

## Caracterização de material compósito de matriz polimérica utilizando poliuretano a base de óleo vegetal com fibra de sisal aplicando tratamento químico

Bruno Targino de Oliveira<sup>1</sup>; 0000-0001-9529-8548  
Renata Martins Parreira<sup>1</sup>; 0000-0002-9964-7466

1 – UniFOA, Centro Universitário de Volta Redonda, Volta Redonda, RJ.  
[bruno\\_targ@hotmail.com](mailto:bruno_targ@hotmail.com) (contato principal)

**Resumo:** Atualmente, a busca por novos materiais oriundos de fontes renováveis é cada vez maior entre os pesquisadores, o que contribui para um desenvolvimento sustentável e conseqüentemente para a preservação ambiental. O emprego de materiais poliméricos vem ganhando cada vez mais espaço na indústria, cuja matéria-prima utilizada na fabricação de materiais plásticos deriva do petróleo um combustível fóssil e não renovável. O emprego de materiais compósitos pode ser uma alternativa para substituir materiais derivados do petróleo ou de origem sintética por fontes renováveis. O trabalho tem como objetivo principal, a produção de um material compósito aplicando a fibra de sisal como material de reforço e o óleo vegetal para a construção do poliuretano (PU), obtendo um produto com uma pegada menor de carbono, facilitando a cisão da cadeia polimérica deixando-o mais suscetível a degradação ambiental. O método de confecção do compósito foi realizado pela mistura de um pré-polímero com óleo vegetal respeitando a relação estequiométrica da mistura e acrescentando a fibra de sisal como reforço disposta de forma aleatória e descontínua. Antes da aplicação da fibra a mistura, foram efetuados o tratamento alcalino com hidróxido de alumínio  $\text{Al}(\text{OH})_3$  e hidróxido de sódio  $\text{NaOH}$  para comparar os resultados da fibra *in natura* versus tratamento alcalino, nos ensaios de índice de cristalinidade, teor de umidade, resistência a tração e análise morfológica da fibra. O tratamento por  $\text{NaOH}$  atuou na limpeza superficial da fibra com remoção da lignina e hemicelulose o que influenciou na elevação do índice de cristalinidade e diminuição da tensão de tração a ruptura, módulo de elasticidade e estabilidade do teor de umidade. O tratamento  $\text{Al}(\text{OH})_3$  não revelou diferença nos ensaios de índice de cristalinidade e teor de umidade em comparação a fibra *in natura*, na análise morfológica é possível observar ao longo da superfície da fibra a deposição de partículas de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  fato esse já era esperado devido a baixa solubilidade da substância alcalina com a água destilada, analisando o DRX da amostra é observado um aumento na amplitude próximo ao ângulo de Bragg  $2\theta$  de  $44,15^\circ$  o mesmo ângulo característico de difração pelo alumínio. Ambos os tratamentos não afetaram a estrutura da fibra ao ponto de danificá-las visto que o percentual de alongamento das amostras não obteve grandes variações.

**Palavras-chave:** Fibra de sisal. Hidróxido de alumínio. Hidróxido de sódio. Poliuretano.

## INTRODUÇÃO

Uma nova perspectiva para reduzir o efeito nocivo dos materiais que utilizam matéria-prima derivado do petróleo é a utilização de materiais compósitos aplicando insumos de fontes renováveis, como: fibras naturais e óleo vegetal.

O estudo realizado tem como finalidade, caracterizar a fibra de sisal aplicando os ensaios de DRX para determinar o índice de cristalinidade, teor de umidade, resistência a tração e caracterização morfológica, antes de aplicá-la como reforço em uma matriz polimérica de PU.

As fibras vegetais possuem uma estrutura complexa, composta basicamente por celulose, lignina e hemicelulose e apresentam como vantagens em relação às fibras sintéticas menor custo, densidade, abrasividade e menor quantidade de energia gasta para serem processadas (Merlini, 2011). No entanto apresentam desvantagens como baixa adesão entre a fibra/matriz, são altamente higroscópicas o que afeta as propriedades mecânicas de compósitos reduzindo sua vida útil, possui baixa resistência a microrganismos, além da dificuldade de obter propriedades mecânicas constantes pois variam em função da estrutura, da região onde são extraídas as fibras da planta e das condições de processamento (Pacheco, 2006).

