

FACULDADE DE TECNOLOGIA DE SÃO PAULO

CURSO SUPERIOR DE TECNOLOGIA EM MATERIAIS

ALEXANDRE OKA THOMAZ CORDEIRO

**EFEITOS DO TRATAMENTO ALCALINO NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS DAS FIBRAS DE BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR EM
COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRAS NATURAIS**

SÃO PAULO

2014

FACULDADE DE TECNOLOGIA DE SÃO PAULO

CURSO SUPERIOR DE TECNOLOGIA EM MATERIAIS

ALEXANDRE OKA THOMAZ CORDEIRO

**EFEITOS DO TRATAMENTO ALCALINO NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS DAS FIBRAS DE BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR EM
COMPÓSITOS REFORÇADOS COM FIBRAS NATURAIS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Faculdade de Tecnologia de São Paulo para
obtenção do Título de Tecnólogo em Materiais
com ênfase em Polímeros.

Orientador: Prof^o. Dr. Davinson Mariano da Silva

SÃO PAULO

2014

Dedico este trabalho aos meus pais Luiz Cordeiro e Rosa Cordeiro, meu irmão Bruno e minha irmã Caroline, parentes, amigos e minha companheira Bárbara Kimura pelo apoio e incentivo.

“You never fail until you stop trying.”

Albert Einstein

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer aos meus pais Luiz Carlos Thomaz Cordeiro e Rosa Sayuri Oka Cordeiro por terem me dado à oportunidade de sempre buscar uma boa formação, não só acadêmica, mas também de vida. Graças ao esforço por eles realizado em suas vidas, cuidando da nossa família, e sempre oferecendo o melhor para nós, é que foi possível chegar onde estou. Agradeço de coração pela oportunidade que me foi dada ao longo dos anos para que eu pudesse obter minha graduação.

A meu irmão Bruno Oka Thomaz Cordeiro e irmã Caroline Oka Thomaz Cordeiro, agradeço por estarem presentes em minha vida, além de toda ajuda e amizade ao longo dos anos.

A todos os meus amigos agradeço pela amizade em todos os momentos e principalmente pelo apoio e incentivo.

Também gostaria de agradecer a todos os professores, professoras e colegas que estiveram comigo durante toda minha vida, e que me passaram todo conhecimento que hoje tenho, aos auxiliares docentes do Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais (LPCM) e a Faculdade de Tecnologia de São Paulo pela graduação obtida.

Não posso deixar de agradecer a minha melhor amiga e companheira Bárbara Ariane de Souza Kimura por todo apoio e incentivo durante meus estudos. Obrigado por fazer parte da minha vida, me oferecendo carinho, amor e sua amizade.

A todos vocês, muito obrigado.

RESUMO

Neste trabalho foi feito um estudo dos efeitos do tratamento alcalino em fibras de bagaço de cana-de-açúcar. Foi realizada a caracterização das fibras antes e depois do tratamento utilizando hidróxido de sódio (NaOH) a 1 mol à 60 °C por 30 minutos, 1 hora e 3 horas de tratamento. Para analisar os efeitos do tratamento um compósito formado por resina epóxi foi reforçado com as fibras com concentrações de 3 % e 5 % em massa. O compósito foi preparado e moldado em corpos de prova pela mistura da resina e das fibras sem tratamento, fibras com tratamento térmico (estufa a 110 °C) que foram tratadas nos diferentes tempos. Para caracterização das fibras foram realizados ensaios de tração com 20 amostras para cada tipo de fibra analisada (sem estufa, com estufa, 30 minutos, 1 h e 3 h de tratamento). As fibras foram também caracterizadas por ensaios térmicos como Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e Termogravimetria (TGA), ensaios de difração de raios X (DRX), e ensaios de caracterização morfológica como a microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia óptica (MO). Para caracterização do compósito foram realizados ensaios de tração em cinco amostras para cada conjunto (3 % e 5 % para fibras sem tratamento, com estufa, 30 minutos, 1 h e 3 h de trat.), assim como ensaios de DSC e DRX. Para estudo da interface da matriz e as fibras foram analisadas em MEV o compósito formado. As fibras ao serem secas (tratamento térmico) melhoraram suas propriedades mecânicas, porém ainda apresentam uma incompatibilidade ao serem utilizadas como reforço. Após o tratamento as fibras apresentaram perdas de desempenho, mas se aumentou a sua rugosidade superficial melhorando a adesão da matriz no reforço. Os compósitos reforçados com fibras tratadas apresentaram uma tendência de aumento de limite de resistência a tração e do seu módulo elástico com aumento do tempo de tratamento. Apresentou também uma diminuição na sua deformação máxima. Os compósitos reforçados com as fibras tratadas por 3 h mostraram as melhores propriedades mecânicas, resultado de uma melhor transferência de tensão da matriz para o reforço.

Palavras-Chave: Cana-de-açúcar, fibras naturais, bagaço, tratamento alcalino, resina epóxi e compósito.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2-1: Classificação para vários tipos de compósitos.....	3
Figura 2-2: Classificação das fibras e alguns exemplos [9].....	5
Figura 2-3: Estrutura da celulose. (a) Fibras de celulose de uma planta; (b) Monofilamentos compõe cada fibra; (c) Cada monofilamento é composto por feixes de microfibrilas e (d) Microfibrilas, compostas por feixes de cadeia de celulose.....	6
Figura 2-4: Unidade básica da celulose.	7
Figura 2-5: Cana-de-açúcar. Em (a) antes de ser moído e (b) após a moagem.	8
Figura 2-6: Grupo epóxi.	10
Figura 2-7: Resina Epóxi à base da reação da epicloridrina com bisfenol A.....	10
Figura 2-8: Reticulação de rede da resina epóxi com uma poliamida.	12
Figura 2-9: Formação da ligação na interface de fibras naturais tratadas por NaOH com a matriz epóxi [adaptada da ref. 9].	14
Figura 3-1: Bagaço de cana-de-açúcar em estufa.	15
Figura 3-2: Peneiramento das fibras em um agitador eletromagnético Bertel BT-001.	16
Figura 3-3: Fibras de bagaço de cana passante na malha ABNT 30 e retidas na malha ABNT 40. (a) Fibras sem estufa e (b) Fibras com estufa.....	16
Figura 3-4: Agitador magnético com chapa aquecedora, barra magnética (peixinho), termopar e solução de hidróxido de sódio.....	17
Figura 3-5: Fibras em tratamento.	17
Figura 3-6: Filtragem das fibras tratadas.....	17
Figura 3-7: (a) Fibras secas após 30 minutos de tratamento alc., (b) Fibras secas após 1 hora de tratamento alc e (c) Fibras secas após 3 horas de tratamento alc. ..	18
Figura 3-8: Moldes fabricados em silicone para produzir corpos de prova, e amostras produzidas com a resina.	19
Figura 3-9: Microscópio Óptico Zeiss Axio e AxioCamERc 5s.	19
Figura 3-10: Microscópio Eletrônico de Varredura JEOL J6000.....	20
Figura 3-11: Máquina universal de ensaios EMIC DL10.000 do LPCM.	21
Figura 3-12: Fibras tratadas e separadas para o ensaio de tração.	21

Figura 3-13: Placas de alumínio utilizadas entre as garras para o ensaio de tração.	22
Figura 3-14: Fibra rompida após o ensaio de tração.	22
Figura 3-15: Aparelho de DSC Shimadzu DSC-60.	23
Figura 3-16: Aparelho de análise termogravimétrica (TGA).	24
Figura 3-17: Cadinho de alumina com fibra.	24
Figura 3-18: Aparelho de análise por difração de raios X.	25
Figura 3-19: Compósito sendo congelado em nitrogênio líquido.	26
Figura 3-20: Compósito após a quebra do corpo de prova.	26
Figura 3-21: Amostras do compósito fraturadas.	26
Figura 3-22: Amostras preparadas para deposição de ouro.	26
Figura 3-23: Amostras após a deposição de ouro.	27
Figura 3-24: (a) Corpos de prova feitos de resina e (b) Compósito (3% em massa de fibras sem estufa).	27
Figura 3-25: Corpo de prova com fibras somente em sua parte superior.	28
Figura 3-26: Molde com tampa produzida para fibras sem tratamento.	28
Figura 3-27: Porta amostras do DRX com a resina.	29
Figura 3-28: Amostra do compósito (3% em massa de fibra com 3 horas de tratamento) e resina epóxi preparados para os testes.	29
Figura 4-1: Fotografias do MEV das fibras. Em a) Visão da seção transversal da cana-de-açúcar, b) Visão da seção transversal da cana-de-açúcar, c) Fibras sem tratamento, d) Fibras 30 min. trat., e) Fibras 1h trat., e f) Fibras 3h trat.	30
Figura 4-2: Gráficos dos ensaios de tração realizados nas fibras. Em a) Fibras sem estufa, b) Fibras com estufa, c) Fibras 30 minutos trat alc., d) Fibras 1h trat. alc. e e) Fibras 3h trat. alc.	31
Figura 4-3: Gráficos com valores médios obtidos dos resultados dos ensaios de tração para as fibras. Valores referentes à: a) Tensão de Ruptura, b) Deformação e c) Módulo de Young.	32
Figura 4-4: Probabilidade acumulada de falha em relação à tensão de ruptura. A resistência à ruptura foi traçada em uma escala logarítmica.	33
Figura 4-5: Gráfico dos resultados de DSC de todas as fibras; sem fluxo de ar, ar atmosférico, 10°C/min.	34
Figura 4-6: Gráfico com resultados de DSC de todas as fibras separadamente; sem fluxo de ar, ar atmosférico, 10°C/min.	35

Figura 4-7: Curvas TGA/DTG: a) fibras sem estufa, b) fibras com estufa, c) fibras 30min trat. alc., d) fibras 1h trat. alc. e e) fibras 3h trat. alc.....	36
Figura 4-8: Curvas TGA das fibras de cana-de-açúcar; sem fluxo de ar, ar atmosférico e 10°C/min.	37
Figura 4-9: Difração de Raios X das fibras analisadas; passo 0,02 e contagem 1 s.	39
Figura 4-10: Fotografias do MEV da resina e dos compósitos. Em a) Resina Epóxi, b)Compósito 5% fibras sem estufa, c) Compósito 5% fibras com estufa, d) Compósito 5% fibras 30 min. trat. alc, e) Compósito 5% fibras 1h trat. alc., e f) Compósito 5% fibras 3h trat. alc.....	41
Figura 4-11: MEV de um compósito 5% fibras 3h trat. alc.	42
Figura 4-12: Gráfico dos ensaios de tração da resina epóxi.	43
Figura 4-13: Ensaios de tração em amostras curadas em estufa e em ambiente.....	43
Figura 4-14: Gráficos dos ensaios de tração realizados nos compósitos. Em a) 3% de fibras sem estufa, b) 3% de fibras com estufa, c) 3% de fibras 30 minutos trat. alc., d) 3% de fibras 1h trat. alc. e e) 3% de fibras 3h trat. alc.	44
Figura 4-15: Gráficos dos ensaios de tração realizados nos compósitos. Em a) 5% de fibras sem estufa, b) 5% de fibras com estufa, c) 5% de fibras 30 minutos trat. alc., d) 5% de fibras 1h trat. alc. e e) 5% de fibras 3h trat. alc.	45
Figura 4-16: Gráficos com valores médios obtidos dos resultados dos ensaios de tração para os compósitos. Valores referentes à: a) Tensão de Ruptura, b) Deformação e c) Módulo de Young.....	46
Figura 4-17: Gráfico de DSC em regime isotérmico (28 °C) da cura da resina e do compósito; em ar atmosférico. As curvas foram normalizadas pela massa.	48
Figura 4-18: Gráficos de DSC da resina e do compósito com o primeiro aquecimento e o segundo aquecimento; sem fluxo de ar, ar atmosférico e 10 °C/min.	48
Figura 4-19: Difração de Raios-X da resina Epóxi e do compósito; passo 0,05 e contagem 1s.....	49

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
1.1	JUSTIFICATIVA	1
1.2	OBJETIVOS	2
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1	MATERIAIS COMPÓSITOS.....	3
2.1.1	Compósitos Poliméricos Reforçados por Fibras	4
2.2	FIBRAS NATURAIS	5
2.2.1	Fibras de Cana-de-Açúcar.....	8
2.3	MATRIZES POLIMÉRICAS.....	9
2.3.1	Resina Epóxi.....	10
2.4	TRATAMENTO ALCALINO EM FIBRAS VEGETAIS.....	13
3	MATERIAIS E MÉTODOS	15
3.1	MATERIAIS UTILIZADOS.....	15
3.2	METODOLOGIA PARA A OBTENÇÃO DO COMPÓSITO	15
3.2.1	Preparação das Fibras	15
3.2.2	Tratamento Alcalino (NaOH) nas Fibras.....	16
3.2.3	Produção do Compósito	18
3.3	CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS.....	19
3.3.1	Microscopia Óptica (MO)	19
3.3.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	20
3.3.3	Ensaio de Tração.....	20
3.3.4	Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC)	22
3.3.5	Termogravimetria (TGA)	23
3.3.6	Difração de Raios X (DRX).....	24

3.4	CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO	25
3.4.1	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	25
3.4.2	Ensaio de Tração	27
3.4.3	Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC)	28
3.4.4	Difração de Raios X (DRX)	29
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	30
4.1	RESULTADOS DAS FIBRAS	30
4.1.1	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	30
4.1.2	Ensaio de Tração	31
4.1.3	Estudo térmico das fibras	34
4.1.4	Difração de Raios X (DRX)	39
4.2	RESULTADOS DO COMPÓSITO	41
4.2.1	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	41
4.2.2	Ensaio de Tração	42
4.2.3	Estudo Térmico do Compósito	47
4.2.4	Difração de Raios X (DRX)	49
5	CONCLUSÕES	50
6	TRABALHOS FUTUROS	52
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	53
8	ANEXOS	55
8.1	Anexo 1 – Características do Sistema de Resina Epoxídica	55

1 INTRODUÇÃO

1.1 JUSTIFICATIVA

Estudos sobre a substituição de fibras sintéticas por fibras vegetais naturais têm aumentado e abriu possibilidades industriais para compósitos reforçados por fibras naturais. As fibras naturais têm as vantagens de baixa densidade, baixo custo e biodegradabilidade [1-14]. No entanto, eles também apresentam uma baixa compatibilidade entre a fibra e a matriz polimérica. Para aumentar a adesão entre a fibra e a matriz, os diferentes tratamentos estão a ser pesquisado, para melhorar a ligação interfacial por métodos de modificação de superfície [1-14].

O bagaço de cana-de-açúcar é um subproduto agrícola produzido em grandes quantidades pelas indústrias de açúcar e álcool. Em geral, uma tonelada de cana gera 280 kg de bagaço, um subproduto fibroso restante após a extração da cana-de-açúcar [8]. Toda produção gerada é mais do que suficiente para gerar energia para as próprias refinarias, gerando um subproduto de baixo valor, que implica em altos custos para a estocagem desse excesso produzido [8].

Diversos tratamentos para as fibras naturais vêm sendo estudadas [2], e o tratamento alcalino tem se mostrado uma das melhores opções para possibilitar à utilização das fibras naturais em substituição as fibras sintéticas, reduzindo problemas ambientais e diminuindo custos.

As fibras de bagaço de cana-de-açúcar foram escolhidas para este trabalho devido sua fácil obtenção, e a alta disponibilidade do material. A resina epóxi foi escolhida como matriz, pois para compósitos são mais utilizadas plásticos termofixos, assim como também é uma resina amplamente utilizada pelas suas ótimas características e de fácil processamento.

Em compósitos, geralmente as matrizes de resinas termofixas são mais utilizadas, pois apresentam boas propriedades mecânicas, estabilidade dimensional e são facilmente processáveis. Possuem alta resistência a ataques

químicos e possuem elevada resistência térmica. As resinas epóxis apresentam propriedades bem versáteis e é amplamente utilizado [9,13].

1.2 OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho é analisar os efeitos do tratamento alcalino sobre o comportamento mecânico, térmico e morfológico das fibras caracterizando suas propriedades como tensão de ruptura, deformação, módulo de Young, índice de cristalinidade e seu comportamento térmico.

O trabalho também tem como objetivo produzir compósitos de matriz de epóxi reforçados com as fibras de cana-de-açúcar com e sem tratamento alcalino. Serão verificadas características dos compósitos como a morfologia da região de interface, com o intuito de verificar a adesão entre as fibras naturais e a matriz, e a correlação com as propriedades mecânicas apresentadas pelo compósito, através de ensaios de tração.

Na seção 2 será apresentada uma revisão bibliográfica abordando temas relacionados aos compósitos de fibras naturais e suas principais características.

Na seção 3 será exposta a metodologia empregada para obtenção das fibras, tratamentos alcalinos realizados e caracterização das fibras. Também será exposta a metodologia utilizada para a produção e caracterização dos compósitos de matriz de epóxi reforçados com as fibras naturais obtidas na primeira parte do trabalho.

A seção 4 abordará e discutirá os principais resultados obtidos e a seção 5 apresentará, por fim, as principais conclusões deste trabalho.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 MATERIAIS COMPÓSITOS

Materiais compósitos podem ser definidos como qualquer material multifásico que exibe uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases constituintes [15]. São formados pela mistura macroscópica de dois ou mais constituintes, insolúveis entre si, para formar um material de engenharia útil [15]. Devem ser quimicamente diferentes e estar separadas por uma interface distinta [15].

A possibilidade de combinar vários polímeros, metais e cerâmicos levam a uma nova geração de materiais, que podem atender aplicações que necessitem de um conjunto de propriedades específicas, sejam elas térmicas, elétricas, ópticas e/ou outras [15].

Os compósitos são constituídos de uma matriz contínua, que envolve as fibras e/ou partículas que formam a mistura. A fase de reforço pode ser denominada como a fase dispersa, sendo mais resistente que a fase contínua.

A figura 2-1 apresenta a classificação mais utilizada dos materiais compósitos. São divididos em três principais grupos: os reforçados com partículas, reforçado com fibras e estruturais. Além disso, existem pelo menos duas subdivisões para cada divisão [15].

