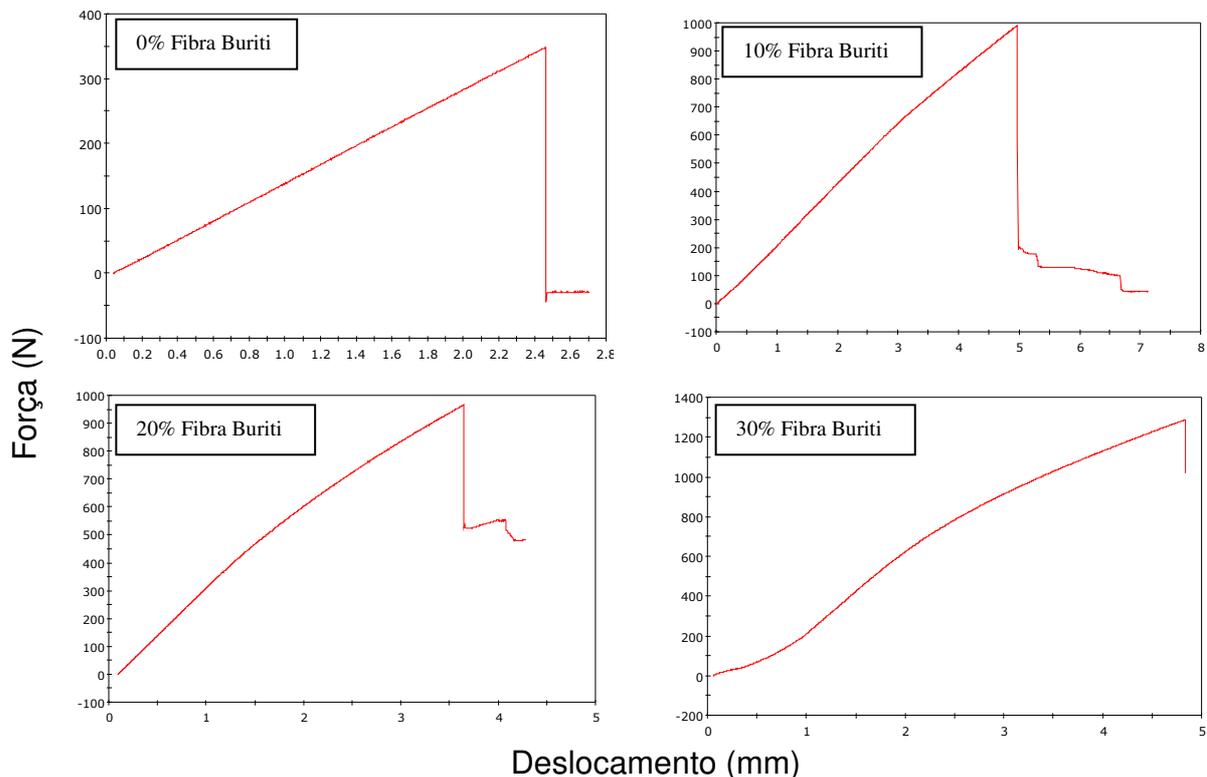


Figura 4.35 – Curvas de carga deslocamento dos ensaios de flexão de compósitos matriz epóxi com diferentes frações de fibra de buriti

O comportamento apresentado pelo compósito com 10% de fibra de buriti incorporada em matriz epóxi pode ser comparado ao epóxi puro, não apresentando significativa mudança. Observa-se que para compósitos como 20 e 30% de fibra incorporada as curvas apresentam um trecho parabólico com suave inclinação

característica da plasticidade do material. Através destas curvas foi possível obter resistência a flexão e Módulo de Elasticidade para as composições investigadas da fibra, apresentados na tabela 4.13. Percebe-se que o Módulo de Elasticidade aumenta significativamente com a incorporação de fibra de buriti.

Tabela 4.13 – Resistência à flexão e Módulo de Elasticidade para compósitos reforçados com fibras de buriti

Fração Volumétrica da Fibra de Buriti (%)	Tensão Máxima Flexão (MPa)	Módulo de Elasticidade Máximo Flexão (GPa)
0	$52 \pm 5,12$	33 ± 2
10	$96 \pm 15,6$	53 ± 9
20	$114 \pm 15,32$	59 ± 6
30	$154 \pm 14,27$	65 ± 5

Com base nos valores da tabela 4.13 construiu-se gráficos da variação da resistência à flexão e Módulo de Elasticidade dos compósitos em função da fração em volume de fibras de buriti, apresentados na figura 4.33.

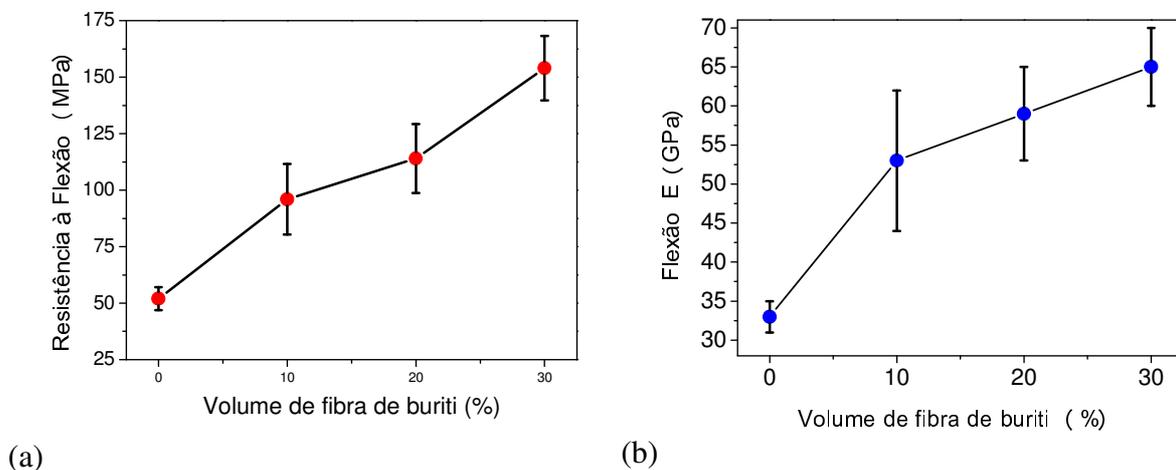


Figura 4.36 – (a) Variação da resistência máxima à flexão dos compósitos de matriz epóxi com fração de fibra de buriti, (b) Variação do Módulo de Elasticidade máximo à flexão (E) dos compósitos de matriz epóxi com fração de fibra de buriti.

Através do resultado da figura 4.36(a) observa-se um aumento na resistência dos compósitos à medida em que é adicionada a fibra de buriti em relação a resina pura. A resistência a flexão aumentou de 52 MPa, para a matriz epóxi pura, para 154 MPa para a matriz epóxi com 30% de fibra buriti incorporada. Tais mudanças

representam aumento de resistência à flexão de aproximadamente 296%. Este aumento mostra uma alta adesão das fibras à resina epóxi, mostrando ser eficiente como reforço em compósitos poliméricos.

O Módulo de Elasticidade em flexão, figura 4.36(b), segue a mesma tendência da tensão máxima aumentando na medida em que aumenta a quantidade de fibra incorporada. Este comportamento ocorre por que as frações de volume da fibra proporcionam maior tenacidade ao compósito.

4.6.5 Ensaio de flexão em matriz poliéster com e sem adição de fibras de buriti

A resistência à flexão foi calculada de acordo com a norma ASTM D 790-03 em máquina Instron. As curvas após ensaio força x alongamento são mostradas na figura 4.37. Observam-se curvas para o poliéster puro e compósitos com fibras de buriti. O comportamento elástico e plástico fica evidente nas curvas apresentadas.

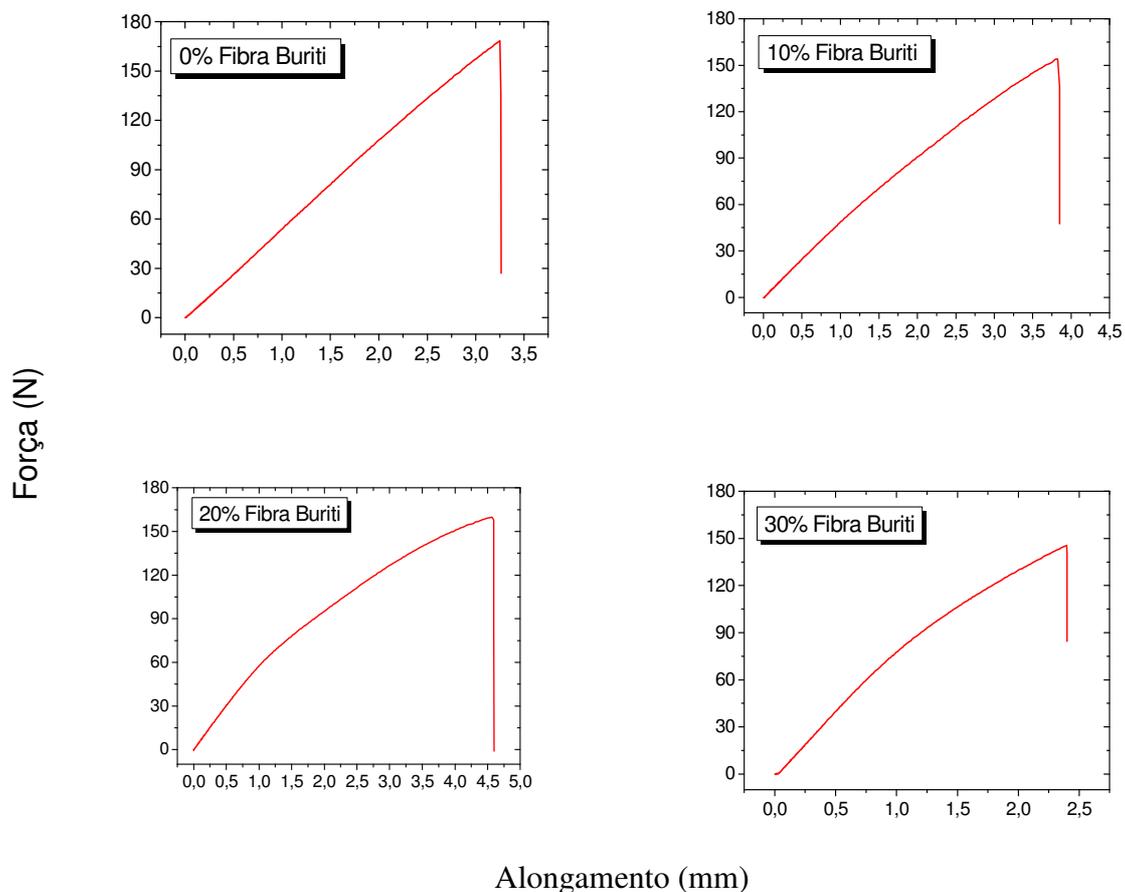


Figura 4.37 Curvas de carga versus deslocamento dos ensaios de flexão de compósitos me matriz poliéster com diferentes frações de fibra de buriti.

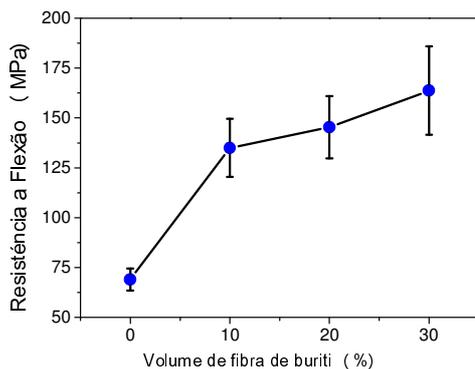
A partir das curvas apresentadas na figura 4.37, foi calculada a máxima resistência a flexão e o módulo de flexão. A tabela 4.14 apresenta valores para os compósitos com diferentes frações volumétricas de fibra de buriti. O módulo de elasticidade a flexão (E) aumenta significativamente com a incorporação de fibra de buriti. O comportamento elástico é observado em todos os corpos de prova ensaiados.

Tabela 4.14: Resultados de flexão em fibras de buriti em resina poliéster.

Fração Volumétrica da Fibra de Buriti (%)	Tensão Máxima Flexão (MPa)	Módulo de Elasticidade Máximo Flexão (GPa)
0	69,1 ± 5,4	12,5 ± 0,6
10	135,0 ± 14,6	18,4 ± 2,5
20	145,3 ± 15,6	19,2 ± 2,8
30	163,7 ± 22,2	22,1 ± 3,2

A partir dos resultados da tabela 4.14 construiu-se a curva de variação da resistência máxima à flexão dos compósitos em função da fração em peso de fibras de buriti, como está representado na figura 4.38.

(a)



(b)

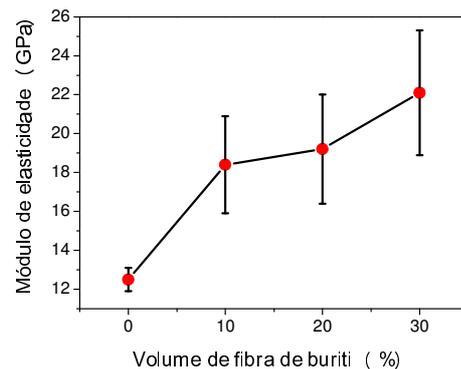


Figura 4.38 – (a) Variação da resistência máxima à flexão dos compósitos de matriz poliéster com fração de fibra de buriti, (b) Variação do Módulo de Elasticidade máximo à flexão (E) dos compósitos de matriz poliéster com fração de fibra de buriti.

A partir da figura 4.38 podemos fazer algumas observações sobre o comportamento da matriz poliéster reforçada com fibras de buriti. Levando-se em consideração a barra de erro, figura 4.38(a) a resistência permanece constante com aumento acima de 20% de fibra de buriti incorporada. Um aumento significativo no módulo de elasticidade, quase linear, pode ser observado na figura 4.38(b). Os resultados apresentados na figura 4.38 indicam que a incorporação de fibras de buriti podem fazer com que o compósito se torne mais resistente.

Na figura 4.38(a) nota-se um aumento na resistência a flexão dos compósitos à medida em que é adicionada a fibra de buriti. Com a incorporação de 30% de fibra de buriti na matriz poliéster a resistência ultrapassa o valor de 150 MPa. É importante mencionar que valores obtidos podem estar relacionados a uma boa adesão da fibra com a matriz poliéster.

Na figura 4.38(b) nota-se um aumento no Módulo de Elasticidade dos compósitos com a incorporação de fibras de buriti, atingindo uma rigidez em média superior a 20 GPa. É importante mencionar que existe uma grande dispersão nos valores, o que em princípio poderia suscitar dúvida quanto à rigidez do material.

Desta forma fica evidente a interação das matrizes epóxi e poliéster com a fibra de buriti. Esta interação mostra que a incorporação de 30% de fibras de buriti adiciona reforço à matriz tornando a adesão fibra/matriz eficiente como reforço.