A hemicelulose e lignina influenciam nas propriedades adesivas da fibra. Sendo a lignina um agente atuante no impedimento da difusão entre a matriz e a celulose pelo fato de ser hidrofóbica. O tratamento alcalino nas fibras vegetais atua na remoção parcial ou total da lignina e hemicelulose, na limpeza superficial com a retirada de ceras e graxas o que proporciona um aumento na rugosidade e conseqüentemente melhora a aderência entre fibra e matriz (Silva, 2003).

## MÉTODOS

A fibra de sisal foi adquirida comercialmente na cidade de Petrópolis em forma de fios finos e seco em embalagem de 250 gramas.

As soluções alcalinas utilizadas foram hidróxido de alumínio do fabricante (Êxodo Científica Química Fina Industria e Comércio LTDA) disposto na forma de pó com coloração branca em frasco de 250 gramas. Hidróxido de sódio em escamas do

fabricante (ACS científica). Ambas as substâncias foram adquiridas pelo Centro Universitário de Volta Redonda – UniFOA.

O tratamento químico da fibra de sisal foi realizado no laboratório de química da UniFOA. Para o tratamento foram utilizadas solução de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  e  $\text{NaOH}$  ambas com concentração de 10% (m/v).

A primeira etapa do processo consistiu na lavagem da fibra *in natura* em água destilada. A massa da fibra utilizada para cada tratamento alcalino foi de 110 gramas, sendo aplicada a proporção de 1 litro de água destilada para cada 15 gramas de fibra (Silva, 2018).

Na amostra que foi aplicado o tratamento  $\text{Al}(\text{OH})_3$  a fibra ficou de molho em água destilada por um período aproximado de 2 horas a uma temperatura de 87 °C, antes de ficar mercerizada em  $\text{Al}(\text{OH})_3$  10% por 1 hora. O tratamento com  $\text{NaOH}$  10% o tempo de molho da fibra em água destilada e mercerizada na solução foi de 1 hora.

Após o tempo de mercerização a fibra foi lavada em água destilada até obter o pH de 8,61 e 8,4 para os respectivos tratamentos por  $\text{Al}(\text{OH})_3$  e  $\text{NaOH}$ . Sendo a última etapa o processo de secagem que foi executado em duas etapas: na secagem da fibra em uma estufa com renovação de ar do fabricante (DeLeo) a 100 °C por um período de 1 hora. A segunda etapa a fibra foi deixada em temperatura ambiente para terminar completamente o processo de secagem.

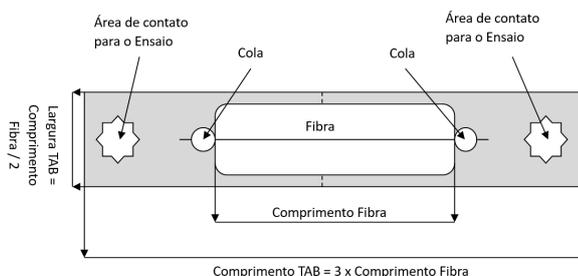
O ensaio de DRX foi utilizado um difratômetro da marca (Shimadzu) modelo XRD6100, com tensão de 40kV, corrente de 30mA e  $\lambda$  (CuK $\alpha$ ) = 1,5406 Å. O índice de cristalinidade foi calculado pela relação entre a intensidade máxima ( $2\theta$ ) e mínima ( $2\theta$ ), de acordo com a Equação 1 (Silva, 2006).

$$I_{cr} = \frac{I_{max} - I_{min}}{I_{max}} * 100 \quad (1)$$

O ensaio de tração foi baseado na norma ASTM D 3379-75 que normatiza o método padrão para ensaio de tração de um único filamento. Realizado na máquina universal (EMIC) utilizando a célula de carga de 5 KN com velocidade de avanço de 2,5 mm/min. Para a execução do ensaio foram confeccionados 10 porta amostra (TAB) de papel

cartolina conforme dimensões apresentadas na norma. O comprimento do TAB é influenciado diretamente pela extensão da fibra, conforme ilustrado na Figura 1.