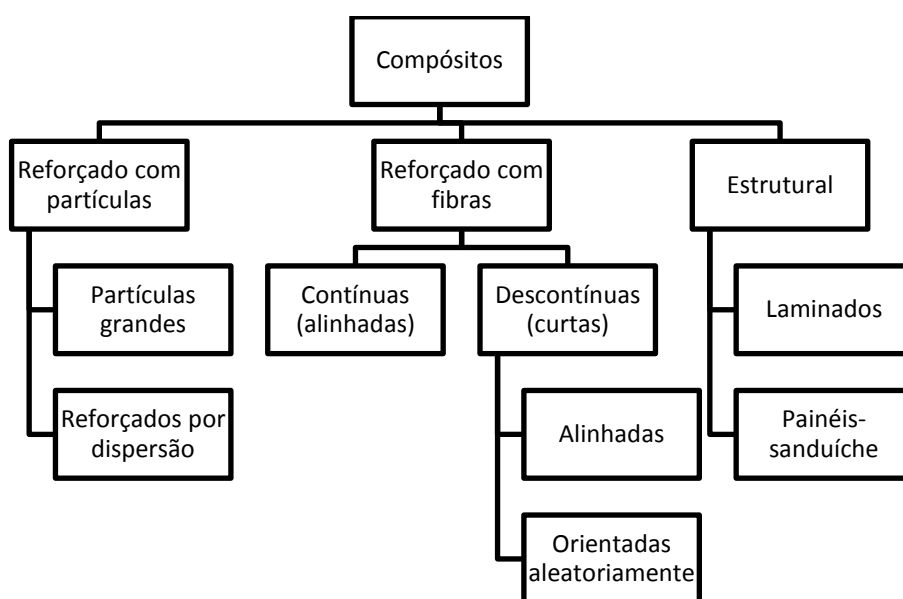


Figura 2-1: Classificação para vários tipos de compósitos.

A fase dispersa de compósitos reforçados com partículas é equiaxial sendo as dimensões das partículas a mesma em todas as direções. Os compósitos reforçados por fibras apresentam a fase dispersa em geometria de uma fibra (uma grande razão entre o comprimento e do diâmetro). Já os compósitos estruturais são combinações de compósitos e de materiais homogêneos [15].

As propriedades do compósito são controladas pelas propriedades de seus constituintes, assim como sua concentração, tamanho, forma, distribuição e orientação. Além disso, é necessário que haja a interação do reforço com a matriz [15]. Conhecendo individualmente as propriedades dos materiais constituintes, pode se projetar um material que corresponda às propriedades necessárias para cada aplicação.

2.1.1 Compósitos Poliméricos Reforçados por Fibras

Em compósitos reforçados por fibras, a matriz é responsável por ligar as fibras umas às outras e atua como meio pelo qual uma tensão aplicada externamente é transmitida e distribuída para as fibras, por isso a matriz deve ser dúctil e apresentar um módulo elástico inferior ao das fibras. Protege as fibras individuais contra danos superficiais decorrentes de abrasão ou de reações químicas com o ambiente, podendo gerar defeitos superficiais capazes de formar trincas. A matriz também separa as fibras uma da outras, e por sua baixa dureza e plasticidade previne a propagação de trincas frágeis de uma fibra para outra [9].

Os compósitos poliméricos reforçados por fibras são influenciados principalmente pelo comprimento da fibra, sua orientação e sua concentração. Suas propriedades mecânicas não dependem somente das propriedades das fibras, mas também é necessário que haja a ligação interfacial entre as fases fibra e matriz. Essa interface fibra/matriz é a principal responsável pela transferência da solicitação mecânica da matriz para o reforço e suas propriedades específicas para cada sistema [9,15].

Compósitos reforçados por fibras contínuas constituem a configuração que gera os melhores resultados com relação às propriedades mecânicas específicas. As fibras contínuas podem ser unidirecionais, alinhados em direções específicas, ou na forma de manta ou tecidos [15]. As fibras descontínuas podem estar alinhadas ou orientadas aleatoriamente.

2.2 FIBRAS NATURAIS

As fibras naturais podem ser classificadas de maneiras distintas. Na figura 2-2 é demonstrada a classificação mais comumente utilizada. A primeira distinção entre as fibras é pelo seu tipo de origem, naturais ou sintéticas. As fibras naturais podem ser divididas em vegetais, animais e minerais. E por último, as fibras vegetais são separadas de acordo com a sua origem na planta: fibras de semente, de fruto, de caule, de folha, de talo e de cana [9].

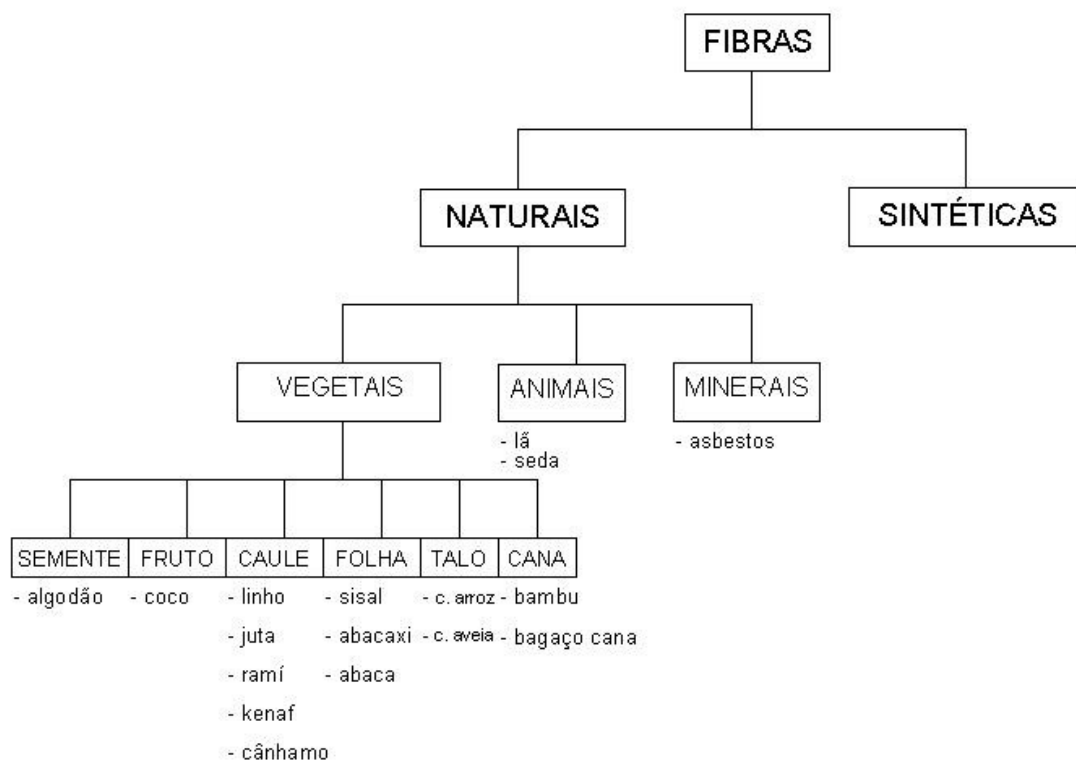


Figura 2-2: Classificação das fibras e alguns exemplos [9].

As fibras vegetais apresentam como principais vantagens em comparação às fibras sintéticas a sua abundância, baixo custo, baixa

densidade, boas propriedades específicas, facilidade de obtenção e manuseio, não-tóxicas, baixa abrasão de equipamentos e moldes, absorção de dióxido de carbono do meio-ambiente, biodegradabilidade, e o aspecto ecológico por ser renovável [1-9]. Porém também apresenta desvantagens que prejudicam sua aplicação em muitas situações e ambientes, como a alta absorção de umidade, alta variação de propriedades, baixa resistência a microorganismos e baixa estabilidade térmica [8,9].

Os três principais constituintes são: celulose, lignina e hemicelulose. Cada camada das células ou fibras individuais é formada basicamente por microfibrilas de celulose semicristalina, circundadas por uma matriz de hemicelulose e lignina. As microfibrilas são responsáveis por dar a resistência mecânica às fibras. A matriz de hemicelulose é ligada por pontes de hidrogênio com as microfibrilas de celulose formando uma rede tridimensional. Já a lignina, forma outra rede que se intercala tridimensionalmente com a rede de hemicelulose e microfibrilas, ajudando na rigidez da parede da célula. A figura 2-3 apresenta o esquema da estrutura das fibras vegetais. [9,10]

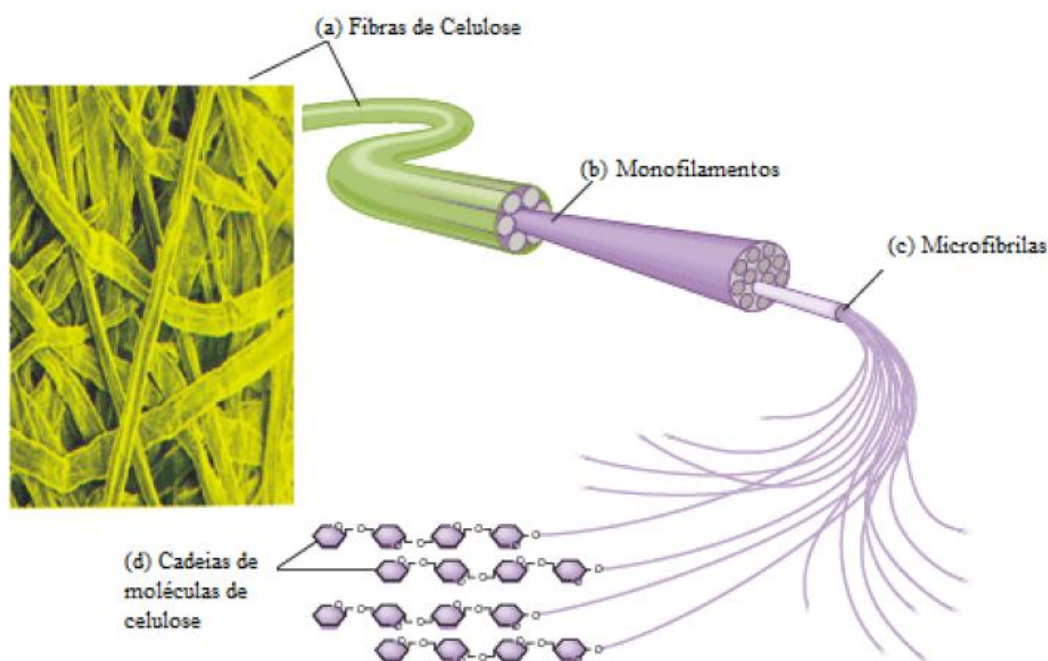


Figura 2-3: Estrutura da celulose. (a) Fibras de celulose de uma planta; (b) Monofilamentos compõe cada fibra; (c) Cada monofilamento é composto por feixes de microfibrilas e (d) Microfibrilas, compostas por feixes de cadeia de celulose.

A celulose é um polímero hidrofílico que contém seis grupos hidroxila em sua estrutura básica (figura 2-4). Estes grupos hidroxila fazem ligações do tipo ponte de hidrogênio intra e intermoleculares. Nas ligações intramoleculares, as hidroxilas da própria ligam-se entre si, e nas intermoleculares, ligam-se com outras moléculas de celulose ou moléculas polares presentes no ambiente. A celulose sólida é semicristalina, contendo regiões cristalinas intercaladas por regiões amorfas. As microfibrilas são formadas por esta celulose. Possui forma de finos tubos sólidos e cristalinos [9,10].

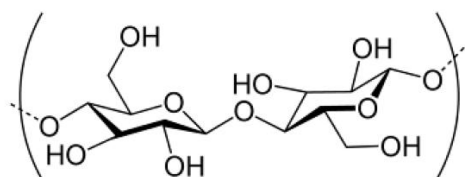


Figura 2-4: Unidade básica da celulose.

A lignina é um polímero natural, composto por constituintes aromáticos e alifáticos, responsável por dar rigidez às plantas. Ainda não é um composto totalmente conhecido quimicamente. É amorfo e hidrofóbico por natureza. Apresenta uma temperatura de transição vítrea em torno de 90 °C e é solúvel em soluções alcalinas. [8-10].

A hemicelulose é um polissacarídeo amorfo, responsável pela matriz das microfibrilas de celulose. Assim como a lignina é solúvel em soluções alcalinas [2,8,9,14].

A composição química das fibras vegetais varia para cada tipo de fibra assim como o mesmo tipo de fibra pode apresentar variações na sua composição relacionadas ao local de cultivo, espécie, clima entre outros [2].

As fibras vegetais apresentam uma natureza hidrofílica, tendo uma grande afinidade com a umidade ambiente e pouca afinidade com matrizes poliméricas hidrofóbicas, caso da maioria das resinas utilizadas em compósitos. A exposição excessiva dos compósitos à umidade pode provocar seu inchamento, acarretar perda de propriedades mecânicas e falta de estabilidade dimensional [9].

2.2.1 Fibras de Cana-de-Açúcar

A cana-de-açúcar é uma planta que pertence ao gênero *Saccharum L.* As espécies são provenientes do sul e sudeste asiático. A planta é utilizada como principal matéria-prima das indústrias do açúcar e do álcool (etanol).

A cana colhida é processada com a moagem do caule, que libera o caldo que é concentrado por fervura, resultando no xarope, a partir do qual o açúcar é cristalizado. A figura 2-5(a) mostra a cana antes do processo de moagem e em 2-5(b) após a retirada do seu caldo.

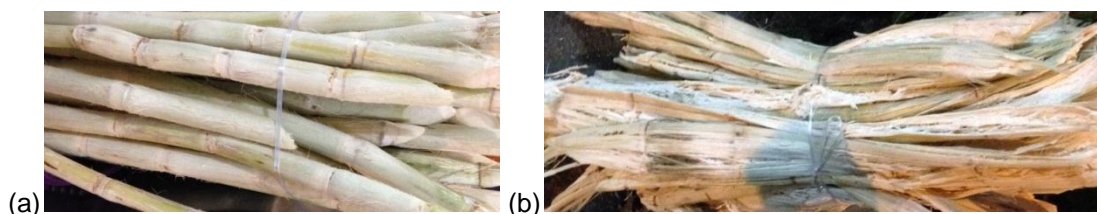


Figura 2-5: Cana-de-açúcar. Em (a) antes de ser moído e (b) após a moagem.

As fibras resultantes são os principais componentes do bagaço, podendo servir como matéria-prima para produção de energia elétrica, etanol através da hidrólise enzimática ou por outros processos que transformam a celulose em açúcares fermentáveis, ração animal entre outros. [8-10]

A quantidade de resíduos gerados pela indústria da agricultura é abundante, gerando uma alta disponibilidade desse subproduto. Cerca de 50 % de bagaço de cana é necessário para gerar calor e energia para executar o processo de moagem de açúcar e o restante pode ser estocado. Porém, a estocagem deste subproduto, além de gerar altos custos para se estocar grandes quantidades, o seu transporte, pode provocar combustão espontânea dentro da pilha do material, quando armazenados por longos períodos de tempo [8].

A grande produção do setor agrícola gera uma grande quantidade de resíduos em suas operações diárias. Embora tal resíduo possa conter matérias que podem beneficiar a sociedade, seu valor agregado é baixo, pois se implicam custos como transporte, coleta e armazenamento. O não aproveitamento destes resíduos pode causar problemas ambientais e perda de recursos naturais [8].

A busca por materiais mais sustentáveis e biodegradáveis mostrou que os *commodities* agrícolas são as principais matérias-primas disponíveis. Estudos para substituição de fibras sintéticas pelas fibras naturais têm possibilitado a utilização das fibras como reforço na construção civil de baixo custo, como também ganhou destaque na indústria automobilística em componentes não estruturais, como painéis, portas e divisórias.

A tabela 1 apresenta a composição química de fibras de cana-de-açúcar com origem no Brasil [1,6] e a tabela 2 apresenta suas propriedades mecânicas.

Tabela 1: Composição química de fibras de cana-de-açúcar [1,6].

Constituinte (%)	Umidade	Cinza	Holocelulose	Celulose	Hemicelulose	Lignina
Bagaço	--	1-4	50-84	32-55	27-32	19-25

Tabela 2: Propriedades mecânicas reportadas para fibras de cana-de-açúcar [1,6].

Propriedades	Módulo de Young (GPa)	Resistência à Tração (MPa)	Deformação (%)	Cristalinidade (%)
Bagaço	27,1	222	1,1	47

2.3 MATRIZES POLIMÉRICAS

A matriz possui o propósito principal de transferir as tensões impostas ao material compósito para as fibras, além de servir como suporte e proteção. As matrizes de resinas termofixas são amplamente utilizadas, pois apresentam boas propriedades mecânicas assim como estabilidade dimensional. São fáceis de processar, apresentam elevada resistência térmica e é resistente a ataques químicos [9,13,16].

Devido as suas ligações cruzadas, formadas sob influência do calor ou de agentes de cura, as resinas termofixas apresentam uma baixa resistência ao impacto, pois ao serem aplicadas forças ou cargas de impacto, as relaxações da estrutura molecular não acompanham o processo, o que gera uma fratura ocasionada pela quebra da cadeia e/ou separação das interfaces. Assim existe a necessidade de se empregar reforços nestas matrizes poliméricas. Entre as resinas termofixas mais utilizadas em compósitos, a resina epóxi se destaca [9,13].

2.3.1 Resina Epóxi

As resinas epóxi são caracterizadas pela presença de mais de um anel de três membros, conhecido como epóxi mostrado na figura 2-6. O termo resina epóxi se refere somente a monômeros ou oligômeros sem ligação cruzada que contém grupos epóxi, mas é amplamente utilizado para designar sistemas epóxi curado [9]. A palavra epóxi vem do grego "*EP*" (sobre ou entre) e do inglês "*OXI*" (oxigênio), literalmente o termo significa oxigênio entre carbonos. Em um sentido geral, o termo refere-se a um grupo constituído por um átomo de oxigênio ligado a dois átomos de carbono [9].