4.7 Ensaios de impacto em compósitos de buriti

Um importante fator para seleção de materiais poliméricos é sua resistência ao impacto. Desta forma, os compósitos reforçados com fibras de buriti foram avaliados e comparados a outros compósitos.

Este trabalho limitou-se a resultados dos ensaios de impacto Charpy e Izod, uma importante fonte de informação.

4.7.1 Ensaios de impacto Charpy em resina epóxi com e sem adição de fibras de buriti

Os ensaios de impacto Charpy em matriz epoxídica foram feitos segundo a norma ASTM D256, reforçados com diferentes frações volumétricas de fibras de buriti. A figura 4.39 mostra os corpos ensaiados constituídos por resina pura e

compósitos com 10, 20 e 30% de fibra de buriti. Todos os corpos de prova foram rompidos, porém para compósitos com 10 e 20% de fibra de buriti houve um descolamento de parte da fibra dentro da matriz, fazendo com que ela não se desprende-se da outra parte do compósito após o ensaio.

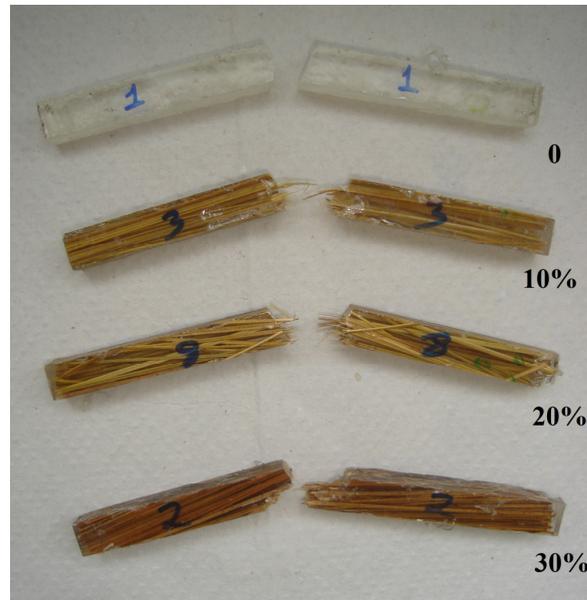


Figura 4.39 – Corpos de prova típicos de compósitos de matriz poliéster com diferentes frações volumétricas de fibra de buriti rompidos por impacto Charpy.

A resina epóxi pura apresenta uma trinca no entalhe, propagando-se transversalmente mostrando a fragilidade do material. Com até 20% de fibra de buriti a trinca difunde-se pela matriz até total ruptura. Com 30% de buriti a trinca é bloqueada pelas fibras e passa a ocorrer longitudinalmente pela interface fibra/matriz. O compósito com 30% fibra de buriti então se rompe horizontalmente seguindo a direção das fibras. Este comportamento mostra que maiores quantidades de fibra na matriz epóxi resulta em uma propagação de trincas, antes longitudinais, transversais.

A tabela 4.15 apresenta valores da variação da energia específica (J/m) obtidos em ensaios Charpy em matriz epoxídica em diferentes frações volumétricas de fibras de buriti.

Tabela 4.15 – Energias de impacto Charpy em matriz epóxi para compósitos com fibra de buriti

Percentagem de Fibra de Buriti (%)	Energia (J/m)
0	13,77 ± 2,07
10	58,26 ± 14,93
20	94,88 ± 15,01
30	114,17 ± 14,37

Com base nos valores encontrados foi representado o diagrama da variação da energia absorvida no impacto Charpy em função do volume relativo de fibras de buriti na matriz epoxídica, como mostrado na figura 4.40.

O comportamento registrado na figura 4.40 foi também observado por Monteiro *et al.*, (2006a) e Leão *et al.*, (1988), nos quais o reforço de fibras naturais aumenta a tenacidade ao impacto de compósitos com matriz polimérica.

Nesta figura observa-se o aumento marcante na energia de impacto Charpy com a fração volumétrica de fibras de Buriti. Assim, fica evidente um aumento de 427% na energia de impacto com a adição de 10% em fibras de buriti. Este aumento é mais elevado com maiores quantidades de fibra incorporada, chegando a valores próximos a 878% para adição de 30% de fibras de buriti. É importante notar que os pontos referentes aos compósitos possuem barras de erro, referentes ao desvio padrão, entre 14,0 e 15,1 J/m. Isto se deve a uma irregularidade da natureza da fibra de buriti, mostrando pequenas variações nas propriedades dos compósitos por elas reforçados.

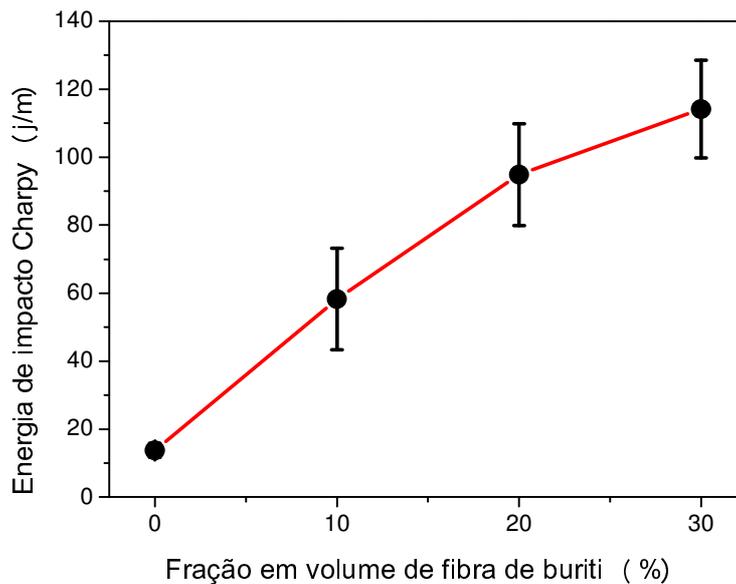


Figura 4.40 – Variação da energia de impacto Charpy de compósitos de poliéster com fração em volume de fibras de Buriti

Mesmo considerando as barras de erro, é possível interpretar o aumento da energia de impacto, isto é, da tenacidade dos compósitos, variando de forma linear com a fração volumétrica de fibras de buriti.

Monteiro *et al.*, (2008) obteve uma equação para estimar valores relativos a energia de impacto Charpy para a fibra de rami. O comportamento apresentado pela fibra de buriti mostra que uma simples equação hiperbólica pode estimar estes valores, através de uma linha que passa pela média dos pontos. Esta técnica se mostra importante para estudar as várias percentagens de fibra incorporadas em matriz epóxi.

A Interpretação matemática para este crescimento corresponde, preliminarmente, à equação (8), que permitiu estimar valores relativos aos demais intervalos:

$$E_e = - 816/v_e + 139 \quad (8)$$

Onde E_e é a energia absorvida pelo compósito com matriz epoxídica no impacto Charpy em J/m e v_e a fração volumétrica de fibras de buriti em percentagem.

Os valores obtidos para 30% de fibra de buriti em matriz epóxi são similares aos encontrados para outra fibras lignocelulósicas, como é o caso do Rami (211,7 J/m) obtido por Monteiro *et al.*, (2008), Coco (174,7 J/m) obtido por Monteiro *et al.*,

(2008) e Curauá (103,2 J/m) obtido por Monteiro *et al.*, (2007), todas também com 30% de fibra em matriz epóxi. O aumento da energia de impacto Charpy para fibras lignocelulósicas está diretamente relacionado com o aumento da fração volumétrica até 30% em fibra; comportamento também consistente com os trabalhos anteriormente citados.

4.7.2 Fratura em Charpy de compósitos de buriti com resina epóxi

A tenacidade dos compósitos epoxídicos, reforçados com fibras contínuas e alinhadas de buriti, podem ser estudados por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da fratura por impacto Charpy.

A figura 4.41 ilustra a típica superfície de fratura por impacto Charpy de um corpo de prova com 30% de fibra de buriti contínua e alinhada.

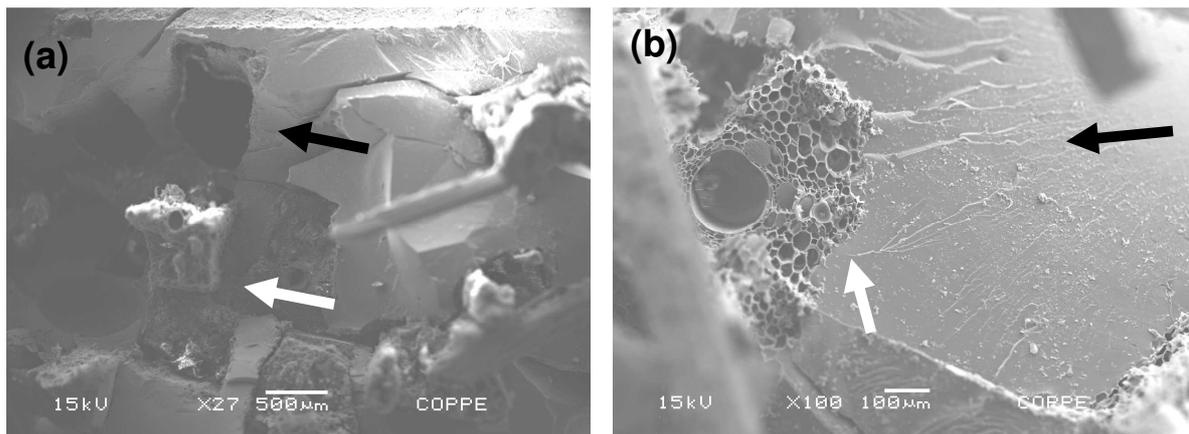


Figura 4.41 – Micrografia MEV da fratura do superfície de fratura do corpo de prova de epóxi com 30% de fibra de buriti: (a) Vista geral com baixo aumento e (b) detalhes com maior aumento.

Com baixo aumento, figura 4.41(a), observa-se a superfície do entalhe como uma faixa horizontal superior mais clara, cortada pela fresa. Na parte inferior, tem-se a superfície transversal de fratura, com fibras de buriti projetando-se da matriz epoxídica (seta branca) e espaços vazios (seta escura), onde anteriormente era preenchido por fibra e foi arrancada durante o ensaio.

A figura 4.41(b) mostra a direção de propagação da trinca (seta escura) até chegar à interface fibra/matriz (seta branca), indicando que a fibra absorve o impacto. Este comportamento mostra que o mecanismo de ruptura por trincas

propaga-se preferencialmente entre a superfície das fibras de buriti e a matriz epoxídica, devido à baixa tensão de cisalhamento interfacial, como observado por Monteiro *et al.*, (2007). Isto resulta em maior energia absorvida pela fibra, se comparado com a matriz pura (Yue *et al.*, 2005).

Resultados similares foram encontrados em compósitos de matriz epóxi reforçadas com fibra de Curauá (Monteiro *et al.*, 2007). Isto indica que a fibra de buriti, além de resistente, proporciona elevada tenacidade às matrizes poliméricas por ela reforçadas.

Os ensaios de impacto Charpy mostram certa uniformidade de distribuição das fibras pela matriz, e que várias fibras são fraturadas ao longo da matriz. Em algumas regiões as fibras são arrancadas (*pullout*) da matriz; ou seja, ocorreu um descolamento dissipando energia por fricção, o que leva a tendência de cessar a propagação da trinca. Isto evidencia que vários mecanismos podem atuar quando ocorre o impacto.

Se a adesão não é intensa, o mecanismo de “*pullout*” pode ocorrer. Neste caso, a trinca pode se propagar pelo “vazio” deixado, interrompendo a propagação pelo material, o que leva a maior resistência ao impacto.

Por outro lado, segundo Paiva (2006) uma fraca adesão não permite que a carga seja transferida para o reforço da fibra em toda extensão que poderia suportar, o que pode levar a uma resistência ao impacto menor que a máxima possível. Adicionalmente, pode-se observar a presença de vazios que afetam as propriedades do material, por agirem como concentradores de tensão, reduzindo a absorção de energia.

4.7.3 Ensaios de impacto Charpy em resina poliéster com e sem adição de fibras de buriti

Características macroestruturais da ruptura dos corpos de prova estão apresentadas na figura 4.42. Nesta figura, exemplos típicos das duas partes de corpos de prova rompidos após o impacto Charpy estão relacionados com a percentagem em volume de fibra de buriti no compósito.

Observa-se que a incorporação de fibra acarreta um comportamento marcante em relação ao poliéster puro, 0% de fibra. Mesmo com somente 10% de

fibra, a área de fratura não é totalmente transversal, pois uma parte acompanha o sentido longitudinal de alinhamento das fibras.

Isto indica que as trincas geradas no entalhe pelo impacto iniciam uma propagação transversal pela matriz, como se espera em polímeros frágeis, mas ao esbarrarem nas fibras, tendem a se propagar na interface fibra/matriz. Segundo (Yue *et al.*, 1995), isto está de acordo com o mecanismo de ruptura em compósitos com fraca resistência interfacial

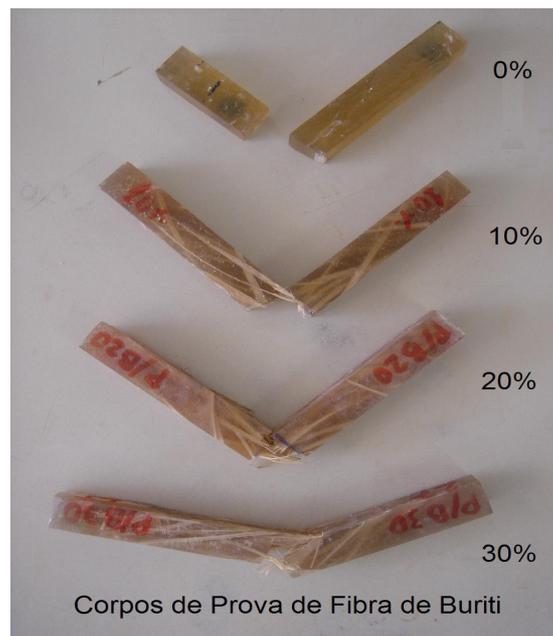


Figura 4.42 Aspectos macroestruturais da ruptura por impacto Charpy de compósitos de matriz poliéster com diferentes frações volumétricas de fibras de buriti.

Embora pareça paradoxal, uma baixa resistência interfacial acarreta em maior tenacidade, pois gera maior área de fratura e, conseqüentemente, maior energia absorvida no impacto, comportamento também observado para resina epóxi. A tabela 4.16 apresenta os resultados obtidos pela média e desvio padrão da energia de impacto dos compósitos investigados.

Tabela 4.16 – Energias de impacto Charpy para compósitos com fibra de buriti

Percentagem de Fibra de Buriti (%)	Energia (J/m)
0	13,60 ± 1,08
10	48,40 ± 27,79
20	84,25 ± 35,98
30	121,00 ± 53,00

A variação da energia específica (J/m) obtida em ensaios Charpy em função da percentagem em volume das fibras de buriti nos compósitos com matriz poliéster está mostrada na figura 4.43. Nota-se nesta figura que a incorporação de fibras de buriti aumenta substancialmente a tenacidade do compósito, medida pela energia absorvida no impacto Charpy.