Figura 1 - Porta amostra para ensaio de tração em fibra



Fonte:(ASTM D 3379-75)

Foi utilizado uma fibra com extensão de 30 mm para o ensaio de tração e aplicado um micrômetro da marca (Starrett) para medir a espessura da fibra. Para calcular os resultados de tensão de ruptura a tração, módulo de Young e alongamento foi definido um limite de confiança através da definição dos limites superior e inferior, conforme apresentado na Equação 2 e 3 (Litaiff,2023).

$$L_{sup} = \mu - \sigma \quad (2)$$

$$L_{sup} = \mu + \sigma \quad (3)$$

A caracterização morfológica foi efetuada através da microscopia eletrônica de varredura (MEV), realizado no equipamento de bancada da marca (Hitachi) modelo TM 3000.

O teor de umidade foi realizado no laboratório de química de uma indústria de bebidas localizada na cidade de Petrópolis em uma balança de infravermelho do fabricante (Mettler Toledo) modelo HE53, sendo utilizada 3 amostras da fibra *in natura*,  $\text{Al}(\text{OH})_3$  e NaOH com peso de 1 grama cada.

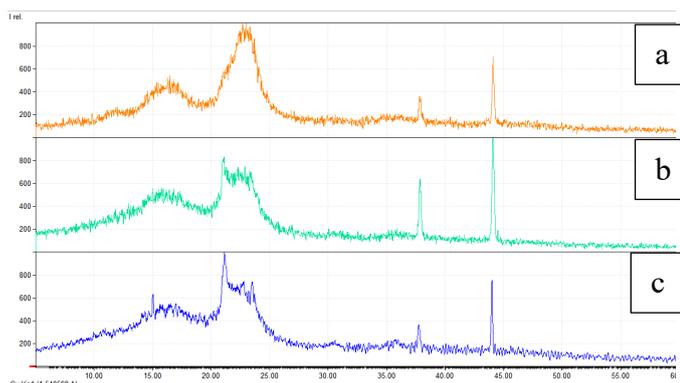
Os ensaios de DRX, ensaio de resistência a tração e morfologia da fibra foram realizados nos laboratórios da UniFOA.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os difratogramas da fibra *in natura* e com tratamento alcalino estão dispostos na Figura 2, a) tratamento com NaOH 10%, b) tratamento com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  10% , c) *in natura*.

Todos os espectros são característicos da celulose tipo 1, também conhecida como celulose nativa, devido a presença de picos próximo aos ângulos 15°-16° no plano 101 e entre 21°-22° no plano 002 (Almeida, 2009).

Figura 2 - Difratoograma fibra de sisal - a) NaOH, b) Al(OH)<sub>3</sub>, c) in natura



Fonte: (Próprio autor)

A análise visual do espectro nos permite identificar uma semelhança entre os difratogramas da fibra com Al(OH)<sub>3</sub> e *in natura*, o que corrobora com os valores encontrados para o percentual de cristalinidade, conforme apresentado no Quadro (1).

Quadro 1 - Percentual de cristalinidade da fibra de sisal

<b>Amostra</b>	<b>Icr (%)</b>
Sisal in natura	63,86%
Sisal Al(OH) <sub>3</sub> 10%	62,65%
Sisal NaOH 10%	75,83%

Fonte: (Próprio autor)

Os resultados obtidos pelo Quadro 1, está semelhante a estudos realizados em outras fibra lignocelulósicas como mencionado por (Litaiff, 2023) que caracterizou a fibra de malva in natura e obteve índice de cristalinidade de 64,64%, outros autores como (Pereira, 2015) obtiveram para a fibra de curauá 62%, (Mochnacz, 2003) encontrou o percentual de cristalinidade em 72,2% para a fibra de sisal. O tratamento com NaOH 10% mencionado por (Mochnacz, 2003) para fibra de sisal obteve um índice de cristalinidade de 76,51%, dados de outras fibras vegetais como o malva tratada com NaOH 5% mencionado por (Litaiff, 2023) obteve um índice de cristalinidade de 71,28%. O tratamento com Al(OH)<sub>3</sub> não foi encontrado literatura com dados para o índice de cristalinidade.