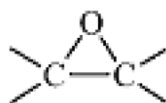


Figura 2-6: Grupo epóxi.

Epóxis estão entre as classes mais versáteis dos polímeros termofixos e possuem aplicações em diversos segmentos, como revestimento de latas, placas de circuito impresso, encapsulamento de semicondutores, adesivos e compósitos diversos [9]. Entre as principais resinas epóxi comercializadas a utilizada neste trabalho é uma resina epóxi à base de Bisfenol A, proveniente da reação do bisfenol A com epicloridrina, apresentada na figura 2-7.

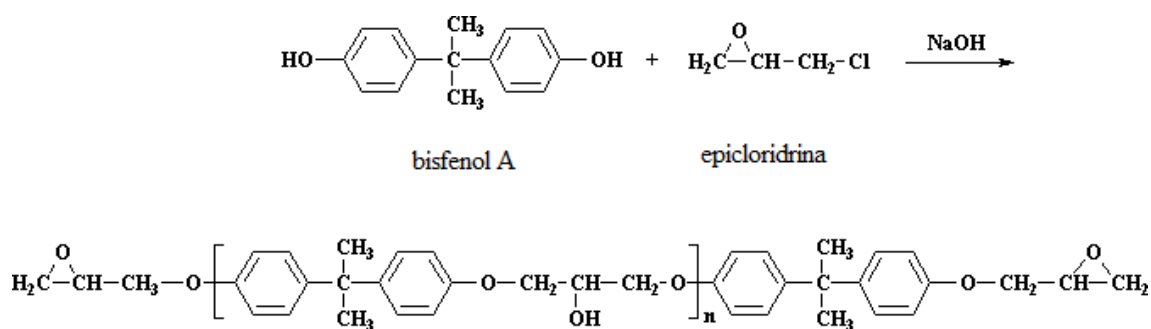


Figura 2-7: Resina Epóxi à base da reação da epicloridrina com bisfenol A.

Entre as resinas epóxi, a apresentada na Figura 2-7 é a mais utilizada, por ser mais versátil e de menor custo [9,16]. Podem ser sólidas, semi-sólidas ou líquidas, dependendo do seu peso molecular.

O processo de cura da resina é apresentado na figura 2-8. Na figura 2-8(a), ao se misturar a resina com o endurecedor (poliamina), o oxigênio presente no grupo epóxi, por ser eletronegativo, atrai os elétrons dos carbonos. Ao se adicionar a poliamina, um dos elétrons do grupo amina forma uma ligação com o carbono ao se romper a ligação do carbono com o oxigênio do grupo epóxi, deixando o oxigênio com uma carga negativa e o nitrogênio com uma carga positiva. Na figura 2-8(b), o oxigênio com três pares de elétrons não compartilhados, encontra o hidrogênio ligado ao nitrogênio positivo. Assim os elétrons atacam o hidrogênio. O hidrogênio, ao se ligar com o oxigênio deixa o grupo amina neutralizando sua carga.

Assim é formado um grupo hidroxila no pré-polímero. Na figura 2-8 (c), o grupo amina ainda possui uma ligação com o hidrogênio. Este pode reagir da mesma maneira com outro grupo epóxi. Por ser uma poliamina, a sua outra extremidade pode se ligar com outros grupos epóxi, resultando em quatro pré-polímeros epóxi ligado à molécula de poliamina. As extremidades dos pré-polímeros estão ligadas a outras moléculas de poliamina, amarrando as moléculas, criando uma rede de ligações cruzadas, exemplificada na figura 2-8 (d).

As resinas curadas através de reações entre aminas orgânicas ou compostos ácidos tornam-se um sistema rígido e infusível [17]. Os compósitos produzidos a partir de resinas epóxi são livres de vazios, pois durante a polimerização do epóxi, não acontece condensação de umidade.

Apesar de apresentar melhores propriedades mecânicas, resistência química e durabilidade comparadas a resinas poliéster e outros materiais de engenharia, seu custo é alto [9,16,17].

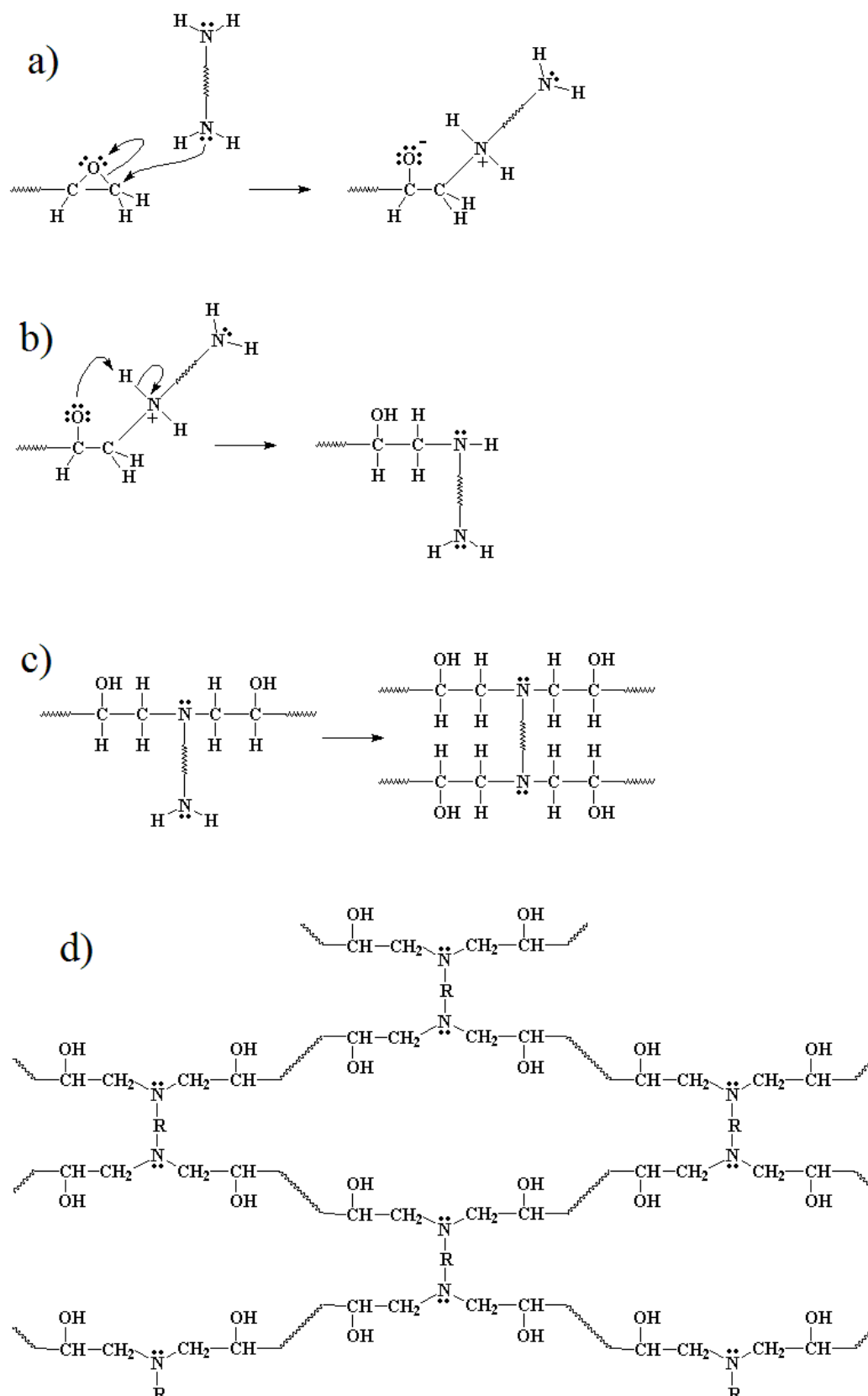


Figura 2-8: Reticulação de rede da resina epóxi com uma poliamida.

2.4 TRATAMENTO ALCALINO EM FIBRAS VEGETAIS

O tratamento alcalino é um dos tratamentos mais utilizados para fibras naturais quando utilizados como reforço de materiais compósitos com matrizes termoplásticas e termofixas. Um dos principais efeitos do tratamento é a interrupção das ligações de hidrogênio na estrutura da rede, pela alta solubilidade da hemicelulose em soluções alcalinas, aumentando a rugosidade da superfície das fibras. O tratamento também remove certa quantidade de lignina, cera e óleos que cobrem a superfície externa da parede celular da fibra, despolimeriza e expõe a celulose. Condições otimizadas de tratamento asseguram melhores propriedades mecânicas dos compósitos [2,8].

O tratamento alcalino pode ser feito utilizando hidróxido de sódio (NaOH) ou hidróxido de potássio (KOH). A utilização da solução alcalina depende do tipo de formação da estrutura da fibra vegetal [8].

A adição de uma solução aquosa de hidróxido de sódio (NaOH) em fibras naturais, promove a ionização do grupo hidroxila para um grupo alcóxido [2] apresentado na equação 2.1.



As fibras também sofrem mudanças morfológicas após o tratamento, pela remoção da hemicelulose e da lignina, promovendo um melhor empacotamento das cadeias de celulose, que são responsáveis pela cristalinidade da fibra. Assim o tratamento gera o aumento da cristalinidade e redução do diâmetro e da densidade das fibras. [2,8,9]

Tratamentos mais severos podem propiciar uma maior desfibrilação, comprometendo a eficiência das fibras no reforço dos compósitos [2].

O aumento da exposição da celulose das fibras pelo tratamento aumenta os sítios possíveis para reação de formação de ligações intermoleculares dos grupos hidroxilas da celulose com a matriz polimérica. A figura 2-9 apresenta a formação dessa ligação. Assim o tratamento alcalino pode levar a uma melhor adesão do reforço (fibras naturais) com a matriz. [2,8,9].

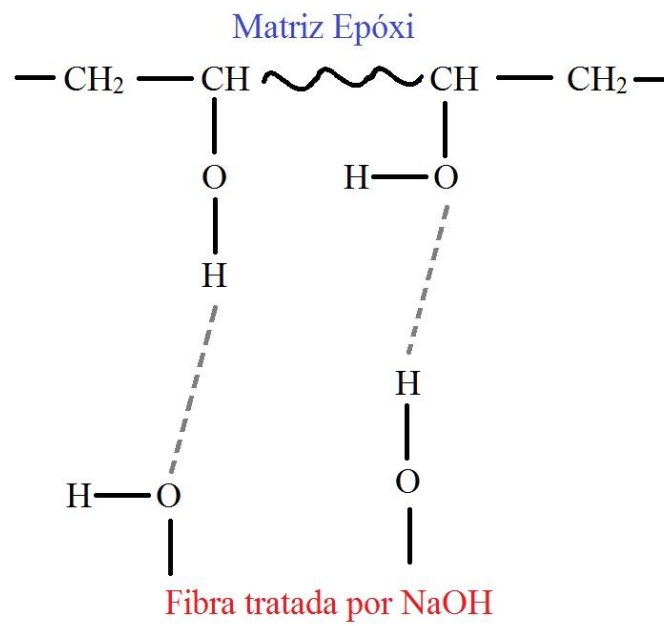


Figura 2-9: Formação da ligação na interface de fibras naturais tratadas por NaOH com a matriz epóxi [adaptada da ref. 9].

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão abordados os procedimentos utilizados para a obtenção dos materiais, tratamento realizado nas fibras, caracterização e a produção do compósito.

3.1 MATERIAIS UTILIZADOS

Os principais materiais utilizados ao longo deste trabalho foram:

- Resina Epóxi SQ-2001
- Endurecedor SQ-3154
- Fibras de bagaço de cana-de-açúcar
- Hidróxido de sódio (NaOH)

3.2 METODOLOGIA PARA A OBTENÇÃO DO COMPÓSITO

3.2.1 Preparação das Fibras

O bagaço de cana-de-açúcar foi recolhido de uma banca de caldo de cana-de-açúcar em uma feira livre da cidade de São Paulo. As fibras foram manualmente cortadas, e deixadas ao sol para secagem durante pelo menos 24 horas. Depois foram secas em estufa a 110°C por 4 horas (Figura 3-1).



Figura 3-1: Bagaço de cana-de-açúcar em estufa.

As fibras de bagaço utilizadas passaram por um processo de moagem com um multiprocessador e por final passaram por um processo de

peneiramento (Figura 3-2) e foram separadas utilizando o material passante na malha ABNT 30 e retido na malha ABNT 40, que apresentam abertura de 600 μ m e 425 μ m, respectivamente, representadas na Figura 3-3.



Figura 3-2: Peneiramento das fibras em um agitador eletromagnético Bertel BT-001.

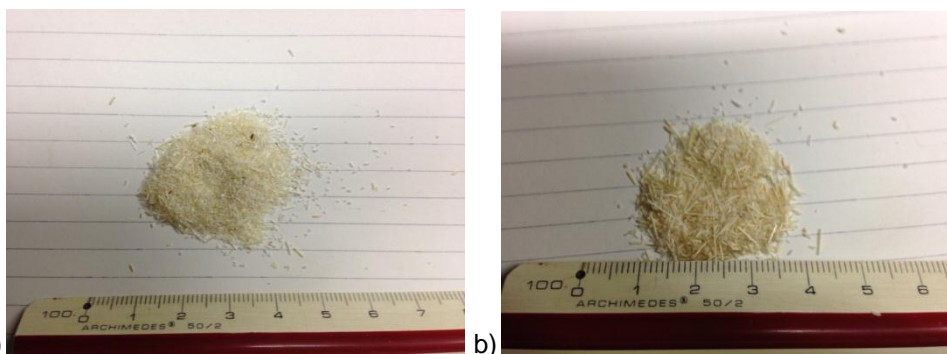


Figura 3-3: Fibras de bagaço de cana passante na malha ABNT 30 e retidas na malha ABNT 40. (a) Fibras sem estufa e (b) Fibras com estufa.

3.2.2 Tratamento Alcalino (NaOH) nas Fibras

Foi feito o tratamento alcalino nas fibras com uma solução 1 mol/L de hidróxido de sódio (NaOH) à 60°C, durante diferentes períodos de tempo (30 minutos, 1 hora e 3 horas) para analisar a influência da variação de tempo de tratamento.

Foi utilizado um agitador magnético com chapa aquecedora, com uma barra magnética, juntamente com um termopar para controle de temperatura, conforme mostrado na Figura 3-4. Para as primeiras amostras tratadas, caracterizadas por MEV e DRX. A Figura 3-5 mostra as fibras em tratamento.



Figura 3-4: Agitador magnético com chapa aquecedora, barra magnética (peixinho), termopar e solução de hidróxido de sódio.



Figura 3-5: Fibras em tratamento.

Para melhorar o controle de temperatura da solução, foi utilizado o método por banho-maria com óleo vegetal para todas as outras amostras tratadas.

Após o tratamento, as fibras foram filtradas e lavadas com água deionizada como mostra a figura 3-6. Não foi feito o controle do pH da lavagem feita nas fibras.



Figura 3-6: Filtragem das fibras tratadas.

Em seguida, as fibras foram secas por estufa a 110°C por um período de pelo menos 12 horas. A figura 3-7, a seguir mostra as fibras ao final do tratamento, com os diferentes períodos de tempo de tratamento. Por fim, as fibras foram desaglomeradas manualmente para serem utilizadas no compósito.

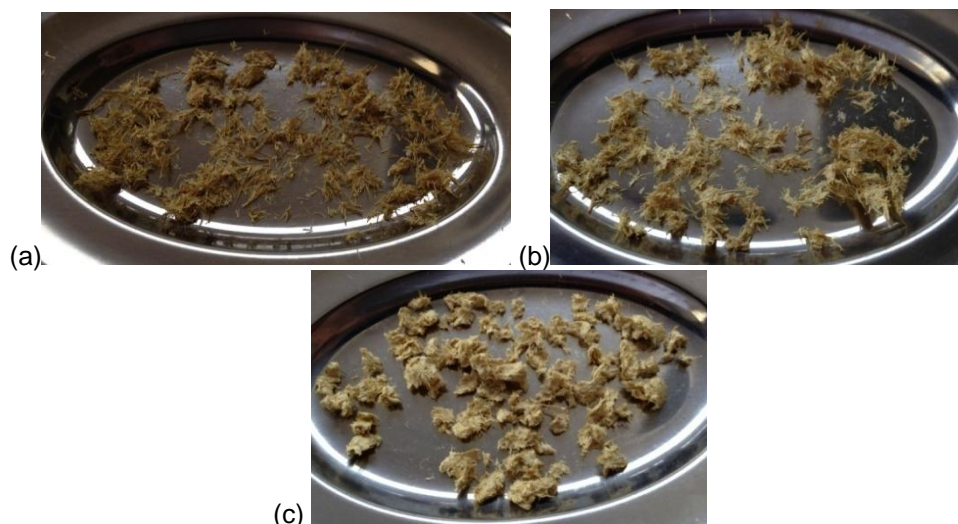


Figura 3-7: (a) Fibras secas após 30 minutos de tratamento alc., (b) Fibras secas após 1 hora de tratamento alc e (c) Fibras secas após 3 horas de tratamento alc.

3.2.3 Produção do Compósito

Para a matriz do compósito, foi utilizada uma resina epoxídica SQ-2001, um produto líquido, resultante da reação da Epicloridrina com o Bisfenol-A. O endurecedor utilizado foi o SQ-3154 à base de Amina cicloalifática, ambas produzidas pela SILAEX QUÍMICA LTDA.

A proporção de mistura entre resina e endurecedor utilizada foi 100:50 partes em peso, respectivamente, como indicada pelo fabricante.

Os corpos de prova produzidos foram diferenciados das fibras utilizadas em tempo de tratamento (sem estufa, com estufa, 30 minutos, 1 hora e 3 horas de tratamento alcalino) e porcentagem em massa (3% e 5%) de fibra no compósito.

Foram fabricados moldes de silicone para os corpos de prova para ensaios de tração com as especificações definidas pela norma ASTM D638-08, mostrados na figura 3-8.