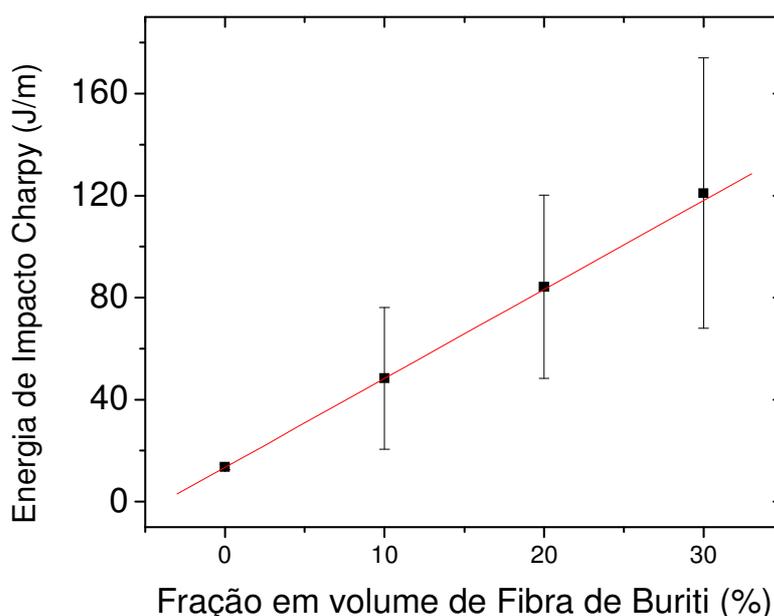


Figura 4.43 – Variação da energia de impacto Charpy de compósitos de poliéster com fração em volume de fibras de Buriti

Dentro dos limites das barras de erro, associadas ao desvio padrão, o aumento da energia corresponde a uma relação linear entre a energia de impacto e a fração de fibras de buriti.

É importante notar que a dispersão dos valores da energia indicada pelo desvio padrão na tabela 4.16 aumenta com a fração de fibra de buriti. Esta

imprecisão nos valores é reconhecida como uma característica própria das fibras lignocelulósicas (Bledzk e Gassan, 1999). O comportamento obtido para a tenacidade ao entalhe dos compósitos com matriz poliéster reforçada com fibras de buriti é consistente com outros resultados de impacto envolvendo tanto fibras sintéticas (Rout *et al.*, 2001) quanto fibras naturais (Leão *et al.*, 1998).

Através da linha que passa pela média dos pontos é proposto um tratamento estatístico através de uma equação hiperbólica para valores da energia de impacto Charpy em matriz epóxi com adições de fibras de buriti, relativos a variação da composição de fibra no compósito:

$$E_e = - 907/v_e + 138 \quad (9)$$

Onde E_e é a energia absorvida pelo compósito com matriz epoxídica no impacto Charpy em J/m e v_e a fração volumétrica de fibras de buriti em percentagem.

Tabela 4.17 – Energias de impacto Charpy para compósitos com fibra de buriti

Compósito com 30% de fibras	Tipo de Ensaio	Tenacidade ao Impacto (J/m)	Referência
Buriti/epóxi	Charpy	111,02	Presente tese
Buriti/poliéster	Charpy	121,03	Presente tese
Rami/epóxi	Charpy	211,7	(Monteiro <i>et al.</i> , 2008)
Rami/poliéster	Charpy	1004,8	(Monteiro <i>et al.</i> , 2008)
Coco/epóxi	Charpy	174,7	(Monteiro <i>et al.</i> , 2008)
Coco/poliéster	Charpy	241,2	(Monteiro <i>et al.</i> , 2008)
Curauá/epóxi	Charpy	103,2	(Monteiro <i>et al.</i> , 2007)
Curauá/poliéster	Charpy	169,7	(Monteiro <i>et al.</i> , 2007)

Assim, pode ser estimada a energia de impacto Charpy para as demais variações da fibra no compósito poliéster.

A tabela 4.17 apresenta valores da tenacidade ao impacto obtidos para compósitos com diferentes matrizes poliméricas reforçadas com diversas fibras naturais. No presente trabalho, utilizando-se fibras contínuas e alinhadas de buriti, os níveis alcançados são bem similares a todos os outros indicados até agora na literatura. Estes valores podem dar uma idéia comparativa da maior tenacidade de compósitos quando reforçados com fibras contínuas e alinhadas de buriti.

4.7.4 Fratura em Charpy de compósitos de buriti com resina poliéster

Analisando a microestrutura na região de fratura resultante do impacto Charpy, por MEV, obteve-se uma melhor compreensão dos mecanismos responsáveis pela elevada tenacidade dos compósitos reforçados com fibras de buriti. A figura 4.44 apresenta o aspecto da fratura típico de resina poliéster pura.

Com menor aumento, figura 4.44(a), tem-se uma faixa superior mais marcada e escura, correspondente ao entalhe feito pela fresa. A parte inferior, mais lisa e clara, corresponde à fratura transversal por impacto. Esta fratura, mostrada com maior aumento na figura. 4.44(b), revela rugosidade associada à propagação da única trinca, nucleada no entalhe, que ocasionou a ruptura. A trinca acarretou também pequenas cavidades, provavelmente resultantes da porosidade causada pelas condições de processamento.

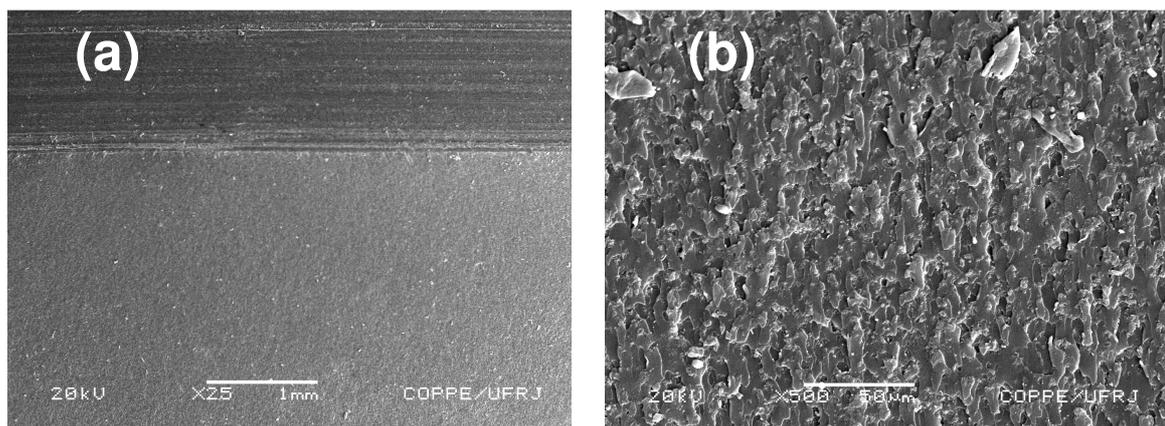


Figura 4.45 – Micrografia MEV da fratura por impacto do corpo de prova de resina poliéster pura. (a) visão do entalhe e da superfície transversal de ruptura; (b) detalhe da ruptura.

A figura 4.45 (a) compósitos em matriz poliéster reforçados com fibras de buriti apresentando aspectos gerais da superfície rompida por impacto Charpy de um corpo de prova com 30% em volume de fibras de buriti. A seta escura mostra o entalhe feito pela fresa.

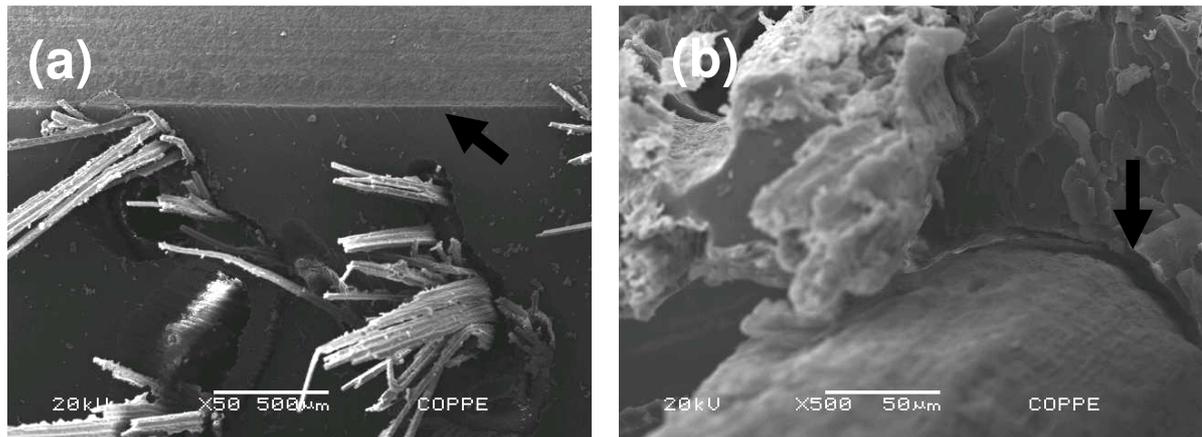


Figura 4.45 – Micrografia MEV da fratura por impacto do corpo de prova do compósito com 30% em volume de fibra de buriti.

O principal aspecto detalhado na figura 4.45(b) é observado na região em que a fratura propagou-se seguindo a interface fibra/matriz, com evidências de um descolamento interfacial (seta escura). Comportamento que se corrobora com o mecanismo de ruptura através de trincas que se propagam preferencialmente entre a fibra e a matriz devido à fraca resistência interfacial. A maior área superficial de ruptura dos compósitos é consequência do reforço das fibras contínuas e alinhadas de buriti, o que vem justificar a elevada energia absorvida no impacto, à medida que é aumentada a fração de fibra.

4.7.5 Ensaio de impacto Izod em resina epóxi com e sem adição de fibras de buriti

A variação de energia de impacto Izod foi obtida segundo a norma ASTM D256, para frações em peso das fibras de buriti nos compósitos.

A Figura 4.46 ilustra o aspecto típico da ruptura de compósitos epóxi com diferentes frações incorporadas de fibras de buriti. Os corpos de prova com 10, 20 e 30% de fibras de buriti não foram separados em duas partes após o impacto, como observado para matriz pura. Isto indica que a matriz epoxídica sem adição de fibra de buriti é frágil e sua trinca propaga-se transversalmente pela matriz.

Com as percentagens 10, 20 e 30% de fibra de buriti, a trinca é bloqueada pelas fibras e a ruptura passa a ocorrer longitudinalmente pela interface fibra/matriz.

O corpo de prova, então, se curva após impacto do martelo, mas não se separa devido à flexibilidade das fibras que não são rompidas.

Pelo fato de não ocorrer ruptura total, visto na figura 4.46, os corpos de prova com 20% e 30% de fibra é subestimada a tenacidade do compósito. Caso todas as fibras fossem rompidas, levando o corpo de prova a separar-se em duas partes, a energia absorvida pela fibra seria ainda maior.

A razão para se ter uma trinca nucleada no entalhe, mudando sua trajetória ao atingir as fibras de buriti e passando a se propagar pela interface com a matriz, é devido à baixa resistência interfacial. Segundo Bledzki e Gassan (1999), isto pode ser consequência da incompatibilidade causada pelo fato das fibras lignocelulósicas serem hidrofílicas enquanto a matriz polimérica é hidrofóbica.

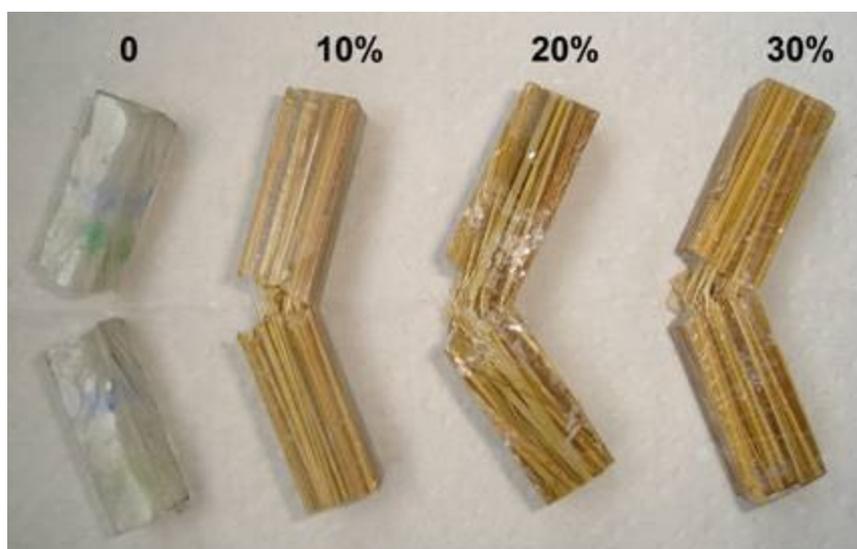


Figura 4.46 – Corpos de prova típicos de compósitos de matriz epóxi com diferentes frações volumétricas de fibra de buriti, rompidos por impacto Izod

Os resultados obtidos nos ensaios de impacto Izod dos compósitos de matriz epoxídica reforçados com diferentes frações volumétricas de fibras de buriti estão apresentados na tabela 4.18.

Tabela 4.18 – Energias de impacto Izod para compósitos com fibra de buriti

Porcentagem de Fibra de Buriti	Energia (J/m)
0	13,48 ± 2,03
10	121,26 ± 1,07
20	231,49 ± 47,23
30	297,95 ± 55,09

A partir dos dados da tabela 4.18 construiu-se a curva de variação da energia absorvida no impacto Izod em função do volume relativo de fibras de buriti em matriz epoxídica mostrada, como mostrado na figura 4.47.

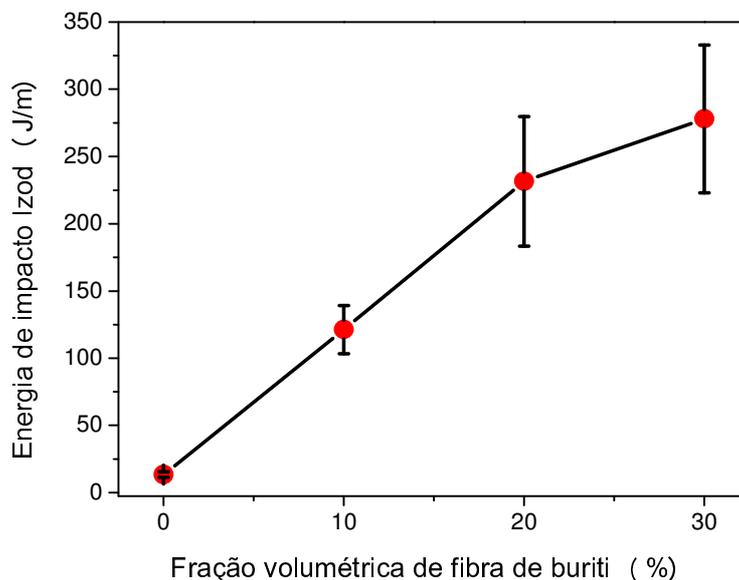


Figura 4.47 – Variação da energia de impacto Izod de compósitos de epóxi com fração em volume de fibras de Buriti

Nesta figura observa-se o aumento significativo na energia de impacto Izod com a fração volumétrica de fibras de buriti. É importante notar que os pontos referentes aos compósitos possuem elevados valores para as barras de erro, relativos ao desvio padrão.