Em todos os espectrogramas é possível observar um pico no ângulo de Bragg em 44,15° com ausência da fase amorfa, o pico está exatamente na faixa referente ao ângulo característico de difração do alumínio, material do porta amostra utilizado no ensaio. No espectro referente ao tratamento com Al(OH)<sub>3</sub> é nítido a potencialização da amplitude no ângulo de 44,12°.

O teor de umidade encontrado nas amostras e o desvio médio estão ilustrados no Quadro 2. O tratamento com NaOH foi o que obteve o maior percentual de 10,11% e o menor desvio médio. (Mochnacz, 2003) encontrou um teor de umidade na faixa de 11% para fibra de sisal tratada com NaOH 10%. A fibra tratada com Al(OH)<sub>3</sub> alcançou o maior desvio médio, pelo fato da grande variação que cada amostra apresentou o mesmo comportamento foi observado na fibra *in natura*.

Quadro 2 – Percentual de umidade média da fibra de sisal

<b>Amostras</b>	<b>Valor Médio (%)</b>
In natura	8,523 ± 0,998
Al(OH) <sub>3</sub> 10%	9,267 ± 2,118
NaOH 10%	10,11 ± 0,087

Fonte: (Próprio autor)

Os dados referentes ao ensaio de tração nas amostras de sisal, são apresentados na Tabela 1. Os ensaios demonstraram uma grande diferença nos valores de resistência a tração na ruptura e modulo de elasticidade, comparando as fibras que receberam o tratamento alcalino com a fibra *in natura*. Um fator importante foi a consideração da seção transversal da fibra como uma circunferência regular, desprezando a irregularidade natural existe na extensão da fibra (Martins, 2001 e Litaff, 2023).

Tabela 1 - Resultado do ensaio de tração fibra de sisal

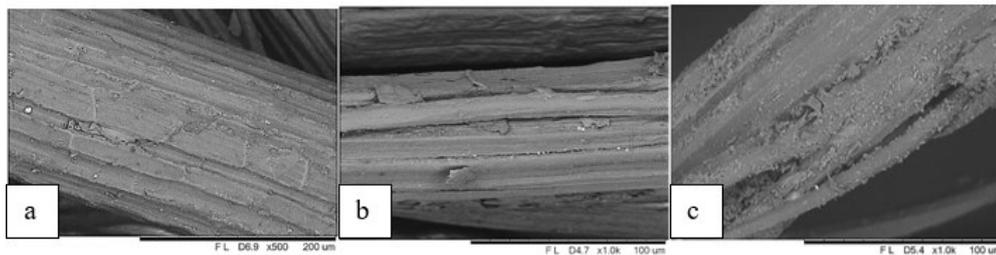
<b>Material</b>	<b>σ (MPa)</b>	<b>E (GPa)</b>	<b>ε (%)</b>
Fibra in natura	987,44 ± 142,63	14,67 ± 2,9	6,61 ± 0,003
Fibra Al(OH) <sub>3</sub> 10%	402,63 ± 135,25	5,64 ± 2,25	6,55 ± 0,012
Fibra NaOH 10%	370,44 ± 39,28	5,63 ± 1,76	6,65 ± 0,024

Fonte: (Próprio autor)

O ensaio morfológico da fibra de sisal está ilustrado na Figura 3, a) fibra *in natura*, b) NaOH, c) Al(OH)<sub>3</sub> fica nítido a visualização de resíduos e impureza na extensão da fibra *in natura* além da presença de linhas transversais característico das células de

parênquima presente na folha de sisal em grande quantidade (Silva, 2018). O tratamento com NaOH apresenta uma fibra com aspecto mais limpo e com maior rugosidade. O tratamento com  $\text{Al}(\text{OH})_3$  também apresenta uma superfície rugosa e com a deposição do  $\text{Al}(\text{OH})_3$  na extensão da fibra.