Figura 3-8: Moldes fabricados em silicone para produzir corpos de prova, e amostras produzidas com a resina.

3.3 CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS

A seguir serão apresentadas as técnicas de caracterização utilizadas para as fibras.

3.3.1 Microscopia Óptica (MO)

No microscópio óptico é explorada a interação entre a luz e os objetos. A luz corresponde à faixa de radiação eletromagnética com comprimentos de onda entre 400 e 750 nm [18].

Para análise das fibras e do compósito, foi utilizado um microscópio óptico da marca Zeiss modelo Vert.A1 com uma câmera AxioCamERc 5s do LPCM da FATEC-SP (Figura 3-9).

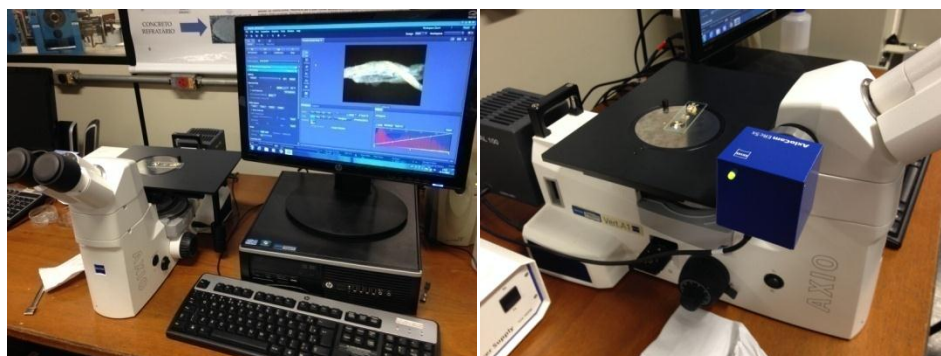


Figura 3-9: Microscópio Óptico Zeiss Axio e AxioCamERc 5s.

3.3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

No microscópio eletrônico de varredura, a imagem é formada coletando-se um sinal particular em função da posição do feixe de elétrons sobre a amostra [18]. Esta técnica é geralmente utilizada para o estudo de estruturas superficiais ou subsuperficiais de amostras.

Foi utilizado um MEV de bancada, marca JEOL, modelo J6000 mostrado na figura 3-10. Para as amostras das fibras foi utilizado o detector de elétrons retroespalhados e tensão de aceleração de 15 kV. Não foi necessária a deposição de ouro para visualização das amostras.



Figura 3-10: Microscópio Eletrônico de Varredura JEOL J6000.

3.3.3 Ensaio de Tração

Os resultados dos ensaios de resistência mecânica sob tração é obtido como uma curva do tipo tensão *versus* deformação [15,18]. Esse ensaio é realizado através da aplicação de uma solicitação ao material sob condições controladas, como a deformação a uma velocidade constante, até a ruptura do material. Neste ensaio é registrada a carga ou tensão suportada pelo material assim como sua deformação.

Para a realização dos ensaios tanto para fibras como para o compósito, foi utilizada uma máquina universal de ensaios da marca EMIC, modelo DL10.000, com capacidade máxima de 100 kN do LPCM. Foi utilizada uma célula de carga com uma capacidade máxima de 500N para os ensaios de tração das fibras. A velocidade de deformação foi de 1 mm/min. A figura 3-11, a seguir mostra o equipamento utilizado.



Figura 3-11: Máquina universal de ensaios EMIC DL10.000 do LPCM.

As fibras no ensaio de tração foram consideradas como um cilindro perfeito, em que o diâmetro medido da fibra foi considerado nos cálculos para estipular a área da seção em que é aplicada a tensão durante o ensaio.

Para caracterização pelo ensaio de tração nas fibras, as fibras foram retiradas cuidadosamente, e em seguida foi utilizado o microscópio óptico para estipular o valor do seu diâmetro, onde três medidas de cada fibra foram utilizadas para considerar como seu diâmetro médio. A figura 3-12 mostra um dos conjuntos de fibras utilizadas nos ensaios.



Figura 3-12: Fibras tratadas e separadas para o ensaio de tração.

Não foi possível utilizar o extensômetro, devido às garras do mesmo acabar alterando a fibra ao serem presas no equipamento. Foi necessário também utilizar duas placas de alumínio lixadas entre as garras do equipamento de tração, para que as fibras não escorregassem durante o ensaio. A figura 3-13 mostra as placas e a figura 3-14 mostra uma fibra após o ensaio.

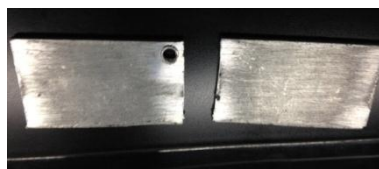


Figura 3-13: Placas de alumínio utilizadas entre as garras para o ensaio de tração.



Figura 3-14: Fibra rompida após o ensaio de tração.

Para as fibras, foram realizados pelo menos 20 ensaios de tração com resultados consistentes para cada conjunto de amostras de fibras.

3.3.4 Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC)

O DSC é uma técnica que mede temperatura e fluxo de calor associados a transições físico-químicas em materiais como uma função do tempo e da temperatura em uma atmosfera controlada, com o fornecimento de energia à substância e a um material de referência [18].

Os ensaios térmicos foram realizados através do aparelho de marca Shimadzu modelo DSC-60 do LPCM da FATEC-SP. A figura 3-15 mostra o equipamento.

As amostras da fibra foram analisadas em um cadinho de alumínio tampado, e em seguida foram submetidas ao ensaio em ar atmosférico, sem fluxo de gás, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min e faixa de

temperatura de 30 a 600 °C. Foram utilizadas amostras com cerca de 4 à 11 mg nos ensaios.

O equipamento foi previamente calibrado com Índio (pureza de 99,99%, $T_{\text{fusão}} = 156,6 \text{ °C}$ e $\Delta H_{\text{fusão}} = 28,5 \text{ J/g}$).

As curvas foram posteriormente tratadas no *Origin®*, e normalizadas pela massa.

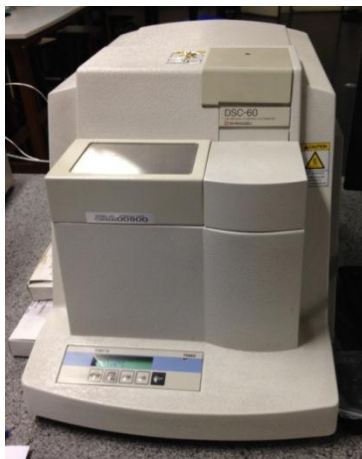


Figura 3-15: Aparelho de DSC Shimadzu DSC-60.

3.3.5 Termogravimetria (TGA)

A termogravimetria (TGA) é uma técnica da análise térmica na qual a variação da massa da amostra é determinada em função da temperatura e/ ou tempo, enquanto a amostra é submetida a uma programação controlada de temperatura [18]. Esta técnica permite conhecer as alterações causadas nas amostras pelo aquecimento, e com o estudo dos seus resultados é possível estabelecer informações como temperatura de decomposição, reações de desidratação, oxidação entre outros.

A análise termogravimétrica foi realizada em um aparelho da marca SETARAM *Instrumentation*, modelo LabSys Evo do LPCM da FATEC-SP. A figura 3-16 mostra o equipamento.



Figura 3-16: Aparelho de análise termogravimétrica (TGA).

Para as amostras da fibra, foi utilizado um cadinho de alumina. Os ensaios foram realizados em ar atmosférico sem fluxo de gás, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min e faixa de temperatura de 30 a 600 °C. A figura 3-17, a seguir mostra uma das amostras analisadas.



Figura 3-17: Cadinho de alumina com fibra.

3.3.6 Difração de Raios X (DRX)

A difração de raios X é uma técnica que utiliza o espalhamento coerente da radiação X, por estruturas organizadas (cristais), permitindo realizar estudos morfológicos em materiais, determinando sua estrutura cristalina e sua fração (porcentual) cristalina [18].

Os difratogramas foram obtidos com um equipamento de difração de raios X da marca RIGAKU modelo MiniFlex II do LPCM da FATEC-SP, operando com radiação Cu-K α (1,5418 Å), tensão de aceleração 30 kV e corrente de 15 mA.

Os ensaios das fibras foram realizados com um ângulo inicial de 5° até 45°, com um passo de 0,02° e tempo de contagem de 1 s. A figura 3-18, mostra o equipamento utilizado.



Figura 3-18: Aparelho de análise por difração de raios X.

O índice de cristalinidade I_{cr} foi determinado pelos resultados de difração de raios-x das fibras. A cristalinidade do material foi calculada utilizando a equação de Buschle-Diller e Zeronian [3,6] apresentada na equação 3.1.

$$I_{cr} = 100 \cdot \left(1 - \frac{I_{mín}}{I_{máx}} \right) \quad (3.1)$$

Os valores de I_{min} representam o pico de menor intensidade de cristalinidade localizado na faixa de $18^\circ < 2\theta < 19^\circ$ e o pico de maior intensidade $I_{máx}$ na faixa de $22^\circ < 2\theta < 23^\circ$.

3.4 CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO

A seguir serão apresentadas as técnicas de caracterização utilizadas para os compósitos.

3.4.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para visualizar a região de interface entre a matriz e o reforço, as amostras do compósito foram congeladas em nitrogênio líquido e fraturadas, de modo que não seja alterada a posição das fibras no compósito. Isto foi realizado no Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais (CCTM) do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN). O processo é mostrado nas figuras 3-19, 3-20 e 3-21.

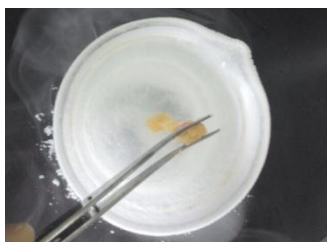


Figura 3-19: Compósito sendo congelado em nitrogênio líquido.



Figura 3-20: Compósito após a quebra do corpo de prova.

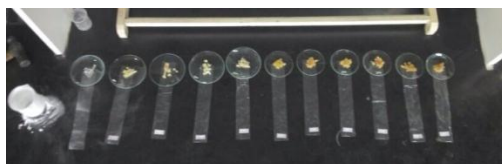


Figura 3-21: Amostras do compósito fraturadas.

Para possibilitar a visualização das amostras no MEV, foi realizada uma deposição de ouro superficial, utilizando um equipamento de deposição por *sputtering*-RF, do laboratório de Laboratório de Tecnologia em Materiais Fotônicos e Optoeletrônicos (LTMFO) da FATEC-SP. A figura 3-22, mostra as amostras antes do processo de deposição, e a figura 3-23, apresenta as amostras após o processo.

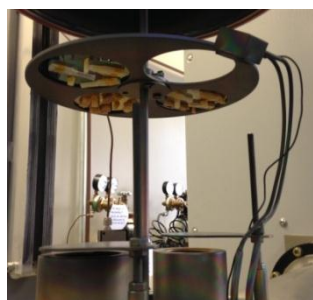


Figura 3-22: Amostras preparadas para deposição de ouro.



Figura 3-23: Amostras após a deposição de ouro.

As amostras foram caracterizadas pelo mesmo MEV apresentado nas fibras. Para as amostras dos compósitos foi utilizado o detector de elétrons secundários e tensão de aceleração de 15 kV.

3.4.2 Ensaio de Tração

Os ensaios foram realizados no mesmo equipamento utilizado para as fibras. Foi utilizada uma célula de carga com capacidade máxima de 20 kN para os ensaios de tração dos compósitos. Não foi possível utilizar o extensômetro, devido às dimensões do corpo de prova não permitirem um espaço para que se fosse instalado os mesmos.

Para os ensaios de tração, foram produzidos amostras com diferentes tempos de tratamento e porcentagem em massa do compósito. A figura 3-24, mostra alguns corpos de prova produzidos.

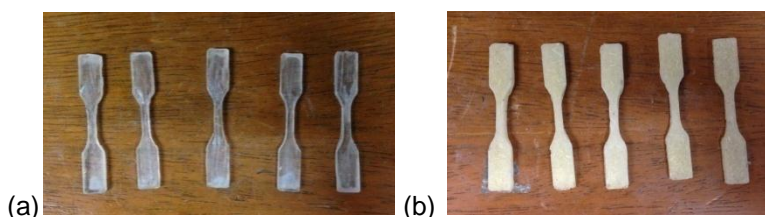


Figura 3-24: (a) Corpos de prova feitos de resina e (b) Compósito (3% em massa de fibras sem estufa).

Foram produzidas amostras variando sua porcentagem em massa de fibra presente no compósito com 3 % e 5 % em massa, respectivamente, sendo divididos em: fibras sem estufa, com estufa, 30 minutos de tratamento, 1 h de tratamento e 3 h de tratamento.

As amostras do compósito que utilizaram fibras sem tratamento (com e sem estufa) apresentaram um problema, em que as fibras utilizadas, acabavam boiando no molde, como mostra a figura 3-25, resultando em uma amostra com fibras somente em uma parte do corpo de prova.



Figura 3-25: Corpo de prova com fibras somente em sua parte superior.

Para produzir amostras com as fibras distribuídas homogeneamente pelo compósito, foi necessário usar um molde de silicone com uma tampa, como mostra a figura 3-26, em que ao se preparar o compósito, o molde foi sendo girado manualmente durante os primeiros 40 minutos de cura. Após serem retirados do molde, os corpos foram deixados em ambiente por pelo menos 24 horas antes de serem utilizados nos ensaios de tração.

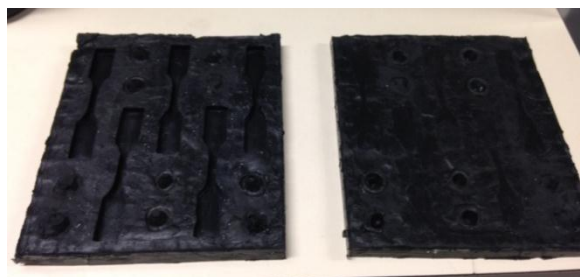


Figura 3-26: Molde com tampa produzida para fibras sem tratamento.

3.4.3 Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC)

Os ensaios foram realizados com o mesmo equipamento de DSC utilizado com as fibras. Para análise do tempo de cura da resina, foi produzida certa quantidade de resina, e colocada no cadinho de alumínio e deixada para cura em temperatura ambiente em regime isotérmico, à temperatura ambiente ($\approx 28\text{ }^{\circ}\text{C}$), por um período de 24 horas e sem fluxo de gás no aparelho.

Também foram realizados ensaios com a resina e o compósito com 5 % de fibras em massa com 3 horas de tratamento, em que as amostras passaram por um primeiro aquecimento para que seu histórico térmico fosse apagado, utilizando uma taxa de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ até uma temperatura de

200 °C, em seguida resfriada até 30 °C com uma taxa de resfriamento de 20 °C/min. Como não foi utilizado nitrogênio líquido para o resfriamento controlado, pode-se garantir que a taxa de resfriamento se manteve constante até $\approx 80^{\circ}\text{C}$. A partir desta temperatura, o resfriamento seguiu uma tendência exponencial, até a temperatura ambiente. Em seguida a mesma amostra foi reaquecida a uma taxa de 10 °C/min até 180 °C.

3.4.4 Difração de Raios X (DRX)

Os ensaios de DRX para a resina e o compósito foram analisados pelo mesmo equipamento utilizado com as fibras. Foi feita a análise com um ângulo inicial de 3° até 90 °, com passo de 0,05 e contagem de 1 s.

Para a análise foi produzida uma amostra apenas com a resina, e outra com 3 % de fibra em massa tratada por 3 horas, mostradas nas figuras 3-27 e 3-28.

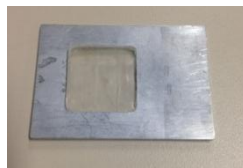


Figura 3-27: Porta amostras do DRX com a resina.



Figura 3-28: Amostra do compósito (3% em massa de fibra com 3 horas de tratamento) e resina epóxi preparados para os testes.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 RESULTADOS DAS FIBRAS

4.1.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As figuras 4-1(a) e (b) mostram a morfologia de uma seção transversal da cana-de-açúcar sem estar moída.

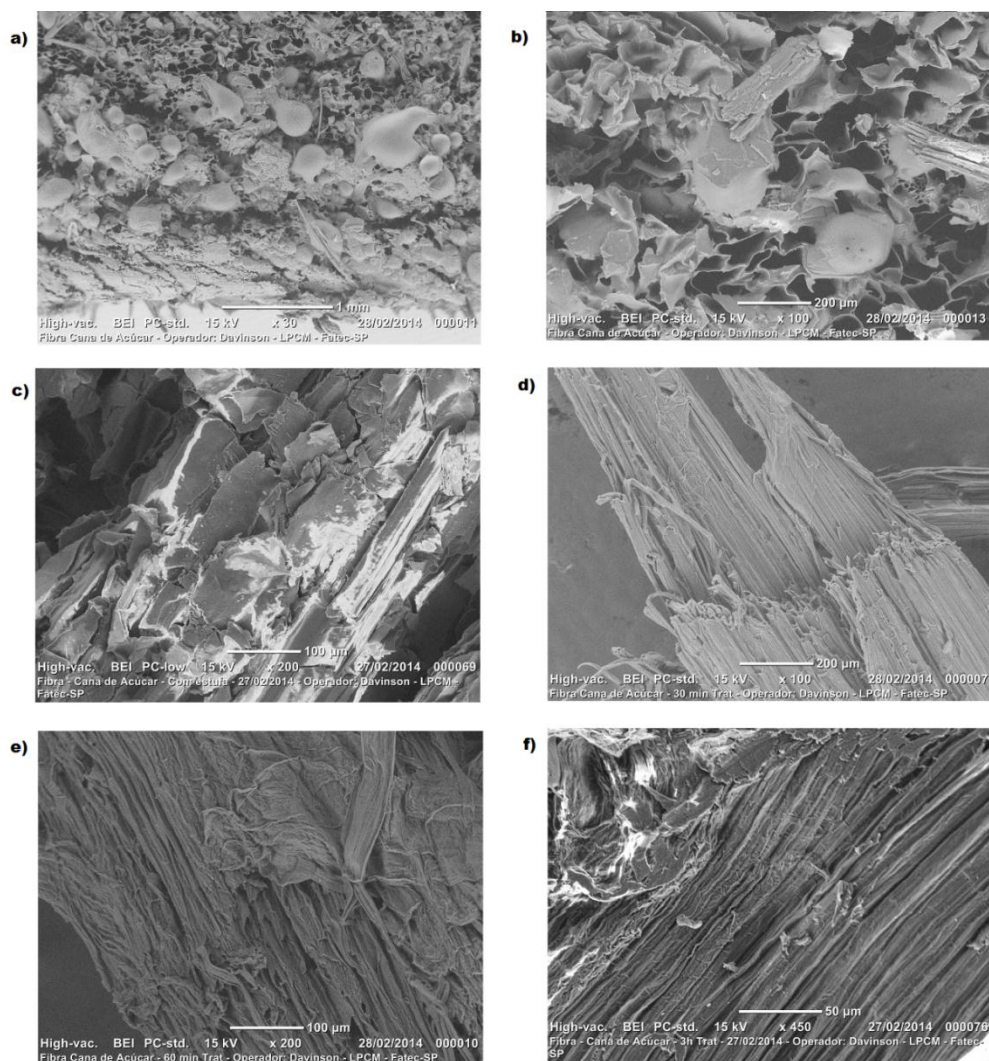


Figura 4-1: Fotografias do MEV das fibras. Em a) Visão da seção transversal da cana-de-açúcar, b) Visão da seção transversal da cana-de-açúcar, c) Fibras sem tratamento, d) Fibras 30 min. trat., e) Fibras 1h trat., e f) Fibras 3h trat..