Este comportamento também observado por Bledzki e Gassan (1999) para outras fibras lignocelulósicas se deve à natureza heterogênea das fibras naturais, o que acarreta substancial dispersão nas propriedades dos compósitos por elas

reforçados. Mesmo considerando as barras de erro, é possível interpretar o aumento da energia de impacto, isto é, da tenacidade dos compósitos na figura 4.43.

A Interpretação matemática para este crescimento pode ser obtida através de uma relação hiperbólica, mostrada na equação (10):

$$E_e = - 2291/v_e + 350 \quad (10)$$

Onde E_e é a energia absorvida pelo compósito com matriz epoxídica no impacto Izod em J/m e v_e é a fração volumétrica de fibras de buriti, em percentagem.

Os valores obtidos para energia de impacto Izod para 30% de fibra de buriti em matriz epóxi são maiores do que os obtidos para outras fibras lignocelulósicas, como é o caso do Curauá (129 J/m) obtido por Monteiro *et al.*, (2009), piaçava (69 J/m) por Monteiro *et al.*, (2009), utilizando 30% de fibra na matriz epoxídica. Já a fibra de Rami apresentou um valor maior do que o observado para fibra de buriti, atingindo 353 J/m com 30% de fibra em matriz epóxi.

Segundo Leão *et al.*, (1988) o aumento da energia de impacto Izod para fibras lignocelulósicas está diretamente relacionado com o aumento da fração volumétrica da fibra. Este comportamento também é consistente com os trabalhos anteriormente citados.

O comportamento dos compósitos com fibras de buriti mostrado na figura 4.44 é similar ao observado pelo método de ensaio Charpy discutido anteriormente. É importante mencionar que o buriti, como outras fibras naturais lignocelulósicas, possui excelentes propriedades físicas, prevalecendo as características particulares, que constituem a micromorfologia destas fibras.

Fibras incorporadas em matriz têm uma capacidade maior de absorver o impacto e distribuir a energia por toda sua extensão em um curto intervalo de tempo. Adicionalmente, usando fibras mais longas para uma mesma proporção, ocorre uma maior área de adesão fibra/matriz. Conseqüentemente, ocorre menor desacoplamento da fibra em relação a matriz, este comportamento foi igualmente observado através dos ensaios de *pullout*. Assim, a fibra no compósito absorve uma grande quantidade de energia, levando a um aumento da resistência ao impacto, também observado por Joseph (2002).

4.7.6 Fratura em Izod de compósitos de buriti com resina epóxi

A figura 4.48 ilustra a típica superfície de fratura por impacto Izod de um corpo de prova epoxídico com 30% de fibras de buriti contínuas e alinhadas. Com baixo aumento, figura 4.48(a), observa-se a região da superfície do entalhe na parte superior horizontal com fibras amassadas no sentido do corte da fresa ilustrado pela seta escura. Na parte inferior, observa-se a superfície transversal de fratura, com fibras de buriti projetando-se da matriz epoxídica, ilustrado pela seta branca. Em todas essas fibras são visíveis os filamentos que as constituem e que foram individualmente separados, devido ao processo de ruptura por impacto.

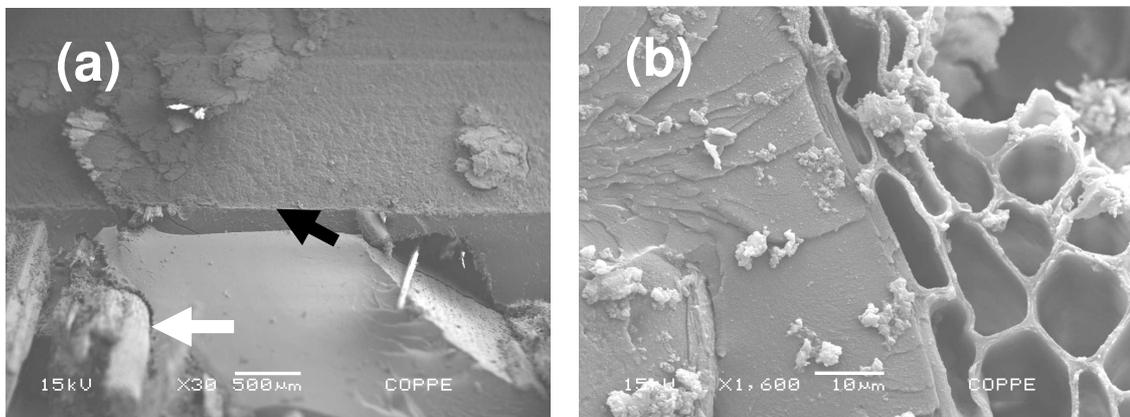


Figura 4.48 – Micrografia MEV da fratura do corpo de prova com 10% de buriti. (a) 30 x; (b) 1600 x.

A figura 4.48 (b) mostra um detalhe da interface entre a matriz epoxídica e uma fibra de buriti, destacando sinais de adesão entre elas. Algumas trincas podem ser observadas, entretanto, elas se propagam até a interface fibra/matriz. Nota-se uma tendência de ruptura longitudinal através da interface fibra/matriz. Isto indica, como havia sido relatado por Monteiro *et al.*, (2007), que ocorreu propagação de trinca pela interface. Este comportamento confirma o mecanismo de ruptura entre a fibra de buriti e a matriz epoxídica associado à fraca resistência interfacial.

Assim, a maior área de fratura dos compósitos devido ao reforço de fibras com baixa tensão de cisalhamento na interface com a matriz justifica a alta energia absorvida no impacto, o que está de acordo com a literatura (Yue *et al.*, 1995).

4.7.7 Ensaio e impacto Izod em resina poliéster com e sem adição de fibras de buriti

A variação de energia de impacto Izod foi obtida segundo a norma ASTM D256, para frações em peso das fibras de buriti nos compósitos.

A figura 4.49 apresenta o aspecto macroestrutural da ruptura por impacto Izod dos corpos de prova em matriz poliéster reforçados com fibras de buriti. Compósitos em matriz poliéster com 10, 20 e 30% de fibras de buriti não se separaram totalmente após ensaio de impacto, demonstrando que existe um dobramento dos corpos de prova, como observado também para a matriz epoxídica.

O principal motivo para esta resistência é que as fibras de buriti não são rompidas com o impacto. O mesmo comportamento foi registrado para compósitos com fibras de buriti em matriz epóxi.

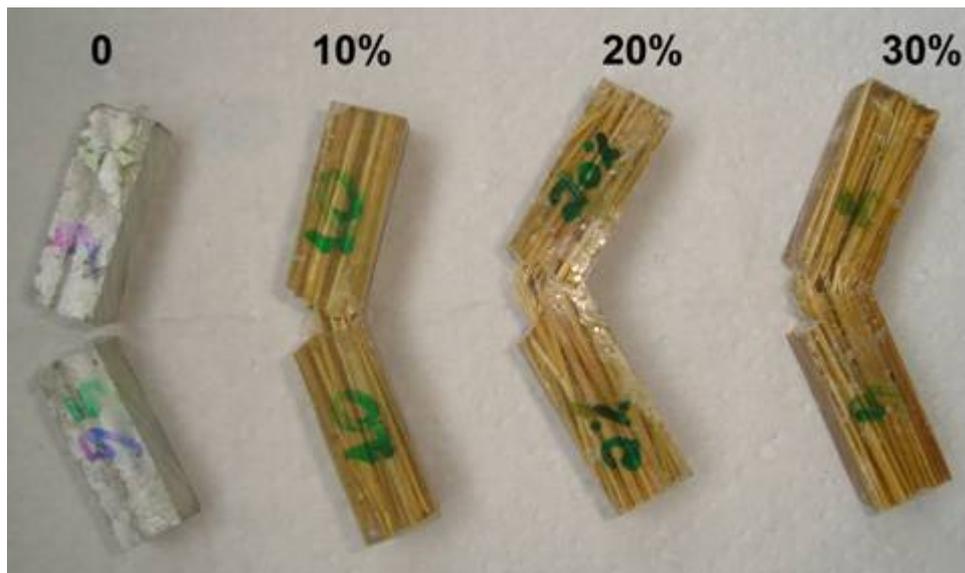


Figura 4.49 – Aspectos macroestruturais da ruptura por impacto Izod de compósitos de matriz epoxídicas com diferentes frações de fibras de buriti.

Os resultados dos ensaios de impacto em termos de média e desvio padrão da energia absorvida para cada compósito estão mostrados na tabela 4.19.

Tabela 4.19 – Energias de impacto Izod para compósitos com fibra de buriti

Porcentagem de Fibra de Buriti	Energia (J/m)
0	13,00 ± 2,00
10	165,70 ± 29,70
20	231,10 ± 35,30
30	303,91 ± 42,50

A partir dos dados da tabela 4.19 construiu-se a curva da variação da energia absorvida no impacto Izod em função do volume relativo de fibras de buriti em matriz poliéster, mostrada na figura 4.49.

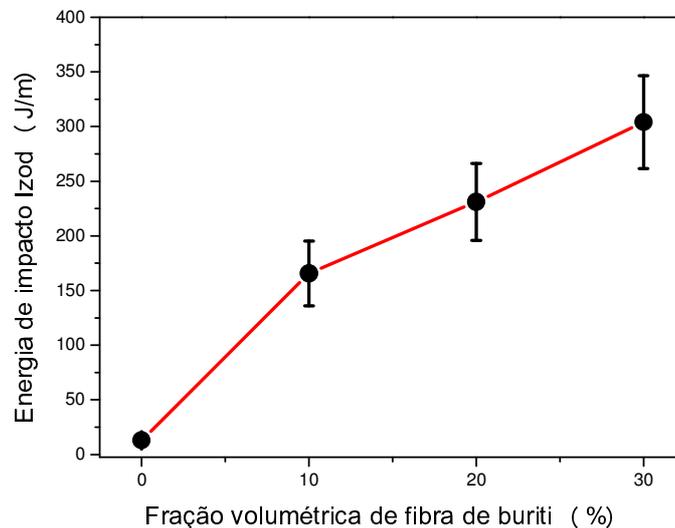


Figura 4.50 – Variação da energia de impacto Izod de compósitos de poliéster com fração em volume de fibras de Buriti

Percebe-se que a energia cresce sensivelmente com o aumento da fração de fibra acionada na matriz poliéster. Comportamento também observado para o desvio padrão.

Pode-se, através de uma equação hiperbólica, fazer um ajuste dos pontos da figura 4.50 e propor uma interpretação matemática que melhor se ajusta aos pontos.

$$E_e = - 1791/v_e + 341 \quad (11)$$

Onde E_e é a energia absorvida pelo compósito com matriz epoxídica no impacto Izod em J/m e v_e a fração volumétrica de fibras de buriti em percentagem.

Com esses resultados, pode-se observar que a incorporação da fibra de buriti na matriz poliéster melhora significativamente, a resistência ao impacto.

A tabela 4.20 mostra valores de tenacidade ao impacto em matriz epóxi e poliéster reforçadas com diferentes fibras lignocelulósicas. Fica evidente a eficaz natureza de reforço de buriti em compósito com matriz poliéster, se comparado com outras fibras lignocelulósicas em matriz epóxi e poliéster com 30% em volume de fibras, excetuando compósitos de rami.

Tabela 4.20 – Valores de tenacidade ao impacto de fibras naturais.

Compósito com 30% de fibras	Tipo de Ensaio	Tenacidade ao Impacto (J/m)	Referência
Buriti/epóxi	Izod	297,95	Presente tese
Buriti/poliéster	Izod	303,91	Presente tese
Curauá/epóxi	Izod	129	(Monteiro et. al., 2009)
Curauá/poliéster	Izod	69	(Ferreira et. al., 2008)
Rami/epóxi	Izod	353,38	(Monteiro et. al., 2009)
Rami/poliéster	Izod	580	(Monteiro et. al., 2009)
Coco/epóxi	Izod	30	(Santafe, 2011)
Piaçava/epóxi	Izod	69	(Monteiro et. al., 2009)
Piaçava /poliéster	Izod	129	(Monteiro et. al., 2009)

4.7.8 Fratura em Izod de compósitos de buriti com resina poliéster

A figura 4.51(a) mostra o detalhe da interface entre a fibra e a matriz poliéster com a incorporação de 30% de fibra de buriti. Com um maior aumento, observa-se o desacoplamento da fibra na matriz, como visto na figura 4.51(b). Nesta separação é observado o descolamento das fibrilas na interface fibra/matriz. Este comportamento corrobora com o mecanismo de ruptura entre a fibra de buriti e a matriz poliéster e está associado à resistência interfacial.

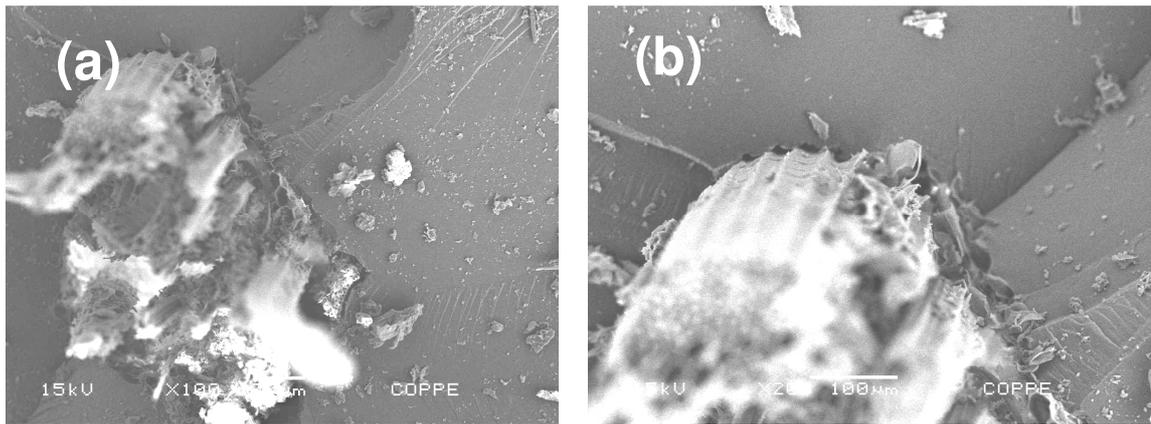


Figura 4.51 – Micrografia MEV da fratura do corpo de prova com 10% de buriti. (a) 27 x; (b) 1000 x.

4.8 Ensaios térmicos

4.8.1 Análise termogravimétrica (TG) da fibra de buriti

O estudo de termogravimetria realizado na fibra de buriti mostrou perda de massa na faixa da temperatura ambiente até 200 °C atribuído à perda de voláteis como água. Entre as temperaturas 200 - 400 °C observa-se distorções relacionadas principalmente pela degradação da hemicelulose e celulose.