Figura 3 - Fibra de sisal a) in natura, b) NaOH, c)  $\text{Al}(\text{OH})_3$



Fonte: (Próprio autor)

## CONCLUSÕES

O tratamento com NaOH foi o que se mostrou mais eficaz, com o aumento do índice de cristalinidade, estabilização do teor de umidade com um desvio médio pequeno de  $\pm 0,087$ , o ensaio morfológico apresentou uma superfície sem resíduos e com lamelas aumentando a rugosidade o que contribui para uma melhor adesão entre a fibra e matriz. Podemos observar que a relação índice de cristalinidade de uma fibra e a tensão de ruptura a tração não é tão direta, visto que os índices de tensão máxima e módulo de Young diminuíram após o tratamento.

O tratamento utilizando  $\text{Al}(\text{OH})_3$  não foi observado impacto no índice de cristalinidade e no teor de umidade, como já era previsto foi identificado a deposição de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  na superfície da fibra, pelo fato de ser uma substância inorgânica com baixa solubilidade em água, pois o alumínio pertence à família IIIA da tabela periódica. Tal afirmação pode ser corroborada com o ensaio de DRX que apresenta maior amplitude no ângulo de difração do alumínio. De acordo com as informações acima é esperado que o compósito amplifique sua propriedade a supressão de fumaça e obtenha uma maior estabilidade térmica pela análise termogravimétrica (TGA).

## REFERÊNCIAS

ASTM D 3379-75, 1989. Tensile Strength and Young's Modulus for High-Modulus

Single-Filament Materials.

ALMEIDA, Érika Virginia Raphael de. **Valorização da celulose de sisal: uso na preparação de acetatos e de filmes de acetatos de celulose/celulose e quitosana/celulose.** 2009. 157 p. Tese Doutorado em Ciência (Físico-Química) – Universidade de São Paulo, 2010.

LITAIFF, Hannah Alagoas. **Influência da mercerização em fibras de malva nas propriedades físico-mecânicas de compósito à base de polipropileno.** 2023. 82 p. Tese Bacharel Engenharia de Materiais– Universidade Federal do Amazonas. 2023.

MARTINS, Maria Alice. **Fibra de sisal: mercerização, acetilação e aplicação em compósitos de borracha de pneu triturado.** 2001. 140 p. Tese Doutorado (Instituto de Química) – Universidade Estadual de Campinas, 2001.

MERLINI, Claudia. **Análise experimental de compósitos de poliuretano derivado de óleo de mamona e fibras de bananeira.** 2011. 102 p. Dissertação Mestrado (Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, 2011.

MOCHNACZ, Sandro. **Preparação e caracterização de fibras de sisal (agave sisalana) para utilização em compósitos poliméricos.** 2003. 102 p. Tese Mestrado (Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Federal do Paraná, 2003.

PACHECO, Marcos Fernando Molon. **Síntese e caracterização de elastômeros micro celulares de poliuretano.** 2006. 80 p. Dissertação Mestrado em Materiais – Universidade Caxias do sul, 2006.

PEREIRA, Maico Santana. **Preparação e caracterização de compósitos de fibras de curauá (ananas euructifolius) e poliuretano obtido a partir do óleo de mamona (ricinus communis).** 2015. 56 p. Tese Bacharel Engenharia Energia – Universidade de Brasília, 2015.

SILVA, Rosana Vilarim da. **Compósito de resina poliuretano derivada de óleo de mamona e fibras vegetais.** 2003. 156 p. Tese Doutorado em Ciências e Engenharia de Materiais – Universidade de São Paulo, 2003.

Silva, Zeusa Francisca Souza Da. **Processamento e caracterização de compósito de sisal e poliuretano derivado de óleo vegetal.** 2018. 79 p. Tese Mestrado em Engenharia – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2018.