A figura 4-1(c) apresenta a superfície de uma fibra sem tratamento. Nas figuras 4-1(d), (e) e (f), são evidenciados os efeitos do tratamento alcalino sobre as fibras. O aumento do tempo de tratamento gera uma superfície mais exposta das fibras. Isto pode ser devido à extração da hemicelulose e lignina

[2,8,9,14], o que pode influenciar diretamente nas suas propriedades mecânicas. O aumento da rugosidade superficial somado à maior concentração de grupos OH^- livres (provenientes da celulose) podem levar a maior adesão mecânica e química das fibras [2,9,14].

4.1.2 Ensaio de Tração

A figura 4-2 apresenta os resultados dos ensaios de tração realizados nas fibras. A figura 4-3 e a tabela 3 apresentam os valores calculados para Tensão de Ruptura, deformação máxima e Módulo de Young.

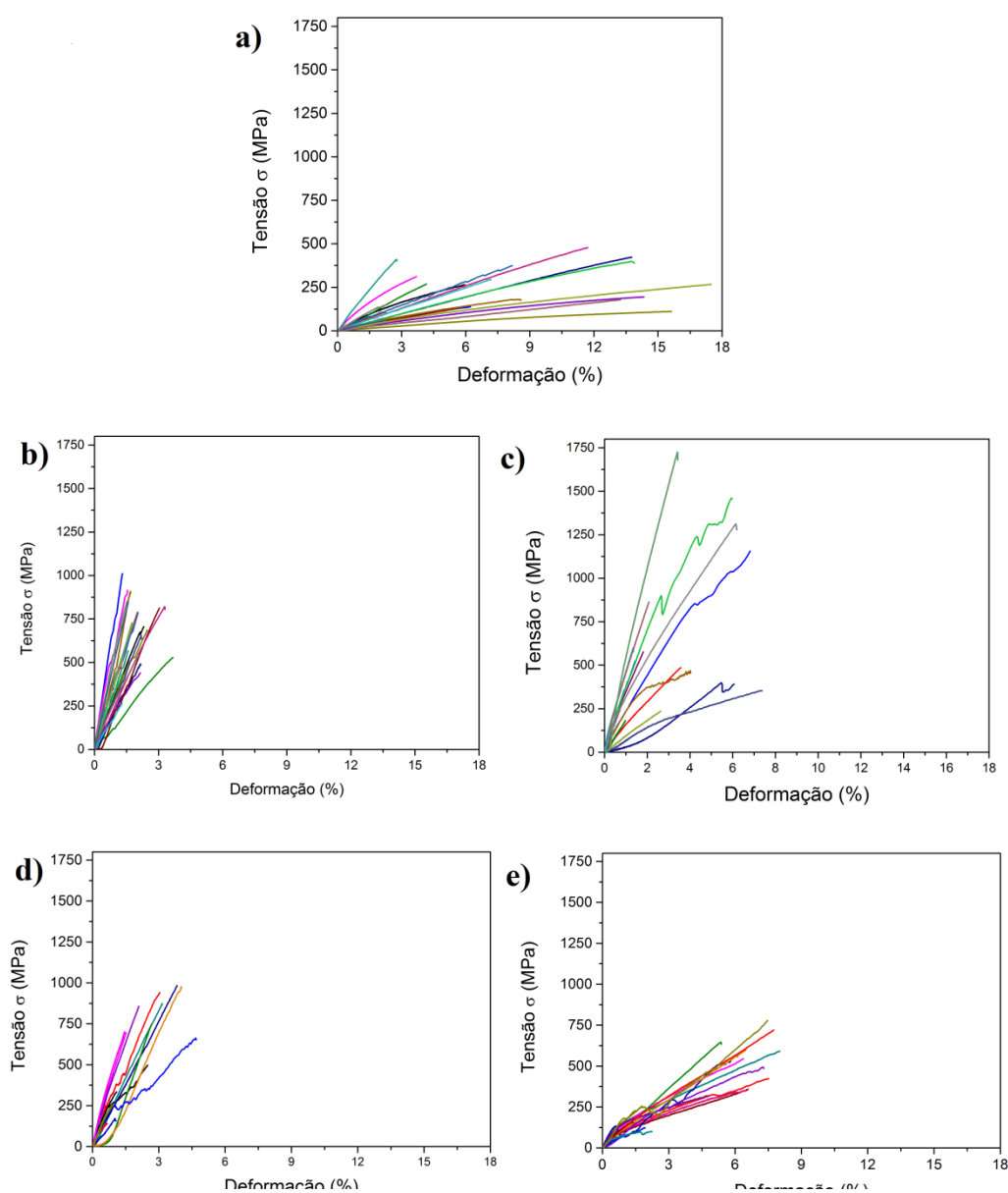


Figura 4-2: Gráficos dos ensaios de tração realizados nas fibras. Em a) Fibras sem estufa, b) Fibras com estufa, c) Fibras 30 minutos trat. alc., d) Fibras 1h trat. alc. e e) Fibras 3h trat. alc.

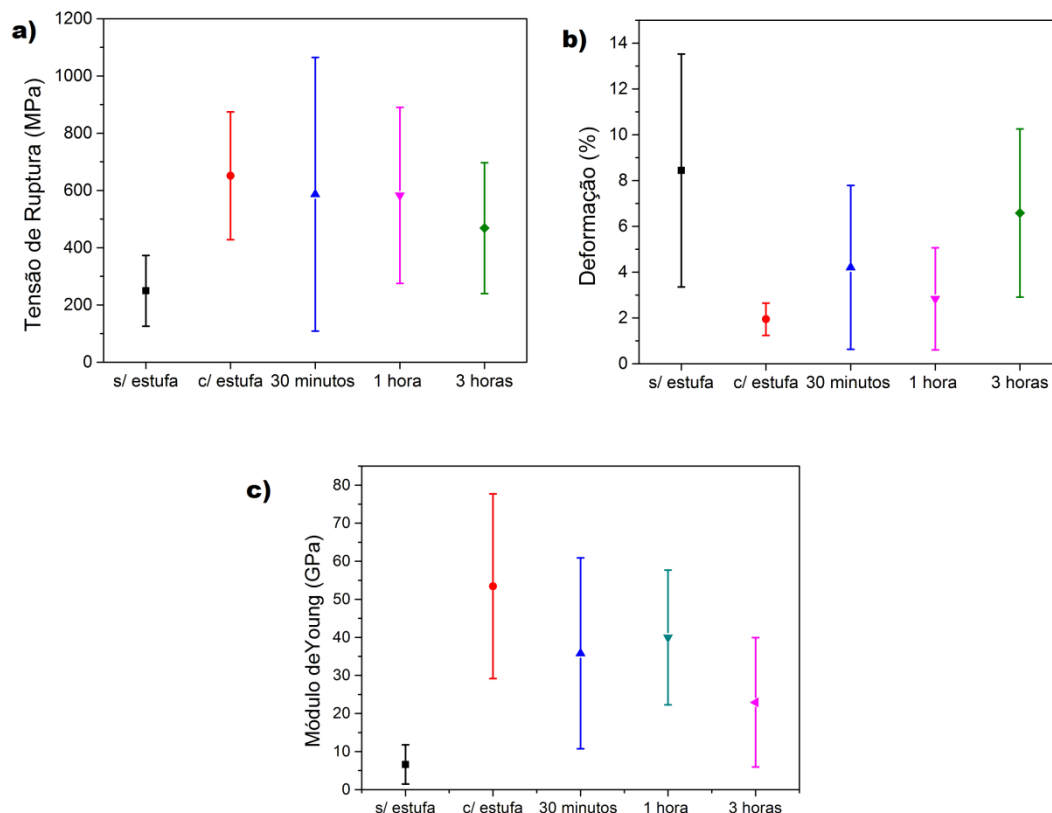


Figura 4-3: Gráficos com valores médios obtidos dos resultados dos ensaios de tração para as fibras. Valores referentes à: a) Tensão de Ruptura, b) Deformação e c) Módulo de Young.

Tabela 3: Valores médios obtidos dos ensaios de tração das fibras. É apresentado os valores de tensão de ruptura, deformação e módulo de Young.

	Sem estufa	Com estufa	30 min trat.	1h trat.	3h trat.
Tensão de Ruptura (MPa)	249±123	651 ± 223	586 ± 478	582 ± 307	468 ± 228
Deformação (%)	8,4 ± 5,0	1,94 ± 0,70	4,20 ± 3,57	2,83 ± 2,22	6,58 ± 3,67
Módulo de Young (GPa)	6,6 ± 5,1	53 ± 24	35 ± 25	39 ± 17	22 ± 16

Alguns resultados relacionados às propriedades mecânicas de fibras de bagaço da cana-de-açúcar foram reportados em ref. [2] e são similares aos encontrados neste trabalho. Entretanto os autores não indicaram as informações relacionadas à origem das fibras estudadas e o tipo de tratamento térmico ao qual às fibras foram submetidas.

Na figura 4-4 é apresentada a distribuição de Weibull para os valores de tensão de ruptura obtidos dos ensaios de tração das fibras. Trata-se de uma

distribuição estatística que modela melhor a dispersão da resistência nos materiais frágeis, resultante de uma aleatoriedade dos tamanhos de descontinuidades [19].

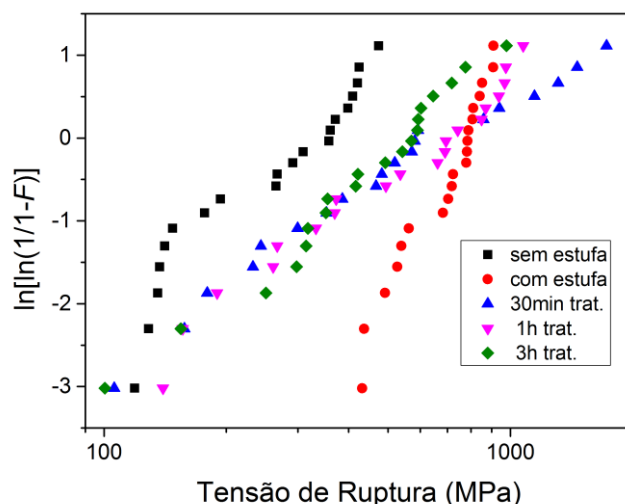


Figura 4-4: Probabilidade acumulada de falha em relação à tensão de ruptura. A resistência à ruptura foi traçada em uma escala logarítmica.

As fibras, ao passarem pela estufa, que pode ser considerada um tratamento térmico, aumentam consideravelmente o seu módulo de elasticidade e a tensão de ruptura. Mas é observada uma tendência a diminuição desses valores com o aumento do tempo de tratamento.

A Tabela 4 mostra os valores de Módulo de Weibull. As fibras tratadas com estufa foi o conjunto que apresentou o maior valor para o Módulo de Weibull, sendo o grupo que apresentou valores de tensão de ruptura mais bem definidos (com menor desvio padrão entre os valores de tensão de ruptura). Essa variação para os valores de ruptura encontrados era esperada, por se tratar de fibras naturais, onde existe a tendência de variação nas suas propriedades mecânicas.

A deformação da fibra também diminui com tratamento térmico, mas com o aumento do tempo de tratamento essa deformação volta a aumentar. Esse aumento na sua deformação pode ser atribuído à umidade absorvida pelas fibras, devido ao resíduo de hidróxido de sódio do tratamento em que grupos hidroxila atuam como agente plastificante [9], sendo incorporados entre as cadeias de polímeros, espaçando-as, assim lhe garantem uma maior

flexibilidade. As fibras em estufa, apesar de apresentarem um melhor desempenho em relação às outras, ainda apresentam um problema de compatibilidade evidenciado no preparo dos corpos de prova, onde as fibras sem tratamento alcalino não conseguiam ficar bem distribuídas na matriz.

Tabela 4: Módulos de Weibull obtidos através das análises das probabilidades acumuladas de falha para as fibras.

Fibras	Módulo de Weibull
Sem estufa	$4,9 \pm 0,4$
Com Estufa	$10,2 \pm 0,6$
30 min trat	$3,2 \pm 0,1$
1h trat	$3,8 \pm 0,2$
3h trat.	$4,4 \pm 0,2$

Apesar de o tratamento aumentara área de superfície específica das fibras confirmada pelas imagens do MEV, a extração de material da fibra pelo tratamento gera uma queda do desempenho de suas propriedades mecânicas em comparação ao tratamento térmico.

4.1.3 Estudo térmico das fibras

As figuras 4-5 e 4-6 apresentam os resultados do DSC das fibras. Já a figura 4-7 apresenta os resultados da TG e a curva da sua primeira derivada (dTG). Na figura 4-8 temos todos os gráficos da TG.

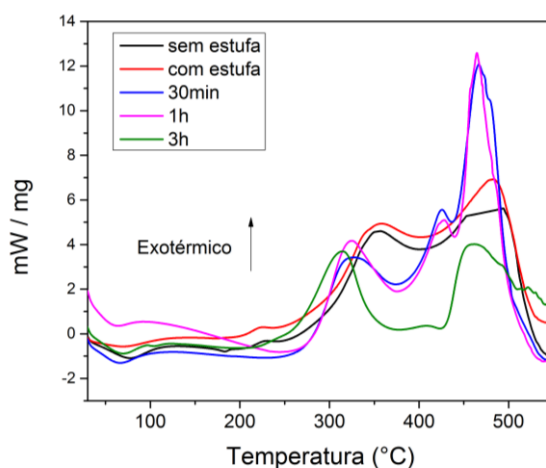


Figura 4-5: Gráfico dos resultados de DSC de todas as fibras; sem fluxo de ar, ar atmosférico, 10°C/min.

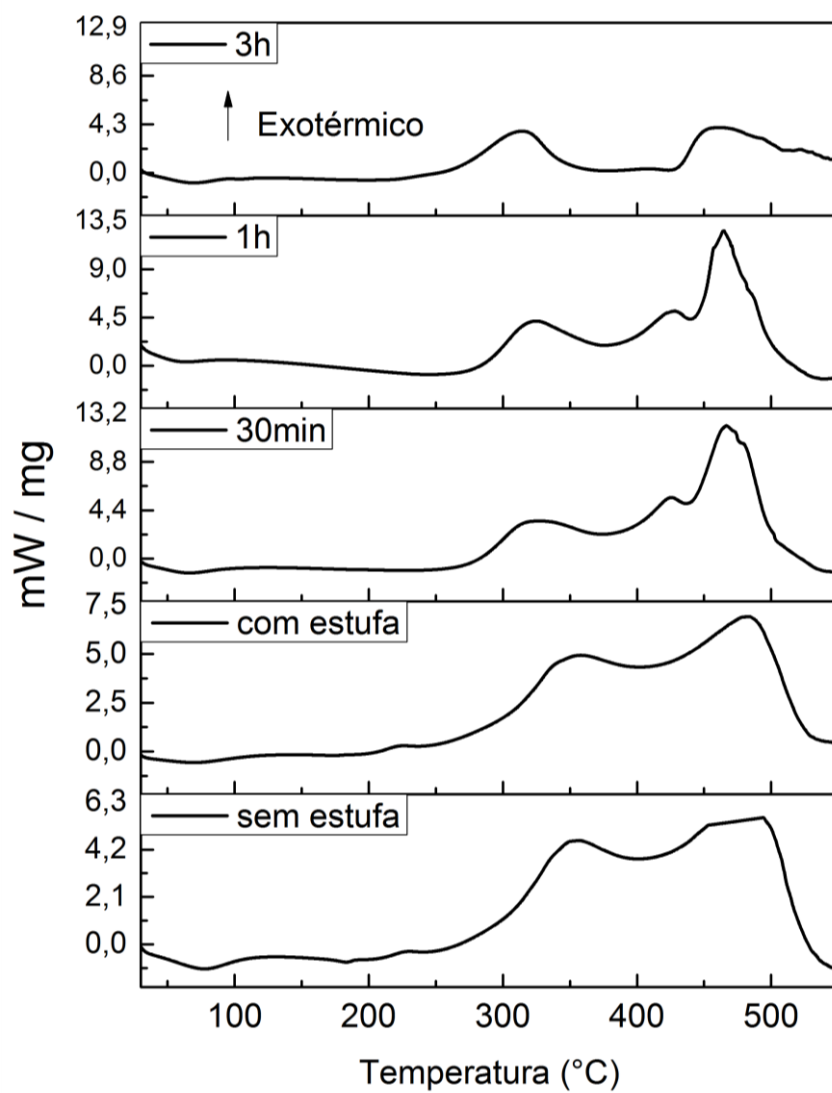


Figura 4-6: Gráfico com resultados de DSC de todas as fibras separadamente; sem fluxo de ar, ar atmosférico, 10°C/min.