Entre 400 - 500 °C percebe-se uma degradação lenta, relacionada principalmente à lignina das fibras, sendo este o componente mais difícil de ser decomposto; comportamento também observado para fibra de piaçava por (Nascimento *et al.*, 2010).

Todo esse comportamento de perda de massa pode ser observado na figura 4.52.

Através da análise termogravimétrica foi possível observar que em atmosfera inerte, ocorreu uma perda de 7,134% de massa entre a temperatura ambiente e 200°C, devido à eliminação de água das fibras, como citado anteriormente. Após este processo, ocorrem dois degraus: 76,46% de perda de massa a 337°C e 15,09% a 519°C, representando a degradação dos constituintes das fibras, hemicelulose, celulose e lignina.

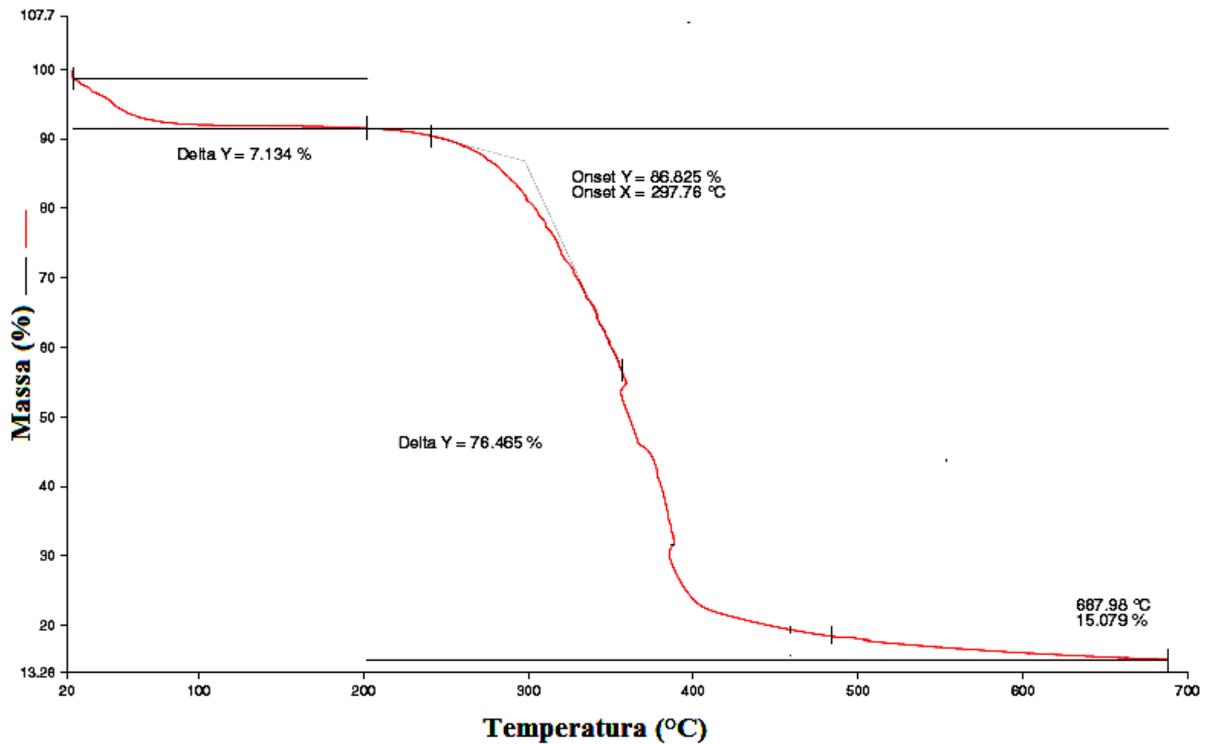


Figura 4.52 – Análise Termogravimétrica TG da fibra de buriti.

No processo de pirólise é possível identificar que as diferentes degradações das fibras estão de acordo com a literatura (Nascimento *et al.*, 2011); um degrau na faixa de 200 a 290°C indicando a degradação de hemicelulose, a faixa de 240 a 260°C indicando a celulose, e 280 e 500°C para a lignina.

4.8.2 TG/DTG de compósitos de fibras de buriti em matriz epóxi

Visando determinar as temperaturas de início, fim e máximas de decomposição térmica foram obtidas as curvas TG e DTG em função da temperatura para epóxi puro, fibra de buriti e compósitos, apresentados na figura 4.53 e 4.54.

Nota-se que as curvas apresentam faixas de temperatura de perda de massa muito próximas. Por outro lado, a perda de massa da fibra pura não está bem definida apresentando uma instabilidade dos constituintes da fibra, como a lignina, celulose e hemicelulose.

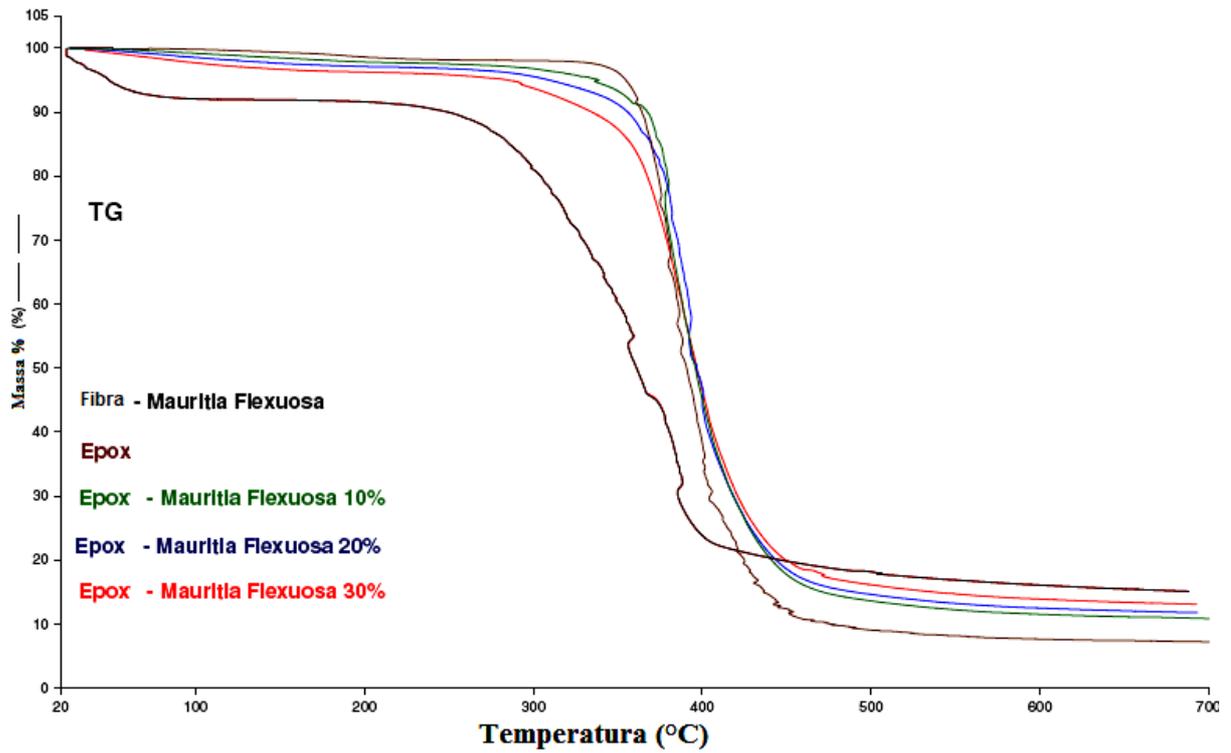


Figura 4.53 – Análise Termogravimétrica (TG) do epóxi, da fibra de buriti e de seus compósitos.

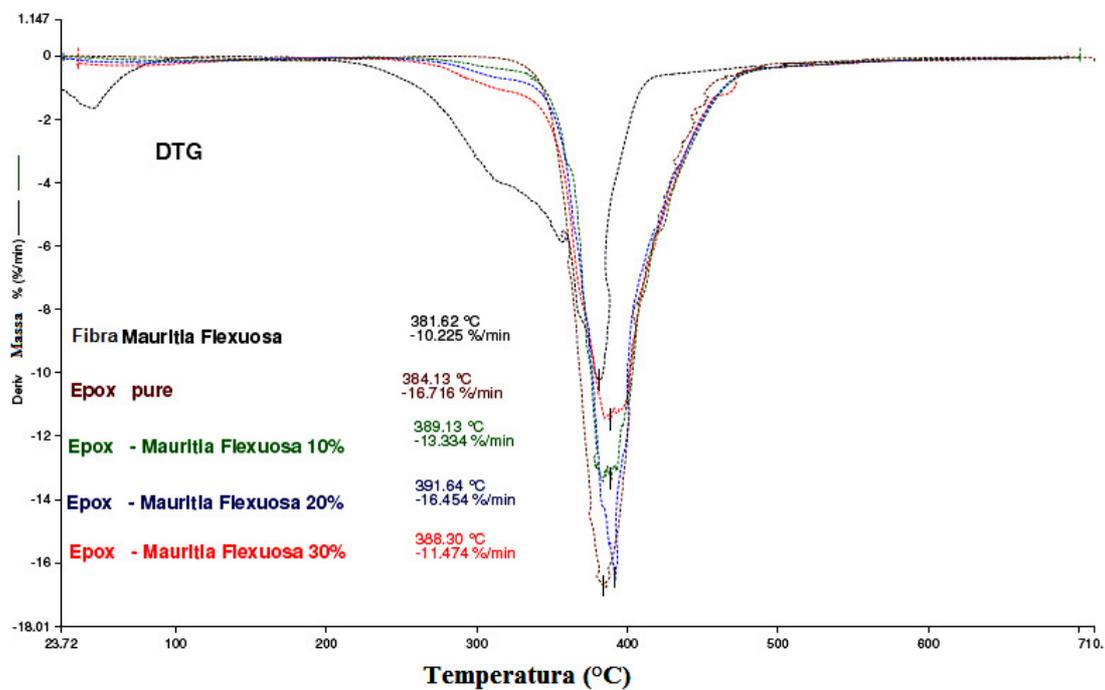


Figura 4.54 – Análise Termogravimétrica derivada (DTG) do epóxi, da fibra de buriti e de seus compósitos.

Restringindo-se a análise a uma menor faixa de temperatura, figura 4.55, pode ser observado que a fibra pura se degrada rapidamente entre 200 e 300°C, com perda de massa relativamente uniforme em função da temperatura. Atribui-se este comportamento aos componentes da fibra que volatizaram em temperaturas acima de 200°C.

Em uma segunda análise, para a matriz epóxi e compósitos com fibras de buriti variando em 10, 20 e 30% de fibra, percebe-se que até a temperatura de 260°C não ocorre degradação, apresentando curvas sobrepostas. Este fato revela que a matriz poliéster passa por um processo de cura.

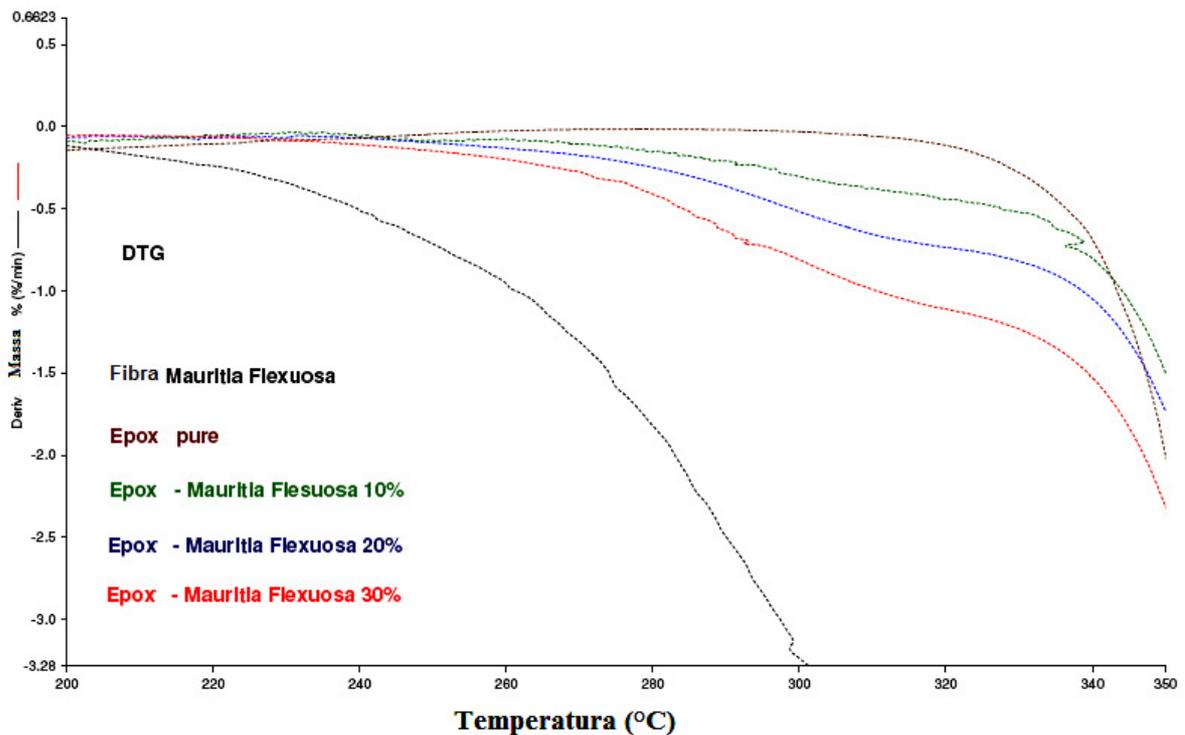


Figura 4.55 – Análise Termogravimétrica TG entre 200 a 350°C, da matriz epóxi, da fibra de buriti e compósitos.

O segundo estágio mostra uma maior perda de massa para compósitos em matriz epóxi com 30% de fibra de buriti incorporada, devido ao processo de decomposição dos componentes da fibra de buriti como a hemicelulose, celulose e lignina.

4.8.2 TG/DTG de compósitos de fibras de buriti em matriz poliéster

As curvas de TG e DTG mostradas na figura 4.56 e 4.57 revelam a estabilidade térmica da matriz de poliéster, fibra de buriti e compósitos com 10, 20 e 30% de fibra de buriti incorporada em termos de perda de massa.

A fibra de buriti apresenta uma perda de massa maior no patamar inicial seguida do compósito com 30% de fração da fibra. Como era de se esperar tendo em vista maior quantidade de substâncias voláteis presentes nas fibras. Percebe-se também que a matriz de poliéster pura apresenta comportamento similar à resina epóxi, com menor perda de massa quando comparado aos compósitos com adição de fibra de buriti e começa a se decompor em torno de 380° e 450°. Segundo Nascimento *et al.*, (2011), este comportamento é esperado para polímero termofixos em que a degradação térmica inicia-se com a evolução de compostos voláteis seguido de quebra e despolimerização das cadeias moleculares.