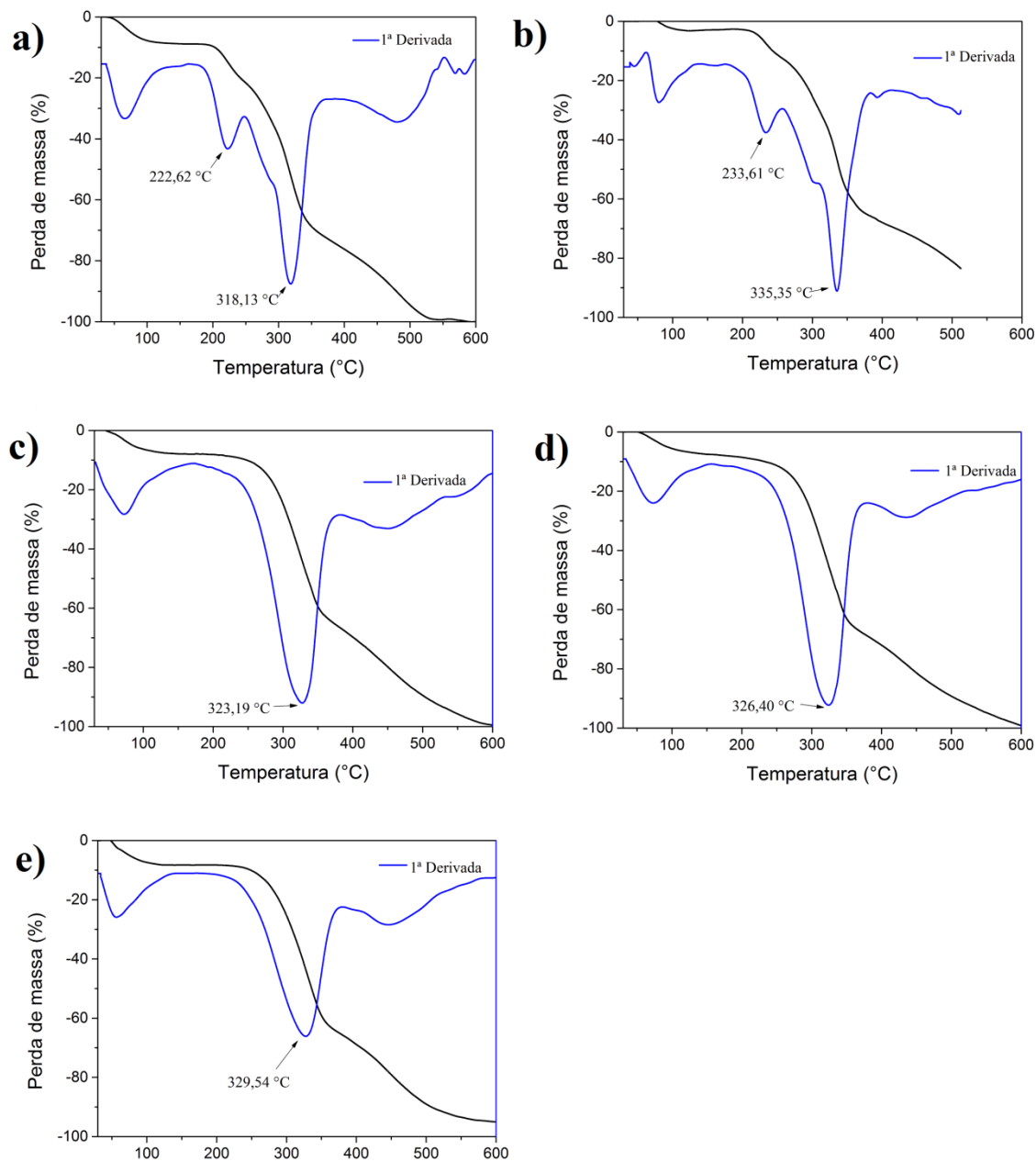


Figura 4-7: Curvas TGA/DTG: a) fibras sem estufa, b) fibras com estufa, c) fibras 30min trat. alc., d) fibras 1h trat. alc. e) fibras 3h trat. alc..

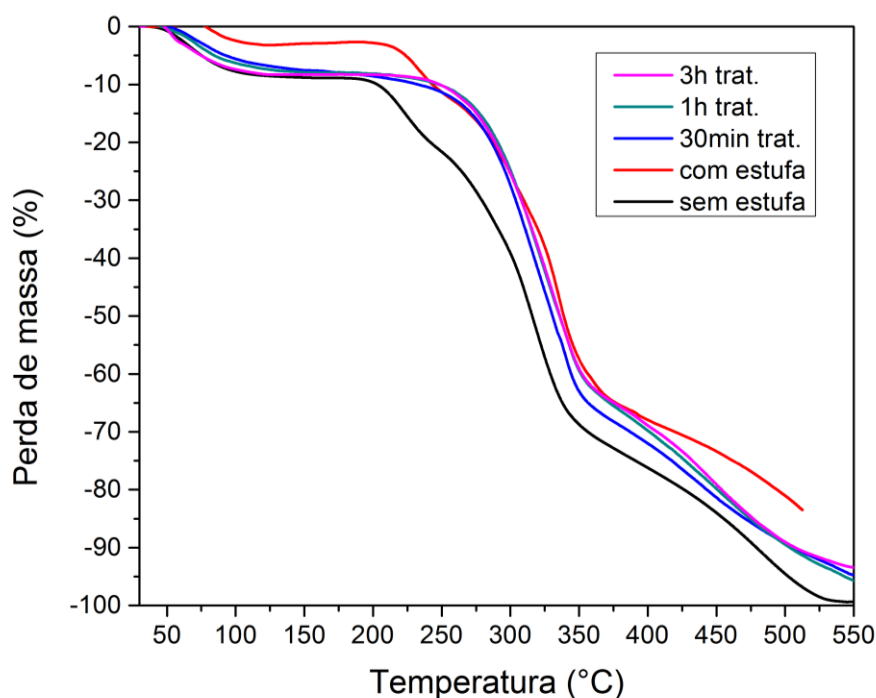


Figura 4-8: Curvas TGA das fibras de cana-de-açúcar; sem fluxo de ar, ar atmosférico e 10°C/min.

Os resultados térmicos apresentam três principais etapas de perda de massa da fibra.

A primeira etapa, apresentada em todas as fibras, ocorre até cerca de 100 °C. Esta perda de massa pode estar relacionada com a perda da água associada à umidade presente nas fibras, assim como a compostos voláteis. Embora as fibras tratadas tivessem sido devidamente secas antes das análises, a eliminação total de água é difícil devido à natureza hidrofílica das fibras.

Na faixa entre 100 a 200 °C, as fibras sem tratamento alcalino apresentam uma estabilidade térmica, enquanto as fibras tratadas resistem até uma faixa de 250 °C.

As fibras sem tratamento apresentam uma temperatura máxima de até 250 °C para quais essas fibras podem ser utilizadas, visto que a perda de massa acima dessa faixa de temperatura aumenta significativamente, valores próximos ao encontrado em outros estudos [6,9,20]. Já as fibras com tratamento apresentam uma temperatura máxima de ≈ 300 °C.

Entre 220 a 230 °C, as análises de DSC assim como a curva de dTG, apresentam um pico que pode estar relacionado à presença de hemicelulose das fibras, pois as fibras tratadas deixam de apresentar essa resposta após o tratamento alcalino. Entretanto mais investigações seriam necessárias para constatar a natureza desta transição.

A partir de 300 °C ocorrem perdas de massa em todas as fibras devido a decomposição da celulose e da hemicelulose da fibra [6,9]. Podemos notar pela curva dTG nesta faixa, o decaimento da perda de massa que ocorre com o aumento do tempo de tratamento alcalino nas fibras, provavelmente possa estar relacionado à quantidade de **holocelulose** (hemicelulose/celulose) presente nas fibras [6], confirmando a extração desse material pelo tratamento. Nos resultados do DSC, vemos a resposta da degradação que ocorre para a holocelulose. Durante a degradação térmica da celulose, ocorre sua despolimerização gerando o 1,6-anidro-glicose cuja decomposição envolve a formação de produtos voláteis, como indicado pelos picos endotérmicos [6].

Acima de 400 °C a degradação as fibras podem estar relacionadas à quebra das ligações da **protolignina** (lignina presente na fibra) [6].

4.1.4 Difração de Raios X (DRX)

A figura 4-9 apresenta um gráfico com todos os ensaios de DRX realizados para as fibras. Foram observados os planos (101) e (200) da celulose. No plano (101) ocorre uma baixa resolução e reflexão do seu índice de cristalização devido à natureza semicristalina da celulose [3,6]. Para melhor análise é utilizado o plano (200).

Com os valores obtidos pelo cálculo do índice de cristalinidade, apresentados na tabela 5, pode-se observar um aumento significativo na cristalinidade das fibras, com o aumento do tempo de tratamento alcalino.

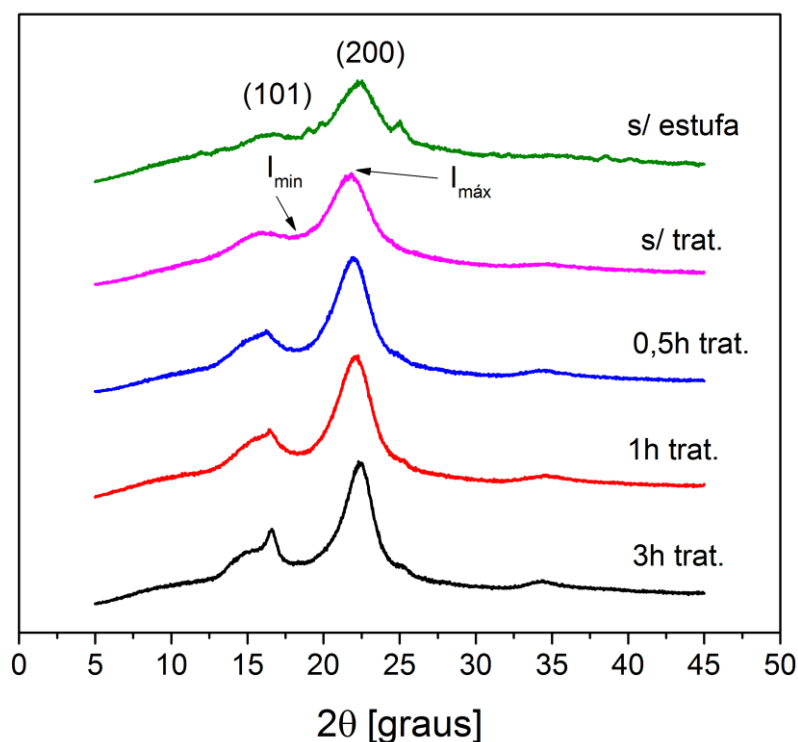


Figura 4-9: Difração de Raios X das fibras analisadas; passo 0,02 e contagem 1 s.

Tabela 5: Gráfico com valores obtidos dos ensaios do DRX, apresentando o índice de cristalinidade das fibras calculado.

	s/ estufa	s/ trat.	30min	1h	3h
I_{\max}	4884	5536	6568	6978	7018
I_{\min}	2161	2493	2210	2337	2164
$I_{cr}(\%)$	55,8	55,0	66,4	66,5	69,2

Avaliando somente o tratamento térmico realizado na fibra com estufa, notamos que comparado ao valor de cristalinidade encontrado para a fibra sem

estufa, não ocorre nenhuma alteração significativa. Os valores obtidos para as fibras sem tratamento estão um pouco acima dos reportados em literatura [6], podendo estar relacionado ao fato de que a composição apresentada para cada tipo de bagaço estudado pode sofrer variações por diversos fatores, como local de origem, clima, espécie, entre outros fatores.

Como não é observada nenhuma mudança no índice de cristalinidade das fibras somente com o tratamento térmico, a melhora do desempenho exibida nos ensaios de tração em comparação a fibras sem estufa, pode ser atribuída ao ajuste da estrutura molecular devido a elevada temperatura, assim como também retirada da água e outras impurezas que podem diminuir as interações intra e intermolecular das fibras.

O acréscimo no índice de cristalinidade para as fibras tratadas podem estar associadas à retirada de material amorfo (hemicelulose/lignina) [2] das fibras durante o tratamento assim como também pode ocorrer um melhor empacotamento das cadeias celulósicas, aumentando sua cristalinidade [2,9].

4.2 RESULTADOS DO COMPÓSITO

Nesta seção serão apresentados os resultados referentes à caracterização dos compósitos e sua comparação com a matriz.

4.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A figura 4-10 apresenta as imagens obtidas por MEV dos compósitos. Na figura 4-10(a) temos a superfície de fratura da resina.

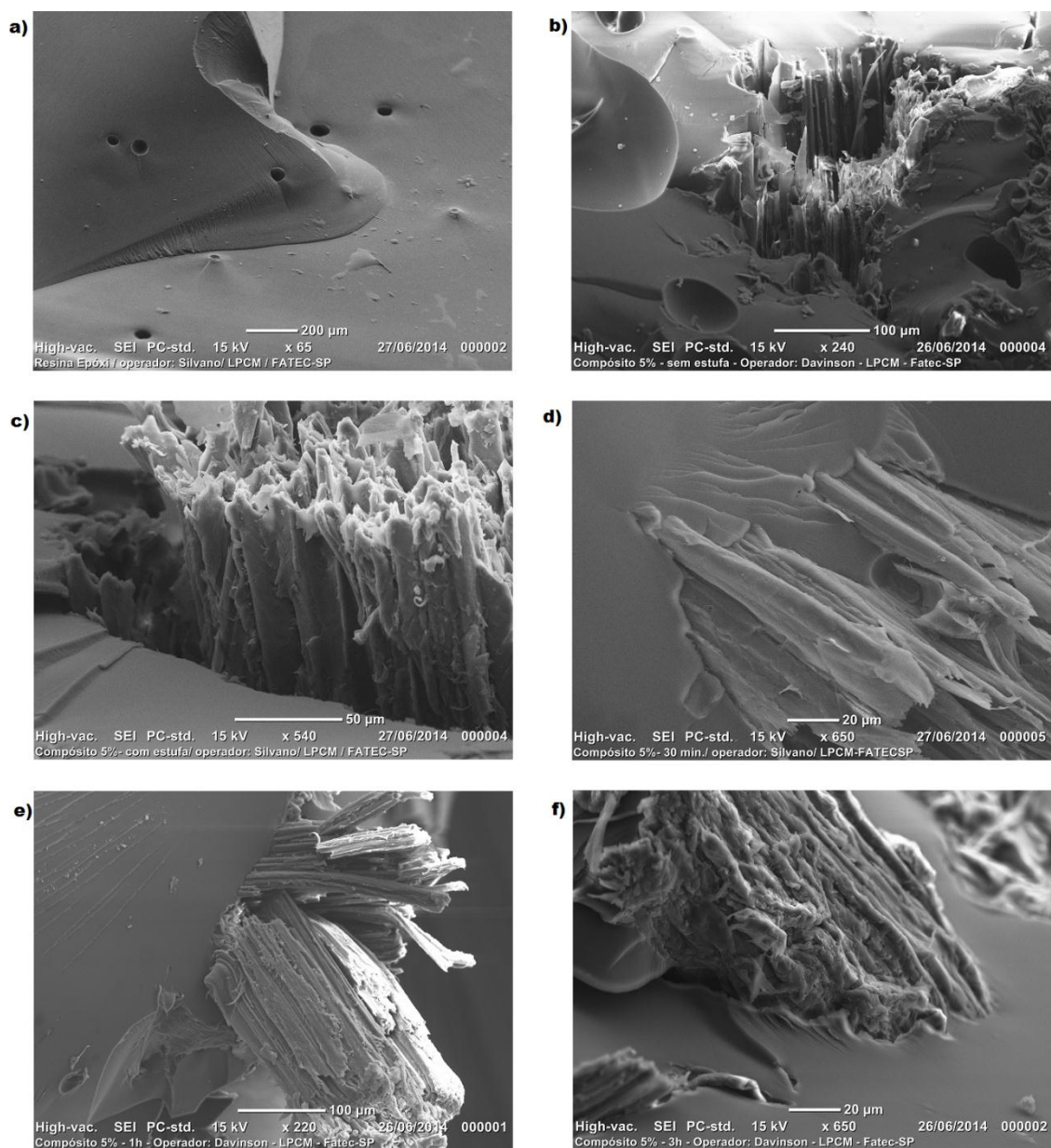


Figura 4-10: Fotografias do MEV da resina e dos compósitos. Em a) Resina Epóxi, b) Compósito 5% fibras sem estufa, c) Compósito 5% fibras com estufa, d) Compósito 5% fibras 30 min. trat. alc, e) Compósito 5% fibras 1h trat. alc., e f) Compósito 5% fibras 3h trat. alc.

Nas figuras 4-10(b) e (c) as fibras apresentam um espaçamento de delaminação com a matriz. Nas figuras 4-10(d), (e) e (f) é visível um melhor molhamento da matriz nas fibras, o que pode indicar que as fibras apresentaram uma boa adesão com a matriz. Nota-se que as fibras com mais tempo de tratamento, permitem melhor impregnação da matriz na fibra. Essa diferença de adesão pode estar relacionada à provável alteração química na superfície da fibra [2], podendo se esperar diferentes desempenhos nas propriedades mecânicas finais do compósito. A adesão entre o reforço e a matriz altera diretamente suas propriedades, tais como diferentes valores de deformação, módulo de Young e tensão de ruptura.

Na figura 4-11, é mostrada a imagem da superfície do compósito, onde é evidenciada a presença de uma grande quantidade de bolhas remanescentes do processo de preparação da resina. A presença desses espaços vazios na matriz tem grande influência em suas propriedades mecânicas, podendo assim prejudicar o seu desempenho. Essa falha na sua estrutura pode comprometer o compósito, servindo como concentradores de tensão no material. É necessário um estudo mais aprofundado do processo de fabricação do compósito, de modo que se possa diminuir a presença das bolhas no material final.