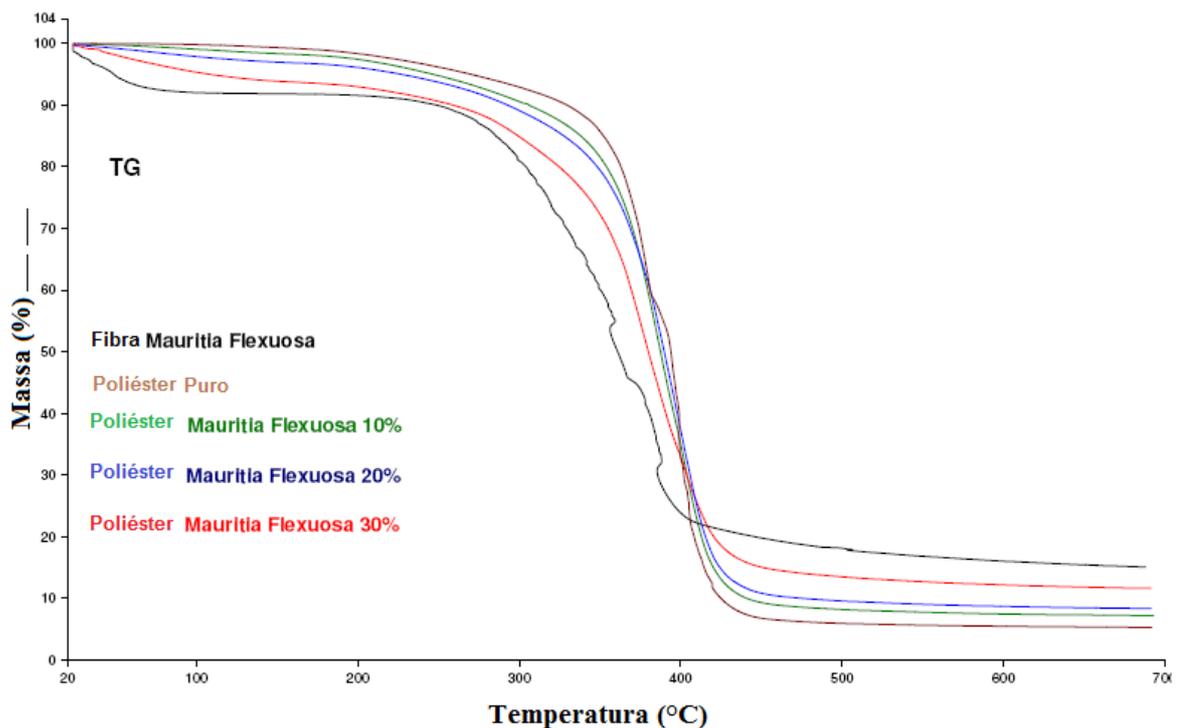


Figura 4.56 – Análise Termogravimétrica (TG) do poliéster, da fibra de buriti e de seus compósitos.

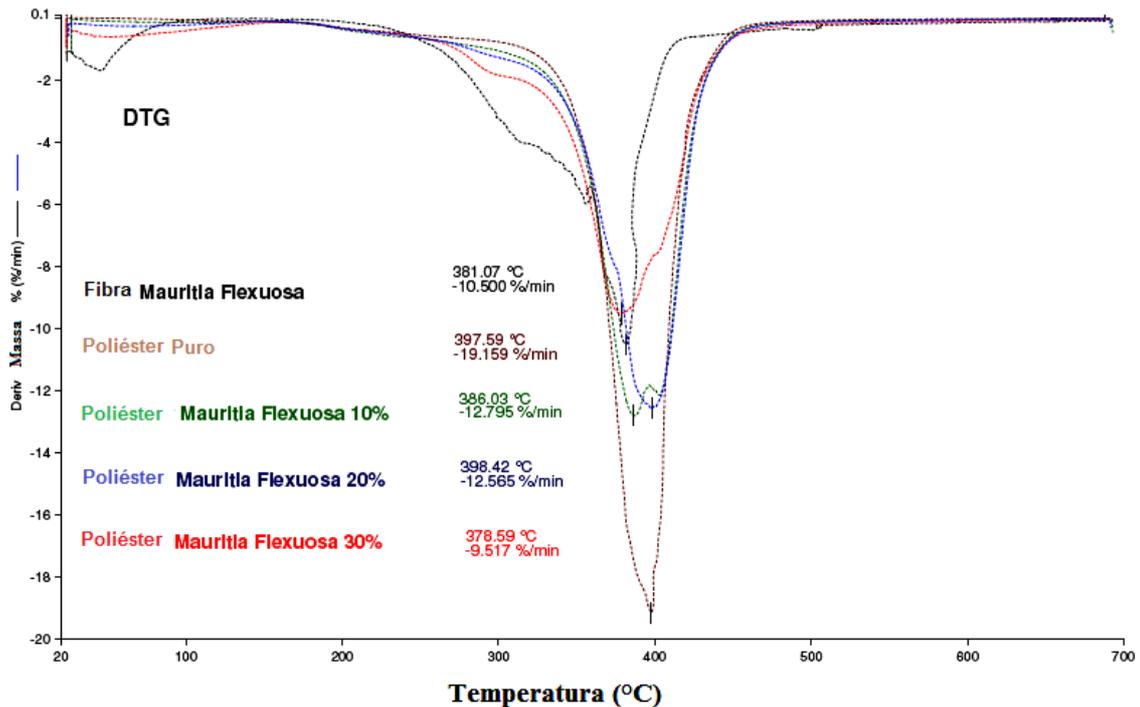


Figura 4.57 – Análise Termogravimétrica derivada (DTG) do poliéster, da fibra de buriti e de seus compósitos.

Também pode ser notado, com auxílio figura 4.57, que para as análises TG e DTG há uma superposição aparente de todos os compósitos investigados com relação às curvas de poliéster puro. Em princípio, isso indica que, pelo menos até uma fração de 30% em volume, ocorre pouco efeito sobre o comportamento térmico do compósito de poliéster, o que pode ser atribuída às fibras de buriti. Tal resultado é difícil de ser explicado, uma vez que a fibra de buriti deteriora em temperaturas mais baixas e a matriz de poliéster se decompõe na faixa de 300 – 500 °C.

O efeito do comportamento térmico sobre compósitos de poliéster com fibras de buriti pode ser detectado por distorções causadas na curva DTG, em comparação com a curva de poliéster puro (0% de fibra) para uma temperatura entre 300 - 380 °C. Essas distorções são mais acentuadas quanto maior fração do volume da fibra de buriti.

Uma possível interpretação para esse comportamento pode ser feita considerando-se que as curvas para os compósitos 10, 20 e 30% fibra de buriti e a reta correspondente ao poliéster puro com um máximo de cerca de 410 °C. Assim os

dois outros picos em torno de 370 e 390°C corresponderia à influência da degradação da fibra buriti.

Através da figura 4.58 foi possível definir melhor o comportamento das linhas facilitando a análise da decomposição dos picos térmicos.

Para o caso particular de fibras de buriti, concluiu-se que em atmosfera oxidante não é possível separar os processos de degradação dos diferentes componentes de fibras como a celulose, hemicelulose e lignina. Reações de degradação da fibra buriti são complexas e se sobrepõem na faixa de 220 a 350°C.

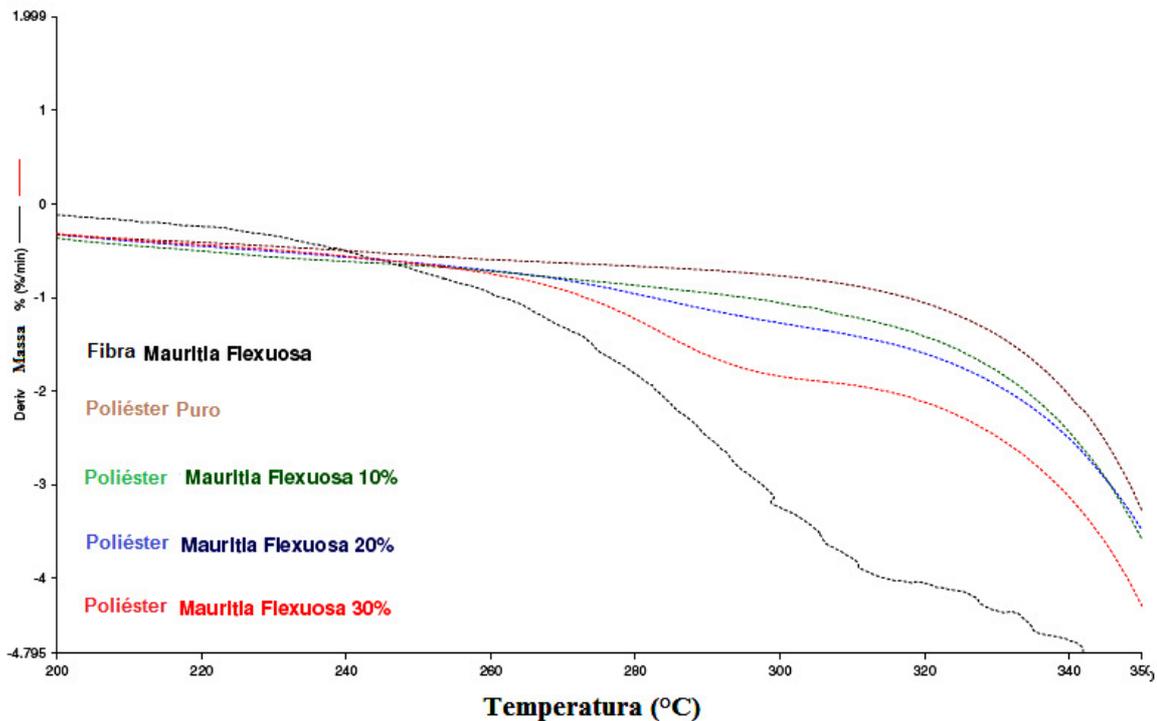


Figura 4.58 – Análise Termogravimétrica TG entre 200 a 350 °C do poliéster, da fibra de buriti e de compósitos.

O poliéster puro apresenta pouca perda de massa, no primeiro estágio de degradação e uma sobreposição com os compósitos de poliéster com 10, 20 e 30% de fibra de buriti. Este estágio atinge maior temperatura para degradação do poliéster puro seguido de 10, 20 e 30% de fibra incorporada. Este comportamento confirma a ocorrência da degradação dos componentes da fibra.

CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES

5.1 Conclusões

A presente tese de doutorado analisa as características morfológicas e as propriedades mecânicas e térmicas da fibra de buriti e de compósitos em matriz epóxi e poliéster com adição da fibra. Esta tentativa exploratória de absorver o conhecimento de tecnologia de produção de compósitos poliméricos, a qual é de grande importância científica e tecnológica para obtenção de novos materiais utilizados na engenharia, com matéria prima renovável do Brasil. Pode-se chegar às seguintes conclusões:

As fibras de buriti apresentam diâmetros com diferentes propriedades. Os maiores diâmetros acumulam mais imperfeições e afetam diretamente as propriedades da fibra de buriti.

Os valores para densidade são influenciados pelo diâmetro sendo que a média para os valores dos diâmetros diâmetro de 0,1 e 0,8mm foi encontrada uma densidade de 1,2 e 0,75 g/cm². Este maior valor da densidade para menores diâmetros sugerem baixa quantidade de defeitos na fibra.

Na avaliação do efeito da variação do tamanho dos diâmetros investigados para fibra de buriti foram constatadas importantes mudanças nas propriedades mecânicas da fibra.

Com diâmetros entre 0,8 para 0,1mm obteve-se um aumento no valor do Módulo de Elasticidade de 14,4 para 24 GPa, aumento de 171%, mostrando que diâmetros mais finos apresentam maior rigidez.

Foi possível perceber que a tensão de ruptura das fibras sofre influência do tamanho do diâmetro. Obteve-se para variação de 0,8 - 0,1mm um aumento de 226 % na resistência da fibra, de 163 para 369 MPa.

Os valores obtidos para o Módulo de Elasticidade e resistência a tração mostram que há um menor número de imperfeições, irregularidades e descolamento entre fibrilas com menores diâmetros investigados da fibra de buriti, tornando o material mais rígido e coeso.

Maiores quantidades de celulose na composição da fibra a torna mais resistente. Em uma análise inversa, a irradiação decompõe a celulose da fibra de buriti fazendo com que se torne um material menos resistente.

O tratamento por irradiação gama não melhora as propriedades mecânicas da fibra, apresentando menor resistência à tração da fibra de buriti. Este comportamento mostra que para maiores doses irradiadas, menor é a resistência à tração da fibra de buriti. Este comportamento foi influenciado pela quebra da cristalinidade da celulose.

Os testes de *Pullout*, nos compósitos permitiram observar o comportamento da interação fibra/matriz. Desta forma foi possível estabelecer um valor para o comprimento crítico $l_c = 7,09$ e $8,50$ mm e tensão interfacial de cisalhamento $\tau_c = 8,7$ MPa e $7,22$ respectivamente em epóxi e poliéster.

Os resultados do ensaio de flexão em compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras de buriti contínuas e alinhadas, apresentam uma melhora na resistência à flexão e no módulo de elasticidade em relação à matriz de epóxi e poliéster puro.

A resistência à flexão é maior para a incorporação de fibra superior a 20% da fração em volume de fibra, devido à efetiva participação da fibra de buriti. O módulo de elasticidade é significativamente maior para qualquer porcentagem de incorporação de fibras de buriti.

Os resultados de impacto Charpy e Izod mostram um eficaz reforço da fibra nos compósitos epóxi e poliéster. Pode-se atribuir esta resistência à fibra que absorve uma grande quantidade de energia, levando a um aumento da resistência ao impacto.

A resistência ao impacto Charpy e Izod aumentou com a incorporação de fibras de buriti no compósito epóxi/poliéster. Neste caso, maiores valores foram obtidos para 30% de fibra de buriti. Foi observado o descolamento da fibra após os ensaios, este fato se deve a interação fibra matriz. Isso faz com que a separação das fibras e da matriz represente o principal mecanismo de ruptura do compósito.

A análise termogravimétrica das fibras apresentou os processos de degradação para os seus constituintes (hemicelulose, celulose e lignina), das matrizes epóxi e poliéster e dos compósitos bem definidos para os complexos processos de degradação dos componentes.

5.2 Recomendações para trabalhos futuros

Nesta tese de doutoramento foi dada prioridade a ensaios mecânicos da fibra e do compósito de buriti, e fibras irradiadas, deixando como recomendações futuras:

Tendo em vista os resultados obtidos neste trabalho, sugere-se que seja analisada a associação da fibra de buriti e outras fibras lignocelulósicas como reforço em matérias compósitos híbridos em matriz polimérica. Sugere-se que sejam realizados ensaios de caracterização mecânica associando as fibras, principalmente ensaios de tração, visando correlacionar as propriedades mecânicas das fibras e seus efeitos de reforço nos compósitos. Variações nas frações volumétricas ou mássicas das fibras podem colaborar para determinar as condições que gerem maior sinergia entre as diferentes fibras.