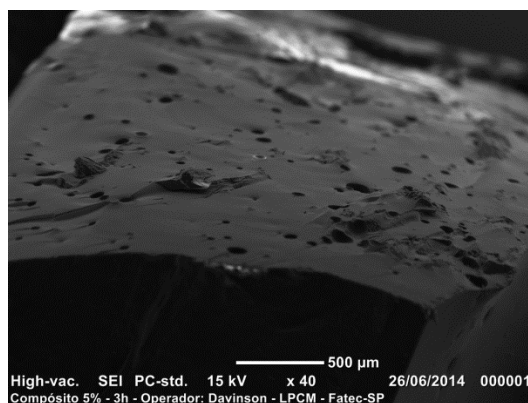


Figura 4-11: MEV de um compósito 5% fibras 3h trat. alc.

4.2.2 Ensaio de Tração

A figura 4-12 apresenta os resultados de tração da resina epóxi utilizada.

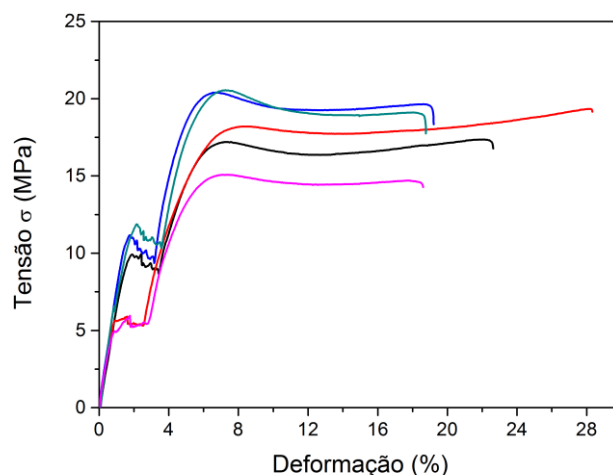


Figura 4-12: Gráfico dos ensaios de tração da resina epóxi.

A resina epóxi apresentou um valor médio de resistência à tração de 18 MPa, uma deformação até a ruptura de 21,51% e módulo de elasticidade de 0,7 GPa, que estão discrepantes aos reportados na literatura para este tipo de resina [9,21] mas ainda dentro dos parâmetros fornecidos nos dados técnicos da resina utilizada (Anexo 1). Esse comportamento pode estar provavelmente atribuído à presença de umidade da resina, variações no processo de produção das amostras e as variações do ambiente durante a cura das amostras. Amostras da mesma resina foram produzidas e curadas dentro de uma estufa em temperatura ambiente, e apresentaram um comportamento significativamente diferente, como apresentado na figura 4-13 a seguir.

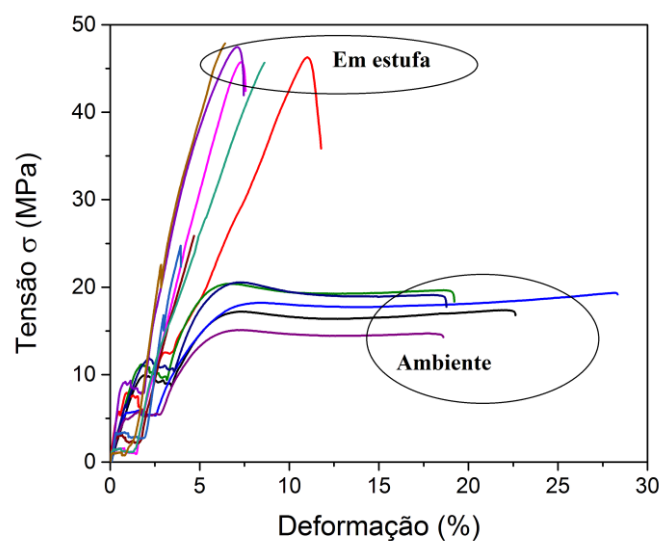


Figura 4-13: Ensaios de tração em amostras curadas em estufa e em ambiente.

Para comparação aos compósitos produzidos, foram utilizados os resultados apresentados na figura 4-12, pois todas as amostras foram curadas em ambiente.

Na figura 4-14, temos os resultados obtidos para os compósitos reforçados com 3% de fibra em massa, e na figura 4-15 para os reforçados com 5% de fibra. Na figura 4-16 são apresentados os gráficos com os valores médios obtidos para a Tensão de Ruptura, deformação máxima e o Módulo de Young. A tabela 6 apresenta os mesmos valores.

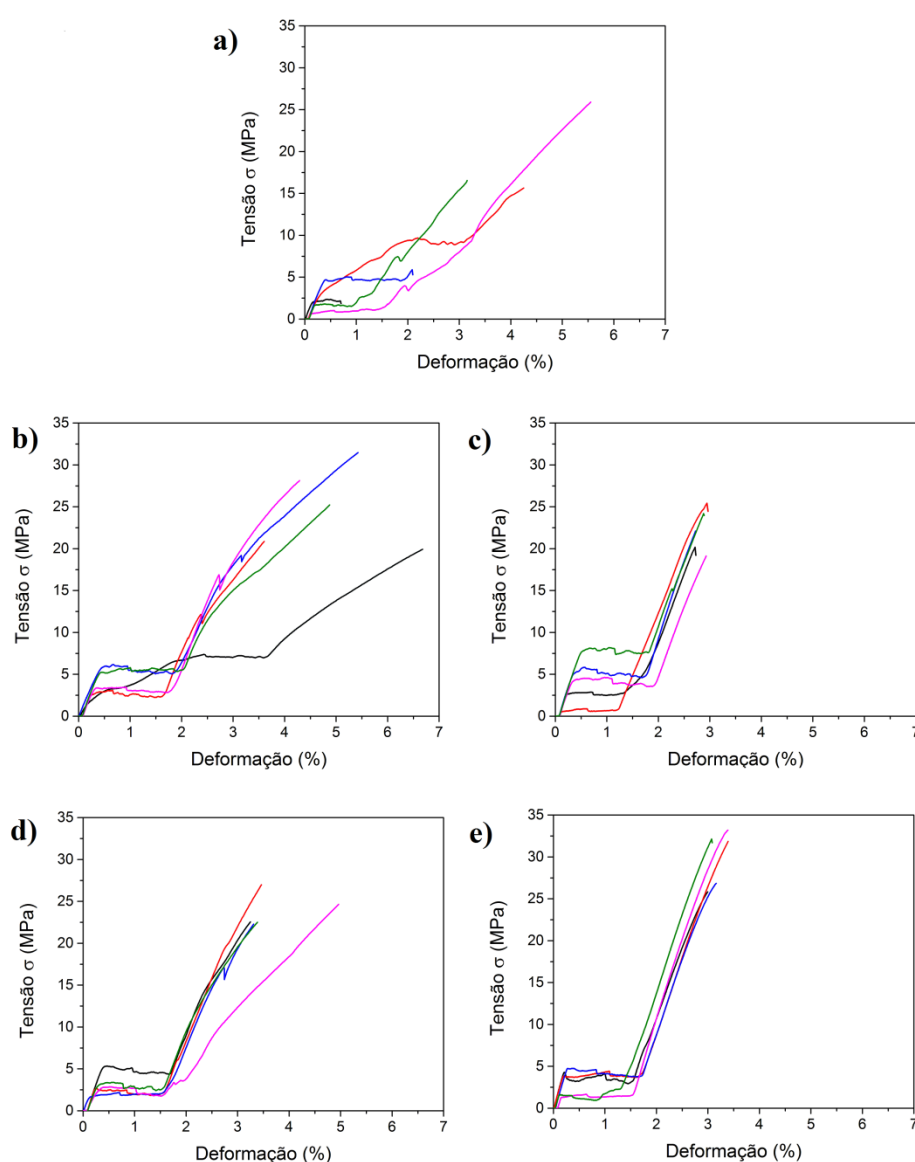


Figura 4-14: Gráficos dos ensaios de tração realizados nos compósitos. Em a) 3% de fibras sem estufa, b) 3% de fibras com estufa, c) 3% de fibras 30 minutos trat. alc., d) 3% de fibras 1h trat. alc. e e) 3% de fibras 3h trat. alc.

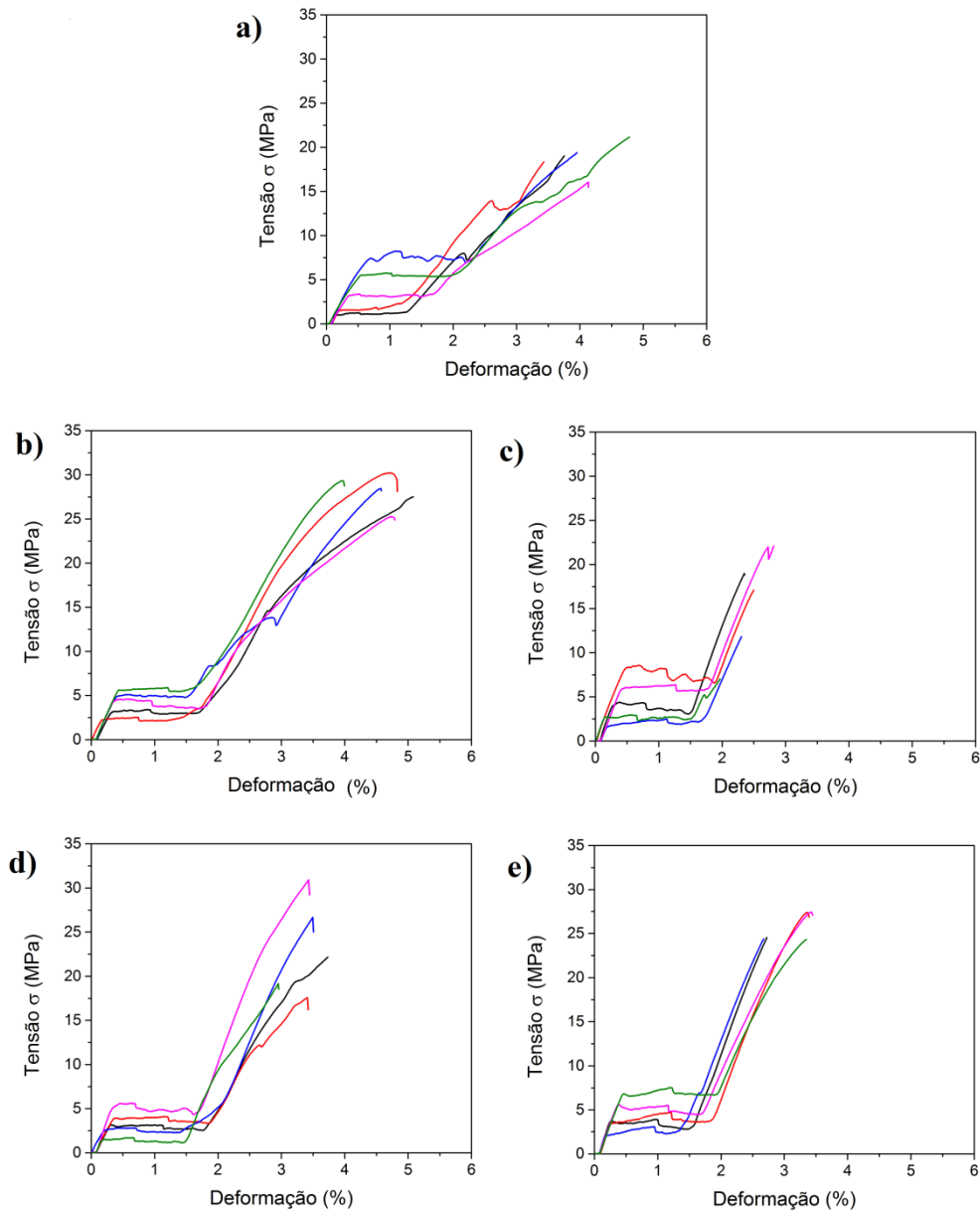


Figura 4-15: Gráficos dos ensaios de tração realizados nos compósitos. Em a) 5% de fibras sem estufa, b) 5% de fibras com estufa, c) 5% de fibras 30 minutos trat. alc., d) 5% de fibras 1h trat. alc. e e) 5% de fibras 3h trat. alc.

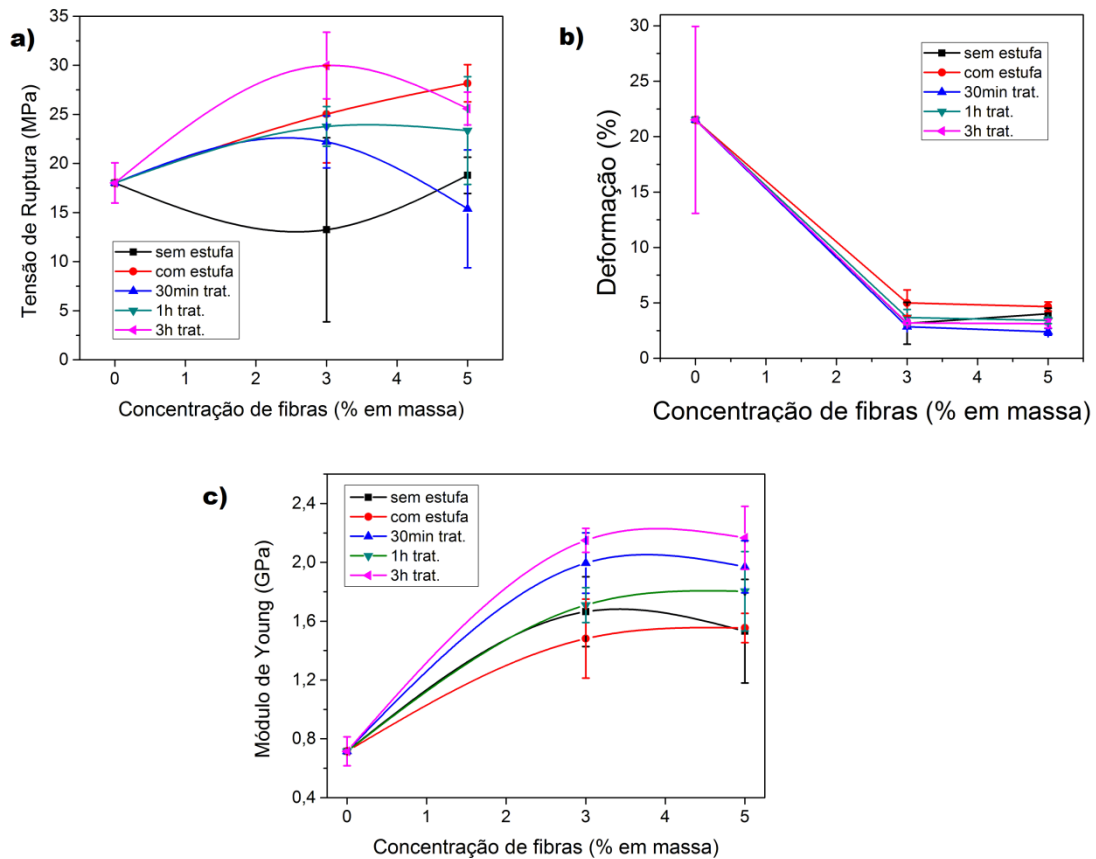


Figura 4-16: Gráficos com valores médios obtidos dos resultados dos ensaios de tração para os compósitos. Valores referentes à: a) Tensão de Ruptura, b) Deformação e c) Módulo de Young.

Tabela 6: Valores médios obtidos dos ensaios de tração da resina e dos compósitos. É apresentado os valores de tensão de ruptura, deformação e módulo de Young.

		Tensão de Ruptura (MPa)	Deformação (%)	Módulo de Young (MPa)
Epóxi		18,0 ± 2,0	21,51 ± 8,43	715 ± 98
S/ estufa	3 %	13,2 ± 9,4	3,15 ± 1,88	1664 ± 237
	5 %	18,79 ± 1,84	4,02 ± 0,49	1531 ± 352
C/ estufa	3 %	25,02 ± 4,96	4,99 ± 1,16	1481 ± 268
	5 %	28,16 ± 1,89	4,66 ± 0,41	1554 ± 99
30 min trat.	3 %	22,19 ± 2,65	2,85 ± 0,11	1995 ± 205
	5 %	15,38 ± 6,00	2,39 ± 0,30	1970 ± 177
1h trat.	3 %	23,76 ± 2,02	3,68 ± 0,72	1709 ± 118
	5 %	23,34 ± 5,48	3,42 ± 0,29	1803 ± 269
3h trat.	3 %	29,97 ± 3,40	3,18 ± 0,15	2149 ± 81
	5 %	25,59 ± 1,67	3,12 ± 0,38	2166 ± 223

Pode-se observar uma grande mudança de comportamento da resina em relação ao compósito nas Figuras 4-14 e 4-15. Sua deformação máxima cai de 21 % para aproximadamente 3-5 % para os compósitos produzidos (tabela 6). A diminuição da deformação pode ser um indício de que a tensão aplicada no compósito está sendo bem transferida para as fibras. Isto foi observado mesmo para as fibras sem tratamento.

Analizando os resultados obtidos, temos que o aumento do tempo de tratamento alcalino leva a maiores valores de tensão de ruptura e módulo de Young. Isto pode estar associado ao aumento de rugosidade na superfície das fibras, evidenciadas por MEV (Figura 4-1), permitindo uma maior molhabilidade e maior penetração da resina nas fibras melhorando sua adesão como comprovadas nas imagens de MEV do compósito (Figura 4-10). A possível exposição da celulose gerada pelo tratamento alcalino aumenta a possibilidade de gerar um maior número de ligações intermoleculares entre fibra e resina, melhorando a interação química na interface entre fibra e matriz do compósito [2,9].