Uma outra proposta é a determinação do ângulo de microfibrila, aspectos importantes no estudo das propriedades mecânicas das fibras. Verificar através do espectro de infravermelho das fibras de buriti as bandas de absorção dos grupos característicos de seus constituintes: lignina, hemicelulose e celulose.

CAPÍTULO 5: REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

- ABC - Associação Brasileira de Cerâmica, (2008) www.abceram.org.br/asp/abc_54f.htm em 14/03/08.
- Afonso, S. R. (2008). Análise Preliminar das Cadeias do Pequi e do Buriti, em nível Nacional e Identificação de Territórios Estratégicos. Relatório corresponde ao Produto 2 do Projeto PNUD BRA 99/025 – Contrato 2008/000931.
- Agarwal, B.D.; Broutman, L.J. (2000) *Analysis and Performance of Fiber Composites*, Nova York: John Wiley & Sons.
- Agopyan, V.; Savastano Jr. H.; John V.M.; Cincotto, M.A. “Developments on vegetable fibre–cement based materials in São Paulo, Brazil: an overview” *Cement & Concrete Composites* 27 (2005) 527–536.
- Almeida, S.P.; Proença, C.E.B.; Sano, S.M.; Ribeiro, J.F. , 1998. *Cerrado: espécies vegetais úteis*. Planaltina: EMPRAPA-CEPAC.
- Amim, P. R. P.; Pacheco, E. B. A. V. (2004) “Mistura Polipropileno e fibra de coco”. *Jornal de Plásticos*, jun.2004.
- Aquino, RCMP.,(2003) *Desenvolvimento de compósitos de Fibras de Piaçava da espécie Attalea Funifera Mart e Matriz de Resina.*, Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) Rio de Janeiro, UENF, Universidade Estadual do Norte Fluminense, P-13.
- Aquino, R. C. M. P.; Almeida, J. R. M; Monteiro, S.N. (2005). Análise do Compósito de Piaçava/Resina poliéster, como substituto da Madeira. In: 60º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, 24-27 de julho de 2006, Belo Horizonte, MG, Brasil.
- Aquino, R.C.M.P; Ferreira, A.S.; Monteiro, S.N.; Lopes, F.P.D.(2006). Comportamento mecânico do compósito curauá/resina poliéster. In: 17 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - CBECIMAT, 2006, Foz do Iguaçu.

Anais do 17 CBECIMAT. São Paulo: IPEN - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, 2006. v. 1. p. 10.

- Aquino, R. V; Rodrigues, A. R.F; Barros, A. R. F .(2008) Curaua/Glass Hybrid Composite: The Effect of Water Aging on the Mechanical Properties. Journal of Reinforced Plastics and Composites OnlineFirst, published on August 19, 2008
- Ashbee, K.H.G. (1993) Fundamentals Principles of Fiber Reinforced Composite, 2a Edição, Lancaster : Thecnomic Pub. Comp. Inc.
- Bevitor, A.B. i, I.L.A. Silva, S.N. Monteiro (2010) “Weibull analysis of the tensile strength variation with diameter for jute fibers”. In: Proceedings of the Biomaterials Symposium,First TMS-ABM International Materials Congress. Rio de Janeiro, Brazil, 2010, pp. 1-10.
- Bhattacharya, D.; Bowis, M.; Jayaraman, K.. “Thermoforming wood (2003) fiberpolypropylene composite sheets”. *Composites Science and Technology*. v.63, p. 353-365.
- Bledzki A K,; Reihmane, S, Gassan J, (1996) “Properties and modification methods for vegetable fibers for natural fiber composites”, *J. Appl. Polym. Sci.*, 59, p.1329-1336.
- Bledzki, A.K.; Gassan, J. (1999) Composites reinforced with cellulose-based fibres. *Prog. Polym. Sci*, v. 24, p. 221-274.
- Boynard, C.A.; Monteiro, S.N.; D’Almeida, J.R.M. (2003) Aspects of Alkali Treatment of Sponge Gourd (*Luffa cylindrica*) Fibers on the Flexural Properties of Polyester Matrix Composites. *J. Appl. Polym. Sci*. v. 87 p.1927-1932.
- Bridson, J. A. (1966) Handbook of Plastics Materials. Van Nostrand Co. p. 451–483.
- Caetano, L. F.; Graeff, A. G.; Garcez, E. O.; Bernardi, S. T.; Silva Filho, L. C. P. (2004) “Compósito de matriz cimentícia reforçada com fibras” *II Seminário de*

Patologia das Edificações - Novos Materiais e Tecnologias Emergentes 18 a 19 de novembro de 2004 - Salão de Atos II - UFRGS - Porto Alegre – RS.

- Callister, W.D. (2000) *Materials Science and Engineering – An Introduction*, 5a Edição, Nova York : John Wiley & Sons.
- Canevarolo Jr, S. V. (2007) *Técnicas de caracterização de polímeros – Camara brasileira do livro*, SP, Brasil – Editora Artliber, 2003.
- Cantero, G.; Arbelaiz, A.; Liano-Ponte, L.; Mondragón, I.. “Effects of fibre treatment on wettability and mechanical behaviour of flax/polypropylene composites”. *Composites Science and Technology*. v. 63, p. 1247-1254, 2003.
- Cantwell, W. J. E Morton, J. (1991) *The impact Resistance of Composites Materials – a Review – Composites*; vol. 22, n.5.
- Caraschi, J. C.; Leão, A.L.. (2002) “Wood flour as reinforced of polypropylene”. *Materials Research*. v. 5, p. 405 - 409, 2002.
- Carvalho, I. H. (1996) *International Lignocellulosics-Plastics Composites*, P. 197-222
- Carvalho, E. A.(2007) *Avaliação da influência do fator de localização e rank mediano no valor do módulo de Weibull em materiais frágeis*. In: 62º CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS – ABM, Jul. 2007, Vitória, ES, Brasil, p. 1-10.
- Carvalho, L.H. de; Cavalcanti, W.S.; Nóbrega, M.M.S. (2009) *Tensile properties of hybrid vegetable/glass fiber fabric reinforced unsaturated polyester composites*. In: *Natural Polymers and Composites IV*, p.486-490.
- Clough R. L.; Gillen K. T.; Malone G. M.; (1996) *Color Formation in irradiated Polymers*. *Rad. Phys. Chem*. V.48, n. 48, n.5, p. 583-594.

- Colom, X; Carrasco, F.; Pges, P.; Canavate, J.. “Effects of different treatments on the interface of HDPE/lignocellulosic fiber composites”. *Composites Science and Technology*. v. 63, p. 161-169, 2003.
- Costa L. L, R.L. Loiola, S.N. Monteiro (2010) “Tensile strength of bamboo fibers: Weibull analysis to characterize the diameter dependence”. In: Proceedings of the Biomaterials Symposium, First TMS-ABM International Materials Congress. Rio de Janeiro, Brazil, 2010, pp. 1-10.
- Crocker, J. (2008) Natural materials innovative natural composites. *Materials technology*, v. 2-3 n. 3 p. 174-178.
- Curling, S.; Clausen, C.; Winandy, J.; Jerrold, E. (2008) Comparison of the effects of gamma irradiation and steam sterilization on southern pine sapwood. *For. Prod. J.*, v. 58, p. 87-90, 2008.
- D'Alemida, J.R.M.; Aquino, R.C.M.P.; Monteiro, S.N. (2006) Tensile Mechanical Properties, Morphological Aspects and Chemical Characterization of Piassava (*Attalea funifera*) Fibers. *Composites. Part A*, v. 37, p. 1473-1479.
- Ferreira A.S., S.N. Monteiro, F.P.D. Lopes (2008) “Curaua fiber mechanical properties evaluation by the Weybull analysis” (in Portuguese), In: Proceedings of the 64th International Congress of the Brazilian Association for Metallurgy and Materials, Belo Horizonte, Brazil, 2009, pp. 1-12.
- Ferreira, A. S. (2009). Características estruturais e propriedades de compósitos poliméricos reforçados com fibras longas de curauá. Tese (Doutorado engenharia e ciências dos materiais) Campos dos Goytacazes, RJ, UENF, Universidade Estadual do Norte Fluminense “Darcy Ribeiro”.
- Ferreira, J. A.; Costa J. D.; Reis P. N. B. (1999) Static and fatigue behaviour of glassfibre -reinforced polypropilene composites, Elsevier Science, Portugal,.

- Folkes, M. J. (1982). Short fibre Reinforced Thermoplastics. John Willey & Sons, New York.
- Freire, E. (1992) Caracterização e Análise Estrutural de Polipropileno Reforçados com fibra de vidro Através do Metodo de Elementos Finitos. Tese (Mestrado em Ciência e tecnologia de Polímeros), Rio de Janeiro – Rj, Instituto de Macromoléculas Professora Eloísa/Universidade do Rio de Janeiro-IMA/UFRJ, p.1-27.
- Freitag, C.M.; Morrell, J.J. (1998) Use of gamma radiation to eliminate fungi from wood. *For. Prod. J.*, v. 48, 1998.
- Garcia. A. Spim, J. A. Santos, C. A . (2000) Ensaaios de Materiais. 1 edição. Rio de Janeiro, Ed: LTC.
- Gassan. J. (2002) A study of fibre and interface parameters affecting the fatigue behaviour of the natural fibre composite. Composite: Parte A , applied science and manufacturing.
- Giacomini, N P (2003) “Compósitos reforçados com fibras naturais para a indústria automobilística”, Dissertação de Mestrado, USP-Universidade de São Paulo, p.21, São Carlos-SP.
- Goda, K.; Cao, Y. (2007) Research and development of fully green composites reinforced with natural fibers. *Journal of Solids Mechanics and Materials Engineering*, v. 1, n° 9, p. 1073-1084.
- Goeldi, E. (1991) Espécies vegetais produtoras de fibras utilizadas por comunidades amazônicas. *Museu Paraense Emílio Goeldi. Série Botânica* 7(2).
- Gore, A. (2006) *An Inconvenient Truth. The Planetary Emergency of Global Warming and What We Can Do About It.* Emmaus, Pennsylvania, USA: Rodale Press.
- Guimarães , J. L.; Wypych, F.; Saul, C. K.; Ramos, L. P.; Satianarayana, K.G. (2010) Studies of the processing and characterization of corn starch and its

composites with banana and sugarcane fibers from Brazil. *Carbohydrate Polymers*, v.80, p.130–138, (2010).

- Hristov, V. N.; Lach, R.; Grellmanm, W.. “Impact fracture Behavior of modified Polypropylene/Wood Fiber Composites”. *Polymer Testing*. v. 23, p. 381-389, 2004.
- Hull, D.; Clyne, T. W. (1996) *An Introduction to Composite Materials*, 2a ed., Cambridge: Cambridge Univ. Press.
- IBGE, Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. (2007a). *Produção da Extração Vegetal e da Silvicultura*, Diretoria de Pesquisas, Coordenação de Agropecuária. Disponível em: <http://www.sidra.ibge.gov.br/>. Acessado em: 02/dez/2010.
- IBGE, Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. (2007b). *Contagem da População 2007. O Brasil por municípios*. Disponível em: <http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/populacao/contagem2007/default.shtm>. Acessado em: 02/dez/2010.
- Jayaraman, K.. “Manufacturing sisal-polypropylene composites with minimum fibre degradation”. *Composites Science and Technology*. v. 63, p. 367-374, 2003.
- Joseph, A.; Sreekala, M. S.; Oomens, Z.; Koshy, P.; Tothomas, S. A. (2002) “ A comparison of the mechanical properties of phenol formaldehyde composites reinforced with banana fibre and glass fibres”. *Composites Science and Technology*, v. 62, p. 1857-68, 2002.
- Joshi, S. V.; Drzal, L. T.; Mohant, A. K.; Aurora, S. “Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. v. 35, p. 371-376, 2004.
- Kozlowski R, Rawluk M, Barriga J. State of the art-production, processing and applications of fibrous plants. In: Sivam RL, Araújo RC, editors. 2nd international conference on textile engineering (SINTEX-2004) Proceedings, September 7–11; 2004, Natal, in CD-ROM, Paper No.TIP-1-007.

- Kunstadt, P.; Steleeves, C.; (1993) "Economics of food irradiation" Radial Phys chem.. Vol 42. Nos 1-3 pp. 259-268.
- Lach, D. (1998) Developments and Applications of Continuous fibre Reinforced Thermoplastics, New York: Van Nostrand Reinhold Co, 576-588p.
- Lavengood, R.; Silver, F. M. (1988). Engineering Materials Handbook Engineering Plastic: Interpreting Supplier Data Sheets. Metals Park: ASM International; v.2 638-345p.
- Leão, A. L.; F.X., Frollini, E. (1997) Lignocellulose-Plastics Composites, plastic composite. USP & UNESP.
- Lopes, F. P. D.; Monteiro, S. N.; Ferreira, A. S.; Rodrigues, R. S. (2008) Comportamento dinâmico-mecânico em compósitos epoxídicos reforçados com fibras de curauá. 18° CBECIMAT – Congresso Brasileiro de Engenharia e ciências dos materiais, Porto de galinhas, PE, Brasil, 2008.
- Lopes, F. P. D.; Ferreira. A S.; Rodrigues, R. J. S. Monteiro, S. N. (2011) Characterization of thermal Behavior of Polyester Composites Reinforced With Curauá Fibers by Differential Scanning Calorimetry. TMS 2011.
- Lorenzi, H. et. al., 2004. Palmeiras Brasileiras e Exóticas Cultivadas. Nova Odessa, SP: Instituto Plantarum.
- Lyons, B. J.; Johnson, W. C.; Reichmanis, E. (1993) Irradiação of Polymer Materials: Processes, Mechanisms, and Applications. Amer. Chemical Society, v.527 p.62-73.
- Mallick P. K., (1993) Fiber Reinforced Composites, New York, 1993.
- Mano, E. B. (2000). *Polímeros como Materiais de Engenharia*. Editora Edgard Blücher Ltda. São Paulo, 2000.

- Margem F.M., J. Bravo Neto, S.N. Monteiro (2010) “Ramie fibers mechanical properties evaluation by the Weibull analysis” (in Portuguese). In: Proceedings of the 19th Brazilian Congress on Materials Science and Engineering. Campos do Jordão, Brazil, 2010, pp. 1- 10.
- Matthews, F.L.; Rawlings, R.D. (1994) Composite Materials: Engineering and Science, Londres: Chapman & Hall.
- Medina, Julio Cesar. (1959) Plantas Fibrosas da Flora Mundial, Instituto Agronômico de Campinas.
- Meterns, R. R. (2002). Gravimetric of analyse-treated neutral detergent fiber in feeds with refluxing in beakers of crucibles: Callaborative study. Journal of ADAC international 85, 1217-1240
- Mohanty, A.K.; Misra, M.; Hinrichsen, G. (2000) Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview. Macromolecular Mater. and Eng., v. 276, p.1-24.
- Mohanty, A.K., Misra, M., Drzal, L.T. (2002) “Sustainable biocomposites from renewable resources: opportunities and challenges in the green material world”. *J Polym Environ*, vol. 10, pp. 9-26.
- Mohanty, A. K.; Wibowo, A.; Misra, M.; Drzal, L. T.. (2004) “Effect of process engineering on the performance of natural fiber reinforced cellulose acetate biocompósitos”. *Composites Parte A: Applied Science and Manufacturing*. v. 35, p. 363-370.
- Monteiro, S.N.; Aquino, R.C.M.P.; Lopes, F.P.D.; Carvalho, E.A.; D’Almeida, J.R.M. (2006) Comportamento mecânico e características estruturais de compósitos poliméricos reforçados com fibras contínuas e alinhadas de curauá. *Revista Matéria*, v. 11, n. 3, p. 197-203.
- Monteiro, S.N., Lopes, F.P.D., (2007) Ensaio de impacto em compósito polimérico reforçado com fibras de curauá – In: 62º CONGRESSO ANUAL DO CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS ,ABM, julho de 2007, Vitória, ES. p. 1-10

- Monteiro, S.N, Costa, L.L., Santafé, H.P.G.,(2008) Tenacidade ao impacto Charpy de compósito epoxídico reforçado com fibras de coco, In: CBECIMAT – CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, outubro de 2008, Porto de Galinha – PE – Brasil.p. 1-12.
- Monteiro, S.N.; Lopes, F.P.D.; Ferreira, A.S.; Nascimento, D.C.O. (2009a) Natural fiber polymer matrix composites: cheaper, tougher and environmentally friendly. JOM, v. 61, n. 1, p. 17-22.
- Monteiro, S.N.; Lopes, F.P.D.; Motta, L.C.; Marques, L.S.; Portela, T.G.R. (2009b) “Statistical analysis to characterize the uniformity of mechanical properties of butiti fibers”. *Proceedings of the Characterization of Mineral, Metals & Materials, TMS 2009*, (San Francisco, CA, USA, March 2009) 1-8.
- Monteiro, S.N., Satyanarayana, K.G., Lopes, F.P.D., (2010) “High strength natural fibers for improved polymer matrix composites”, *Mater Sci. Forum*, vol. 638-642, pp. 961-966.
- Monteiro, S. N; Perissé, F. D. L; Costa, L. L; Bevitori, A.. B; Silva, I. A. S. Barbosa A.P,(2011) Natural Lignocellulosic Fibers as engineering materials – na overview. The minerals, metals & materials Society and ASM International 2011, 2966-Vol 42A, octouber 2011.
- Mueller, D. H.; Krobjilowski, A. (2003) “New discovery in the properties of composites reinforced with natural fibers”. J. ind. Text., V.33, p. 100-130.
- Nabi Saheb, D.; Jog, J.P. (1999) Natural fiber polymer composites: A review. *Advances in Polymer Technology*, v. 18, p. 351-363.
- Nascimento, D. C. O.; Monteiro, S. N.; Motta L. C.; “Characterization of the toughness of piassava fiber reinforced epoxy matrix composites by Izod impact test” *Proceeding of the Characterization of Minerals, Metals & Materials – TMS Conference* (San Francisco, CA, USA, February 2009),1-7

- Nascimento D.C.O., Motta L.C., , Monteiro S.N.(2010): “Weibull analysis of tensile tested piassava fibers with different diameters”, In: Proceedings of the Characterization of Minerals, Metals and Materials Symposium – TMS Conference, Seattle, USA, 2010, pp. 1-8.
- Nascimento, C. O. N.; Ferreira. A. S. F.; Monteiro. S. N.; Rodrigues R. S.; Silva I. L. A. S.; (2011) Comportamento Térmico das Fibras de Piaçava (*Attalea funifera*) Através Através de Ensaio de TG/TDTG E DSC. TMS
- Navarro, R. F.; Medeiros, J.; Mariz, T. F.. “Determinação do conteúdo de celulose e lignina em fibras de Luffa Cilíndrica”. *Anais do I Congresso Brasileiro de Polímeros*, São Paulo novembro de 1991.
- Neagu, R. C.; Gamstedt, E. K.; Lindstrom, M.. “Influence of wood-fibre hygroexpansion on the dimensional instability of fiber mats and composites”. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. v. 36, p. 772-778, 2005.
- Neto, F.L., Pardini, L.C. (2006) *Compósitos Estruturais*. 1. Ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2006. 313 p.
- Pereira, S. J.; Muñoz, G. I. B.; Kaminsk, M.; Klock, U.; Nisgoski, S.; Fabrowaki, F. J. Celulose de buriti (*Mauritia vinifera* Martius). *SCIENTIA FORESTALIS* n. 63, p. 202-213, jun. (2003).
- Portela, T.G.R.; Lopes, F.P.D.; Loiola, R.L.; Monteiro, S.N.; Carvalho, E.A. (2009) “Evaluation of the diameter influence on the tensile strength of buriti fibers by the Weibull method” (in Portuguese), *Proceedings of the 64th Annual Meeting of the Brazilian Society for Metallurgy, Materials and Mining*, (Belo Horizonte, MG, Brazil, July 2009) 1-10
- Portela, T.G.R., Costa, L.L., Lopes F.P.D., Monteiro, S.N., (2010a) “Characterization of fibers from different parts of the buriti palm tree”, In: *Proceedings of the TMS – Conference, Characterization of Minerals Metals & Materials Symposium*, pp. 1-7, Seattle, USA, March (2010).

- Portela, T.G.R.; Costa, L.L.; Lopes, F.P.D.; Monteiro S.N. (2010b) Characterization of fibers from different parts of the buriti palm tree, Proceedings of TMS 2010. Seattle, USA. p.1-8. February 2010.
- Portela, T.G.R.; Costa, L.L.; Lopes, F.P.D.; Santos, N.S.S.; Monteiro S.N. (2010c) Tensile behavior of polyester composite reinforced with strong buriti petiole fibers. TMS ABM 2010 . Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- Rocha, R. M.; Moura E. A. B.; Bressiani J. C.; Bressiani A. H. A.; “Effect of electron beam radiation dose on the foam formation in pre-ceramic polymer” Radiation Physics and Chemistry 79 (2010) 301–305.
- Rot, K.; Huskic, M.; Mlakarovic, M.; Mlakar, T. L.; Žigon, M.. “Interfacial effects in glass fibre composites as a function of unsaturated polyester resin composition”, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. v. 32, p. 511-516, 2001.
- Rosato, D. V.; Rosato, D. V. Reinforced plastics Handbook. Publisher: Elsevier, 2004.
- Rowell, R.; Sanade A. R.; Caulfreud, D. F. E Jacolson, R. E. (1997). Utilization of Natural Fibers in Plastic Composites: Problems and Opportunities.
- Rosário, C. S.; (2006) Tese (Feixes de elétrons sobre polietileno de ultra alto peso molecular virgem e reciclado industrial) Instituto de pesquisas nucleares autarquia associada a universidade de São Paulo.
- Sahed D.N.; Jog J.P. (1999) Natural fiber polymer composites: a review, *Advances in Polymer Technol.*, 18, 221-274.
- Santafe H.P.G. Jr., S.N. Monteiro, L.L. Costa (2009) “Weibull distribution as an instrument of statistical analysis for coir fiber tensile tests” (in Portuguese), In: Proceedings of the 64th International Congress of the Brazilian Association for Metallurgy and Materials. Belo Horizonte, Brazil, 2009, pp.1-12.

- Santafe H.P.G. Jr (2011) Características estruturais e propriedades de compósitos poliméricos reforçados com fibras de coco. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) Rio de Janeiro, UENF, Universidade Estadual do Norte Fluminense.
- Santos, A. M. (2006). Estudo de compósitos híbridos polipileno/fibras de vidro e coco para aplicações em engenharia. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) Paraná, UFP, Universidade Federal do Paraná.
- Santos, N. S.; Dias, C. G. B. T.; Sanches, E. M. S.; Zavaglia, C. A.; Albuquerque, E. L. (2008)a “Caracterização microestrutural e mecânica da fibra de Miriti para utilização como reforço em compósitos poliméricos” 3565 – 3573 p 18º CBECiMat – 24 a 28 de novembro de 2008, Porto de Galinhas, PE, Brasil.
- Santos, N. S.; Dias, C. G. B. T.; Sanches, E. M. S.; Zavaglia, C. A.; Albuquerque, E. L. (2008)b “Influência do tratamento químico nas propriedades de impacto do compósito de fibras de Miriti/resina de poliéster insaturado” 4799 – 4810 p 18º CBECiMat – 24 a 28 de novembro de 2008, Porto de Galinhas, PE, Brasil.
- Santos, N.S.S.; Sanchez, E.M.S.; Cavani, C.S.; Sanchez, C.G.; Dias, C.G.B.T.; Zavaglia, C.A.C.; Albuquerque, E.L. (2007a) Compósitos de resina poliéster insaturado com fibras de miriti: propriedades mecânicas de flexão. In: 9 Congresso Brasileiro de Polímeros.
- Santos, N.S.S.; Sanchez, E.M.S.; Zavaglia, C.A.C.; Albuquerque, E.L. (2007b) Mechanical properties of Amazonian vegetable fiber/unsaturated polyester composites. In: 6 SBPMAT.
- Santos, R. S.; Souza, A. A.; De Paoli, M. A.; Souza, C. M. L.; (2010) Cardanol–formaldehyde thermoset composites reinforced with buriti fibers: Preparation and characterization Composites: Part A 41 (2010) 1123–1129.
- Saraiva, N, A. (2009). Manejo Sustentável e Potencial Econômico da Extração do Buriti nos Lençóis Maranhenses. Dissertação de Mestrado. Centro de Desenvolvimento sustentável. Brasília, DF, UNB, Universidade de Brasília.

- Satyanarayana, K.G.; Wypych, F.; Guimarães, J.L.; Amico, C.S.; Sydenstricker, T.H.D.; Ramos, L.P. (2005) Studies on natural fibers of Brazil and green composites. *Met. Mater. Proc.*, v. 17(3-4), p. 183-194.
- Satyanaryana K.G., F. Wypych, J.L. Guimarães, C.S. Amico, T.H.D. Syndenstricker and L.P. Ramos, (2005) Studies on natural fibers of Brazil and green composites, *Met Mater Proc* 17 (3–4) (2005), pp. 183–194.
- Satyanarayana, K.G., Guimarães, J.L., Wypych, F., (2007) “Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I (2007) Source, production, morphology, properties and applications”. *Composites: Part A*, vol. 38, pp.1694-1709, 2007.
- Satyanarayana, K. G.; Arizaga, G. G.C.; Wypych, F. (2009) “Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—An overview” *Progress in Polymer Science* 34 982–1021.
- Savastano Jr., H. Luz, Phc. Nolasco, A.M. (1997) Seleção de Resíduos de alguns tipos de fibras vegetal, para reforço de componentes de construção. In: Encontro Nacional Sobre Edificações e Comunidades Sustentáveis, 1. Canela, nov Anais. Porto Alegre, Antac. P107-12.
- Savastano, Jr H.; Warden P.G.; Coutts, R.S.P. (2000) “Brazilian waste @bres as reinforcement for cement-based composites” *Cement & Concrete Composites* 22 379±384.
- Schuchardt, U.; Bianchi M. L; Gonsalves, A. R.; Curvelo, A. A. S; Biscolla, F. C. Peres. L. O. (1995). Piassava Fibers (attalea funifera). Chemical analysis, extration and reactivity of its lignin. *Celulose Chem. & Technol*; 29: 705-712.
- Silva, D.B. (2000). Frutas do Cerrado. Brasília: Emprapa Informação Tecnológica.
- Silva, R. V.; Bose, Filho,W.WE.; Spinelli, D.(2002) “Sisal Weave-Polyurethane Compósito: Mechanical and Dynamical Properties” In: *FOURTH INTERNATIONAL*

SYMPOSIUM ON NATURAL POLYMERERS AND COMPOSITES, 2002. Anais. São Paulo.

- Spinacé, M. A. S.; Lambert, C. S.; Fermoselli, K. K. G.; DE Paoli, M. A. Characterization of lignocellulosic curaua fibres. *Carbohydrate Polymers*, v. 77, p.47-53, (2009).
- Tomezak, F.; Sydenstricker, T. D. S.; Satyanarayana, K. G.; (2007) “Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part II: Morphology and properties of Brazilian coconut fibers”. *Composites: Part A* 38 (2007) 1710–1721.
- Vilhena-Portiguara, R.C.; Almeida, S.S.; Oliveira, J.; Lobato, L.C.B. & Lins, A.L.F.A. (1987). Plantas fibrosas I. Levantamento botânico na micro-região do Salgado (Para, Brasil). *Belém*, 3(2): 279-301.
- Wambua, P.; Ivens, I.; Verpoest, I. (2003) Natural fibers: can they replace glass and fibre reinforced plastics?” *Composites Science and Technology*, v. 63, p. 1259-1264.
- Weeton, J. W. (1986) .*Engineers Guide to Composite Materials*, American Society for Metals, Metals Park, OH, 1986.
- Wiebeck, H., Harada, J. (2005) *Plásticos de Engenharia, Tecnologia e Aplicações*. Artiber Edirora Ltda. p. 134.
- Wilkeres, J.O., Greene, J.P. (1995) Steady-State and Dynamic Properties of Concentrated Fiber-Filled Thermoplastics. *Polymer Engineering and Science*, MID-November, v. 35, n. 21, p. 1-12.
- Yue, C.Y.; Looi, H.C; Quel, M.Y. (2005) Assessment of Fibre-Matrix Adhesion and Interfacial Properties Using the Pullout Test. *Int. J. Adhesion and Adhesives*, v. 15, p. 73-80, 1995.
- Zah, R.; Hischier, R.; Leão, A.L.; Brown, I. (2007) Curaua fibers in automobile industry – A sustainability assessment. *J. Cleaner Production*, v. 15, p. 1032-1040.

- Zhu, W.H.; Tobias. B.C.; Coutts, R.S.P and Langfors, G (1994) "Air-cured banana-fibre-reinforced cement composites". *Cement and Concrete Composites*. Vol. 16, Issue 1, 1994, pp 3-8.

ANEXO 01 – Trabalhos em congressos e publicações

Barbosa, A. P.; Costa L. L.; Portela T. G. R.; Moura E. A.; Del Mastro N. L.; Satyanarayana K. G.; Monteiro S. N.; (2010) “Effect of electron beam irradiation on the mechanical properties of buriti fiber” *Revista matéria*, v, X n. Y, pp. PP – PP, 200x.

Barbosa, A. P.; Lopes F. P; Portela T. G. R.; Monteiro S. N.; (2010) “Ensaio de pullout em fibras de buriti incorporadas em matriz epóxi” 66º congresso da ABM, de 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP – Brasil.