Apesar da fibra tratada apenas termicamente apresentar os melhores resultados, a fibra com mais tempo de tratamento, que apresentou uma melhor adesão entre a matriz e o reforço, obteve o melhor desempenho evidenciado pelos resultados dos ensaios de tração. As amostras reforçadas com fibras tratadas por 3 horas apresentaram os melhores valores para o módulo de Young e para tensão de ruptura, o que comprova que o tratamento alcalino melhora a eficiência no mecanismo de transferência de tensão da matriz para as fibras.

4.2.3 Estudo Térmico do Compósito

A figura 4-17 apresenta os ensaios de DSC da resina pura e do compósito, nas primeiras horas de curado material em temperatura ambiente. Não é visível nenhum tipo de alteração na resposta do material. A resina apresenta o mesmo tempo de cura, confirmando assim que a presença da fibra na resina, não altera o processo de reticulação do polímero.

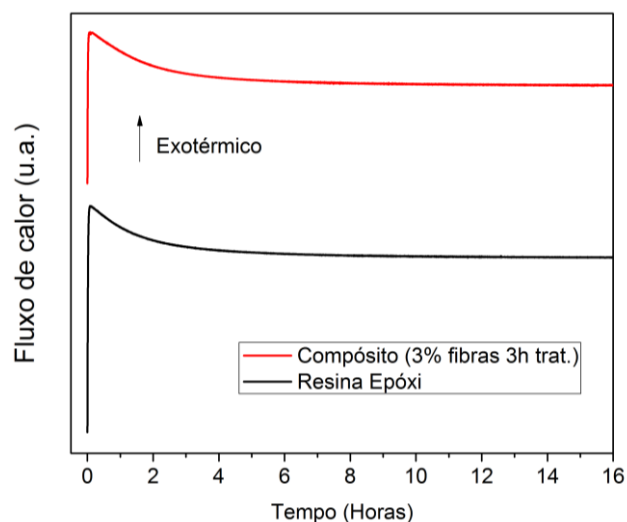


Figura 4-17: Gráfico de DSC em regime isotérmico (28 °C) da cura da resina e do compósito; em ar atmosférico. As curvas foram normalizadas pela massa.

Já na figura 4-18, são apresentados os resultados referentes ao primeiro aquecimento e o segundo aquecimento realizados no material já curado.

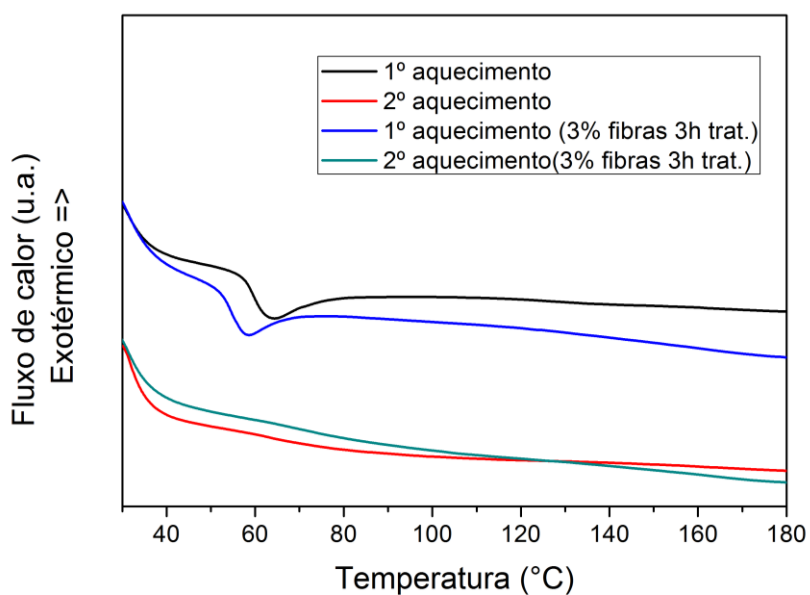


Figura 4-18: Gráficos de DSC da resina e do compósito com o primeiro aquecimento e o segundo aquecimento; sem fluxo de ar, ar atmosférico e 10 °C/min.

Os resultados do primeiro aquecimento mostram um decréscimo da temperatura de transição vítrea (T_g) da matriz do compósito que pode ser atribuída tanto à umidade absorvida pelas fibras como também ao resíduo de hidróxido de sódio do tratamento agindo como um plastificante [9].

Já no segundo aquecimento, vemos que há uma diminuição da intensidade do sinal de DSC na região de transição vítrea. Isso pode ter ocorrido devido à eliminação do *stress* residual no material, gerando uma relaxação da estrutura pela energia fornecida no primeiro aquecimento.

4.2.4 Difração de Raios X (DRX)

A figura 4-19 apresenta os resultados de DRX para a resina em comparação com o compósito. Não é perceptível nenhum tipo de mudança, o que pode estar relacionado ao fato das fibras não alterarem o processo de reticulação como discutidas na sua análise térmica.

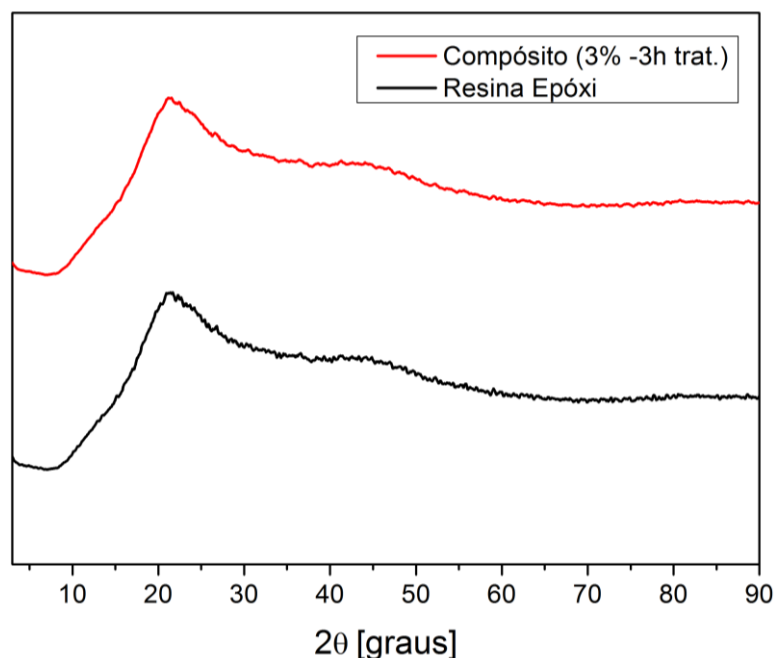


Figura 4-19: Difração de Raios-X da resina Epóxi e do compósito; passo 0,05 e contagem 1s.

5 CONCLUSÕES

Este trabalho consistiu em caracterizar os efeitos do tratamento alcalino na morfologia e nas propriedades mecânicas das fibras de bagaço de cana-de-açúcar. Com o trabalho realizado foi possível realizar a caracterização das fibras obtidas, assim como definir os efeitos do tratamento alcalino sobre a fibra, que altera o seu aspecto morfológico, comportamento térmico.

Somente o tratamento térmico já demonstrou ser uma etapa fundamental para a utilização das fibras, pela mudança do seu comportamento mecânico, pois somente com a sua reestruturação interna, sem alterações no índice de cristalinidade da celulose, a fibra apresentou melhor desempenho mecânico, como o aumento na tensão de ruptura e no módulo de Young comprovados pelos ensaios de tração. Entretanto as fibras ainda apresentavam baixa compatibilidade com a resina, pela sua natureza hidrofílica. Com o aumento do tempo de tratamento alcalino, a retirada de hemicelulose e lignina das fibras acabam levando uma tendência a aumentar sua deformação máxima e diminuir os seus valores de tensão de ruptura e módulo elástico. Apesar de o tratamento gerar essa perda de desempenho, o aumento da rugosidade das microfibrilas confirmado com a mudança da sua superfície, torna a celulose mais exposta. O aumento da área de superfície específica na superfície das fibras melhora sua adesão à matriz e aumenta a interação dos grupos hidroxilas presentes na celulose, permitindo uma maior quantidade de ligações intermoleculares.

As análises de DSC e TGA das fibras apresentaram respostas relacionadas aos principais constituintes das fibras. Foi observado que o tratamento alcalino promove a diminuição da intensidade dos picos localizados em ≈ 230 e 330°C , possivelmente relacionados à extração da hemicelulose e da holocelulose, respectivamente. As análises térmicas mostraram o aumento da temperatura máxima de uso para as fibras tratadas.

Os ensaios de DRX indicaram um aumento no índice de cristalinidade das fibras com o tempo de tratamento. Apesar de promover uma melhor estrutura

para a celulose, a retirada da matriz que liga as microfibrilas, causa uma queda no seu desempenho mecânico, pois a transferência de tensão entre a matriz/reforço da fibra está prejudicada pelos espaços vazios, e pela sua alteração morfológica.

Também foram produzidos compósitos reforçados com 3 e 5 % em massa de fibras sem e com tratamento por diferentes períodos de tempo. Os compósitos reforçados com as fibras tratadas apresentaram um melhor desempenho em comparação à resina epóxi pura. Os ensaios de tração mostraram uma tendência em aumentar os valores de tensão de ruptura e módulo de Young para as fibras tratadas com mais tempo (3 horas), indicando que as fibras tratadas possibilitaram um aumento a área de superfície na região de interface entre a matriz e as fibras, melhorando desta forma a adesão. Apesar de o tratamento gerar as perdas de desempenho mecânico nas fibras, a mudança da sua região de interface permite uma maior adesão entre fibra e matriz, aumentando a eficiência de transferência de tensão da matriz para o reforço resultou em um compósito mais resistente e que apresenta ganhos em suas propriedades mecânicas comparadas a resina pura e gera maior compatibilidade das fibras com a resina epóxi.

Os estudos realizados sobre os efeitos do tratamento podem ajudar a aumentar as possibilidades de aplicações para as fibras em escala industrial, diminuindo custos para produção de materiais compósitos, e também agregando valor a um subproduto, possibilitando além de ganhos econômicos a redução de problemas ambientais.

6 TRABALHOS FUTUROS

Alguns dos efeitos do tratamento alcalino sobre a fibra a respeito da sua morfologia foram perceptíveis ao longo do trabalho realizado, mas que podem ser comprovadas com ensaios mais específicos, como a alteração no diâmetro das microfibrilas, a diminuição da densidade das fibras ao longo do tempo de tratamento entre outros. Com a caracterização da sua densidade, seria possível definir a quantidade de volume de fibra utilizada como reforço, e assim comparar os valores experimentais obtidos para o módulo de Young do compósito com os valores obtidos da fibra pelas equações teóricas dos materiais compósitos.

Devido a sua baixa densidade, as fibras acabam ocupando um grande volume. Foi notado que após o tratamento, não foi possível produzir compósitos reforçados com 10 % em massa de fibras. Trabalhos futuros poderão tentar criar compósitos com maiores variações de composição de compósitos, a fim de elucidar a quantidade máxima possível de reforço que se pode ser adicionada ao compósito, sem que haja perdas em relação ao seu desempenho mecânico.

A caracterização das fibras também pode ser mais aprofundada, assim como a realização de análises como espectroscopia de infravermelho (FTIR) para quantificar os principais constituintes das fibras (hemicelulose, celulose e lignina) após os tratamentos alcalinos e relacionar essas informações com o comportamento mecânico das fibras e sua degradação térmica.

Uma das próximas etapas do trabalho será avaliar o comportamento da fibra como reforço em ensaios de impacto.

Os efeitos do tratamento da fibra obtiveram resultados promissores como reforço na matriz de resina epóxi; portanto também podem ser estudado o seu comportamento e compatibilidade com outros tipos de matrizes poliméricas.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Satyanarayana, K.G., Guimarães, J. L., Wypych, F., Studies on lignocellulose fibers of Brazil. Part 1: Source, productions, morphology, properties and applications. Composites part A, v. 38, 2007.
- [2] LI, XUE. (2006). Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review. J Polym Environ, 2007.
- [3] Rong, M. Z., Zhang, M. Q., Liu, Y., Yang, C. G., Zeng H. M., The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites. Composites Science and Technology. v. 61, p. 1437-1447, 2001.
- [4] De Paiva, J. M. F., Matriz Termofixa Fenólica em Compósitos Reforçados com Fibras de Bagaço de Cana-De-Açúcar. Polímeros: Ciência e Tecnologia, Abril/Junho 1999.
- [5] Michel, D., Bachelier, B., Yves, D. J., Harzallah, O., Preparation of Cellulosic Fibers from Sugarcane for Textile Use. Hindawi Publishing Corporation, Conference Paper in Material Science. v. 2013, p. 1-6, 2013.
- [6] Guimarães, J. L., Frolini, E., Da Silva, C. G., Wypych, F., Satyanarayana, K.G., Characterization of Banana, Sugarcane, bagasse and sponge gourd fibers of Brazil. Industrial Crops and Products. v30, p.407-415, 2009.
- [7] Sgriecia, N., Hawley, M. C., Misra, M., Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites. Composites part A. v.39, p. 1632-1637, 2008.
- [8] Azizin, M. S., Isolation of hemicellulose from sugarcane bagasse by alkaline extraction. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação), Universiti Teknologi MARA, Shah Alam, 2010.
- [9] PIREZ, E. N., Efeito do tratamento de superfície em fibras de juta no comportamento mecânico de compósitos de matriz epóxi. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2009.
- [10] Santos, F., De Queiróz, J. H., Colodette, J. L., Fernandes, S. A., Guimarães, V. M., Rezende, T., Potencial da palha de cana-de-açúcar para produção de etanol. Química nova. v. 5, p. 1004-1010, 2012.

- [11] Nery, T. B. R., Leite, J. N., José, N. M., Processo de extração e caracterização térmica da lignina kraft. 12º Congresso Brasileiro de Polímeros, 2009.
- [12] Amarante, R. B., Análise da utilização de fibras naturais aglutinadas com resina epóxi, para fabricação de uma cobertura central do porta-malas de um automóvel de passageiros. Dissertação (Mestrado) , Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2010.
- [13] Loan, D. T., Brodowsky, H., Mäder, E., Jute fiber/epoxy composites: Surface properties and interfacial adhesion. Composites Science and Technology. v. 72, p.1160–1166, 2012.
- [14] Brienzo, M., Siqueira, A. F., Milagres, A. M. F., Search for optimum conditions of sugarcane bagasse hemicellulose extraction. Biochemical Engineering Journal. v. 46 , p. 199–204, 2009.
- [15] Callister, W. D. Jr. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução, Rio de Janeiro, 9ed, LTC, 2012.
- [16] Herter, F. F., Desempenho de compósitos tri-componente epóxi/fibra de vidro/hidróxido duplos lamelares. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2010.
- [17] Polymer Science Learning Center, disponível em: <http://pslc.ws/macrog/eposyn.htm>, acessado em 29/06/2014.
- [18] Canevarolo, Jr., Sebastião, V., Técnicas de Caracterização de Polímeros, Artliber, São Paulo, 2004.
- [19] Askeland, D. R., Phulé, P. P., Ciência e Tecnologia dos Materiais, Cengage Learning, São Paulo, 2008.
- [20] Yao, F., Wu, Q., Lei, Y., Guo, W., Xu, Y., Thermal decomposition kinetics of natural fibers: Activation energy with dynamic thermo gravimetric analysis. Polymer Degradation and Stability, v. 93, p. 90-98, 2008.
- [21] Barros, L. P. J., Amaral, C. R., Rodriguez, R. S. J., Propriedades Mecânicas e aspectos da microestrutura de sistemas epoxídicos DGEBA. II Encontro Fluminense de iniciação científica e tecnologia, 2010.

8 ANEXOS

8.1 Anexo 1 – Características do Sistema de Resina Epoxídica



Redelease®

SQ 2001 e SQ 3154 **SISTEMA DE RESINA EPOXÍDICA**

APRESENTAÇÃO

Este sistema epoxídico é indicado para ser usado em formulações isentas de solventes e que necessitem de boa retenção de cores. Sistemas curado com este endurecedor não apresentam superfície oleosa ("blushing") mesmo quando usados à temperatura ambiente, sendo ou não em película.

VANTAGENS

- Excelente transparência e boa retenção de cores
- Boa fluidez
- Facilidade de Processamento
- Contração mínima. Não libera subprodutos.
- Excelentes propriedades dielétricas com alta isolamento.
- Resistência química elevada, especialmente ao intemperismo e umidade.
- Estabilidade aos ciclos térmicos, impactos e ações mecânicas.
- Boa adesão. Alta dureza e resistência à abrasão
- Fácil impregnação na aplicação em laminação.

CARACTERÍSTICAS DOS COMPONENTES

	Resina SQ 2001	Endurecedor SQ 3154
Aparência	líquido incolor viscoso	líquido límpido incolor
Viscosidade, 20°C, cPs	11.000 a 14.000	100 máx.
Peso Específico, 20°C, g/cm ³	1,16 +/- 0,01	1,005 +/- 0,015
Peso epóxi equivalente (EEW)	182 – 192	

PROPRIEDADES DO SISTEMA NÃO CURADO

Proporção de mistura (Resina: Endurecedor)	100:50 partes em peso.
Temperatura de manipulação (°C)	18 - 30.
Tempo de utilização da mistura 100g (gel time) a 25°C	20 a 30 min.
Tempo de endurecimento da mistura (100g em película, 20°C)	3 a 4 horas.
Cura total a 20°C	24 a 48 horas.

PROPRIEDADES DO SISTEMA CURADO

Temperatura de Deflexão Térmica(HDT) (°C)	95 - 110.
Força de Compressão (psi)	5000.
Força de Tensão (psi)	3000 - 6200.
Elongação (%)	2,8.
Impacto Izod (ft lb/in)	0,2 – 0,6.
Dureza Barcol	30 – 35.

RESINA BASE

A resina epoxídica base do sistema é um produto líquido, resultante da reação da Epilcloridrina com o Bisfenol A.

ENDURECEDOR

O endurecedor à base de poliamina modificado promove a melhor adesão com boa resistência térmica, química e mecânica com baixa exotermia, possuindo boa solubilização na resina com proporções não críticas, permitindo cura homogênea com boa velocidade e propriedades finais bastante controláveis.